



ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΙΩΑΝΝΙΝΩΝ  
ΑΝΟΙΚΤΑ ΑΚΑΔΗΜΑΪΚΑ ΜΑΘΗΜΑΤΑ



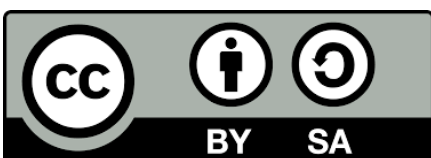
---

**Τίτλος Μαθήματος:** Εργαστήριο Υλικών ΙΙ (Κεραμικά & Σύνθετα Υλικά)  
**Ενότητα:** Μέθοδος Sol-Gel

**Διδάσκοντες:** Αναπλ. Καθ. Σ. Αγαθόπουλος, Καθ. Δ. Γουρνής, Καθ. Μ. Καρακασίδης

**Τμήμα:** Μηχανικών Επιστήμης Υλικών

---



Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

# ΑΣΚΗΣΗ-6- ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

## 1. ΣΚΟΠΟΣ

Σκοπός της άσκησης είναι η κατανόηση της μεθόδου sol-gel. Επιλέγεται η παρασκευή, δια δύο οδών, πηγμάτων  $\text{SiO}_2$ , οι ιδιότητές τους και η μελέτη της μετάβασής τους σε προϊόντα υψηλής καθαρότητας (εφόσον οι πρόδρομοι είναι αντίστοιχης καθαρότητας). Η παρασκευή θα γίνει με την μέθοδο sol-gel και η μελέτη της μετάβασης με τη μέθοδο DSC και φασματοσκοπία υπερύθρου. Ορισμένες ιδιότητες θα ελεγχθούν με ζυγίσεις συναρτήσει χρόνου και με εμποτισμό + DSC θερμιδομετρία.

## 2. ΟΡΓΑΝΑ-ΣΥΣΚΕΥΕΣ

Θα χρησιμοποιηθούν φούρνος ξηράνσεως χαμηλής θερμοκρασίας, φούρνος υψηλών θερμοκρασιών της εταιρείας NABER, όργανο διαφορικής θερμιδομετρίας σάρωσης DSC της εταιρείας SETARAM, οπτικό μικροσκόπιο της εταιρείας OPTTECH B4, το φασματόμετρο FT-IR της SHIMADZU και ένας αναλυτικός ζυγός με θάλαμο .

## 3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΠΟΡΕΙΑ

Για την παρασκευή των υπό εξέταση προϊόντων απαιτούνται:

α) *Αντιδραστήρια*: αλκοξείδιο του πυριτίου (TEOS), προπανόλη, απεσταγμένο νερό, υδροχλωρικό οξύ, υδρύαλος (χημικώς καθαρή ή αντίστοιχο βιομηχανικό προϊόν, αναλόγως διαθεσιμότητας), χλωριούχο κάλιο, νιτρικός άργυρος, pH-μετρικός χάρτης.

β) Μικροσυσκευές : θερμαινόμενος μαγνητικός αναδευτήρας, 2 ποτήρια ζέσεως 20ml, μαγνητικό ραβδί με επικάλυψη teflon, θερμόμετρο, σιφόνιο, χωνευτήρια πορσελάνης, πυριαντήριο, προχοΐδα, ζυγός με θάλαμο.

### Πορεία με υδρολύσιμο (TEOS) πρόδρομο

- Σε ένα ποτήρι ζέσεως αναμειγνύουμε ποσότητα TEOS 10ml με την αλκοόλη και νερό έτσι ώστε η αναλογία  $[\text{TEOS}]:[\text{αλκοόλη}]:[\text{H}_2\text{O}]:[\text{HCl}]$  να είναι 1:3:4:0.009. Το διάλυμα αναδεύεται ελέγχεται ως προς το pH (2-3) και θερμαίνεται στους  $50^\circ\text{C}$  έως ότου σχηματιστεί το gel. Το μεγαλύτερο μέρος από το στερεό που σχηματίζεται μεταφέρεται σε πυριαντήριο για ξήρανση 15-20min ( $90^\circ\text{C}$ ) (Δείγμα-2) εκτός μιας μικρής ποσότητας (Δείγμα-1) που θα χρησιμοποιηθεί για μέτρηση με το όργανο DSC.

- Μετρείται το διάγραμμα DSC του gel (Δείγμα-1) πριν την ξήρανση και θερμική του επεξεργασία.
- Το gel μετά την ξήρανση (Δείγμα-2) μετρείται στο φασματοόμετρο FT-IR με τη μέθοδο σκόνης KBr. Για το σκοπό αυτό παρασκευάζονται δισκία με τη γνωστή μέθοδο σε υδραυλική πρέσα.
- Ένα μέρος του gel τοποθετείται σε χωνευτήρι πορσελάνης και θερμαίνεται σε φούρνο στους 800°C (Δείγμα-3). Μετά μετρείται το φάσμα υπερύθρου του σε φασματοόμετρο FT-IR επίσης με τη μέθοδο σκόνης KBr.
- Το (Δείγμα-3) τοποθετείται στο οπτικό μικροσκόπιο (transmission mode) και λαμβάνεται μία εικόνα οπτικής μικροσκοπίας.

#### Πορεία με πρόδρομο υδρύαλο

10 ml *αραιωμένου* διαλύματος υδρύαλου (2:1 = ύδωρ: εμπορικό διάλυμα) ζυγίζονται και οξινίζονται υπό ισχυρή ανάδευση με συνεχή στάγδην προσθήκη, από προχοΐδα, διαλύματος υδροχλωρικού οξέος περιεκτικότητας της τάξεως του 6% (:καταγράφεται η ακριβής σύσταση) μέχρι ακαριαίου σχηματισμού πήγματος (Δείγμα 1), οπότε και ακινητοποιείται το μαγνητικό ραβδί. Καταγράφεται η ακριβής ποσότητα διαλύματος οξέος απαιτηθέντος για τον σχηματισμό πήγματος.

Το δείγμα 1, *γνωστής μάζας*, αφήνεται επί μία ώρα οπότε και καταγράφεται η αποβαλλόμενη λόγω συναιρέσεως, μάζα ύδατος συναρτήσει του χρόνου (τουλάχιστον 4 πειραματικά σημεία). Στην συνέχεια το δείγμα θραύεται, *χωρίς να πολτοποιηθεί*, με μεταλλική σπάτουλα και τοποθετείται σε ύαλο ωρολογίου, ενώ το μαγνητικό ραβδί αφαιρείται. Το δείγμα τοποθετείται σε φούρνο ξηράνσεως (~ 100°C) για 24 ώρες. Το λαμβανόμενο υλικό εκπλένεται πολλές φορές, έως ότου τα απόνερα της εκπλύσεως παύσουν να σχηματίζουν ίζημα (AgCl) κατά την επαφή με υδατικό διάλυμα AgNO<sub>3</sub>. Κατά την κρίση του επιβλέποντος το βήμα εκπλύσεων/AgNO<sub>3</sub> ελέγχου δυνατόν να παραληφθεί και τα πειράματα να συνεχιστούν με κατάλληλο εμπορικό δείγμα ή δείγμα παρασκευασθέν σε προηγούμενη άσκηση. Το δείγμα πυρώνεται στους 700°C για τριάντα λεπτά και λαμβάνεται το Δείγμα 2 που χωρίζεται σε δύο μέρη, 2α και 2β.

Το ξηρό Δείγμα 2α τοποθετείται σε ζυγό με ελεγχόμενη υγρασία επιτυγχανόμενη με υπέρκορο υδατικό διάλυμα KCl και παρακολουθείται η μεταβολή (αύξηση) βάρους του δείγματος. Η ρόφηση οδεύει ταχέως για μικρούς χρόνους (π.χ. έως και 1-2 ώρες), οπότε είναι απαραίτητη η συχνή (π.χ. ανά 10 λεπτά) λήψη μετρήσεων βάρους. Στην συνέχεια η ρόφηση υγρασίας ολοκληρώνεται βραδέως, οπότε αποτελούν ικανοποιητική ένδειξη της 'χωρητικότητας' του υλικού σε υγρασία, 1 ή 2 μετρήσεις βάρους σε 24-48 ώρες από την έναρξη του πειράματος. Χρησιμοποιήστε λογαριθμική κλίμακα χρόνου για την παρουσίαση των μετρήσεων σας.

Το ξηρό Δείγμα 2β εμποτίζεται με κατάλληλη οργανική ουσία σε υγρή μορφή, ψύχεται σε θερμοκρασία δωματίου ή ελαφρώς χαμηλότερη (π.χ. 0oC) και το προϊόν εισάγεται στο θερμιδόμετρο διαφορικής σαρώσεως. Σαρώνονται θερμοκρασίες έως τους 70°C με ρυθμό 5oC/min.

#### 4. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ-ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

- Α μέρος . Στην εργασία παρουσιάζονται:  
το θερμογράφημα DSC τα δύο φάσματα IR (στο ίδιο διάγραμμα με τη βοήθεια του προγράμματος Origin) και οι εικόνες του οπτικού μικροσκοπίου.
- Αναλύονται και σχολιάζονται τα διαγράμματα και φάσματα ανάλογα. Θα πρέπει να απαντηθούν οι παρακάτω ερωτήσεις:
- 
- 1. Που οφείλονται οι κορυφές στο διάγραμμα DSC και στα φάσματα IR;
- 2. Που οφείλονται οι μεταβολές ανάμεσα στα φάσματα IR;
- 3. Ποια είναι η μορφή και οι διαστάσεις των κομματιών του SiO<sub>2</sub> που παρασκευάστηκαν.

Β. Μέρος. Στην εργασία παρουσιάζονται: (α) η καμπύλη 'ύδωρ εκ συναιρέσεως [μάζα ανηγμένη ως προς την μάζα πήγματος] συναρτήσεως του χρόνου από την στιγμή σχηματισμού πήγματος', (β) η καμπύλη 'ανηγμένη ροφηθείσα μάζα ύδατος (αναγωγή ως προς μάζα για 'άπειρο' χρόνο ροφήσεως) συναρτήσεως του χρόνου (λογαριθμική κλίμακα)' και (γ) το θερμογράφημα DSC της διαδικασίας θερμοποροσιμετρίας. Τα λαμβανόμενα γραφήματα σχολιάζονται. Επίσης θα πρέπει να απαντηθεί η εξής ερώτηση: Ποιά είναι, προσεγγιστικά, η συγκέντρωση του αρχικού διαλύματος υδρυάλου σε ισοδύναμο Na<sub>2</sub>O, βάσει των πειραματικών δεδομένων σας για τις ποσότητες διαλύματος αραιωμένης υδρυάλου (: η

περιεκτικότητά της σε  $\text{Na}_2\text{O}$  και  $\text{SiO}_2$  να θεωρηθεί άγνωστη) και υδροχλωρικού οξέος. Η απάντησή σας πρέπει να αιτιολογηθεί βάσει του θεωρητικού μέρους και να συγκριθεί με την απάντηση βάσει των στοιχείων που δίνονται για τυπική σύσταση υδρυάλου.

**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα  
Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων**

**Τέλος Ενότητας**

# Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στα πλαίσια του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο τη αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



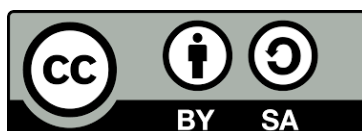
## Σημειώματα

### Σημείωμα Αναφοράς

Copyright Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, Διδάσκοντες: Αναπλ. Καθ. Σ. Αγαθόπουλος, Καθ. Δ. Γουρνής, Καθ. Μ. Καρακασίδης. «Εργαστήριο Υλικών ΙΙ (Κεραμικά & Σύνθετα Υλικά). Μέθοδος Sol-Gel». Έκδοση: 1.0. Ιωάννινα 2014. Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση: <http://ecourse.uoi.gr/course/view.php?id=1234>.

### Σημείωμα Αδειοδότησης

- Το παρόν υλικό διατίθεται με τους όρους της άδειας χρήσης Creative Commons Αναφορά Δημιουργού - Παρόμοια Διανομή, Διεθνής Έκδοση 4.0 [1] ή μεταγενέστερη.



[1] <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>.