

VPLIV RAZLIČNIH TOPIL NA LASTNOSTI SILICIJEVIH AEROGELOV

Avtorica: Mia Ratoša Rigler

Mentorica: Tanja Cvirn Pavlin
Somentorja: Dr. Ana Drinčić (KI) in
Doc. Dr. Ivan Jerman (KI)

Področje: kemija

Šola: Gimnazija Poljane

KAZALO

POVZETEK.....	4
ABSTRACT.....	4
1. UVOD.....	5
1.1 PROBLEM	5
1.2 HIPOTEZE.....	5
2. TEORETIČNI DEL	6
2.1 VRSTE AEROGELOV	6
2.2 UPORABA IN LASTNOSTI AEROGELOV	6
2.3 SPLOŠNA PRIPRAVA SILICIJEVIH AEROGELOV.....	6
2.3.1. SOL-GEL SINTEZA.....	7
2.3.2 STARANJE	7
2.3.3 SUŠENJE.....	8
2.4 SPLOŠNE LASTNOSTI SILICIJEVIH AEROGELOV IZ LITERATURE	8
3. EKSPERIMENTALNI DEL	9
3.1 PRIPRAVA GELA.....	9
3.2 STARANJE	9
3.3 SUŠENJE.....	10
3.4 ANALIZA	12
3.4.1 DOLOČANJE GOSTOTE.....	12
3.4.2 DOLOČANJE VPOJNOSTI.....	13
3.4.3. SEM MIKROSKOPIRANJE	13
4. REZULTATI	14
4.1 OPAŽANJA MED PRIPRAVO	14
4.2 GOSTOTA.....	14
4.3 IZGLED	14
4.3.1 BARVA	14
4.3.2 RAZPOKANOST	15
4.4 VELIKOST POR	15
4.5 VPOJNOST	16
5. RAZPRAVA.....	18
5.1 OPAŽANJA MED PRIPRAVO	18
5.2 GOSTOTA.....	19
5.3 IZGLED AEROGELOV	19
5.4 VELIKOST POR	19
5.5 VPOJNOST	20
6. ZAKLJUČEK.....	21

7. ZAHVALA	22
8. VIRI IN LITERATURA.....	23

KAZALO SLIK

Vse slike razen slika 7 so avtorske

<i>Slika 1: Sol-gel sinteza.....</i>	<i>7</i>
<i>Slika 2: Že staran etanolov gel.....</i>	<i>10</i>
<i>Slika 3: Že staran etanolov gel (drugi pogled).....</i>	<i>10</i>
<i>Slika 4: Etanolovi geli med staranjem v posodicah z molekulskimi siti.....</i>	<i>10</i>
<i>Slika 5: Reaktor za superkrično sušenje.....</i>	<i>11</i>
<i>Slika 6: Notranjost reaktorja.....</i>	<i>11</i>
<i>Slika 7: Graf superkričnega sušenja (14).....</i>	<i>11</i>
<i>Slika 8: Shema reaktorja za superkrično sušenje.....</i>	<i>12</i>
<i>Slika 9: Trije posušeni metanolovi aerogeli.....</i>	<i>14</i>
<i>Slika 10: Metanolov aerogel.....</i>	<i>15</i>
<i>Slika 11: Propanolov aerogel.....</i>	<i>15</i>
<i>Slika 12: Metanolov aerogel pod 60000x povečavo.....</i>	<i>15</i>
<i>Slika 13: Propanolov aerogel pod 60000x povečavo.....</i>	<i>15</i>
<i>Slika 14: Površina razdrobljenega metanolovega aerogela.....</i>	<i>16</i>
<i>Slika 15: Suh metanolov aerogel.....</i>	<i>17</i>
<i>Slika 16: Suh propanolov aerogel.....</i>	<i>17</i>
<i>Slika 17: propanolov aerogel (na levi) in metanolov aerogel (na desni) pri določanju vpojnosti.....</i>	<i>17</i>
<i>Slika 18: Propanolov aerogel v heksanu pri določanju vpojnosti.....</i>	<i>17</i>
<i>Slika 19: propanolov aerogel (na levi) in metanolov aerogel (na desni) pri določanju vpojnosti (drugi pogled).....</i>	<i>17</i>
<i>Slika 20: Geli med gelacijo, obkrožen je model, v katerem je gel.....</i>	<i>18</i>
<i>Slika 21: Geli med staranjem.....</i>	<i>19</i>

KAZALO TABEL

Tabela 1: Gostota aerogelov	14
Tabela 2: Vpojnost aerogelov v vodi.....	16
Tabela 3: Vpojnost aerogelov v heksanu	16

POVZETEK

Aerogeli so posebna vrsta materialov z zelo nenavadnimi, a uporabnimi lastnostmi. Prvič jih je izdelal Samuel Kistler leta 1930. Med aerogele uvrščamo cel spekter materialov, ki imajo zelo različne lastnosti. Definirani so kot trdni materiali z zelo nizko gostoto, ki jih dobimo tako, da iz gela odstranimo tekočo komponento. V tej raziskovalni nalogi sem preiskovala silicijeve aerogele. Tudi ta vrsta aerogelov je raznolika. Možno jih je pripraviti iz različnih virov silicija, z različnimi topili in katalizatorji, možni pa so tudi različni dodatki.

V tej nalogi sem preiskovala vpliv različnih topil (metanol, etanol in propan-1-ol) na lastnosti in izgled silicijevih aerogelov narejenih s tetrametilortosilikatom kot virom silicija, reakcije pa so bile katalizirane z amonijakom.

Glede na moje rezultate so se aerogeli, pripravljene z metanolom kot topilom, izkazali kot najboljše za pripravo, v izgledu in kompaktnosti, ne pa v sposobnosti absorpcije vode. Aerogeli, pripravljene s propan-1-olom, pa so najboljše absorbirali vodo. Žal aerogeli, pripravljene z etanolom, niso uspeli. Gostota aerogelov, pripravljene z metanolom in propan-1-olom, se praktično ni razlikovala.

ABSTRACT

Aerogels are a very special type of material with very unusual yet useful properties. They were first created by Samuel Kistler in 1930. Aerogels are not actually one type of material but encompass a wide range of different types, each with very different properties. They are defined as solid materials with very low density, which are obtained by removing the liquid component from a gel. In this research paper, I investigated silica aerogels. These, too, are not uniform. They can be prepared from various sources of silicon, with different solvents and catalysts, and various additives can also be used. In this paper, I investigated the effect of different solvents (methanol, ethanol, and propan-1-ol) on the properties and appearance of silica aerogels made with tetramethoxysilane as the silicon source, with reactions catalysed by ammonia.

According to my results, aerogels prepared with methanol were the most favourable in terms of appearance, compactness, and preparation, while those prepared with ethanol were unsuccessful. Propanol aerogels, however, absorbed water the best. The density of the aerogels made with methanol and propan-1-ol turned out to be almost the same.

1. UVOD

Te raziskovalne naloge sem se lotila, ker sem na platformi YouTube videla dva videoposnetka. Prvega sem našla na kanalu NileRed, in sicer njegov video z naslovom: *Making aerogel* in videoposnetek na kanalu Veritasium z naslovom: *Flamethrower vs Aerogel*¹. Ob gledanju teh posnetkov sem bila neverjetno fascinirana s tem materialom, zato sem se odločila, da ga še sama poskusim narediti. Takrat se mi je vse to zdelo veliko bolj preprosto, kot v resnici je. Zavedam se, da sem se lotila nečesa, kar presega moje srednješolsko znanje. A se mi kljub temu zdi prav, da sem naredila nekaj, kar me zanima in ne nekaj, kar je lahko.

Aerogeli so funkcionalni polimeri. To so materiali, ki imajo posebne ali nenavadne lastnosti. Te so lahko mehanske, optične ali električne in predstavljajo prednost teh materialov pred drugimi.

Aerogeli so izjemno lahki in porozni materiali, ki jih je leta 1930 izumil Samuel Kistler. Nastanejo tako, da najprej ustvarimo gel, nato pa odstranimo tekočo komponento iz gela, pri čemer ostane le trdna mreža, ki naj bi idealno obdržala svojo strukturo. Imajo zelo nizko gostoto, saj so sestavljeni pretežno iz zraka (kar do 99,8 %), in visoko specifično površino. Imajo nenavadno majhno maso na enoto prostornine in so zelo dobri izolatorji. Nekateri jih imenujejo tudi »zmrznjeni dim« ali »trdni dim« (1, 2, 5).

1.1 PROBLEM

Na lastnosti silicijevih aerogelov vpliva izbira topila, katalizatorja in silicijevega alkoksida. V tej nalogi se bom osredotočila na vpliv topil na lastnosti aerogelov. Uporabila bom tri različna topila in sicer metanol, etanol in propan-1-ol. Vse aerogele bom sintetizirala z tetrametilortosilikatom (TMOS-om) in s katalizatorjem amonijakom ($\text{NH}_3(\text{aq})$). Na koncu bom primerjala izgled (barva in prosojnost), gostoto, vpojnost in velikost por. Glede na literaturo predvidevam, da bo aerogel pripravljen z metanolom imel najboljše lastnosti. Torej bo najbolj prosojen, imel bo najmanjšo gostoto in največjo površino, bo najbolj vpojen in imel bo manjše pore (4).

1.2 HIPOTEZE

- Daljša kot je ogljikovodikova veriga v topilu, večjo gostoto bo imel pripravljen aerogel.
 - Največjo gostoto bo imel gel, pripravljen s propan-1-olom.
- Na lastnosti aerogela vpliva izbira topila.
 - Aerogel, pripravljen z metanolom, bo organoleptično bolj prosojen in imel manj razpok kot aerogela, pripravljena z etanolom oz. propan-1-olom.
- Daljša kot je ogljikovodikova veriga v topilu, večje bodo pore.
 - Največje pore bo imel aerogel, pripravljen iz propan-1-ola.
- Daljša kot je ogljikovodikova veriga v topilu, manjša bo vpojnost pripravljenega aerogela.
 - Najmanj vpojen bo aerogel, pripravljen s propan-1-olom.

¹ Povezavi do obeh posnetkov sta v virih pod številčkama 10 in 11.

2. TEORETIČNI DEL

2.1 VRSTE AEROGELOV

Aerogeli so raznolika skupina materialov. Narejeni so iz zelo različnih snovi npr. iz kovinskih oksidov, poznamo tudi silicijeve, organske in ogljikove aerogele ter druge. Vsaka vrsta ima svoj način priprave in specifične lastnosti.

Aerogeli iz kovinskih oksidov so pripravljani iz kovinskih alkoksidov² in topila, zanje pa je značilno, da so manj prosojni, barvni in nekateri imajo magnetne lastnosti. Naredili so jih že iz skoraj vseh kovinskih oksidov.

Organski aerogeli so vsi aerogeli, narejeni iz organskih polimerov. Tudi Samuel Kistler naj bi že delal z aerogeli iz želatine, lahko pa jih pripravimo iz mnogih drugih polimerov. Zanimivost teh je, da so tisti, ki imajo nizko gostoto, stisljivi (elastični).

Silicijevi aerogeli so najpogostejša vrsta aerogelov. Sintetiziramo jih na dva glavna načina in sicer s silicijevimi alkoksidi ali pa z natrijevim silikatom. Metoda priprave z alkoksidi je pogostejša in geli so stabilnejši in trši, natrijev silikat pa je sicer cenejši in manj strupen. (1, 3)

2.2 UPORABA IN LASTNOSTI AEROGELOV

Vsaka vrsta aerogela ima svoje specifične značilnosti in zato določeno uporabnost.

Uporablja jih NASA za izdelavo blaga za astronautske obleke (zaradi dobrih izolacijskih sposobnosti) in za pobiranje prahu iz Marsa (saj so nekateri aerogeli higroskopični, lahko so del hišne izolacije, uporabljajo se za shranjevanje stvari, ki morajo biti na hladnem/toplem in tudi za vpiranje odpadnih tekočin, npr. hidrofobne organske tekočine (saj so aerogeli lahko tudi hidrofobni). Zanimiva lastnost nekaterih silicijevih aerogelov je, da so prosojni. Zato in zaradi izolacijskih sposobnosti so jih predlagali za izdelavo oken na letalih. Aerogeli iz kovinskih oksidov se uporabljajo tudi kot katalizatorji za kemijske reakcije in lahko imajo magnetne lastnosti. Poleg različnih prednosti, pa imajo lahko tudi slabosti, med njimi je največja ovira krhkost.

Lastnosti in posledično uporaba so torej zelo raznolike in odvisne od snovi iz katerih delamo aerogel ter od načina priprave in dodatkov. (1, 2, 5)

2.3 SPLOŠNA PRIPRAVA SILICIJEVIH AEROGELOV

Vrsta aerogelov, na katero se bom osredotočila, so silicijevi aerogeli, ki so dokaj prosojni z rahlim svetlomodrim odtenkom. Silicijevi aerogeli so po navadi pripravljani iz silicijevih alkoksidov ali natrijevega silikata in vode, ki povzroči hidrolizo. Poznamo več vrst silicijevih alkoksidov, pri tej raziskovalni nalogi bom uporabljala tetrametilortosilikat ali TMOS. Iz TMOS-a glede na literaturo nastanejo najboljši aerogeli, njegov slabosti pa sta, da je zelo drag in zelo nevaren (v primeru kontakta z očesno sluznico lahko povzroča oslepitev). Iz TMOS-a nastanejo hidrofilni aerogeli, ki imajo po navadi večje pore. Poleg vira silicija in topila potrebujemo tudi katalizator, ki je kislina ali baza,³ in organsko topilo, npr. metanol, etanol ali aceton, ker TMOS sam po sebi ni topen v vodi.

Postopek priprave vključuje več korakov. Prvi korak je sol-gel sinteza, ki se zaključi z odstranitvijo tekoče komponente, ne da bi porušili trdno strukturo. (1, 2)

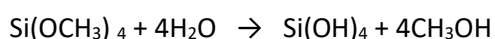
² Alkoksidi so konjugirane baze alkoholov, zato jih sestavlja organska skupina vezana na negativno nabit kisik. Splošno se jih piše kot RO⁻, pri čemer R označuje organsko skupino (6)

³ V solih kataliziranih z bazami so po navadi delci bolj enakomerni. (1)

2.3.1. SOL-GEL SINTEZA

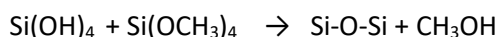
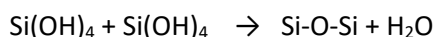
Prvi korak vključuje pripravo soli, kar je suspenzija delcev silicijevega dioksida v tekočini. Sol se nato s pomočjo kemičnih reakcij (hidrolize in kondenzacije) pretvori v gel, kar pomeni, da nastane tridimenzionalna mreža trdnega SiO₂, ki je napolnjena s tekočino (najpogosteje alkoholom ali vodo). Za pripravo aerogela iz silicijevega dioksida se običajno uporablja organski prekursor, kot je tetrametilortosilikat (TMOS, Si(OCH₃)₄). Namesto TMOS-a se lahko uporabi tudi natrijev silikat (vodno steklo) ali kak drug silicijev prekursor. V prvi fazi sinteze pride do hidrolize prekursorja pod vplivom bazičnega katalizatorja (NH₃) in prisotnosti vode. Pri tem poteka razgradnja alkoksidnih skupin (-OR, pri čemer R označuje R organsko skupino) na prekursorju.

Kemijska reakcija (hidroliza TMOS-a):



Po hidrolizi sledi kondenzacija silanolnih skupin, pri čemer nastajajo siloksanske vezi (Si-O-Si). Kondenzacija vodi do tvorbe tridimenzionalne mreže silicijevega dioksida, kar ustvarja gel.

Obstajata dve vrsti kondenzacijskih reakcij:



Med kondenzacijo nastaja mrežasta struktura silicijevega dioksida, ki vsebuje pore, napolnjene s topilom (npr. vodo ali alkoholom). Po določenem času nastane gel, kar pomeni, da se molekule povežejo v trdno mrežo, medtem ko ostane večina volumna še vedno tekočina.

2.3.2 STARANJE

Po tem, ko je gel pripravljen, mora biti »staran«. To naredimo tako, da gel pustimo v topilu, v



Slika 1: Sol-gel sinteza

katerem smo ga pripravili, lahko tudi teden dni, in isto topilo vmes menjamo. Zmes, v katerem gel staramo, lahko vsebuje tudi prej uporabljen silicijev aloksid ali katalizator, ki smo ga uporabili v pripravi gela in to ima v literaturi navedene pozitivne učinke na končen produkt. Geli se s staranjem do konca oblikujejo in postanejo bolj stabilni, saj se nadaljuje proces počasne kondenzacijske reakcije. (1, 3)

2.3.3 SUŠENJE

Ko so bili geli starani, jih je treba samo še posušiti. Posušimo jih lahko na več načinov, cilj sušenja je, da imamo na koncu kos aerogela. Običajno se to doseže s sušenjem v superkričnem stanju. To pomeni, da se topilo (običajno alkohol) segreje in pod visokim tlakom pretvori v superkrično stanje, kjer nima značilnosti ne tekočine ne plina. Ko se tekočina odstrani v tem stanju, se mreža ne skrči, in tako ostane struktura aerogela nedotaknjena. Superkrično sušenje se najpogosteje izvaja s superkričnim CO₂, ker je to lažje doseči in je manj nevarno kot alkoholno superkrično sušenje. Obstaja tudi postopek, imenovan ambientno sušenje, pri katerem se uporabijo posebni kemični postopki (imenovani silarizacija) za utrditev strukture gela, kar omogoča, da se gel suši pri sobni temperaturi, vendar ta metoda ne daje tako lahkih in poroznih aerogelov kot superkrično sušenje. Gelov pa v običajnih pogojih ne moremo sušiti na zraku zaradi površinske napetosti, ki bi povzročila razpoke. (1, 2)

2.4 SPLOŠNE LASTNOSTI SILICIJEVIH AEROGELOV IZ LITERATURE

Gostota: 0.003–0.35 g/cm³ (1)⁴

Notranja površina: 600–1000 m²/g (1,2)

Koeficient termalnega raztezka: 2.4×10^{-6} (1, 2)

Poroznost: 80–99.8 %

Srednji premer por: ~20 nm (2)

Izgled: transparentni z modrim odtenkom (1, 2)

⁴ Najbolj pogosta gostota je ~0.1 g/cm³

3. EKSPERIMENTALNI DEL

Del raziskovanja sem opravila v šolskem laboratoriju na Gimnaziji Poljane (priprava gelov, staranje gelov in karakterizacija), drugi del pa na Kemijskem Inštitutu (sušenje gelov in SEM mikroskopiranje).

Opomba: v nadaljnjem besedilu bom aerogele poimenovala kot metanolove, etanolove ali propanolove. S tem mislim na aerogele pripravljene z metanolom, aerogele pripravljene z etanolom in aerogele pripravljene s propan-1-olom, a bom zaradi krajšega zapisa uporabila prej navedeno poimenovanje.

3.1 PRIPRAVA GELA

Recept, ki sem mu sledila je objavil Michael Organ iz Univerze v Bath-u na spletni strani www.aerogel.org (10. 11. 2024).

Najprej sem pripravila katalizator, ki sem ga uporabila pri vseh treh vrstah aerogelov, raztopino amonijaka: 0,5 ml in 100 ml vode (0,4 molarna raztopina).

V prvo čašo sem nato zmešala 10 ml izbranega topila (metanol, etanol ali propan-1-ol) in 5,0 ml katalizatorja. V drugo čašo pa 10 ml istega topila kot v prvo čašo in 10 ml TMOS-a.

Vsebinsko čašo sem zlila skupaj v večjo čašo in mešala z avtomatskim mešalom vsaj 20 minut. Po tem sem vsebinsko zlila v modele in počakala, da se vsebina strdi. Pred tem sem v modele namazala malo silikonske paste, da sem lahko gele kasneje lažje odstranila iz modelčkov. Čas strjevanja oz. gelacije je bil različen pri vsaki vrsti topila. Geli z metanolom so se strdili po 20 min, z etanolom po 1 uri, s propan-1-olom pa po 1 uri in pol. Čas gelacije se meri kot funkcijo viskoznosti (1, 4). Jaz viskoznosti nisem merila, trdnost gelov sem preverila tako, da sem jih na rahlo potresla. Ko sem opazila nič ali minimalno valovanje na površini, sem jih prestavila iz modelov.

3.2 STARANJE

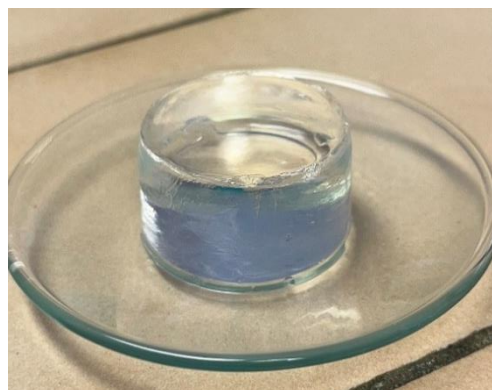
Potem ko so se geli strdili, sem jih iz modelčkov prestavila v čašo s topilom, iz katerega so bili pripravljene (torej metanolove aerogele sem dala v metanol ...), tako da so bili vsi kosi popolnoma prekriti s topilom. Na dnu čaš so bila molekulska sita⁵, ki absorbirajo vodo. Uporabila sem jih, ker je pomembno, da je v gelih čim manj vode. Čaše sem pokrila z urnim steklom.

Ker so vsa tri topila hlapna, sem topilo na dva dni zamenjala. V novo čašo sem nalila sveže topilo in gele ročno prestavila v novo čašo. Pri tem sem morala biti zelo previdna, saj so geli zelo krhki. Ta proces sem ponovila dvakrat. Torej po šestih dneh so bili geli pripravljene za sušenje.

⁵ Molekulska sita so materiali z enakomerno velikimi porami, ki so dovolj velike, da gredo lahko skozi njih manjše molekule kot je voda. Uporabila sem molekulska sita velikosti A3.



Slika 2: Že staran etanolov gel



Slika 3: Že staran etanolov gel (drugi pogled)



Slika 4: Etanolovi geli med staranjem v posodicah z molekulskimi siti

3.3 SUŠENJE

Gele je potrebno po staranju posušiti, torej odstraniti topilo. Gele sem najprej sušila na zraku, a so vsi razpokali in razpadli.

Staranje aerogelov je možno izvesti z ekstrakcijo topila. Da bi odstranili tekoče topilo iz gela, ne da bi pri tem porušili že obstoječo nanoporozno strukturo in s tem preprečili krčenje ter razpokanje gelov, je bil izveden proces sušenja s superkričnim CO₂. Proces sušenja s superkričnimi tekočinami je tehnika, ki premaga težave, s katerimi se srečujemo pri običajnih metodah sušenja, in omogoča ohranjanje visoke odprtosti por in vrhunskih teksturnih lastnosti mokrega gela v suhi obliki.

Postopek ekstrakcije alkoholnega topila iz aerogela s superkričnim CO₂ se mora izvajati pri pogojih nad binarno kritično krivuljo CO₂ in alkohola. Pri teh pogojih se CO₂ in topilo popolnoma mešata.

Najprej so bili mokri geli zaviti v aluminijevo folijo in nameščeni v reaktor (slika 6), skupaj s 50 ml alkohola, da bi preprečili izhlapevanje topila iz gela, preden pride v stik s superkrično atmosfero CO₂,

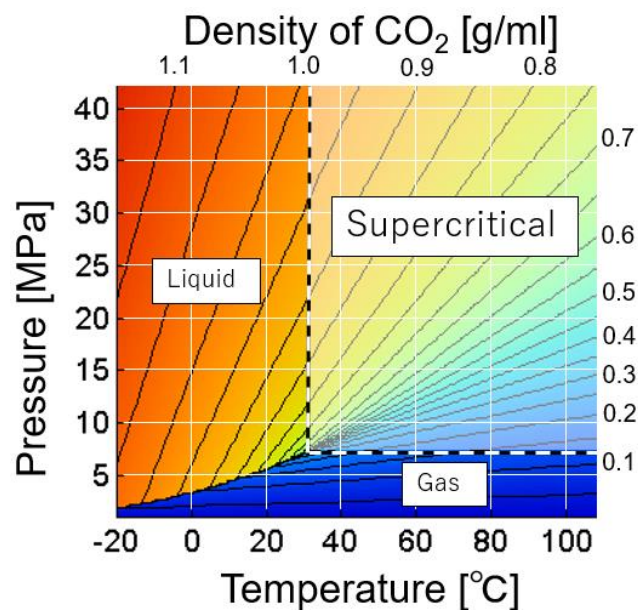


Slika 5: Reaktor za superkrično sušenje



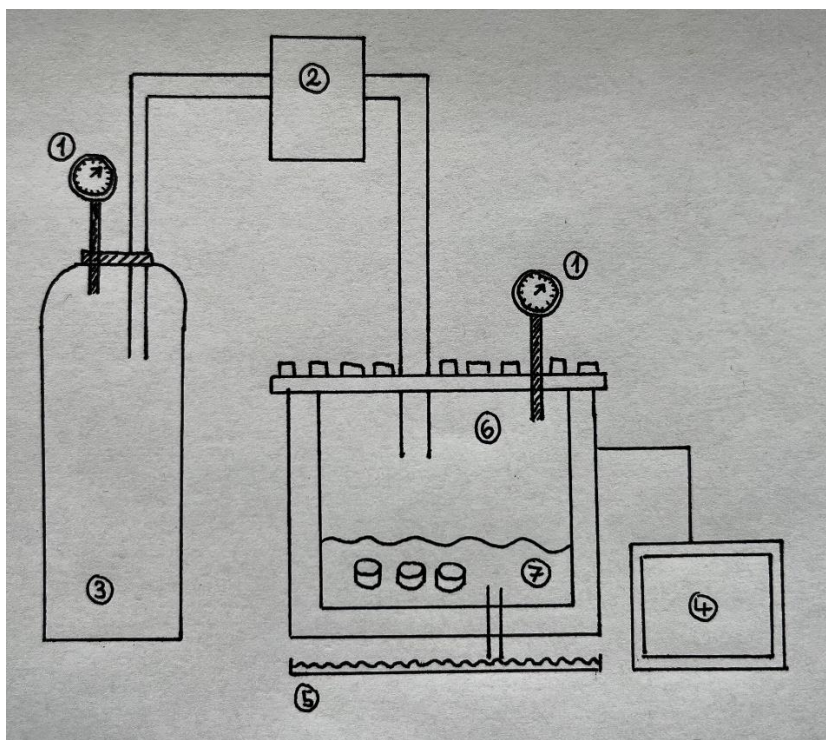
Slika 6: Notranjost reaktorja

in se tako izognili krčenju trdne snovi. Reaktor je bil zaprt in napolnjen s tekočim CO₂. Tekoči CO₂ v bistvu deluje kot topilo, ki lahko nadomesti tekočino v porah gela. Gel je bil več dni namočen v tekočem CO₂, pri čemer so vsakih 12 do 24 ur tekoči CO₂ zamenjali. Ko je bilo topilo v porah gela popolnoma zamenjano s tekočim CO₂, smo CO₂ segreli nad njegovo kritično temperaturo in tlak.



Slika 7: Graf superkričnega sušenja (14)

Za doseg te pogojev je bila temperatura v reaktorju 40 °C, tlak pa približno 80 bar⁶. S padcem gostote smo lahko preverili ali je CO₂ postal superkritičen. Po določenem času (1 do 4 ure) obdelave pod tokom superkritičnega CO₂ je bil sistem razbremenjen tlaka in aerogeli so bili pripravljeni za nadaljnjo analizo.



Slika 8: Shema reaktorja za superkritično sušenje

LEGENDA:

1. Merilnik za tlak in temperaturo
2. Mass flow in pumpa
3. Tekoč CO₂
4. Računalnik
5. Prostor za odtekanje topila
6. Reaktor
7. Topilo in vzorci v njem

3.4 ANALIZA

3.4.1 DOLOČANJE GOSTOTE

Za karakterizacijo silicijevih aerogelov poznamo dva pojma: »bulk« oz. nasipna gostota in »skeletal« oz. skeletna gostota. Nasipna gostota je gostota celotnega aerogela, skeletna pa samo delcev, ki gradijo aerogel (ta se določa bolj kompleksno) (1). Jaz sem določila samo nasipno gostoto po formuli: $\rho = m/V$, kjer je ρ gostota, m masa in V prostornina. Maso sem dobila tako da sem aerogele stehala na analitski tehtnici. Pripravljeni aerogeli so imeli glede na izbran model obliko valja.

⁶ Točen tlak in temperaturo smo računali s kalkulatorjem CO₂ (Peace software (13)).

Prostornino sem izračunala po formuli za prostornino valja: $V = \pi r^2 h$, kjer je V prostornina, r polmer osnovne ploskve in h višina valja. Dolžini polmera in premera sem izmerila z ravnilom.

3.4.2 DOLOČANJE VPOJNOSTI

Želela sem določiti vpojnost vode in heksana.

Vpojnost sem določila tako, da sem aerogeles, ki sem jih vse delala v modelu s prostornino 10 ml, potopila v 50 mL vode za 10 minut in nato stehala, koliko vode je še ostalo v čaši. Preostanek vode sem odštela od začetnih 50 mL in tako dobila količino vpite vode.

Ker nisem imela dovolj vzorcev sem postopek s heksanom ponovila le na enem vzorcu, ki je bil narejen s propan-1-olom. Enako kot prej sem vzorec za 10 minut potopila v 50 mL heksana, kar je 32,95 g (gostota heksana je $0.6606 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$) (8) in nato ostanek v čaši odštela od začetnih 50 mL. Heksan sem izbrala, ker je nepolaren za razliko od vode, ki je polarna molekula.

3.4.3. SEM MIKROSKOPIRANJE

Na SEM mikroskopu sem posnela nekaj slik, da bi lahko analizirala strukturo in poroznost vzorcev. SEM (vrstični elektronski mikroskop) deluje tako, da se vzorec obstreljuje z elektroni, ki pa se od njega odbijejo. Lahko se odbijejo kot sekundarni elektroni, X-žarki ... v specifične detektorje. Te informacije se nato s posebnimi računalniškimi programi uskladijo, kar nam dovoli, da v resničnem času vidimo sliko. (12)

SEM mikroskopi so primerni za slikanje površja (scanning), zato sem uporabila ta mikroskop.

4. REZULTATI

Aerogeli pripravljene z etanolom niso uspeli. Med sušenjem so se popolnoma razdrobili, saj so imeli že po staranju veliko razpok. Ko sem ponovno pripravila nekaj vzorcev z etanolom, sušenje ni bilo več mogoče. Še vedno pa bom primerjala aerogele, narejene iz metanola in propan-1-ola.

4.1 OPAŽANJA MED PRIPRAVO

Že med pripravo aerogelov z različnimi topili sem opazila razlike. Čas strejevanja oz. gelacije je bil različen pri vsaki vrsti topila. Geli z metanolom so se strdili po 20 minutah, z etanolom po 1 uri, s propan-1-olom pa po 1 uri in pol. Že strjeni geli so bili tudi različno razpokani, ko so se strdili. Najmanj so bili razpokani metanolovi geli, najbolj pa propan-1-olovi, zato sem morala biti pri prestavljanju in kakršnemu koli dotikanju gelov najbolj previdna z geli, pripravljenimi z propan-1-olom.

4.2 GOSTOTA

Tabela 1: Gostota aerogelov

VRSTA AEROGELA	GOSTOTA (g/cm ³)
METANOLOV AEROGEL	0,187
PROPAN-1-OLOV AEROGEL	0,181

4.3 IZGLED

4.3.1 BARVA

Aerogeli, pripravljene iz metanola, so bolj transparentni in imajo svetlejši modri odtenek. Aerogeli, pripravljene s propan-1-olom, imajo bolj belo barvo in so manj prosojni.



Slika 9: Trije posušeni metanolovi aerogeli

4.3.2 RAZPOKANOST

Aerogeli iz metanola so imeli manjše razpoke kot pa tisti, ki so bili pripravljene iz propanola. Prav tako so razpoke v propanolovih aerogelih globlje in bolj izstopajo.



Slika 10: Metanolov aerogel

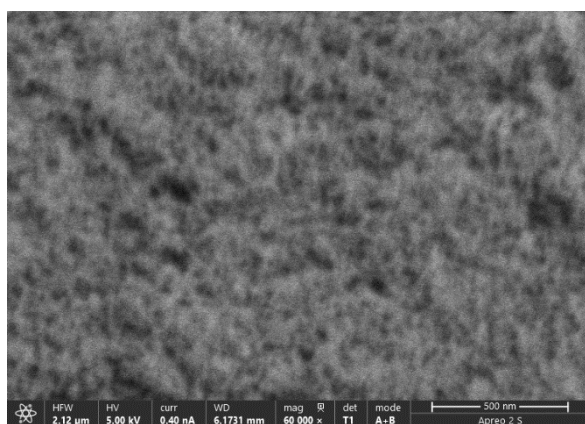


Slika 11: Propanolov aerogel

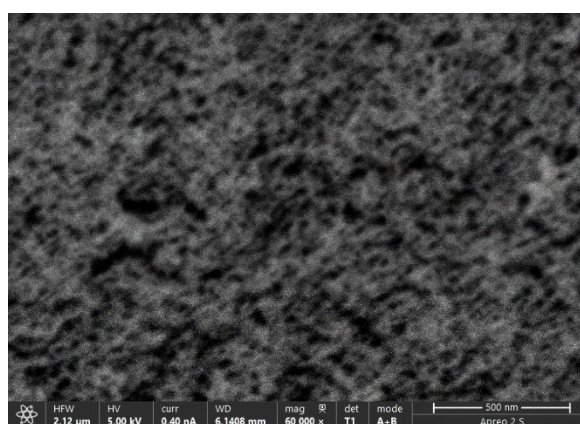
4.4 VELIKOST POR

Slike, ki sem jih dobila s pomočjo SEM mikroskopa, so sicer meglene, saj so aerogeli neprevodni in lahki materiali, s katerimi je težko posneti SEM slike. Težave so pojavile, ker se kosi aerogelov v nekaterih primerih niso lepili na »carbon tape«⁷. Vseeno pa so se našli nekateri dovolj dobri posnetki, s katerimi sem s pomočjo skale lahko ocenila velikost oziroma premer por.

	METANOLOV AEROGEL	PROPANOLOV AEROGEL
~ PREMER POR (nm)	33	66

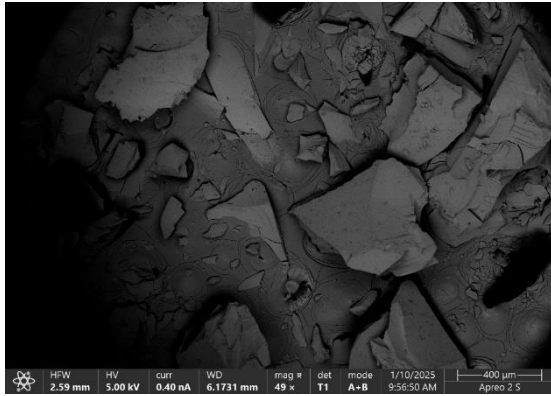


Slika 12: Metanolov aerogel pod 60000x povečavo



Slika 13: Propanolov aerogel pod 60000x povečavo

⁷ Carbon tape je lepilo, s katerim se vzorec prilepi na dno mikroskopa.



Slika 14: Površina razdrobljenega metanolovega aerogela

4.5 VPOJNOST

Tabela 2: Vpojnost aerogelov v vodi

TOPILO, S KATERIM JE NASTAL AEROGEL	MASA AEROGELA (g)	MASA ABSORBIRANE VODE (g)	MASA ABSORBIRANE VODE NA GRAM AEROGELA (g/g aerogela)
METANOL	1,445	2,396	1,411
ETANOL	/	/	/
PROPAN-1-OL 1	1,360	9,248	6,440
PROPAN-1-OL 2	1,441	9,581	6,385
PROPAN-1-OL 3	1,937	12,957	6,452

Povprečna vpojnost za aerogele pripravljene s propan-1-olom je 6,426 g/g .

Tabela 3: Vpojnost aerogelov v heksanu

VRSTA AEROGELA	MASA AEROGELA (g)	MASA ABSORBIRANEGA HEKSANA (g)	MASA ABSORBIRANEGA HEKSANA NA GRAM AEROGELA (g/g aerogela)
PROPAN-1-OL	1,207	4,301	3,564



Slika 15: Suh metanolov aerogel



Slika 16: Suh propanolov aerogel



Slika 17: propanolov aerogel (na levi) in metanolov aerogel (na desni) pri določanju vpojnosti



Slika 19: propanolov aerogel (na levi) in metanolov aerogel (na desni) pri določanju vpojnosti (drug pogled)



Slika 18: Propanolov aerogel v heksanu pri določanju vpojnosti

5. RAZPRAVA

5.1 OPAŽANJA MED PRIPRAVO

Med pripravo samih gelov sem opazila razlike v času strjevanja oziroma gelacije gelov. Geli pridobljeni z metanolom so se strjevali najmanj časa (20 minut), geli s propanolom pa vsaj 1 uro in pol. Razlika v strjevalnem času me je takrat presenetila, ker do takrat nisem našla podatka v literaturi, ki bi govoril o tem. Kasneje sem v članku z Univerze Claude Bernard v Lyonu (4) prebrala, da so opazili podobne rezultate kot jaz. Pri njih se je prav tako aerogel, pripravljen s propan-1-olom najdlje strjeval (70 ur), etanolni aerogel se je strjeval 6 ur, metanolni aerogel pa najmanj časa, 2 uri. Razlike med mojim in njihovimi gelacijskimi časi pa so verjetno zaradi velikosti modelov.

Razlike med gelacijskimi časi prepisujejo razlikam med funkcionalnimi skupinami, razvejanostjo, razlikam pri tvorjenju vodikovih vezi. Kot topila sem uporabila tri topila z isto funkcionalno skupino. Vsa topila so nerazvejana, zato je v mojem primeru glavni faktor le razlika v velikosti molekul. Manjše molekule se pri isti temperaturi gibljejo hitreje, kot večje molekule (9). Zato reakcija z metanolom poteče hitreje.



Slika 20: Geli med gelacijo – obkrožen je model, v katerem je gel

Ko so bili geli strjeni, so bili različno razpokani. Geli narejeni z metanolom so imeli najmanj razpok, etanolovi geli pa največ. Predvidela sem, da bodo metanolovi geli najmanj razpokani, saj je v literaturi navedeno, da imajo najbolj optimalne lastnosti, nikjer pa nisem zasledila opisa gelov pred sušenjem. Presenetilo me je, da so propanolovi geli imeli manj razpok kot etanolovi geli, zato sem pripravila še nekaj etanolovih gelov. Ti so imeli manj razpok, a jih takrat ni bilo več mogoče sušiti, zato nisem pridobila vseh rezultatov za gele pripravljene z etanolom.



Slika 21: Geli med staranjem

5.2 GOSTOTA

Moja hipoteza glede gostote aerogelov se glasi: **Daljša kot je ogljikovodikova veriga v topilu, večjo gostoto bo imel pripravljen aerogel. Največjo gostoto bo imel gel, pripravljen s propan-1-olom.**

Gostota aerogelov je po navadi med 0.03 in 0.35 g/cm^3 (2) najbolj pogosta gostota pa je $\sim 0.1 \text{ g/cm}^3$ (1). Gostoti, ki sem jih jaz izmerila sta $0,187 \text{ g/cm}^3$ za aerogel iz metanola in $0,181 \text{ g/cm}^3$ za aerogel iz propanola. Te dve gostoti sicer sodita v predviden interval, a sta si zelo podobni, skoraj enaki, in ne drži, da je propanolov aerogel bolj gost. Na Univerzi Claude Bernard v Lyonu (4) so za metanolove aerogele dobili gostoto 0.05 g/cm^3 za propanolove pa 0.073 g/cm^3 . Obe vrednosti sta veliko manjši od mojih. Morda je bila določevana druga vrsta gostote, saj sem jaz določevala nasipno gostoto, oni pa so morda z naprednejšimi metodami določevali skeletno gostoto.

5.3 IZGLED AEROGELOV

Moja hipoteza za izgled aerogelov je: **Na lastnosti aerogela vpliva izbira topila. Aerogel, pripravljen z metanolom, bo organoleptično bolj prosojen in imel manj razpok kot aerogela, pripravljena z etanolom oz. propan-1-olom.**

Ta hipoteza drži. Metanolovi aerogeli so bolj transparentni in imajo manj razpok. To potrjuje tudi literatura (4). Dodala bi še, da metanolovi geli izgledajo bolj kompaktno.

5.4 VELIKOST POR

Moja hipoteza za poroznost aerogelov je: **Daljša kot je ogljikovodikova veriga v topilu, večje bodo pore. Največje pore bo imel aerogel, pripravljen iz propan-1-ola.**

Pore v aerogelih naj bi merile med 5 in 100 nanometrov s povprečnim premerom med 20 in 40 nm. Njihova karakterizacija je precej zahtevna, ker so fraktalne narave in ker je zaradi njihove lahкости in posebnih lastnosti težko posneti sliko s SEM mikroskopom (1). Največja težava, ki smo jo opazili je v tem, da se ne lepijo na carbon tape in da niso prevodni. Obstajajo pa sicer druge, tudi manj destruktivne tehnike⁸, ki so veliko bolj kompleksne (1). Uspeli smo posneti nekaj SEM slik nastalih aerogelov in s tem oceniti premer njihovih por. Pri aerogelih narejenih z metanolom je to 33 nm pri teh narejenih s propanolom pa 66 nm, kar potrjuje hipotezo.

⁸ Ta tehnika je destruktivna, saj je potrebno aerogel zdrobiti, da bi se ga lahko opazovalo pod mikroskopom. Prav tako lahko pride do sprememb ob pridobivanju naboja v mikroskopu (1).

5.5 VPOJNOST

Moja hipoteza za vpojnost aerogelov je: **Daljša kot je ogljikovodikova veriga v topilu, manjša bo vpojnost pripravljenega aerogela. Najmanj vpojen bo aerogel pripravljen s propan-1-olom.**

Pri aerogelih je pomembna njihova struktura, ki je odprta, zato se lahko tekočine pretakajo iz pore v poro (1)

Izkazalo se je, da so aerogeli narejeni s propan-1-olom veliko bolj vpojni od tistih z metanolom in to 4.5-krat bolj vpojni. Pred poskusom sem predvidevala, da bodo bolj vpojni metanolovi aerogeli, saj naj bi imeli bolj pravilno strukturo, zdaj pa menim, da so propanolovi vseeno bolj vpojni zaradi večjega premera por. Na propanolovih aerogelih sem imela tudi priložnost poskusiti njihovo vpojnost nepolarnih topil (heksan) in ugotovila, da so približno enkrat manj vpojni v primerjavi z vpojnostjo za vodo. Ker sem imela premalo vzorcev metanolovih aerogelov, tega na žalost nisem mogla ponoviti pri tej vrsti. Na sploh sem pri tej točki imela težave, ker sem imela premalo vzorcev in eksperimenta nisem mogla ponoviti tolikokrat, kot bi si želela. Še ena pomanjkljivost te tehnike je, da je destruktivna in vzorec uniči.

Glavna težava pri mojem delu in komentar, ki bi ga rada dodala mojim rezultatom je, da bi morala pripraviti več vzorcev in z njimi večkrat ponoviti opažanja in vse poskuse.

6. ZAKLJUČEK

Dve hipotezi sta bili ovrženi, dve pa potrjeni. Ovrženi hipotezi sta hipoteza o gostoti aerogelov in o vpojnosti. Sprejeti pa sta hipoteza o izgledu aerogelov in velikosti por. Izkazalo se je, da so metanolovi aerogeli bolj kompaktni, imajo manj razpok, so organoleptično bolj prosojni in imajo manjši gelacijski čas. Prav tako imajo manjše pore, zato so verjetno manj vpojni za vodo. Aerogeli pripravljene s propan-1-olom imajo več razpok, so manj prosojni in imajo daljši gelacijski čas. Imajo večje pore, zato so verjetno bolj vpojni. Bili so približno enkrat bolj vpojni za vodo (polarna snov), kot za heksan (nepolarna snov).

Dodala bi še, da bi si vse poskuse želela opraviti večkrat in na več vzorcih, na žalost tega nisem uspela že zdaj, ker na Kemijskem inštitutu ni več reaktorja za superkrično sušenje. Z izidom raziskovalne naloge sem sicer zadovoljna, saj se je tema med samim delom izkazala za veliko bolj kompleksno in zahtevno, kot sem pričakovala.

7. ZAHVALA

Iskreno bi se rada zahvalila moji mentorici, profesorici kemije Tanji Cvirn Pavlin, ter somentorjema Dr. Ani Drinčič in Doc. Dr. Ivanu Jermanu, da so se tega lotili z mano, da so si vzeli čas, da so mi pomagali in me naučili mnogo stvari. Rada bi se zahvalila tudi profesorju slovenščine Vidu Skrbinšku za lekturo naloge.

Hvaležna sem za vse znanje, ki sem ga dobila med pripravo in pisanjem te naloge, za priložnost izdelave raziskovalne naloge na temo, ki me zanima.

8. VIRI IN LITERATURA

1. SILICA AEROGEL; SYNTHESIS, PROPERTIES, AND CHARACTERIZATION (A. SOLEIMANI, DORCHEH, M. H. ABBASI)
2. SILICA AEROGEL: SYNTHESIS AND APPLICATIONS (GORAV, JUNG, PARK, KANG, NADARGI)
3. AEROGEL.ORG; AEROGEL SYNTHESIS (MICHAEL GORGAN OF THE UNIVERSITY OF BATH): <https://www.aerogel.org/>
4. EFFECTS OF SOLVENTS AND CATALYSTS ON MONOLITHICITY AND PHYSICAL PROPERTIES OF SILICA AEROGEL (A. VENKATESWARA RAO IN DRUGI)
5. FUNKCIONALNI POLIMERI (IZR. PROF. DR. MIROSLAV HUSKIĆ)
6. WIKIPEDIJA: ALKOXIDES (10. 11. 2024): <https://en.wikipedia.org/wiki/Alkoxide>
7. WIKIPEDIJA: MOLECULAR SIEVE (10. 11. 2024) https://en.wikipedia.org/wiki/Molecular_sieve
8. WIKIPEDIJA: HEXANE (29. 12. 2024) <https://en.wikipedia.org/wiki/Hexane>
9. LIBRE TEXTS CHEMISTRY: MOLECULAR SPEED DISTRIBUTION (29. 12. 2024) https://chem.libretexts.org/Courses/City_College_of_San_Francisco/Chemistry_101A/Topic_C%3A_Gas_Laws_and_Kinetic_Molecular_Theory/05%3A_Gases/5.09%3A_Molecular_Speeds#:~:text=If%20the%20temperature%20is%20constant,mass%2C%20the%20faster%20the%20molecules.
10. MAKING AEROGEL (10. 11. 2024) <https://www.youtube.com/watch?v=Y0HfmYBIF8g>
11. FLAMETHROWER VS AEROGEL (10. 11. 2024) <https://www.youtube.com/watch?v=qnOoDE9rj6w>
12. NANOSCIENCE: INSTRUMENTS: SEM (27. 1. 2025) <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/>
13. PEACE SOFTWARE (27. 1. 2025) https://www.peacesoftware.de/einigewerte/wasser_dampf_e.html
14. SLIKA GRAFA ZA SUŠENJE S SUPERKRITIČNIM CO₂: https://www.itec-es.co.jp/en/efforts/pro_co2_00/