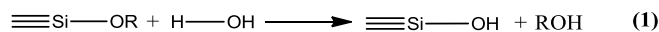


Синтез на хибридни материали по зол-гелен метод

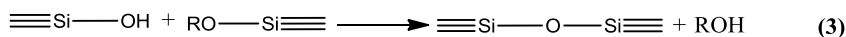
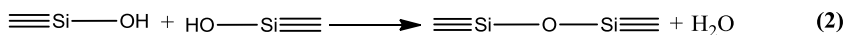
1. Зол-гелен синтез

Зол-гелния синтез се основава на полимеризацията на различни прекурсори от вида $M(OR)_n$ ($n \leq 4$), където $M = Si, Ti, Zr$ и др. Основните две реакции при зол-гелния синтез са хидролиза и поликондензация. Процесът най-общо може да бъде представен със следните реакции:

- хидролиза



- кондензация



където R е алкилов остатък.

При хидролиза алкоксидните групи се заместват с хидроксилни. Образува се силанолни групи ($Si-OH$), а при кондензация силоксанови връзки ($Si-O-Si$). Алкохолът ($R-OH$) е вторичен продукт от кондензационните процеси. Често кондензацията започва преди да е завършен етапът на хидролиза. Причина за това е взаимната неразтворимост между водата и алкоксисиланите. Алкохолът се явява техен взаимен разтворител и хомогенизиращ агент, а киселината (основата) катализатор на процеса. Получените материали формират $-Si-O-$ мрежа.

Основно предимство на зол-гел процесите е ниската температура на синтез и висока чистота на изходните материали, което позволява имобилизация на биоактивни молекули, както и възможността за получаване на частици и пори в наноразмери. Зол-гел материалите имат способност да запазват каталитичната активност на включените биомолекули и не предизвикват конформационни изменения. Материалите (носителите) получени по зол-гел са устойчиви, химически инертни, с висока фотохимична и термична стабилност, отлична оптична прозрачност при дължина на вълната над 250 nm (в случай, че това е изискването към крайния продукт) и търпят незначителни промени във водна среда и органични разтворители.

Свойствата на силикатната зол-гелната матрица като големина и разпределение на порите, специфична повърхност, пластичност и други могат да бъдат повлияни и предварително контролирани. Съотношението между силиций и вода и рН на средата са сред най-важните фактори за формиране на силициевите зол-гел материали. Тънки слоеве (с дебелина обикновено $< 1 \mu m$) се формират с помощта на техники за получаване на покрития: чрез центробежно отливане (*spin-coating*), потапяне (*dip-coating*) или разпръскване (*spray-coating*). Тънките силициеви покрития изискват малки количества прекурсор и като цяло са по-малко податливи на спукване, в сравнение с монолитни образци (особено когато са поставяни в течности).

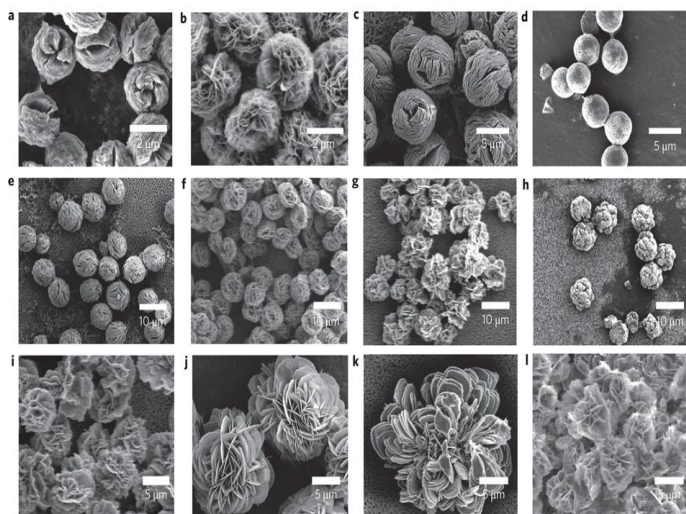
2. Хибридни материали

Наличието в природата на вещества, в състава на които са включени органични и неорганични компоненти, дава нова насока на зол-гелните технологии за създаване на органично/неорганични хибридни мембрани.

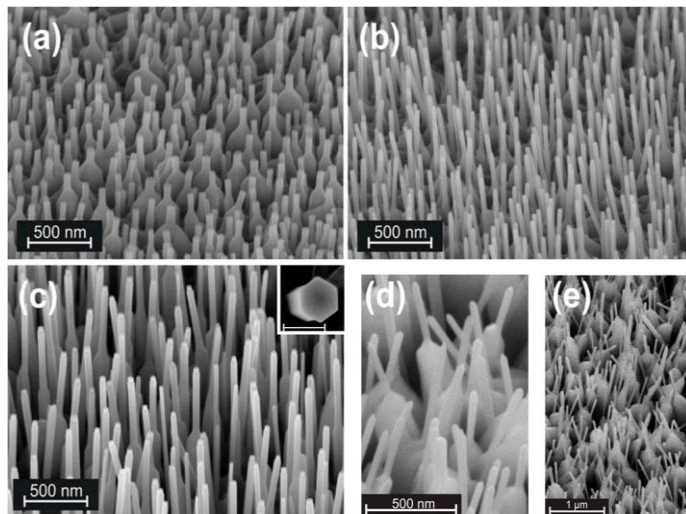
Пример за естествени хибридни материали са: кости, зъби, черупки на мекотели, перли, оризови люспи (пепелта от изгарянето им съдържа 50% SiO₂) и др.

Някои полимери като поли(етилен) оксид, хитозан, полихидрокси полимери и повърхностно активни вещества се включват в началната - зол фаза. Тези добавки ограничават свиването на матриците след изсушаването им – ефект, който обикновено се наблюдава при прехода ксерогел – гел.

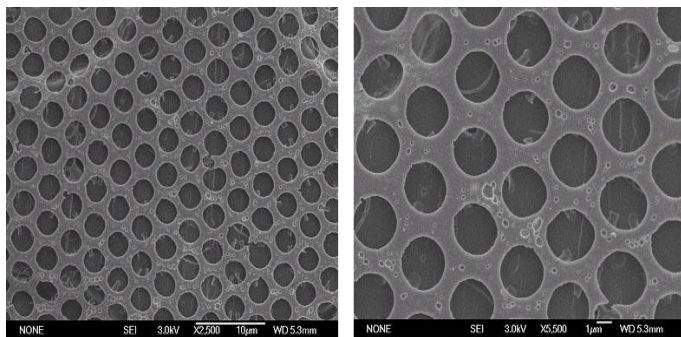
Най-често използваните прекурсори са тетраметокси силан (TMOS) и тетраетокси силан (TEOS). Допълнително, включването на органични компоненти позволява получаването на покрития, които се свързват стабилно към повърхността на електрода. Изследванията върху различни групи хибридни материали показват високо съдържание на хидроксилни групи и водородни връзки в тях, които формират взаимопроникваща мрежа. Това осигурява допълнително задържане на включените хибридна матрица молекули, което не се наблюдава при композитните материали.



SEM на Хибридни, протеин съдържащи „наноцветя“



SEM на наночастици на основата на ZnO получени по зол-гел методи



Тънки покрития с макро и мезо размерност на порите получени по зол-гелен метод.

Материалите получени по зол-гел намират приложение в оптиката, електрониката, енергетиката, околната среда, биология, медицина, например като мембрани и устройства за разделяне, функционални смарт покрития, гориво и слънчеви клетки, катализатори, датчици, биосензори и други.

3. Получаване на силициеви зол-гел хибридни материали

I група:

Реактиви:

- 3 ml TEOS (тетраетил ортосиликат);
- 4 ml етилов алкохол, 96 %;
- 2 ml вода;
- Предварително разтворена във водата кобалтов ацетат или друга сол
- 1 капка HCl, 37%;

В бехерова чашка се отпипетират 3 ml TEOS, 4 ml етилов алкохол и 2 ml вода. Всички компоненти се смесват на магнитна бъркалка при непрекъснато разбъркване. Последна се добавя 1 капка солна киселина, което води до изчезване на опалесценцията на разтвора. Разбъркването продължава 40 min. След изтичане на реакционното време, золът се излива в стъкло „Петри“ и се суши в сушилня при $t=40^{\circ}\text{C}$. След пълното изсушаване на пробата, получените стъкла се отделят самостоятелно от повърхността на петрито.

II група:

Реактиви:

За зол А

- 1,5 ml TEOS (тетраетил ортосиликат);
- 4 ml етилов алкохол, 96 %;
- 1 ml предварително разтворен в алкохол флуоресцин;
- 1 капка HCl, 37%;

За зол Б

- 2 g целулозен ацетат бутират;
- 20 ml хлороформ;

Зол А: В бехерова чашка се отпипетират 1,5 ml TEOS, 4 ml етилов алкохол и 1 ml предварително разтворен в алкохол флуоресцин. Всички компоненти се смесват на магнитна бъркалка при непрекъснато разбъркване. Последна се добавя 1 капка солна киселина, което води до изчезване на опалесценцията на разтвора. Разбъркването продължава 30 min.

Зол Б: В бехерава чашка се поставят 20 ml хлороформ. Постепенно на порции се добавя целулозното производно. Сместа се разбърква до пълното разтваряне на целулозното производно (до 30 min).

След изтичане на реакционното време, **зол А** се добавя на порции към **зол Б** при непрекъснато разбъркване още 20 min.

Реакционна смес на хибридният материал се излива в две стъкла „Петри“ и се суши в сушилня при $t=40^{\circ}\text{C}$. При необходимост полученият филм се отделя от повърхността на петрито чрез потапяне в дестилирана вода.