



Šolski center Celje
Srednja šola za kemijo,
elektrotehniko in računalništvo

RAZISKOVALNA NALOGA
OD ODPADKA DO NANOMATERIALA
KEMIJA

Avtor: Dominik Fendre, K-3.a

Mentor: Sebastian Klovar

Celje, marec 2018



Šolski center Celje
Srednja šola za kemijo,
elektrotehniko in računalništvo

RAZISKOVALNA NALOGA
OD ODPADKA DO NANOMATERIALA
KEMIJA

Avtor: Dominik Fendre, K-3.a

Mentor: Sebastian Klovar

Celje, marec 2018

Zahvala

Za uspešno izvedeno raziskovalno nalogo bi se rad zahvalil:

ge. Sabini Litera in ge. Aleksandri Mlakar za pomoč in asistenco pri eksperimentalnem delu v laboratoriju,

bratu Timoteju Fendretu za pomoč pri pisanju raziskovalne naloge,

ge. Valentini Hrastnik za lektoriranje raziskovalne naloge,

Šolskemu centru Celje za omogočanje izvedbe eksperimentalnega dela in izvajanje raziskovalne naloge,

posebej bi se rad zahvalil svojemu mentorju in razredniku g. Sebastianu Klovarju za pomoč pri delu v laboratoriju in pri izvajanju eksperimentov ter za nasvete, brez katerih ne bi zmoget narediti te naloge.

KAZALO VSEBINE

POVZETEK	6
1 UVOD	7
2 TEORETIČNE OSNOVE	8
2.1 SiO ₂ – silicijev dioksid	8
2.2 Nanodelci	9
2.2.1 Aerogel	9
2.3 Vodno steklo ali natrijev silikat (Na ₂ SiO ₃)	10
3 PRAKTIČNI DEL	11
3.1 Sinteza vodnega stekla ali natrijevega silikata (Na ₂ SiO ₃)	11
3.2 Dokazovanje pridobljenega vodnega stekla	15
3.3 Tvorjenje hidrogela iz vodnega stekla	17
3.4 Izpiranje in sušenje hidrogela	19
3.5 Drobljenje in mletje posušenega hidrogela	21
3.6 Testiranje termične izolativnosti nanodelcev	23
4 REZULTATI IN SPOZNAVANJA	25
5 VIRI SLIK	26
6 VIRI IN LITERATURA	26

Kazalo slik

Slika 2: Silikagel.....	8
Slika 1: Silicijev dioksid	8
Slika 3: Aerogel	10
Slika 4: Vodno steklo	11
Slika 5: Zmes pred žarjenjem.....	14
Slika 6: Regulator temperature žarilne peči	14
Slika 7: Žarilna peč	14
Slika 8: Zmes po žarjenju	14
Slika 9: Nučiranje raztopine.....	15
Slika 10: Raztopina vodnega stekla pred nučiranjem.....	15
Slika 11: Nastanek hidrogela	16
Slika 12: Aparatura za tvorjenje hidrogela	17
Slika 13: Trši hidrogel.....	18
Slika 14: Trši hidrogel.....	18
Slika 15: Mehkejši hidrogel.....	18
Slika 16: Mehkejši hidrogel.....	18
Slika 17: Kosi tršega hidrogela	20
Slika 18: Izpiranje mehkejšega hidrogela	20
Slika 19: Posušen trši hidrogel.....	20
Slika 20: Posušen mehkejši hidrogel	20
Slika 21: Stresalnik s siti.....	22
Slika 22: Drobljenje hidrogela	22
Slika 23: Termostatiranje epruvel.....	24

Kazalo tabel

Tabela 1: Inventar 3.1/1	12
Tabela 2: Kemikalije 3.1/1	12
Tabela 3: Inventar 3.1/2	13
Tabela 4: Kemikalije 3.1/2	13
Tabela 5: Inventar 3.2.....	16
Tabela 6: Kemikalije 3.2.....	16
Tabela 7: Inventar 3.3.....	18
Tabela 8: Kemikalije 3.3.....	19
Tabela 9: Inventar 3.4.....	21
Tabela 10: Kemikalije 3.4.....	21
Tabela 11: Inventar 3.5.....	22
Tabela 12: Termostatiranje epruvel.....	23
Tabela 13: Inventar 3.6.....	24

POVZETEK

Z raziskovalno nalogo želim predstaviti, kako je mogoče narediti nanodelce iz silicijevega dioksida s termično-izolativnimi lastnostmi. Prvotna surovina je bila kremenčev pesek, ki v večini vsebuje SiO_2 .

Iz kremenčevega peska sem naredil vodno steklo, iz tega sem pripravil hidrogel in ga posušil. Posušene nanodelce sem zdrobil in uprašil ter jih nanesel na vlažno akrilno barvo. Tako sem preveril termične izolativne lastnosti.

Ugotovil sem, da imajo nanodelci izolativne lastnosti, ki jih lahko izkoristimo v gradbeništvu.

1 UVOD

Z raziskovalno nalogo želim predstaviti postopek pridobivanja nanodelcev iz silicijevega dioksida s termično-izolativnimi lastnostmi.

Najprej sem se poglobil v znanje nanodelcev in ugotovil, da je izdelava precej draga, saj zahteva drago opremo in surovine za izdelavo. Sam sem poskušal razvit enostaven in ekonomičen postopek pridobivanja nanodelcev.

Naredil sem vodno steklo (Na_2SiO_3 – natrijev silikat) iz kremenčevega peska, iz tega pripravil hidrogel, ki sem ga posušil, zdrobil, uprašil ter nanesel na površino akrilne barve.

Zaradi nanopor, ki nastajajo pri počasnem staranju hidrogela, ima aerogel (sodobni material) super termično-izolativne lastnosti. Mene zanima, če lahko podoben material naredim v laboratoriju in če ima lahko takšen porozen material silicijevega dioksida kakšne uporabne lastnosti.

Hipoteza: Iz kremenčevega peska lahko naredimo nanodelce s termično-izolativnimi lastnostmi na enostaven in ekonomičen način.

Ključne besede: silicijev dioksid, hidrogel, izolativnost, nanodelci.

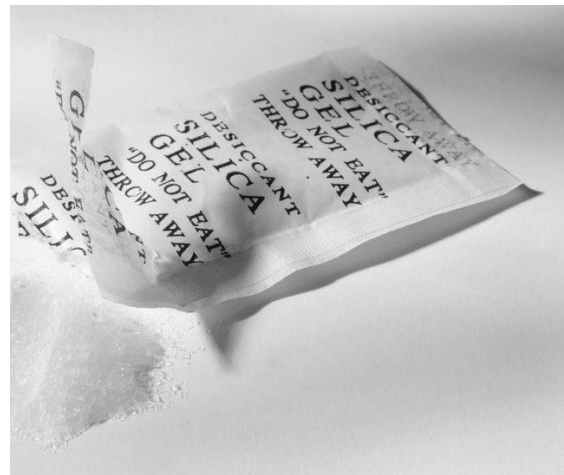
2 TEORETIČNE OSNOVE

2.1 SiO₂ – silicijev dioksid

Silicijev dioksid je naravna brezbarvna ali bela spojina, sestavljena iz enega atoma silicija in dveh atomov kisika. V naravi ga najdemo v mivki in kremenu, ki je najbolj razširjen mineral na Zemlji. Iz SiO₂ izdelujejo širok spekter izdelkov od stekla, silikagela, abrazivnih sredstev in aerogela. Steklo se v današnjem svetu uporablja vsepovsod od oken do kozarcev, silikagel se uporablja za sušenje in vezanje vlage iz proizvodov, aerogel pa je termično superizolativen material sestavljen iz poroznega silicijevega dioksida.



Slika 1: Silicijev dioksid



Slika 2: Silikagel

Molekulska masa znaša 60,09 g/mol, vrelišče je odvisno od notranje zgradbe (približno 3310°C), je netopen v vodi in kislinah (razen v fluorovodikovi kislini).

Vdihovanje finih delcev silicijevega dioksida v manjših količinah (0,1 mg/m³) po daljšem času lahko vodi do silikoze (poškodbe pljuč).

2.2 Nanodelci

Nanodelci so manjši od 100 nanometrov. Ker so tako majhni, jih s prostim očesom ne vidimo. Načeloma lahko vsako snov pripravimo v njeni nanostrukturni obliki, zato so najpogosteje v čisti obliki. Primeri nanodelcev so kovinski nanodelci (koloidno zlato, srebro...), nanodelci kovinskih oksidov (silicijev dioksid, titanov dioksid...), ogljikovi nanodelci (grafen, fuleren, nanocevi...) in polimeri.

2.2.1 Aerogel

Aerogeli so sodobni materiali, za katere je značilna edinstvena kombinacija zelo majhne gostote in visoke poroznosti (nanoporoznosti s premerom por pod 100 nm). Nanoporozna struktura omogoča aerogelom veliko notranjo specifično površino (okrog 900 m²/g).

Silicijev aerogel je anorganski material, kemično odporen in nevnetljiv. Tališče ima okrog 1200 °C. Izpostavljenost aerogelnemu prahu izsuši kožo, lahko draži očesno sluznico, vdihavanje prahu lahko sproži draženje zgornjih dihalnih poti, zato je pri delu z njim priporočljivo uporabljati zaščitno masko. Izjemne lastnosti silicijevega aerogela so posledica njegove izjemno visoke nanoporoznosti (80–99,8 %) in majhne gostote (3–350 kg/m³), ki je najmanjša med trdnimi materiali, ter velike notranje specifične površine (600–1000 m²/g). Silicijev aerogel ima najnižjo toplotno prevodnost med vsemi znanimi trdnimi materiali, in sicer tudi do približno 3 mW/mK pri atmosferskem tlaku. Silicijev aerogel vsebuje od 1 do 10 % trdnega silikata. Kondukcija silicijevega aerogela je zaradi majhnega deleža silikata in specifične mrežaste strukture zelo nizka. Konvekcijski prenos toplote (z gibanjem zraka) skozi aerogel je odvisen od volumna aerogela, ki ga tvorijo pore, zapolnjene z zrakom. Zaradi težkega pretoka zraka skozi pore je konvekcija zelo omejena. Silicijev aerogel ima ekstremno visoko razmerje med trdnostjo in maso. Zaradi nanoporozne strukture ima nizek modul elastičnosti, posledica tega sta krhkost in drobljivost.



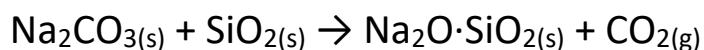
Slika 3: Aerogel

2.3 Vodno steklo ali natrijev silikat (Na_2SiO_3)

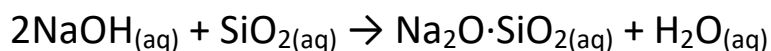
Vodno steklo ali natrijev silikat je zmes natrijevega oksida (Na_2O) in silicijevega dioksida (SiO_2).

Uporablja se v industriji kot vir natrija, lepilo, vezivo itd.

Vodno steklo izdelujejo že od 19. stoletja po istem postopku: taljenje natrijevega karbonata (Na_2CO_3) in kremenčevega peska (vir silicijevega dioksida) na temperaturi med 1000 in 1400°C , pri čemer nastane plin ogljikov dioksid (CO_2) in zmes natrijevega oksida in silicijevega oksida.



Drug, manj pogost, postopek pridobivanja vodnega stekla je z raztapljanjem silicijevega dioksida v koncentrirani raztopini natrijevega hidroksida (NaOH) pri visoki temperaturi in visokim tlakom.



Če raztopino vodnega stekla reagiramo s kislino (npr. žveplovo(VI) kislino), nastane pri tem sol kisline in SiO_2 ter voda, ki veže silicijev dioksid v hidrogel.





Slika 4: Vodno steklo

3 PRAKTIČNI DEL

V praktičnem delu je opisan postopek pridobivanja vodnega stekla, izdelava hidrogela iz natrijevega silikata, sušenje hidrogela, drobljenje in mletje silicijevega dioksida ter preizkus termične izolativnosti nanomaterialov.

3.1 Sinteza vodnega stekla ali natrijevega silikata (Na_2SiO_3)




Najprej sem raziskoval na internetu, kako bi lahko v laboratoriju pripravil vodno steklo iz kremenčevega peska, ki vsebuje silicijev dioksid. Ena od metod je bila raztapljanje kremenčevega peska v vroči koncentrirani raztopini natrijevega hidroksida ($\text{NaOH}_{(\text{aq})}$).

V 400 mL čašo sem natehtal 40,29 g NaOH in ga raztopil v 200 mL deionizirane vode ter dobro premešal. Raztapljanje NaOH je segrelo raztopino, potem sem dodal 30,11 g kremenčevega peska in segreval do vrenja. Po 30-ih minutah vrenja ni bilo opazne spremembe količine kremenčevega peska, opravil sem poskus s klorovodikovo kislino. 50 mL raztopine sem dodal 10 mL 10% HCl. Če bi pri segrevanju nastalo vodno steklo, bi pri reakciji s HCl nastal hidrogel, ker pa ni bilo spremembe, je to dokaz, da ni nastal natrijev silikat, zato sem moral izbrati drugačen pristop.

Tabela 1: Inventar 3.1/1

INVENTAR	KOLIČINA
Čaša, 400 mL	1
Čaša, 150 mL	1
Keramična mrežica	1
Trinožno stojalo	1
Steklena palčka	1
Kapalka	1

Tabela 2: Kemikalije 3.1/1

KEMIKA LIJE	KOLIČINA
NaOH_(s), natrijev hidroksid 	40,29 g
SiO_{2(s)}, kremenčev pesek	30,11 g
HCl_(aq), 10% klorovodikova kislina  	10 mL
deionizirana voda	200 mL

Drugi postopek je industrijsko pridobivanje suhega vodnega stekla, ki ga raztapljajo v vodi. Osnova je raztapljanje silicijevega dioksida (SiO₂) v staljenem natrijevem karbonatu (Na₂CO₃) pri 1000–1400 °C.

V 250 mL čašo sem natehtal 24,63 g kremenčevega peska in 43,46 g natrijevega karbonata po stehiometrijskem razmerju 1:1, zmes sem dobro homogeniziral in presipal v žarilni lonček.

Zmes sem segrela do 930 °C v žarilni peči in žaril na 950 °C 90 minut. Ko se je vse ohladilo, sem stehal produkt, katerega masa je bila 25,15 g. Ta suh produkt sem raztopil v 400 mL čaši v 300 mL deionizirane vode. Raztapljanje je segrelo raztopino. V raztopini je bilo nekaj bele netopne suspenzije, ki predstavljajo nečistoče v kremenčevem pesku. Suspenzijo sem prenučiral in na koncu dobil prozorno 7,74 % raztopino, za katero sem moral dokazati, da vsebuje vodno steklo.

Tabela 3: Inventar 3.1/2

INVENTAR	KOLIČINA
Čaša, 250 mL	1
Čaša, 400 mL	1
Precizna tehtnica	1
Žarilni lonček	1
Žarilna peč	1
Filter papir	1
Nuča	1

Tabela 4: Kemikalije 3.1/2

KEMIKALIJE	KOLIČINA
SiO _{2(s)} , kremenčev pesek	24,63 g
Na ₂ CO _{3(s)} , natrijev karbonat	43,46 g
deionizirana voda	300 mL



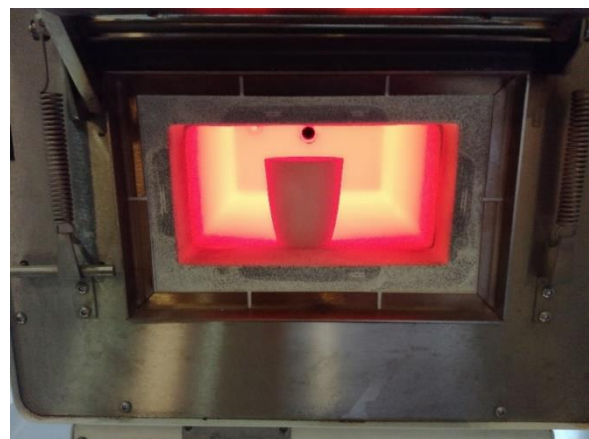
Slika 6: Regulator temperature žarilne peči



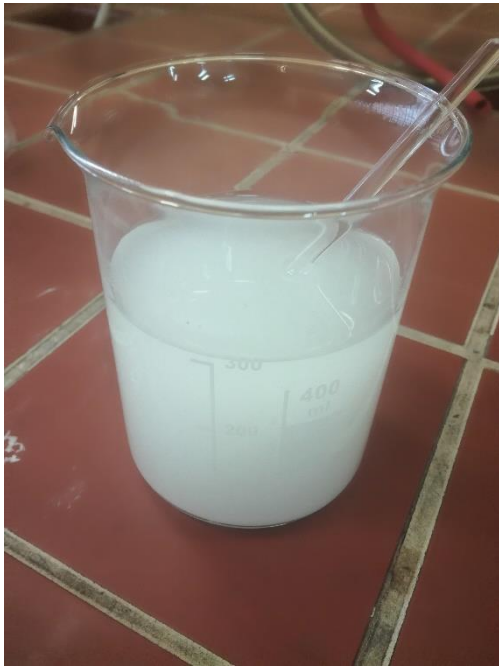
Slika 5: Zmes pred žarjenjem



Slika 8: Zmes po žarjenju



Slika 7: Žarilna peč



Slika 10: Raztopina vodnega stekla pred nučiranjem



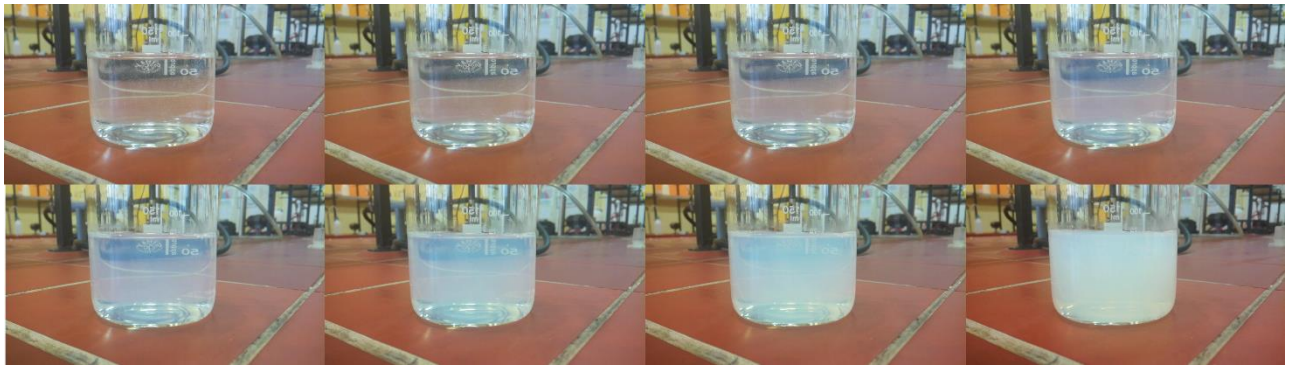
Slika 9: Nučiranje raztopine

3.2 Dokazovanje pridobljenega vodnega stekla

V pridobljeni raztopini sem moral dokazati vsebnost vodnega stekla. Pri reakciji med razredčeno raztopino vodnega stekla in kislino nastane hidrogel, ki je modrikasto-bele barve.

Vodno steklo sem dokazal tako, da sem v 150 mL čašo odmeril 50 mL pripravljene raztopine in ji dodal 25 mL 10 % klorovodikove kisline. Počasi je začel nastajati hidrogel in v 20 sekundah je bilo vodno steklo do konca gelirano.

S tem sem dokazal, da ni potrebno kupiti vodnega stekla, ker ga lahko sintetiziramo v laboratoriju.



Slika 11: Nastanek hidrogela

Tabela 5: Inventar 3.2

INVENTAR	KOLIČINA
Čaša, 150 mL	1
Kapalka	1

Tabela 6: Kemikalije 3.2

KEMIKALIJE	KOLIČINA
$\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{aq})$, 7,74% razt. vodnega stekla	50 mL
$\text{HCl}(\text{aq})$, 10% razt. klorovodikova kislina 	25 mL

3.3 Tvorjenje hidrogela iz vodnega stekla

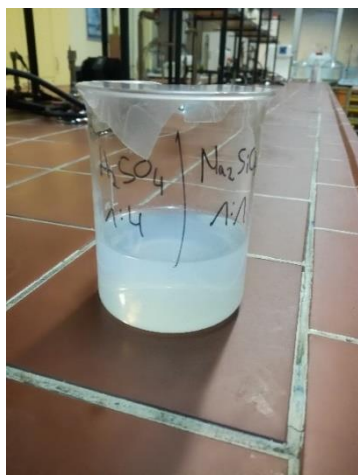
Za nastanek poroznega SiO₂ sem moral najprej pridobiti hidrogel. Naredil sem ga iz vodnega stekla in žveplove(VI) kisline. Za primerjavo sem uporabil 20,27% in 2,03% raztopino vodnega stekla.

Za sintezo hidrogela sem najprej sestavil aparaturo, ta je vsebovala 2 lij dokapalnika, povezana z Y-cevjo, ki je raztopino vodila v čašo. V enem liju dokapalniku je bilo 100 mL 20% H₂SO₄, v drugem pa 100 mL 2,03%. Oba lij dokapalnika sta po kapljicah spuščala raztopini, ti sta reagirali v Y-cevi in končali v čaši na elektromagnetnem mešalu. Enak postopek sem ponovil z 20,27% raztopino vodnega stekla, a so se zaradi višje koncentracije vodnega stekla začeli ustvarjati skupki trdega SiO₂ na gladini raztopine v čaši, zato sem moral to raztopino še prenučirati.

V obeh primerih sem opazoval nastanek hidrogela. Pri uporabi 20,27% raztopine vodnega stekla je trajalo 24 ur za nastanek hidrogela, pri uporabi 2,03% raztopini pa 1 teden; če se gel ustvarja počasneje, ima manjše pore in te vplivajo na izolativnost materiala. Zaradi razredčenosti vodnega stekla so bili v vodni raztopini majhni agregati gela, velikosti največ 1 cm.



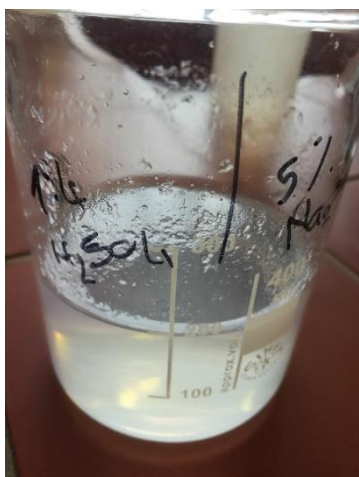
Slika 12: Aparatura za tvorjenje hidrogela



Slika 14: Trši hidrogel



Slika 13: Trši hidrogel



Slika 16: Mehkejši hidrogel




Slika 15: Mehkejši hidrogel

Tabela 7: Inventar 3.3

INVENTAR	KOLIČINA
Čaša, 400 mL	2
Laboratorijsko stojalo	1
Lij dokopalnik	2
Mufa	2
Okrogla prižema	2
Elektromagnetno mešalo + teflonski mešalček	1
Y-cev	1

Tabela 8: Kemikalije 3.3

KEMIKALIJE	KOLIČINA
$\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{aq})$, 20,27% razt. natrijevega silikata	100 mL
$\text{Na}_2\text{SiO}_3(\text{aq})$, 2,03% razt. natrijevega silikata	100 mL
$\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq})$, 20% razt. žveplovo(VI) kisline	2x 100 mL
	

3.4 Izpiranje in sušenje hidrogela

Oba hidrogela sem moral najprej izpirati z metanolom in deionizirano vodo, da sem odstranil soli, ki so nastale pri sintezi (Na_2SO_4 – natrijev sulfat(VI)), in odvečno žveplovo(VI) kislino, ki sem jo dodal v presežku.

Trši gel sem razdelil na 2-5 cm kose in jih v kristalizirki izpiral z metanolom in vodo po 20 minut; to sem ponovil še dvakrat.

Mehkejši gel, ki je v manjši obliki sem izpiral v filter papirju z deionizirano vodo.

Oba gela sem sušil v kristalizirkah v sušilniku najprej 4 ure pri 105 °C, nato še 3 ure pri 170 °C.

Po sušenju je trši gel postal bele barve, mehkejši gel pa je spremenil barvo iz brezbarvnega v rumeno-rjavkasto barvo.



Slika 17: Kosi tršega hidrogela



Slika 18: Izpiranje mehkejšega hidrogela



Slika 20: Posušen mehkejši hidrogel




Slika 19: Posušen trši hidrogel

Tabela 9: Inventar 3.4

INVENTAR	KOLIČINA
Kristalizirka Ø 95 mm	2
Laboratorijsko stojalo	1
Filtrirni obroč	1
Kvantitativni lij	1
Filter papir	1
Urno steklo	1
Čaša, 400 mL	1

Tabela 10: Kemikalije 3.4

KEMIKALIJE	KOLIČINA
Hidrogel SiO ₂ x 9H ₂ O	2x 200 mL
CH ₃ OH(l), metanol 	3x 100 mL
Deionizirana voda	5x 200 mL

3.5 Drobljenje in mletje posušenega hidrogela

Preden sem lahko nanodelce nanesel na akrilno barvo, sem moral zmanjšati površino delcev z drobljenjem, mletjem in sejanjem skozi različna sita.

Drobil in mlel sem v terilnici do konstantne velikosti vseh kristalov. Te drobne kristale sem nato stresal na sejalnem stresalniku po 10 min, odprtine na sitih so bile od največjega do najmanjšega 500 µm, 315 µm, 160 µm, 90 µm. Po 10-ih minutah sem zbral vse kristale, ki niso prešli skozi zadnje sito in jih dodatno drobil v terilnici ter ponovno stresal. To sem ponavljal,

dokler nisem dobil zadovoljive količine 8,96 g poroznega SiO₂ velikosti manjše od 90 μm. Tako sem zmanjšal površino posušenega tršega gela.

Enako sem ponovil za manjšanje površine posušenega mehkejšega gela, a se je zaradi drugačne strukture težje drobil, zato sem na koncu dobil 5,76 g poroznega SiO₂ velikosti manjše od 315 μm.

Tabela 11: Inventar 3.5

INVENTAR	KOLIČINA
Terilnica	1
Sita velikosti: 500 μm, 315 μm, 160 μm, 90 μm	1
Stresalnik	1
Čopič	1



Slika 22: Drobljenje hidrogela



Slika 21: Stresalnik s siti

3.6 Testiranje termične izolativnosti nanodelcev

Tem nanodelcem sem preveril termično izolativnost. To sem opravil tako, da sem najprej navadne steklene epruvete namočil v akrilno barvo, potem sem na vlažno barvo nanesele posušene nanodelce obeh gelov, kremenčevega peska in eno epruveto brez polnil.

Te epruvete sem sušil na 60 °C 4 ure. Po sušenju sem preveril izolativnost s poskusom: 20 min sem termostatiral deionizirano vodo na 22 °C, v vsako epruveto sem nalil 5 mL termostatirane vode in epruvete postavil v vodno kopel s temperaturo 45 °C, s termometri sem meril temperaturo vode v epruvetah.

Tabela 12: Termostatiranje epruvet

ČAS	NB	KP	TG	MG
0 min	22 °C	22 °C	22 °C	22 °C
1 min	38,7 °C	40,3 °C	36,1 °C	34,3 °C

LEGENDA POSIPOV EPRUVET:

- NB – navadna barva,
- KP – kremenčev pesek,
- TG – trši gel iz 20,27 % raztopine,
- MG – mehkejši gel iz 2,03 % raztopine.

Tabela 13: Inventar 3.6

INVENTAR	KOLIČINA
Laboratorijsko stojalo	2
Epruveta	4
Mufa	4
Filtrirni obroč	2
Oglata prižema	4
Alkoholni termometer	4
Kristalizirka	1



Slika 23: Termostatiranje epruvet

4 REZULTATI IN SPOZNANJA

Iz kremenčevega peska sem naredil vodno steklo, nato pridobil hidrogel, ki sem ga posušil in zdrobil ter preizkusil termično izolativnost nanomaterialov.

Do sedaj so silicijeve nanomateriale pridobivali iz organosilikatov s superkrično ekstrakcijo. Ker je tak način predrag, sem na ekonomičen način prišel do podobnih rezultatov.

Ugotovil sem, da dlje kot nastaja hidrogel, manjše so nanopore, ki vplivajo na termično izolativnost materiala.

Hipotezo, da je mogoče narediti nanomaterial iz kremenčevega peska, sem potrdil.

Lahko bi naročil silicijeve nanomateriale, ki so bili pridobljeni s klasično metodo in bi jih primerjal z mojimi vzorci nanodelcev ter z uporabo drugih analitskih postopkov v sodelovanju z drugimi raziskovalnimi inštitucijami, saj si šola ne more privoščiti tako dragih inštrumentov.

5 VIRI SLIK

<https://www.livestrong.com/article/520897-what-is-silicon-dioxide-in-supplements/> [25. 2. 2018]

<http://proluke.com/silica/> [25. 2. 2018]

<http://www.aerogel.org/?p=3> [25. 2. 2018]

<https://www.ceneje.si/lzdelek/1905046/orodje-in-stroji/dodatki-potrosni-material/ostali-dodatki/vodno-steklo-1-kg> [25. 2. 2018]

6 VIRI IN LITERATURA

<http://www.tekstilec.si/wp-content/uploads/2012/04/Silica-Aerogel-%E2%88%92-Thermal-Superinsulation-Material.pdf> [25. 2. 2018]

<https://www.britannica.com/science/water-glass> [25. 2. 2018]

http://m.chemicalbook.com/ProductCatalog_EN/1217.htm [25. 2. 2018]

http://www.mizs.gov.si/fileadmin/mizs.gov.si/pageuploads/podrocje/Strukturni_skladi/Gradiva/MUNUS2/MUNUS2_92Kemija_Nanodelci.pdf [25. 2. 2018]