

Studium mechanismu a produktů anorganických polykondenzačních reakcí

Bc. Antonín Filák

Diplomová práce
2011



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství ochrany živ. prostředí

akademický rok: 2010/2011

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Antonín FILÁK**

Osobní číslo: **T09631**

Studijní program: **N 2808 Chemie a technologie materiálů**

Studijní obor: **Inženýrství ochrany životního prostředí**

Téma práce: **Studium mechanismu a produktů anorganických polykondenzačních reakcí**

Zásady pro vypracování:

1. Zpracujte literární rešerši o anorganických polymeračních reakcích a o instrumentálních metodách analýzy anorganických polymerních materiálů.
2. Provedte experimentální studii výtěžnosti polykondenzační reakce, mezi křemičitanem a hlinitanem, za různých reakčních podmínek.
3. Provedte studii produktu výše uvedené chemické reakce pomocí zvolených instrumentálních metod.
4. Výsledky kriticky zhodnoťte a písemně zpracujte.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

Vedoucí diplomové práce:

doc. Ing. Vratislav Bednařík, Ph.D.

Ústav inženýrství ochrany živ. prostředí

Datum zadání diplomové práce:

14. února 2011

Termín odevzdání diplomové práce:

13. května 2011

Ve Zlíně dne 14. února 2011



doc. Ing. Petr Hlaváček, CSc.
děkan



doc. RNDr. Jan Růžička, Ph.D.
ředitel ústavu



Příjmení a jméno: Antonín Filák

Obor: IOZP

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užit své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považuji se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 20.5.2011


.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlázení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpirá-li autor takového díla udělit svolení bez vázného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá studiem závislosti doby zgelovatění na teplotě po přidavku vybraných draselných solí a následnou instrumentální analýzou vzniklých produktů. Těmito draselnými solemi jsou KCl, KBr, KI, K₂SO₄ a KNO₃. Použité instrumentální metody byly XRD, FTIR a SEM. Na základě měření bylo zjištěno, že přidavek draselných solí nemá statisticky významný vliv na dobu zgelovatění. Ze směrnic zlinearizovaných grafů závislosti doby zgelovatění na teplotě se jeví, že přidavek solí má mírný vliv na aktivační energii studované reakce. Z XRD, FTIR a SEM analýzy vyplynulo, že krystalická struktura, která vznikla polykondenzační reakcí, je phillipsit. Tato struktura nebyla prokázána u gelu s přidavkem K₂SO₄.

Klíčová slova: anorganická polykondenzace, doba zgelovatění, draselné soli, XRD, FTIR, SEM, phillipsit.

ABSTRACT

This thesis studied the gel point time depending on the temperature after addition of selected potassium salts and subsequent instrumental analysis of the resulting products. These potassium salts were KCl, KBr, KI, KNO₃ and K₂SO₄. Used instrumental methods were XRD, FTIR and SEM. Based on these measurements it was found, that the addition of potassium salt had no effect on gel point time. The guidelines of linearized graphs forms showed that the addition of salt had an affects to the activation energy. The XRD, FTIR and SEM analysis showed that the crystalline structure, which was prepared in polycondensation reaction, was phillipsit. This structure was not been demonstrated in a gel with the addition of K₂SO₄.

Keywords: inorganic polycondensation, gel point, potassium salts, XRD, FTIR, SEM, phillipsite

Na tomto místě bych chtěl poděkovat mému vedoucímu doc. Ing. Vratislavu Bednaříkovi, Ph.D. a konzultantovi Ing. Jaroslavu Melarovi za odborné vedení a cenné rady při realizaci mé diplomové práce. Dále bych chtěl poděkovat všem pracovníkům Ústavu inženýrství ochrany životního prostředí za ochotu a pomoc při provádění praktické části práce.

„ Žádný člověk nepřichází na svět hotový, v definitivně vykrystalizované podobě. Ve svém životě, ať už je jakýkoli, se pak neustále rozvíjí, nepřetržitě dotváří vlastní osobnost. “

VISARION GRIGORJEVIČ BĚLINSKIJ

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské/diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně

Podpis studenta

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POLYKONDENZACE	12
1.1 PRŮBĚH POLYKONDENZAČNÍCH REAKCÍ	12
1.2 VLIV STRUKTURY MONOMERU NA PRŮBĚH POLYKONDENZAČNÍ REAKCE	13
1.3 MECHANISMY POLYKONDENZACE.....	13
1.3.1 Adiční reakce	13
1.3.2 Kondenzační reakce	14
1.3.3 Koordinační polymerace	14
1.4 KINETIKA POLYKONDENZACE	15
1.4.1 Polymerační stupeň	15
1.4.1.1 Průměrný číselný polymerační stupeň	15
1.4.1.2 Průměrný hmotnostní polymerační stupeň	15
1.4.2 Rozsah reakce.....	16
1.5 ROVNOVÁHA U LINEÁRNÍ POLYKONDENZACE	16
1.6 DISTRIBUCE MOLEKULOVÉ HMOTNOSTI	17
1.7 PRAKTICKÉ PROVÁDĚNÍ POLYKONDENZACÍ.....	19
1.8 TROJROZMĚRNÉ POLYKONDENZACE.....	19
1.9 GELOVATĚNÍ A URČENÍ GELOVÉHO BODU.....	20
2 INSTRUMENTÁLNÍ METODY STANOVENÍ PRODUKTŮ ANORGANICKÝCH POLYKONDENZAČNÍCH REAKCÍ	21
2.1 INFRAČERVENÁ SPEKTROMETRIE	21
2.1.1 Vibrace a rotace molekul	21
2.1.2 Instrumentace	22
2.1.3 Nejčastější přípravy vzorků k analýze	23
2.1.4 Využití.....	23
2.2 RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA.....	24
2.2.1 Instrumentace	26
2.2.2 Využití.....	28
2.3 DALŠÍ INSTRUMENTÁLNÍ METODY, KTERÉ MOHOU BÝT POUŽITY K ANALÝZE PRODUKTŮ POLYKONDENZAČNÍCH REAKCÍ.....	28
2.3.1 Ramanova spektroskopie	28
2.3.2 Rentgenová fluorescenční analýza	28
2.3.3 Nukleární magnetická rezonance	28
II PRAKTICKÁ ČÁST	29
3 POUŽITÉ MATERIÁLY	30
4 POUŽITÉ PŘÍSTROJE	31
5 MĚŘENÍ DOBY ZGELOVATĚNÍ	32
6 MĚŘENÍ ZÁVISLOSTI DOBY ZGELOVATĚNÍ NA REAKČNÍ TEPLOTĚ PO PŘÍDAVKU DRASELNÝCH SOLÍ	33

6.1	NAVÁŽKY JEDNOTLIVÝCH SLOUČENIN PRO MĚŘENÍ ZÁVISTI DOBY ZGELOVATĚNÍ NA TEPLOTĚ ROZTOKŮ	34
7	PŘÍPRAVA VZORKŮ NA INSTRUMENTÁLNÍ ANALÝZY	38
7.1	PŘÍPRAVA VZORKŮ NA XRF ANALÝZU, FTIR ANALÝZU A ELEKTRONOVOU SKENOVACÍ MIKROSKOPII	38
III	VÝSLEDKY A DISKUZE	40
8	ZÁVISLOST DOBY ZGELOVATĚNÍ NA TEPLOTĚ PRO ROZTOK BEZ PŘÍDAVKU IONTŮ A S PŘÍDAVKEM IONTŮ	41
8.1	LINEARIZOVANÉ GRAFY ZÁVISLOSTI DOBY ZGELOVATĚNÍ NA TEPLOTĚ PRO $KAL(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS$ A $KAL(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS + DRASELNÉ$ SOLI	41
8.2	STATISTICKÉ ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT	45
9	VÝSLEDKY INSTRUMENTÁLNÍCH ANALÝZ.....	51
9.1	XRD ANALÝZA	51
9.2	FTIR ANALÝZA	54
9.3	ELEKTRONOVÁ SKENOVACÍ MIKROSKOPIE (SEM).....	59
	ZÁVĚR	64
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	65
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	70
	SEZNAM OBRÁZKŮ	71
	SEZNAM TABULEK.....	73
	SEZNAM PŘÍLOH.....	74

ÚVOD

V době, kdy pokrok je nedílnou součástí lidského života, kdy člověk musí objevovat a zkoumat stále nové a nové poznatky, kdy objevené se musí stále zdokonalovat a při tom klást velký důraz na co nejmenší náročnost chemických postupů v závislosti na co nejmenší produkci znečišťujících látek a co nejnižších nákladech, z těchto důvodů je nutné studovat mechanismy a produkty anorganických polykondenzačních reakcí, jelikož produkty těchto reakcí se stávají materiály budoucnosti.

Anorganické polymery jsou neorganické, nebo bez uhlíkaté polymery, které se skládají z opakujících se jednotek, které se lineárně, rovinně nebo prostorově rozvíjejí [1].

Produkty anorganických polykondenzačních reakcí byly použity již ve starověkém Egyptě na stavbu chrámů či hrobek, nebo jako cihly vyrobené z jílu a alkálie na stavbu chrámů v Sumerské říši. Nový směr studiu anorganických polykondenzačních reakcí dal 70. letech 20. století francouzský chemik Joseph Davidovits ve městě Saint Quentin, který pojmenoval produkt reakce přírodních hlinitokřemičitanů jako geopolymery. V současné době se tento název běžně používá [2, 3].

V současnosti směřují trendy ve vývoji materiálů připravených anorganickou polykondenzační reakcí ve směru nalézt co možná nestabilnější a nejodolnější produkt. Tento produkt by mohl časem nahradit mnohé stavební či konstrukční materiály. Z hlediska vlastností jsou tyto materiály odolné vůči vysokým teplotám, UV záření, inertní vůči kyselinám či zásadám a zároveň mohou sloužit jako antikoroziní materiál [3].

V této práci se budu zabývat studii polykondenzačních reakcí, mezi křemičitanem a hlinitanem, za různých reakčních podmínek a instrumentálními metodami analýzy nově vzniklých anorganických polymerních materiálů.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYKONDENZACE

Polykondenzace je reakce při, které dochází k reakci stejných nebo různých monomerů, které obsahují dvě nebo více reakčních funkčních skupin. V průběhu reakce vzniká polymer a nízkomolekulární produkt (např. voda, metanol, amoniak) [4, 5].

Polykondenzací troj- a vícefunkčních monomerů vznikají vždy vícerozměrné polymery. Probíhá-li polykondenzace dvojfunkčního monomeru v přítomnosti vícefunkčního, rozhoduje koncentrace tohoto monomeru o tom, zda vznikne sesíťovaná struktura nebo jen větvený polymer [6, 7].

1.1 Průběh polykondenzačních reakcí

Průběh polykondenzačních reakcí lze znázornit rovnicemi /1 - 4/ [8, 9]:



Kde: A, B jsou mery,

a,b jsou funkčními skupinami,

ab je nízkomolekulární produkt.

U polykondenzačních reakcí probíhají náhodné reakce mezi všemi funkčními skupinami. Tuto skutečnost znázorňují i rovnice /5, 6/ [9, 10].



Oba typy reakcí (viz rovnice /5, 6/) mají stejnou rychlostní konstantu. V průběhu reakce zreaguje většina monomeru. V reakční směsi jsou obsaženy i nízkomolekulární polymery, které mohou dále růst, pokud se polymerizace nezastaví nebo se nedospěje k hranici kondenzační reakce [10].

1.2 Vliv struktury monomeru na průběh polykondenzační reakce

Některé bifunkční monomery mohou reagovat intramolekulárně za vzniku cyklických sloučenin. Hlavním faktorem určujícím tvorbu cyklických nebo lineárních řetězců je velikost cyklu, který může za daných podmínek vzniknout. Pokud by kruh obsahoval méně než 5 atomů nebo více jak 7, produkt by byl s největší pravděpodobností lineární [11].

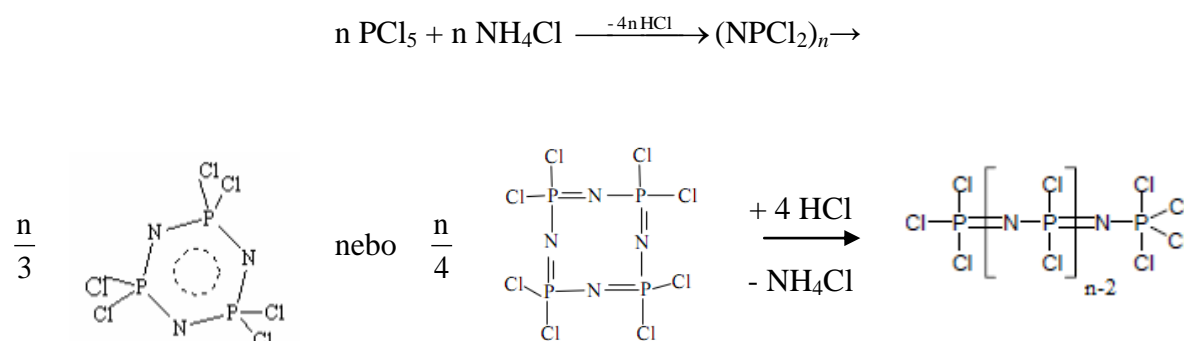
1.3 Mechanismy polykondenzace

Mechanismy polykondenzace lze rozdělit do 3 skupin: adiční, kondenzační a koordinační.

1.3.1 Adiční reakce

Při anorganických adičních polykondenzačních reakcích vznikají polymery, které často připomínají svými vlastnostmi typické vlastnosti organických polymerů (plastičnost, pružnost, ohebnost aj.). Tato skupina polymerů je velmi málo početná.

Mezi adiční anorganické polymery můžeme zahrnout polymerní nitridochlorid fosforečný $(\text{PNCl}_2)_n$. Adicí monomeru nejdříve vzniká nejméně trimerní radikálový řetězec. Není-li tento řetězec příliš dlouhý může dojít k zacyklení (viz **obr.1.**) Pokud budeme dlouhodobě zahřívat cyklické fosfazeny dojde k otevření kruhu a vzniknou vysokomolekulární řetězce, připomínající svými mechanickými vlastnostmi kaučuk [12 - 14].



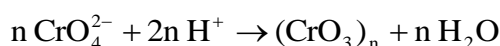
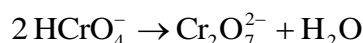
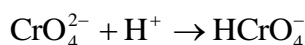
Obr. 1. Vznik cyklických fosfazenu s následným otevřením kruhu [12, 13]

1.3.2 Kondenzační reakce

Vyznačuje se tím, že při tvorbě polymeru dochází k eliminaci jednoduchých molekul, nejběžněji molekul vody. Tyto reakce lze z obecného hlediska pokládat za reakce acidobazické. Reakce se dají rozdělit na kationtovou nebo aniontovou kondenzaci [14].

Při kationtové kondenzaci vznikají různé typy hydroxokomplexů nebo oxohydroxokomplexů z hydratovaných kationtů Al^{3+} , Se^{3+} , In^{3+} , Bi^{3+} , Cr^{3+} , Fe^{3+} , Sn^{2+} , Th^{4+} , aj. Vytvářejí se tak polykondenzované kationty např. $[\text{Sn}_3(\text{OH})_4]^{2+}$, $[\text{Bi}_6\text{O}_4(\text{OH})_4]^{6+}$ aj. [14].

Při aniontovém polymeračním ději vznikají polykondenzované anionty, izopolykyseliny a heteropolykyseliny, nebo hydratované oxidy. Mezi tyto reakce patří děje v roztoku chromanu (viz obr. 2.) [14].

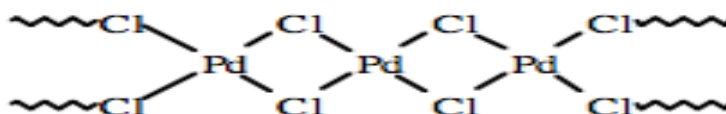


Obr. 2. Kondenzační reakce v roztoku chromanu [14]

S kondenzační polymerací neutrálních molekul se v anorganické chemii nesetkáváme tak často jako v organické. Technicky významná je například kondenzace organokřemičitých látek vedoucích ke vzniku silikonů [14].

1.3.3 Koordinační polymerace

Koordinační polymerací označujeme děj, při němž vzniká polymer obsahující kovové ionty s koordinovanými ligandy. Velkou schopnost vytvářet můstkové struktury mají např. halogenidové ionty. Při reakci mohou vznikat jak dimery, trimery tak i dlouhé řetězce (viz obr. 3) [14 - 16].



Obr. 3. Řetězec polymerního chloridu paladnatého [15, 16].

1.4 Kinetika polykondenzace

U polykondenzací je sledováno, z hlediska kinetiky, spotřeba monomeru (konverze) a rozsah polymerace. Konverze se dá definovat jako procentuelní přeměna monomeru na polymer po určité době polymerizace [11].

1.4.1 Polymerační stupeň

Polymerační stupeň vyjadřuje počet merů v polymerním řetězci [11].

1.4.1.1 Průměrný číselný polymerační stupeň

Průměrný číselný polymerační stupeň udává průměrný počet strukturních jednotek v molekule (viz rovnice /7/) [11].

$$\bar{P}_n = \frac{N_0}{N} \quad /7/$$

Kde: \bar{P}_n je průměrný číselný polymerační stupeň

N_0 je počet molekul na počátku reakci

N je celkový počet molekul reakce

Jelikož užitečné vlastnosti mají kondenzáty s molekulovou hmotností větší jak 5000-10000, proto je nutné znát změny \bar{P}_n s dobou polykondenzace nebo stupeň reakce [11].

1.4.1.2 Průměrný hmotnostní polymerační stupeň

Průměrný hmotnostní polymerační stupeň udává průměrnou molekulovou hmotnost strukturních jednotek v molekule (viz rovnice /8/) [11].

$$\bar{P}_w = \frac{M_P}{M_M} \quad /8/$$

Kde: \bar{P}_w je průměrný hmotnostní polymerační stupeň

M_p je průměrná molekulová hmotnost řetězců

M_m je molekulová hmotnost monomeru

1.4.2 Rozsah reakce

Rozsah reakce lze definovat jako zlomek funkčních skupin, které zreagovaly do doby odebrání vzorku. Hodnoty p se nacházejí v intervalu (0,1) (viz rovnice /9/) [11].

$$p = \frac{N_0 - N}{N_0} \quad /9/$$

Kde: p je rozsah reakce

N_0 je počet reaktivních skupin na počátku reakce

N je počet nezreagovaných skupin v čase t .

1.5 Rovnováha u lineární polykondenzace

Polykondenzace je rovnovážná reakce, pro kterou platí rovnice /10/ o koncentraci jednotlivých složek reakce [11].

$$K = \frac{[\text{zkondenzované fun. skupiny}] \cdot [\text{nízkomolekulární produkt}]}{[\text{fun. skupina 1}] \cdot [\text{fun. skupina 2}]} \quad /10/$$

Kde: K je rovnovážná konstanta

výrazy v hranatých závorkách jsou koncentrace jednotlivých složek polykondenzace.

Dosažitelný polymerační stupeň závisí na hodnotě rovnovážné konstanty a na obsahu nízkomolekulárního produktu v systému. Proto v důsledku vysoké výtěžnosti reakce musíme nízkomolekulární produkt u některých polykondenzačních reakcí odstraňovat [11].

1.6 Distribuce molekulové hmotnosti

Při polykondenzaci má každá nezreagovaná funkční skupina stejnou pravděpodobnost reakce, bez ohledu na délku řetězce v němž se nachází. V reakční směsi je v jakémkoli okamžiku široká distribuce molekulové hmotnosti [11, 17, 18].

Pravděpodobnost, že funkční skupina jednoho typu zreagovala, je rovna rozsahu reakce p (viz rovnice /9/). Naopak pravděpodobnost, že funkční skupina jednoho typu nezreagovala je $1 - p$. V molekule obsahující X merů musela reakce proběhnout $X-1$ krát. Jestli se tak stalo vyjadřuje pravděpodobnost p^{X-1} . Celková pravděpodobnost výskytu meru X je dána součinem výskytu $X - 1$ zreagovaných a 1 nezreagované funkční skupiny, což můžeme vyjádřit rovnicemi /11/ a /12/ [11, 17].

$$p^{(X-1)} \cdot (1-p) = \frac{N_X}{N} \quad /11/$$

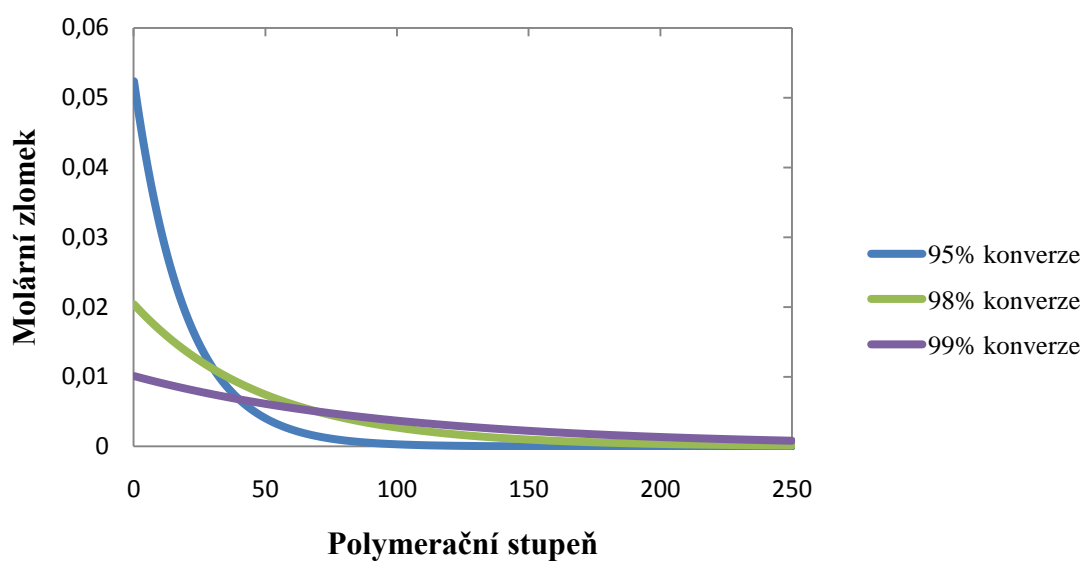
Kde: $\frac{N_X}{N}$ je molární zlomek, kde N_X je počet merů X a N je počet molekul

$$x \cdot p^{(X-1)} \cdot (1-p)^2 = \frac{M_X}{M_M} \quad /12/$$

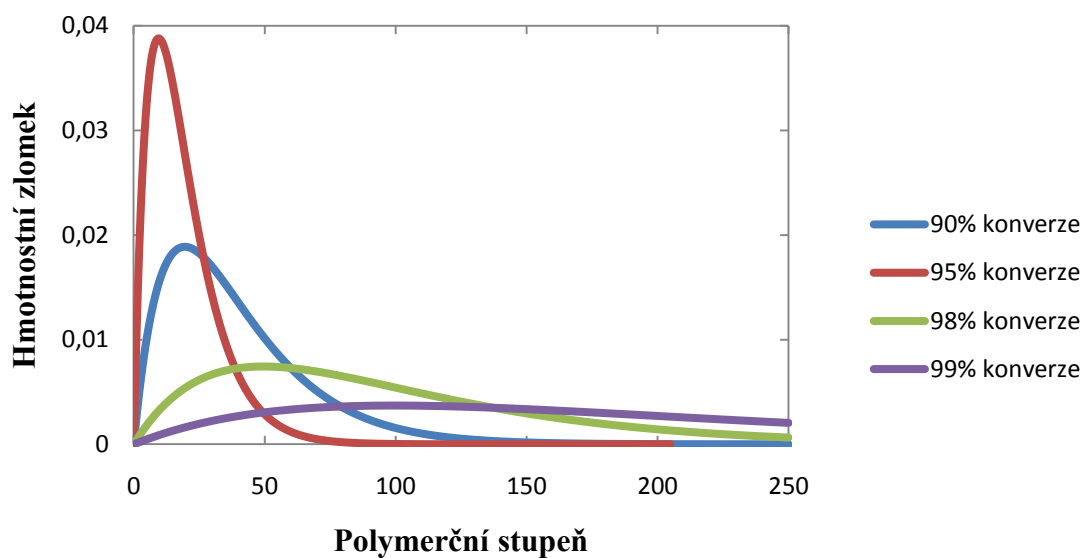
Kde: $\frac{M_X}{M_M}$ je hmotnostní zlomek, kde M_X je molekulová hmotnost meru X a M_M je mole-

kulová hmotnost monomeru

Jednotlivé distribuční funkce jsou vystihnuty na **obr. 4 a 5**.



Obr. 4. Číselná distribuční funkce molekulové hmotnosti [6].



Obr. 5. Hmotnostní distribuční funkce molekulové hmotnosti [6].

1.7 Praktické provádění polykondenzací

Při polykondenzaci chceme dosáhnout co nejvyšší molekulové hmotnosti, proto je třeba volit reakční podmínky tak, aby vedlejší reakce nesnižovaly konverzi. Polymeraci provádíme při vysoké koncentraci monomeru, tak aby bylo dosaženo co nejvyšší reakční rychlosti a zároveň se zamezilo tvorbě cyklů. Důležitou podmínkou je vysoká čistota monomerů a správný stechiometrický poměr [11].

Jelikož jsou polykondenzace rovnovážné reakce, je zapotřebí tuto rovnováhu posunovat směrem k produktům. Nejčastěji rovnováhu posunujeme odstraňováním nízkomolekulárního produktu, který vzniká při reakci [11].

Velké množství polykondenzačních reakcí probíhá velmi pomalu při nízkých teplotách. K dosažení vyšší rychlosti reakce je nutné teplotu výrazně zvýšit. Ovšem při vyšších teplotách může hrozit nebezpečí oxidační degradace, těkání složek a jiné problémy spojené s vysokou teplotou. Nejčastějším provedením polykondenzace je bloková. Vysokou molekulovou hmotnost a viskozitu taveniny se dosáhne až v konečné fázi polymerace [11].

1.8 Trojrozměrné polykondenzace

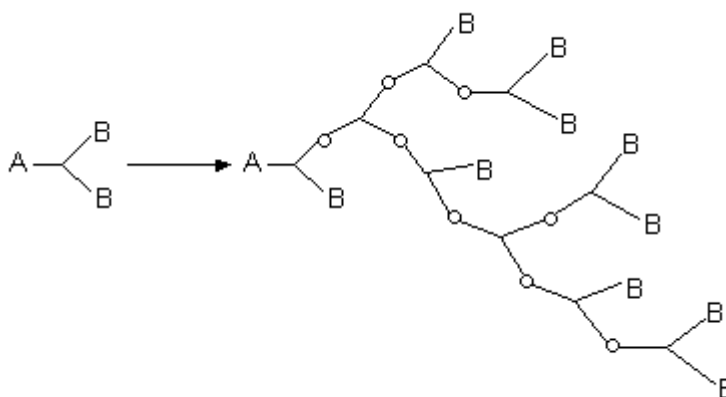
Trojrozměrné polykondenzační polymery vznikají při reakci monomeru, který obsahuje 3 nebo více funkčních skupin v molekule. Jejich struktura je mnohem složitější než u lineárních polymerů. Složitější je také pozorování samotné polymerace, vzhledem ke gelovatění. Gelovatění je tvorba sesíťovaného polymeru v reakční směsi. Náhlý výskyt gelovatění rozdělí směs na dvě části: gel (nerozpustný) a sol (rozpustný a extrahovatelný ze směsi) [19].

Pokud polymerace pokračuje i po dosažení gelového bodu, množství gelu se zvětšuje na úkol množství solu. Směs tak velmi rychle přechází z viskózní kapaliny na elastický materiál [19, 20].

Analýza trojrozměrné polykondenzace je možná na základě statistické analýzy při těchto zjednodušujících předpokladech: Všechny funkční skupiny jsou stejně reaktivní (nezávisle na prostředí) a všechny kondenzační reakce probíhají mezi funkčními skupinami různých molekul [20].

1.9 Gelovatění a určení gelového bodu

K tomu abychom mohli vypočítat okamžik, kdy dojde ke zgelovatění, je nutné zavést koeficient větvení α , což je pravděpodobnost, že daná funkční skupina v místě větvení (funkčnost vyšší jak 2), je spojena s jinou rozvětvenou jednotkou polymeru [20].



Obr. 6. Rozvětvená struktura polymeru [20].

Jestliže $\alpha < 0,5$ pak možnost, že každý řetězec povede k rozvětvené jednotce bude menší a možnost, že řetězec bude končit nezreagovanou bifunkční skupinou bude větší. To znamená, že síť nebude růst do nekonečna a všechny molekuly budou mít konečnou velikost .

Jestliže $\alpha > 0,5$ pak každý z řetězců má možnost vytvářet dva nové řetězce a tím i možnost vytvořit nekonečně velkou síť.

Jestliže $\alpha = 0,5$ což je kritická hodnota pro vznik nekonečné sítě v případě trojfunkčních rozvětvených jednotek. Obecně pak můžeme vyjádřit kritickou hodnotu jako: viz rovnice /13/ [20].

$$\alpha_k = \frac{1}{f-1} \quad /13/$$

Kde: f je funkčnost rozvětvených jednotek.

K dosažení kritického bodu zgelovatění, je třeba provádět reakci déle než teorie předpovídá. Teorie gelovatění vlivem tvorby nekonečné sítě je však experimentálně plně potvrzena [21].

2 INSTRUMENTÁLNÍ METODY STANOVENÍ PRODUKTŮ ANORGANICKÝCH POLYKONDENZAČNÍCH REAKCÍ

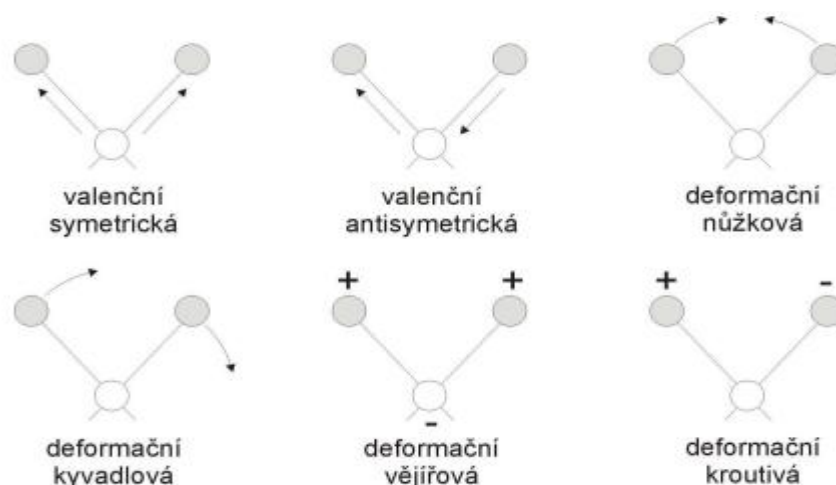
2.1 Infračervená spektrometrie

Je nedestruktivní metoda jejímž principem je absorpce infračerveného záření molekulami látek. Pokrývá část elektromagnetického spektra v intervalu mezi 0,78 a 1000 μm , což odpovídá rozsahu 10 – 12800 cm^{-1} . Celá oblast bývá rozdělena na blízkou (13000 - 4000 cm^{-1}), střední (4000 - 200 cm^{-1}) a vzdálenou infračervenou oblast (200 - 10 cm^{-1}), přičemž nejpoužívanější je střední oblast. Energie tohoto záření dostačuje na to, aby molekuly při absorpci změnily svůj vibrační nebo rotační stav. Tato změna se uskutečňuje pouze mezi dvěma stavy charakterizovanými různými vibračními či rotačními čísly.

Základní podmínkou infračervené spektroskopie je interakce molekuly s infračerveným zářením, kdy dochází ke změně dipólového momentu během rotačně vibračních změn v molekule [22 - 24].

2.1.1 Vibrace a rotace molekul

Vibrace molekul mohou být popsány jako změny délek či úhlů vazeb. Mění - li se při vibracích délky vazeb, jedná se o vibraci valenční (symetrická a antisymetrická). Dochází - li při vibracích ke změně úhlů, jedná se o deformační vibrace (rovinné a mimorovinné). Názvy jednotlivých deformačních vibrací byly zvoleny podle vibračního pohybu. Rozeznáváme rovinné deformační vibrace (nůžkové a kyvadlové), mimorovinné deformační vibrace (vějířové a kroutivé) (viz **obr. 7**). Frekvence valenčních vibrací je vyšší než frekvence odpovídající deformačním vibracím dané funkční skupiny (k natáhnutí vazby je třeba větší energie než na její ohnutí) [22, 25, 26].



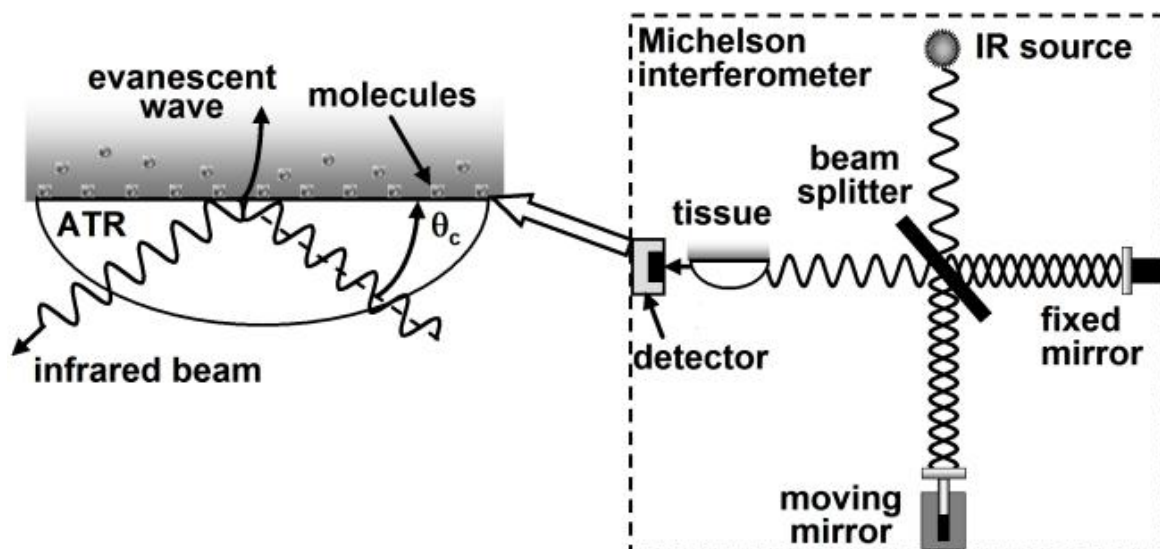
Obr. 7. Vibrační pohyby molekuly z pohledu klasické fyziky [27]

Vibrační pohyb si lze z klasické fyziky představit jako periodickou změnu mezijaderné vzdálenosti mezi atomy v molekule. Obecně n atomová molekula $3n$ stupňů volnosti; přičemž 3 jsou určeny pro translační pohyb těžiště molekuly ve směru os x , y a z , 3 jsou určeny pro popis jejího rotačního pohybu (dva v případě lineární molekuly) a zbývající stupně volnosti popisují vibrační stavy molekuly [22, 27].

Energie vibrací závisí na hmotnosti vázaných atomů a na pevnosti vazby [22].

2.1.2 Instrumentace

V současné době se nejčastěji používají infračervené spektrometry s Fourierovou transformací (FTIR) (viz **obr. 8**). Spektrometry FTIR používají tzv. Michelsonův interferometr, který na principu interference zesiluje nebo zeslabuje infračervené záření ze zdroje. První část paprsku, který dopadá na polopropustný splitter, se odráží na pevné zrcadlo, kde se opět odrazí a vrací se zpět ke splitteru. Druhá část paprsku prochází přes splitter a odráží se od pohyblivého zrcadla zpět ke splitteru, kde se setkává s první částí paprsku a interferuje s ní. Tento paprsek poté dopadá na měřený vzorek. Zpracovaný signál detektorem následně upraví počítač pomocí Fourierovi transformace na absorpční spektra [25, 28].



Obr. 8. FTIR spektrometr s Michelsonovým interferometrem [28]

2.1.3 Nejčastější přípravy vzorků k analýze

U kapalných vzorků se nejčastěji měření provádí v kyvetách určité tloušťce, které mají okénka z NaCl, KBr nebo dalších vhodných materiálů. U kapalných vzorků je nutné dodržet vhodné rozpouštědlo, lze použít aceton, cyklohexan aj [22].

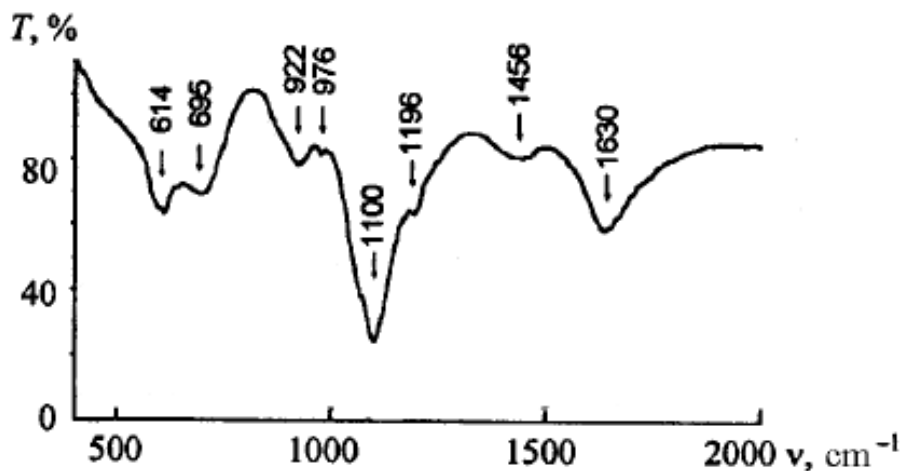
Pevné vzorky bývají mlety nebo drceny společně s KBr. Takto vzniklý prášek je slisován do tablety, která je následně podrobena analýze. Další možnou variantou je nujolová technika, při které je práškový vzorek homogenizován s malým množstvím parafinového oleje. Takto připravený vzorek je měřen mezi dvěma okénky z NaCl nebo KBr [22].

U plynných vzorků se substance měří na kyvetách s KBr nebo NaCl okénky [22].

2.1.4 Využití

Používá se v kvalitativní i kvantitativní analýze. Nejdůležitější je použití ve strukturní analýze, kdy z infračerveného spektra lze získat informace o funkčních skupinách v molekule i jejich uspořádání [22].

Výstup IR spektroskopie je zobrazen na obr. 9.

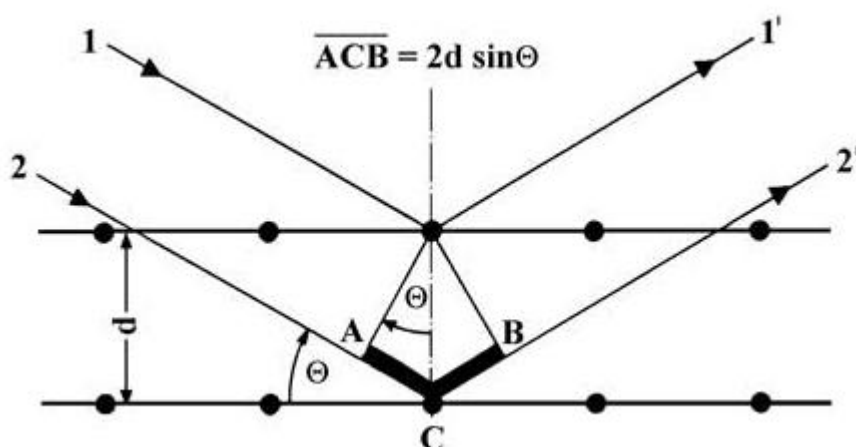


Obr. 9. IR spektrum $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ [29].

2.2 Rentgenová difrakční analýza

Rentgenová difrakční analýza (XRD) je jednou ze základních metod k určování struktury pevných látek. Každá krystalická látka se vyznačuje jedinečným difraktogramem, podle kterého ji můžeme identifikovat. Metoda XRD je založena na interakci rentgenového záření s elektrony atomů spočívající v pružném bezfotonovém rozptylu. Díky pravidelnému opakujícímu se uspořádání atomů v krystalické látce dochází po rozptylu a následné interferenci rentgenového záření, ke vzniku difrakčních maxim a minim, kdy jejich poloha, intenzita a tvar, závisí na druhu atomu a uspořádání v prostoru [30, 31].

Každá rovina krystalu rozptýlí jen malé množství záření, proto vyberme dvě libovolné paralelní roviny ve vzdálenosti d , od sebe, a nechme na tyto roviny dopadat svazek rovnoběžných rentgenových paprsků (viz obr. 10) [32].



Obr. 10. Braggův zákon [32]

Kde: d je mezivrstevná vzdálenost

Θ je úhel difrakce

$\angle ABC$ je fázový rozdíl mezi paprsky $11'$ a $22'$.

Fázový rozdíl plynoucí z obr. 10 (označený tučně) lze zapsat pomocí rovnice /14/ [32].

$$\angle AC' = d \cdot \sin \Theta \quad /14/$$

Jelikož se vzdálenosti $\angle AC'$ a $\angle CB'$ opakují a mají stejnou délku, pak můžeme rovnici /14/ upravit (viz rovnice /15/) [32].

$$\angle ACB' = 2d \cdot \sin \Theta \quad /15/$$

Pokud fázový rozdíl $\angle ABC'$ z rovnice /15/ celým násobkem vlnové délky, lze tento výraz nahradit $n \cdot \lambda$ následně dostáváme rovnici /16/ známou jako Braggovu rovnici [32].

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \Theta \quad /16/$$

Kde: n je 1, 2, 3,... (odrazové pořadí).

λ je vlnová délka

Braggova rovnice je považována za zjednodušenou verzi Scherrerovi rovnice /17/, která je v současnosti široce používána především v anorganické chemii pro výpočet velikosti částic u XRD analýzy [31].

$$\beta_{hkl} = 0,89 \frac{\lambda}{L_{hkl}} \cos \Theta \quad /17/$$

Kde: β_{hkl} je rozpětí difrakční linie měřené v polovině linie maximální intenzity

λ je vlnová délka rentgenového záření

L_{hkl} je velikost krystalu

Θ je difrakční úhel.

Braggův výraz β_{hkl} lze dále vyjádřit (viz rovnice /18/) [31].

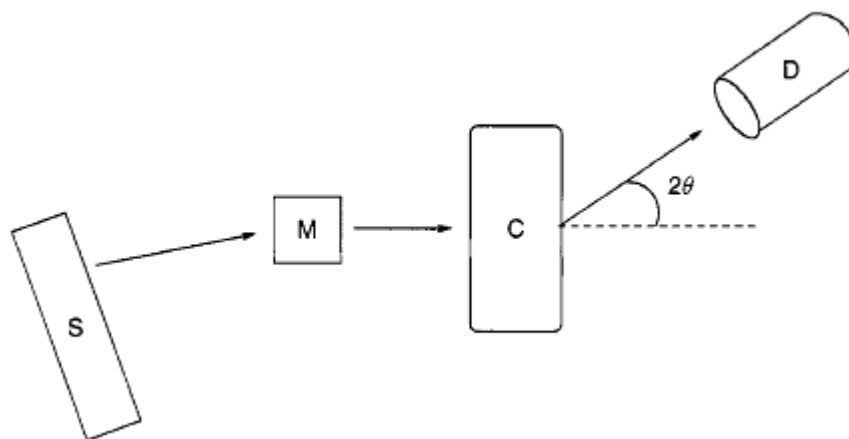
$$\beta_{hkl} = (B_{hkl} - b) \quad /18/$$

Kde: B_{hkl} je rozpětí rentgenového záření,

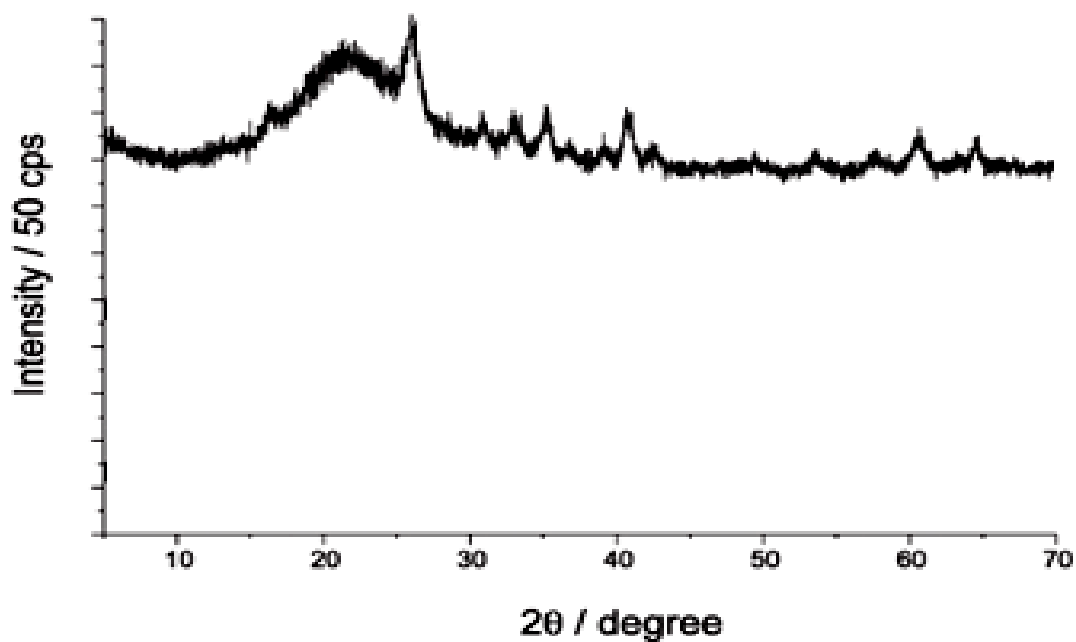
b je nevyhnutelná chyba zařízení.

2.2.1 Instrumentace

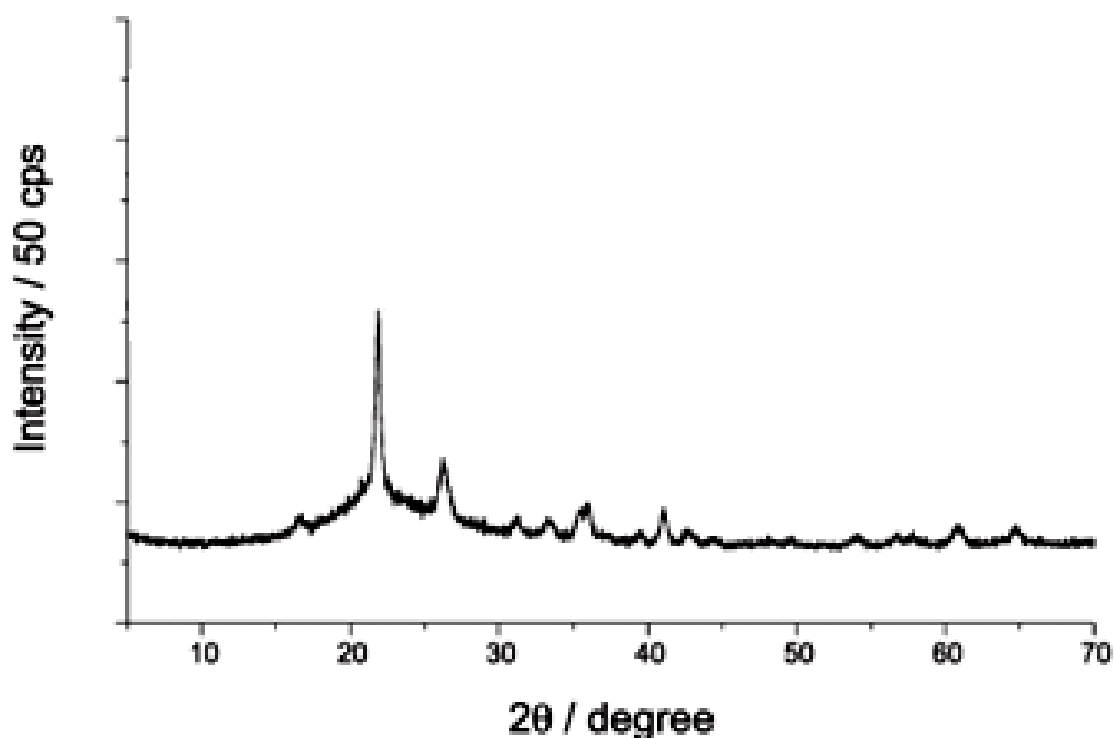
Na **obr. 11** můžeme vidět schéma přístroje pro XRD analýzu. Přístroj se skládá ze zdroje rentgenového záření (S), které se odráží od monochromátoru (M) a dopadá na vzorek (C), zde dochází k difrakci, která je následně zachycena pomocí detektoru (D). Výstupem této metody je tzv. difraktogram (viz **obr. 12 a 13**) [33].



Obr. 11. Struktura XRD zařízení [33]



Obr. 12. Difraktogram amorfního vzorku, připraveného z Al a Si v poměru 1:3 a pH 8, zahříváného po dobu 50 hodin při teplotě 1050 ± 2 °C [34]



Obr. 13. Difraktogram krystalického vzorku, připraveného z Al a Si v poměru 1:3 a pH 1, zahříváného po dobu 250 hodin při teplotě 1050 ± 2 °C [34]

2.2.2 Využití

XRD metodu lze uplatnit při stanovování elementární buňky, stanovení pozic atomů v buňce, stanovení meziatomových vzdáleností, stanovení uspořádání molekul v buňce u monokrystalů. U polymerů lze zjistit stupeň krystalizace, velikost krystalů, polymorfismus. XRD slouží také k identifikaci látek ve vzorku [30].

2.3 Další instrumentální metody, které mohou být použity k analýze produktů polykondenzačních reakcí

2.3.1 Ramanova spektroskopie

Ramanovu spektroskopii lze použít k charakterizaci a identifikaci produktů polykondenzačních reakcí, tak i ke kvalitativní a strukturní analýze těchto látek. Nezastupitelnou roli má Ramanova spektroskopie při identifikaci symetrických funkčních skupin [22, 35].

Velkou výhodou Ramanovy spektroskopie je nízké množství zkoumané látky potřebné k analýze. U Ramanovy spektroskopie se voda při analýze projevuje jen slabými pásy, a proto lze analyzovat i vodné roztoky lépe, než infračervenou spektroskopií [35, 36].

2.3.2 Rentgenová fluorescenční analýza

XRF je nedestruktivní metoda, kterou lze u produktů polykondenzace uplatnit na kvalitativní i kvantitativní analýzu prvků. Výsledkem analýzy je spektrum, kde kvalitu udává poloha peaku a kvantitu plocha peaku [30].

2.3.3 Nukleární magnetická rezonance

NMR je nedestruktivní metoda, kterou lze uplatnit u polykondenzačních reakcí k identifikaci a strukturní analýze produktů. Pomocí NMR můžeme studovat chemické děje a rovnováhy tak i vodíkové vazby. Výška signálu roste s koncentrací, proto lze NMR použít při kvantitativní analýze ke stanovení obsahu a čistoty látky ve zkoumaném vzorku [22, 37].

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 POUŽITÉ MATERIÁLY

Síran draselno-hlinitý dodekahydrát p. a. - $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$

Penta Chrudim a. s.

Jodid draselný p. a. - KI

Penta Chrudim a. s.

Síran draselný p. a. - K_2SO_4

Lachema Brno

Dusičnan draselný p. a. - KNO_3

Lachema Brno

Bromid draselný p. a. - KBr

Lachema Brno

Bromid draselný pro infračervenou spektroskopii Uvasol® - KBr

Merck Chemicals

Chlorid draselný p. a. KCl

Lachema Brno

Hydroxid draselný p. a. - KOH

Penta Chrudim a. s.

Vodní sklo draselné - vodný roztok křemičitanu draselného K_2SiO_3 (komerční produkt)

Vodní sklo Brno a. s.

- roztok obsahuje 20,11 % SiO_2 a 8,08 % K_2O - zjištěno pomocí konduktometrické titrace kyselinou chlorovodíkovou

4 POUŽITÉ PŘÍSTROJE

Termostat U1

VEB MLW Prüfgeräte-Werk Medingen, Německá demokratická republika

Magnetická míchadla HI 190M

Hanna Instruments, Singapur

Dávkovače Proline, rozsah 1 - 5 ml

Biohit

Předvážky Kern 440-33

Kern Karlsruhe, Německo

Analytické váhy Precisa 120A

PAG Obrlikon AG, Švýcarsko

XRD analyzátor

PANalytical X'Pert PRO, Holandsko

- s goniometrem theta-theta, CuK α zářením ($\lambda=0,1542$ nm) a detektorem PIXcel.

FTIR analyzátor

Nicolet IS10, USA

- rozmezí vlnočtu od 400 do 4000 cm⁻¹

Skenovací elektronový mikroskop (SEM)

Tescan VEGA II LMU, USA

ROTANTA 460/460R (HETTICH) - univerzální stolní centrifuga

Andreas Hettich GmbH & Co. KG, Německo

5 MĚŘENÍ DOBY ZGELOVATĚNÍ

Měření doby zgelovatění bylo prováděno vizuálním pozorováním roztoku, připraveného smícháním dvou roztoků. První roztok byl připraven rozpuštěním navážky dodekahydrátu síranu hlinito-draselného společně s navážkou draselných sloučenin (KI, KNO₃, K₂SO₄, KBr, KCl) v roztoku KOH, druhý byl připraven depolymerizací draselného vodního skla v roztoku KOH. Takto připravené roztoky byly temperovány na námi požadovanou teplotu. Po temperaci došlo ke slití těchto dvou roztoků. Od tohoto okamžiku se začal měřit čas.

Přechod sol-gel je náhlý a zřetelný, proto jej lze zaznamenat pouhým okem. Při tomto ději je nutné si pomáhat skleněnou tyčinkou, kdy nanášíme část roztoku na stěnu kádinky a podle tekutosti poznáme, zda se již jedná o gel či ne. V okamžiku, kdy nastane přechod v gel, odečteme dobu zgelovatění [38].

K určení doby zgelovatění je možno použít i několika dalších instrumentálních metod, které jsou většinou založeny na měření reologických vlastností. V našem případě je vizuální způsob určování doby zgelovatění zcela dostačující [38].

6 MĚŘENÍ ZÁVISLOSTI DOBY ZGELOVATĚNÍ NA REAKČNÍ TEPLOTĚ PO PŘÍDAVKU DRASELNÝCH SOLÍ

Závislost doby zgelovatění na reakční teplotě byla měřena pro reakční poměr Si/Al 2 : 1. Pro samotné měření byl použit roztok 1 mol·l⁻¹ KOH. Teplotní body pro měření byly 20, 25, 30, 35, 40, 50 a 60 °C.

Pro vyjádření závislosti doby zgelovatění na reakční teplotě byla vynesena oproti přirozenému logaritmu doby zgelovatění ($\ln x_{gel}$) převrácená hodnota absolutní teploty $\left(\frac{1}{T}\right)$ vynásobená 10000, tak abychom dostali celá čísla. Tato závislost je lineární a byla odvozena z Arrheniovy rovnice (viz rovnice /19/), která vyjadřuje závislost rychlostní konstanty na teplotě [38 - 40].

$$k = A \cdot e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad /19/$$

Kde: k je rychlostní konstanta

A je frekvenční faktor

e - základ přirozeného logaritmu

E_a je aktivační energie reakce

R je univerzální plynová konstanta (8,314 J · K⁻¹ · mol⁻¹)

T je absolutní teplota

Po zlogaritmování rovnice /19/ dostaneme vztah vyjádřený rovnicí /20/.

$$\ln k = -\frac{E_a}{R \cdot T} + \ln A \quad /20/$$

Za předpokladu, že doba zgelovatění je nepřímo úměrná rychlostní konstantě, lze vyjádřit dobu zgelovatění (viz rovnice /21/).

$$\tau_{gel} = \frac{F}{k} \Rightarrow k = \frac{F}{\tau_{gel}} \quad /21/$$

Kde: F je námi zvolená konstanta

Po dosazení do rovnice /20/ a následném upravení dostaneme výraz popsáný rovnicí /22/.

$$\ln \tau_{gel} = \ln F - \ln A + \frac{E_a}{R \cdot T} \quad /22/$$

Označíme - li výraz $\ln F - \ln A$, jako a a výraz $\frac{E_a}{R}$ jako b , dostaneme rovnici přímky vyjádřenou v rovnici /23/.

$$\ln \tau_{gel} = a + b \cdot \frac{1}{T} \quad /23/$$

Rovnice /23/ bude výsledkem linearizace námi měřených závislostí (doby zgelovatění na teplotě po přidavku draselných iontů).

6.1 Navážky jednotlivých sloučenin pro měření závislosti doby zgelovatění na teplotě roztoků

Při měření jednotlivých závislostí byla konstantní navážka 1 g $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ rozpouštěna v 25 ml roztoku KOH, o koncentraci $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$, v první temperační kádince. Po rozpuštění bylo do roztoku přidáno konstantní množství iontů obsažených v draselných solích (vždy 1 mmol SO_4^{2-} , NO_3^- , Cl^- , Br^- , I^-). Ve druhé temperační kádince bylo depolymerizováno draselné vodní sklo (1 ml) o hmotnosti $1,25020 \pm 0,00525$ g. Tato hodnota byla experimentálně zjištěna v [38]. Obě kádinky byly temperovány za stálého míchání na teplotu 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 50 °C a 60 °C. Po následném slití byla sledována doba potřebná k vytvoření gelu. V **tab. 1 - 6** jsou uvedeny jednotlivé navážky a látková množství sloučenin, které byly na reakci použity.

Tab. 1. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS bez přidavku draselných solí

m_1 [g]	n_{Al} [mmol]	V K-VS [ml]	m_2 [g]	n_{Si} [mmol]
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844

Kde: m_1 je navážka $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

n_{Al} je látkové množství hliníku obsažené v navážce $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

V K-VS je objem draselného vodního skla určeného k depolymerizaci

m_2 je navážka K-VS

n_{Si} je látkové množství křemíku obsažené v navážce K-VS

Tab. 2. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přidavkem K_2SO_4

m_1 [g]	n_{Al} [mmol]	V K-VS [ml]	m_2 [g]	n_{Si} [mmol]	m_3 [g]	$n_{SO_4^{2-}}$ [mmol]
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1823	1,0461
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,1824	1,0467
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1825	1,0473
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1824	1,0467
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,1824	1,0467
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1824	1,0467
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1823	1,0461

Kde: m_3 je navážka K_2SO_4

$n_{SO_4^{2-}}$ je látkové množství síranů v navážce K_2SO_4

Tab. 3. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přidavkem KNO_3

m_1 [g]	n_{Al} [mmol]	V K-VS [ml]	m_2 [g]	n_{Si} [mmol]	m_3 [g]	$n_{NO_3^-}$ [mmol]
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1058	1,0465
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1059	1,0474
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1059	1,0474
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1060	1,0484
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1058	1,0465
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,1059	1,0474
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1058	1,0465

Kde: m_3 je navážka KNO_3

$n_{NO_3^-}$ je látkové množství dusičnanů v navážce KNO_3

Tab. 4. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přidavkem KCl

m_1 [g]	n_{Al} [mmol]	V K-VS [ml]	m_2 [g]	n_{Si} [mmol]	m_3 [g]	n_{Cl^-} [mmol]
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,0781	1,0476
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,0782	1,0489
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,0782	1,0489
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,0780	1,0463
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,0780	1,0463
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,0783	1,0503
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,0783	1,0503

Kde: m_3 je navážka KCl

n_{Cl^-} je látkové množství chloridů v navážce KCl

Tab. 5. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přidavkem KI

m_1 [g]	n_{Al} [mmol]	V K-VS [ml]	m_2 [g]	n_{Si} [mmol]	m_3 [g]	n_{I^-} [mmol]
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1739	1,0476
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1740	1,0482
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1739	1,0476
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1739	1,0476
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1740	1,0482
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,1740	1,0482
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1739	1,0476

Kde: m_3 je navážka KI

n_{I^-} je látkové množství jodidů v navážce KI

Tab. 6. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přidavkem KBr

m_1 [g]	n_{Al} [mmol]	V K-VS [ml]	m_2 [g]	n_{Si} [mmol]	m_3 [g]	n_{Br^-} [mmol]
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1248	1,0487
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1247	1,0479
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1247	1,0479
1,0002	2,1084	1	1,2502	4,1844	0,1248	1,0487
1,0003	2,1086	1	1,2502	4,1844	0,1249	1,0496
1,0001	2,1082	1	1,2502	4,1844	0,1249	1,0496
1,0000	2,1080	1	1,2502	4,1844	0,1248	1,0487

Kde: m_3 je navážka KBr

n_{Br^-} je látkové množství bromidů v navážce KBr

7 PŘÍPRAVA VZORKŮ NA INSTRUMENTÁLNÍ ANALÝZY

7.1 Příprava vzorků na XRF analýzu, FTIR analýzu a elektronovou skenovací mikroskopii

První sada vzorků obsahovala produkty, které vznikly polykondenzační reakcí (viz **kapitola 6.1**). Promývání vzorků bylo prováděno pomocí odstředivky a to vždy tak, že k odstředěnému vzorku bylo přidáno 400 ml destilované vody, následně rozmícháno a umístěno do stolní centrifugy. Nastavení přístroje bylo: doba centrifugace = 15 minut, počet otáček za minutu = 4600, teplota při centrifugaci = 25 °C. Proces centrifugace byl opakován 5 krát za sebou tak, aby odstředěný vzorek měl neutrální pH, kontrola pH byla provedena pomocí pH papírků. Odstředěný vzorek byl následně promyt etanolem a sušen na vzduchu. Tímto způsobem bylo získáno 6 vzorků pro další analýzy.

Druhá sada vzorků obsahovala produkty, které vznikly polykondenzační reakcí (viz **kapitola 6.1**) a byly vystaveny hydrotermálním podmínkám. To znamená, že vzorky byly umístěny do tlakových nádobek. Každá tlaková nádoba se skládala z teflonové vložky s víčkem, do níž byl dávkován připravený gel (90g). Tato vložka byla vložena do tlakotěsného ocelového pláště. Ocelové nádoby byly následně umístěny do sušárny a vystaveny teplotě 150 °C po dobu 5 dnů. Po uplynutí 5 dnů byly vzorky promývány na filtrační aparatuře destilovanou vodou do doby, kdy pH promytého vzorku bylo neutrální. Následně byly vzorky promyty ještě malým množstvím etanolu. Takto vzniklé vzorky byly sušeny na vzduchu. Tímto způsobem bylo získáno 6 vzorků pro další analýzy. Hydrotermálními podmínkami chceme simulovat vznik přírodních zeolitů, které vznikají ze sedimentů za působení vysokého tlaku, vysoké teploty a za přítomnosti vody.

Vzorky po vysušení byly rozetřeny v třecí misce na prášek, který pak byl dále analyzován XRD analyzátozem PANalytical X'Pert PRO s goniometrem theta-theta, CuK α zářením ($\lambda=0,1542$ nm) a detektorem PIXcel. Všechna měření byla provedena při pokojové teplotě v reflexním módu, při napětí a proudu 40 kV / 30 mA, s fixním nastavením clon v rozsahu úhlů 6-90 ° (2θ) a krokem 0,0131°, doba snímání 13,77 s na bod. Tento prášek byl dále analyzován skenovací elektronovou mikroskopií na přístroji Tescan VEGA II LMU electron microscope.

Pro FTIR analýzu bylo nutné připravit tablety. Každá z tablet byla připravena z rozetřeného prášku jednotlivých vzorků (0,0015 g) a KBr (0,15 g). Následné lisování

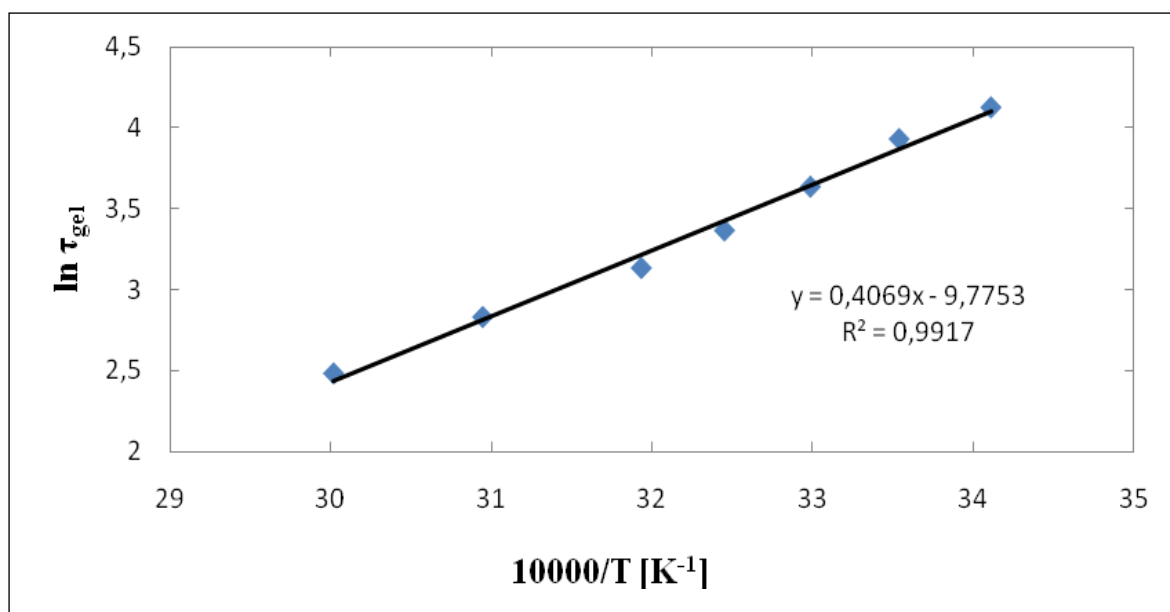
v lisu pro výrobu tablet probíhalo při tlaku 40 kN po dobu 1 minuty. Výsledkem byla tableta, která byla následně analyzována na FTIR analyzátoru Nicolet IS10 v rozmezí vlnočtu od 400 do 4000 cm^{-1} .

III. VÝSLEDKY A DISKUZE

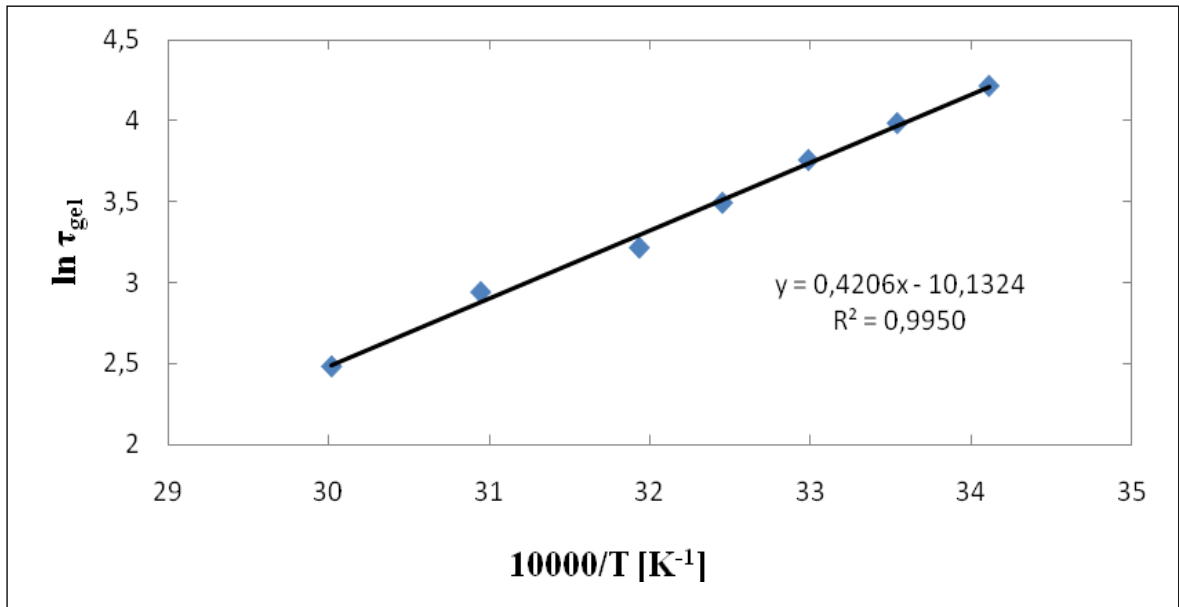
8 ZÁVISLOST DOBY ZGELOVATĚNÍ NA TEPLITĚ PRO ROZTOK BEZ PŘÍDAVKU IONTŮ A S PŘÍDAVKEM IONTŮ

Úkolem měření závislosti doby zgelovatění po přidavku draselných solí bylo, pokusit se zjistit, zda přídavek má vliv na dobu zgelovatění či nikoliv a statisticky potvrdit nebo vyvrátit tvrzení, že přidané soli mají vliv na dobu zgelovatění. Součástí bylo vytvoření linearizovaných grafů podle kapitoly 5 pro jednotlivé přídavky draselných solí.

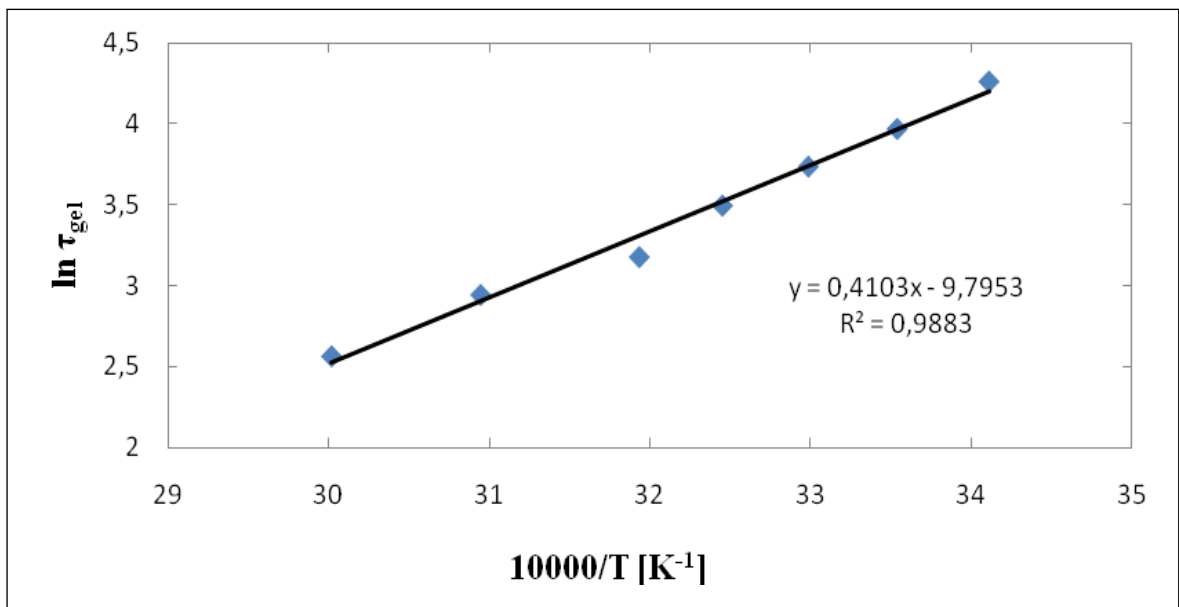
8.1 Linearizované grafy závislosti doby zgelovatění na teplotě pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS$ a $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ draselné soli



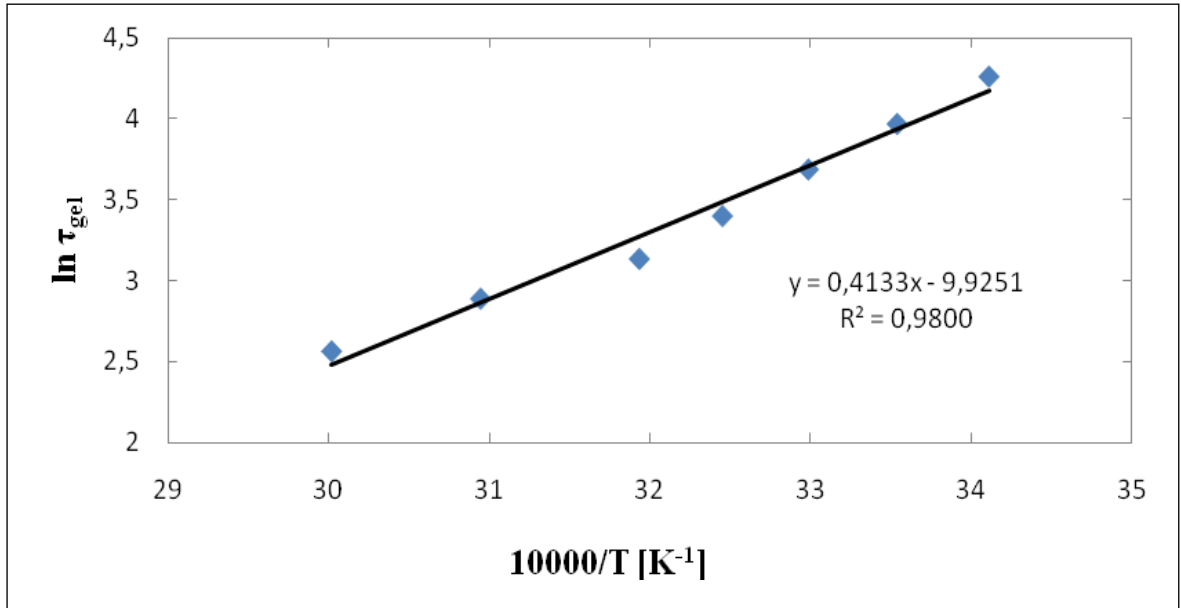
Obr. 14. Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS$



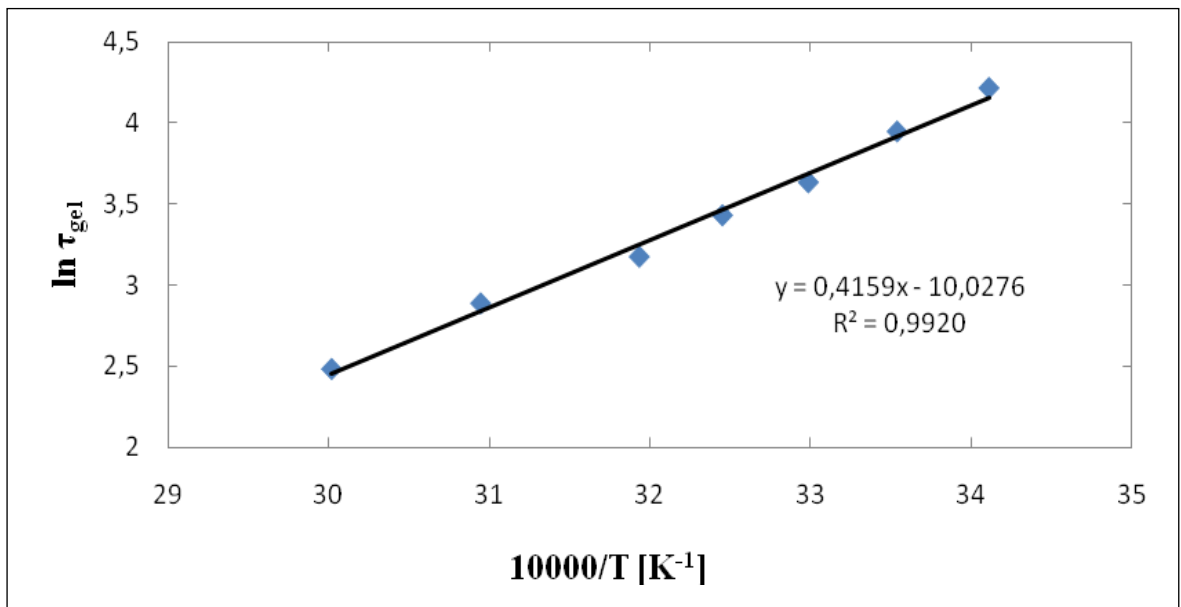
Obr. 15. Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K\text{-VS} + \text{navážka } K_2SO_4$



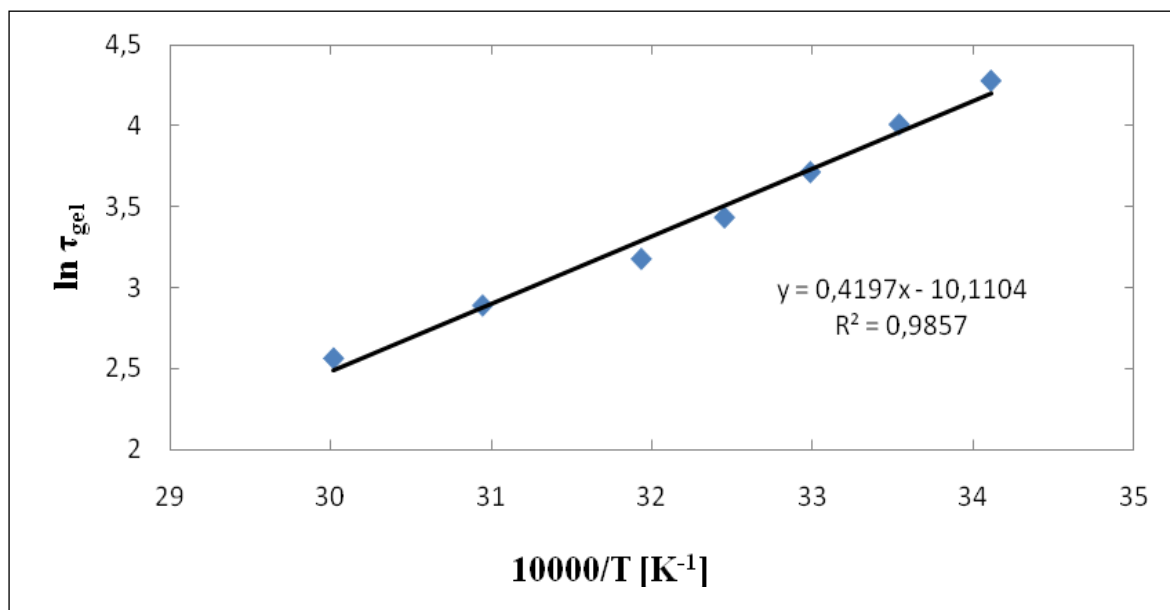
Obr. 16. Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K\text{-VS} + \text{navážka } KNO_3$



Obr. 17. Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KCl



Obr. 18. Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KI



Obr. 19. Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KBr

Ze spojnic trendů a jejich rovnic u jednotlivých grafů je patrné, že tyto rovnice jsou si podobné. Z tohoto důvodu lze usoudit, že přidavek jednotlivých draselných solí nemá velký vliv na dobu zgelovatění, abychom toto tvrzení zcela potvrdili či vyvrátili, musíme jednotlivá měření statisticky analyzovat. Ze směrnic grafů lze usoudit, že přidané draselné soli mají malý vliv na aktivační energii reakce (viz **tab. 7**).

Tab. 7. Hodnoty směrnic přímek z grafů
na **obr. 14 - 19**

Vzorek	Směrnice
Bez přídavku soli	0,4069
K_2SO_4	0,4206
KNO_3	0,4103
KCl	0,4133
KI	0,4159
KBr	0,4197

Z **tab. 7** je patrné, že největší vliv na aktivační energii měl přídavek K_2SO_4 k reakci.

8.2 Statistické zpracování naměřených dat

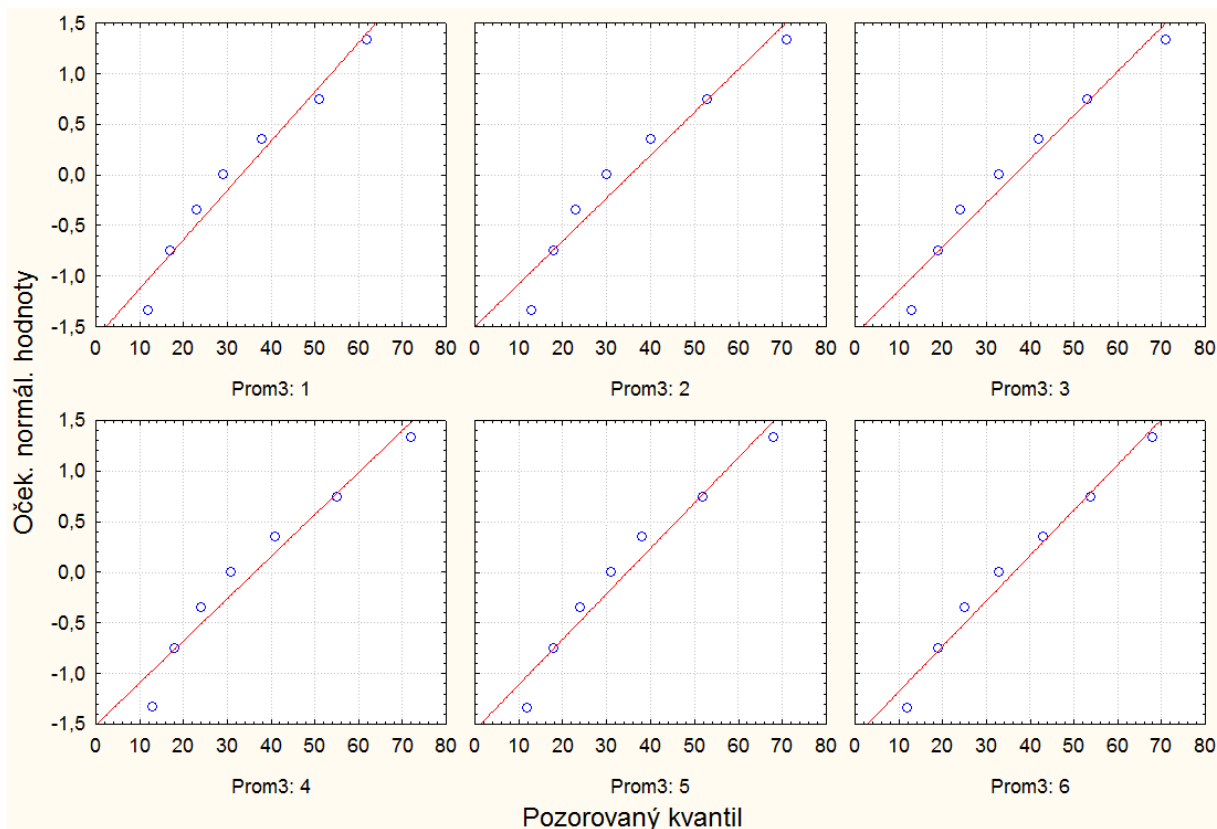
Data, které byla během měření nashromážděna, byla analyzována pomocí programu STATISTICA 7 od společnosti Statsoft.

V prvním kroku byly všechny naměřené údaje vloženy do jediné tabulky (viz **tab. 8**). Jako Prom1 byla označena doba zgelovatění jednotlivých roztoků, Prom2 byla označena teplota, na kterou byly roztoky temperovány, Prom3 byla tzv. grupovací proměnná. To znamená, že jednotlivým přísadkům draselných solí bylo přiděleno číslo. 1 byla pro roztok bez přísadku soli, 2 byla pro roztok s přísadkem KCl, 3 byla pro roztok s přísadkem KNO₃, 4 byla pro roztok s přísadkem KBr, 5 byla pro roztok s přísadkem KI a 6 byla pro roztok s přísadkem K₂SO₄.

Tab. 8. *Naměřené doby zgelovatění pro jednotlivé roztoky a teploty*

	1 Prom1	2 Prom2	3 Prom3
	62	20	1
:	51	25	1
:	38	30	1
:	29	35	1
:	23	40	1
:	17	50	1
:	12	60	1
:	71	20	2
:	53	25	2
:	40	30	2
:	30	35	2
:	23	40	2
:	18	50	2
:	13	60	2
:	71	20	3
:	53	25	3
:	42	30	3
:	33	35	3
:	24	40	3
:	19	50	3
:	13	60	3
:	72	20	4
:	55	25	4
:	41	30	4
:	31	35	4
:	24	40	4
:	18	50	4
:	13	60	4
:	68	20	5
:	52	25	5
:	38	30	5
:	31	35	5
:	24	40	5
:	18	50	5
:	12	60	5
:	68	20	6
:	54	25	6
:	43	30	6
:	33	35	6
:	25	40	6
:	19	50	6
:	12	60	6

V dalším kroku bylo ověřováno normální rozložení za pomoci Shapiro - Wilksonova W testu, jenž je součástí programu STATISTICA 7 a nedílnou součástí pro analýzu dat.



Obr. 20. Grafy Shapiro - Wilksonova W testu pro normální rozložení

Tab. 9. Výsledky SW- W testu

Prom3:	1	Prom1:	SW-W = 0,9480;	p = 0,7118
Prom3:	2	Prom1:	SW-W = 0,9341;	p = 0,5860
Prom3:	3	Prom1:	SW-W = 0,9522;	p = 0,7500
Prom3:	4	Prom1:	SW-W = 0,9386;	p = 0,6266
Prom3:	5	Prom1:	SW-W = 0,9504;	p = 0,7331
Prom3:	6	Prom1:	SW-W = 0,9650;	p = 0,8607

Z **tab. 9** je patné, že parametr p je vždy větší jak 0,05 z tohoto faktu plyne, že na hladině významnosti 0,05 nezamítáme tvrzení, že jde o normální rozložení dat.

Po ověření normálního rozložení dat, lze přistoupit k dalším statistickým testům.

Důležitou součástí statistické analýzy je Leveneův test homogenity rozptylů. Tento test najdeme ve STATISTICE 7 pod rozklad & jednofaktorová ANOVA v základních statistikách a tabulkách. Výsledky Leveneova testu jsou shrnuty v **tab. 10**.

Tab. 10. Leveneův test homogenity rozptylů

Proměnná	Leveneův test homogenity rozptylů Označ. efekty jsou význ. na hlad. $p < ,05000$							
	SČ efekt	SV efekt	PČ efekt	SČ chyba	SV chyba	PČ chyba	F	p
Prom1	21,38776	5	4,277551	3825,971	36	106,2770	0,040249	0,999015

Kde: SČ efekt je skupinový součet čtverců S_A

SV efekt je skupinový počet stupňů volnosti $f_A = r - 1$, kde r je počet grup (6)

PČ efekt je $S_A/(r-1)$

SČ chyba je reziduální součet čtverců S_E

SV chyba je reziduální počet stupňů volnosti $f_E = n - r$, kde n je počet členů (42)

PČ chyba je $S_E/(n-r)$

$$F \text{ je testová statistika } F_A = \frac{S_A \cdot f_E}{S_E \cdot f_A}$$

Testová statistika Levenova testu se realizuje hodnotou 0,040249. Počet stupňů volnosti čitatele je 5, jmenovatele 36, odpovídající p -hodnota je 0,999015, tedy na hladině významnosti 0,05 nezamítáme hypotézu o shodě rozptylů.

Nyní pomocí jednofaktorové analýzy rozptylu testujeme Hypotézu₀ proti Hypotéze₁, že aspoň jedna dvojice středních hodnot se liší. Tuto analýzu provedeme pomocí funkce ANOVA & testy - analýza rozptylu. Výsledky jednovýběrové ANOVY pro hladinu významnosti 0,05 jsou uvedeny v **tab. 11** a výsledky jednovýběrové ANOVY pro hladinu významnosti 0,01 jsou uvedeny v **tab. 12**.

Tab. 11. Analýza rozptylů na hladině významnosti 0,05

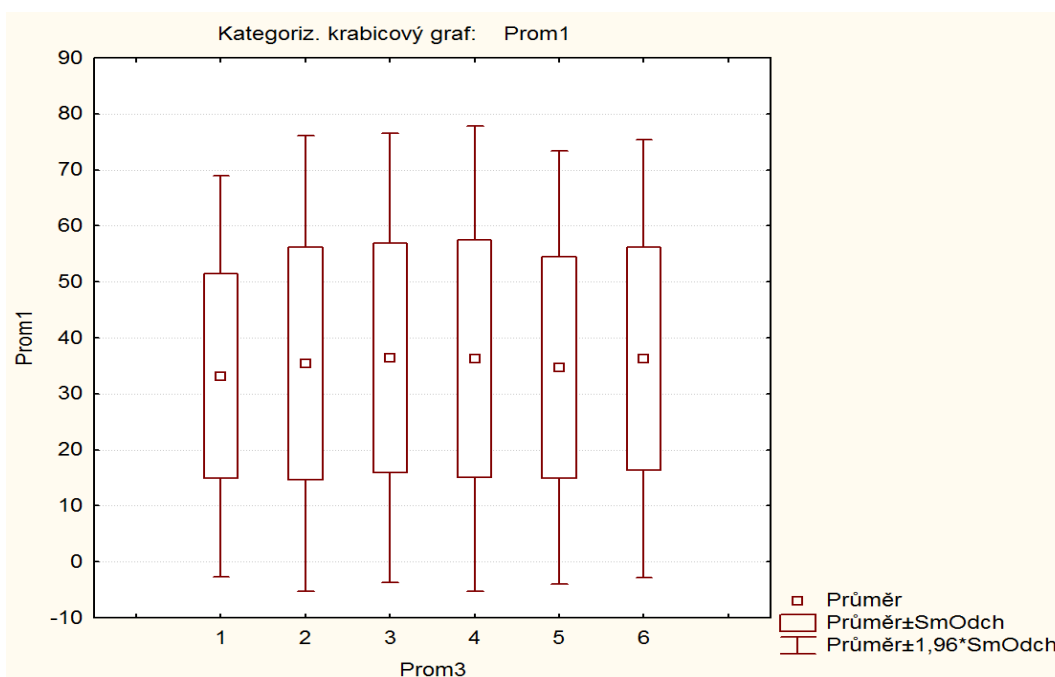
Analýza rozptylu								
Označ. efekty jsou význ. na hlad. $p < ,05000$								
Proměnná	SČ efekt	SV efekt	PČ efekt	SČ chyba	SV chyba	PČ chyba	F	p
Prom1	57,33333	5	11,46667	14544,57	36	404,0159	0,028382	0,999579

Tab. 12. Analýza rozptylů na hladině významnosti 0,01

Analýza rozptylu								
Označ. efekty jsou význ. na hlad. $p < ,01000$								
Proměnná	SČ efekt	SV efekt	PČ efekt	SČ chyba	SV chyba	PČ chyba	F	p
Prom1	57,33333	5	11,46667	14544,57	36	404,0159	0,028382	0,999579

P - hodnota analýzy rozptylů na hladině významnosti 0,05 i na hladině významnosti 0,01 je 0,999579. Z p - hodnoty plyne, že nezamítáme na hladině významnosti 0,05 a 0,01 hypotézu o shodě středních hodnot. To znamená, že na 99,96% nemá přídavek draselných solí vliv na dobu zgelovatění.

Jako poslední krok statistické analýzy si necháme vykreslit krabicové grafy pro jednotlivé roztoky (viz obr. 21).



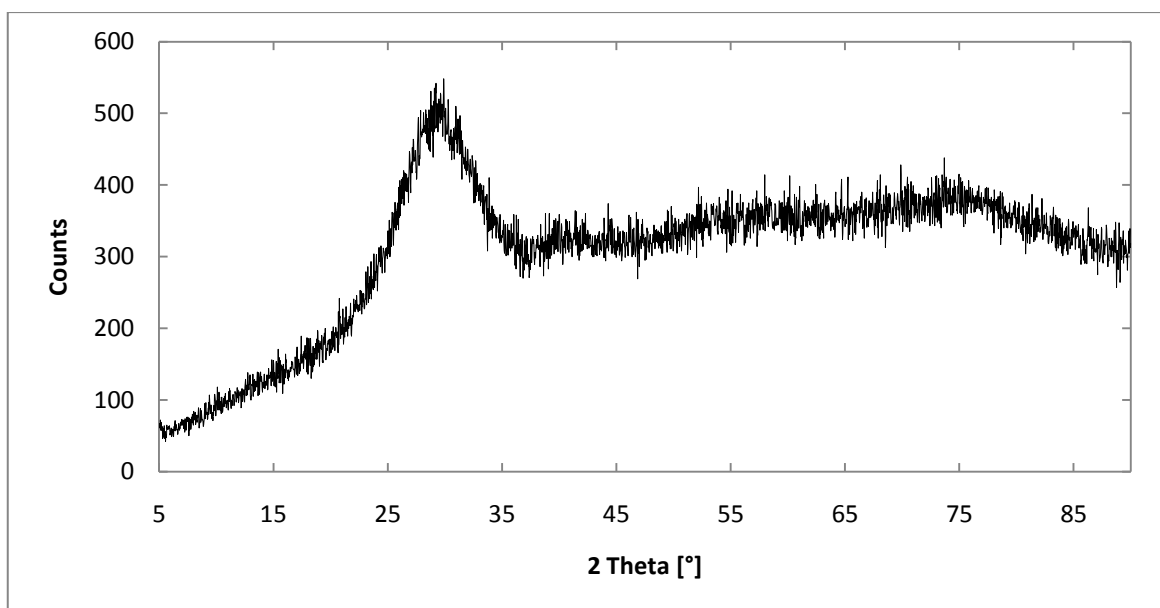
Obr. 21. Krabicové grafy jednotlivých roztoků

Z **obr. 21** je patrné, že průměrné hodnoty u krabicových grafů se mírně liší, ovšem tato odchylka není statisticky významná, proto můžeme tvrdit, že přídavek draselných solí nemá vliv na dobu zgelovatění.

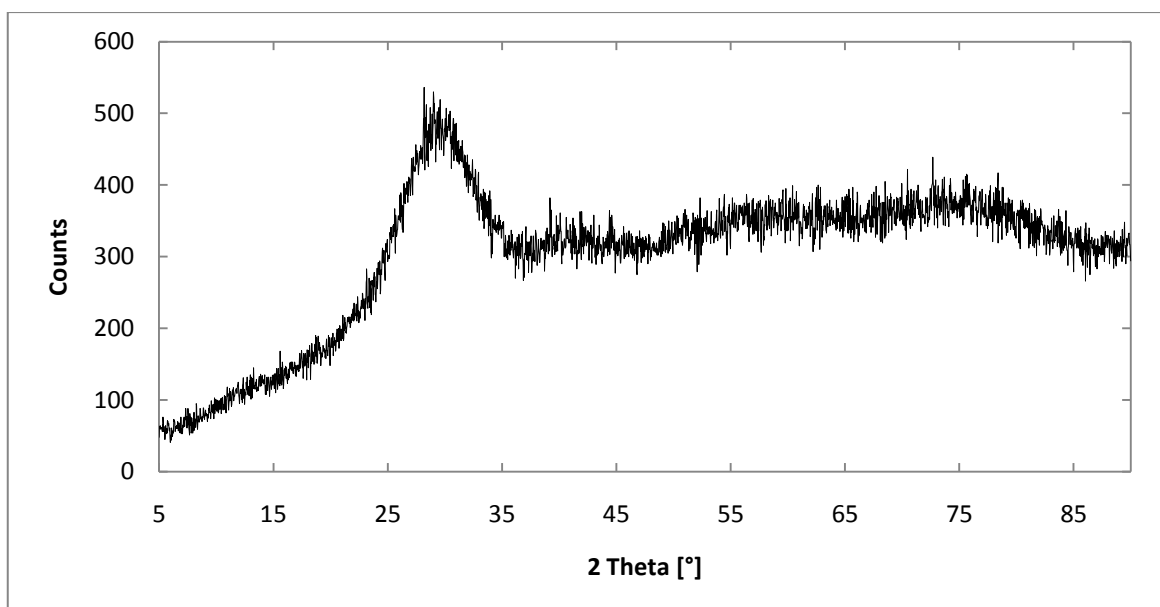
9 VÝSLEDKY INSTRUMENTÁLNÍCH ANALÝZ

9.1 XRD analýza

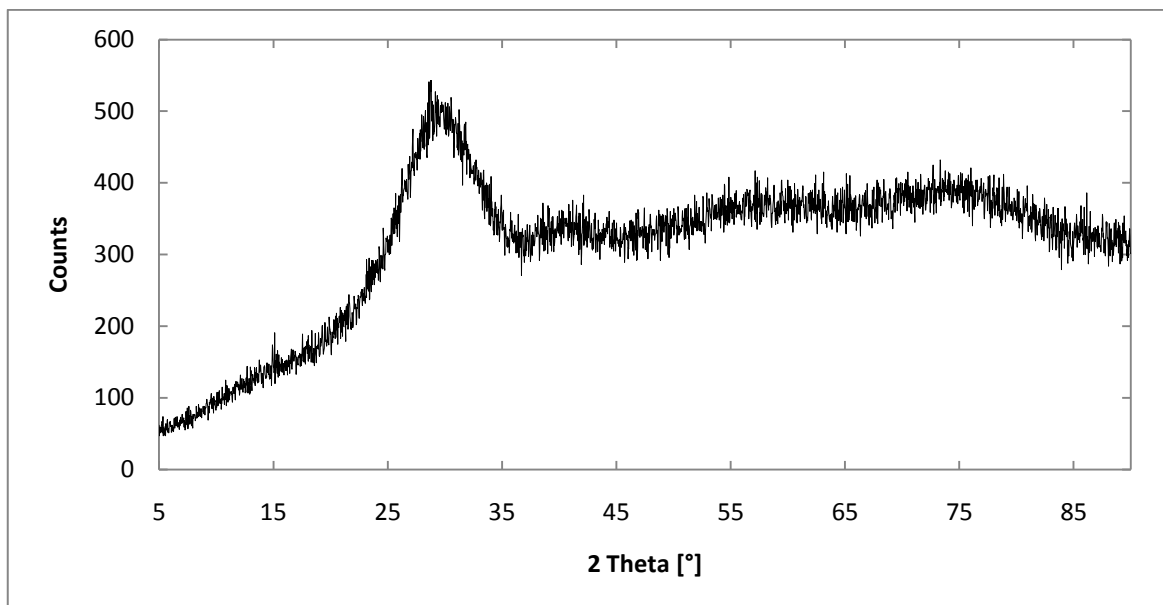
Připravené vzorky viz kapitola 7.1 byly podrobeny XRD analýze na přístroji PANalytical X'Pert PRO.



Obr. 22. XRD spektrum promytého gelu bez přídavku draselných solí

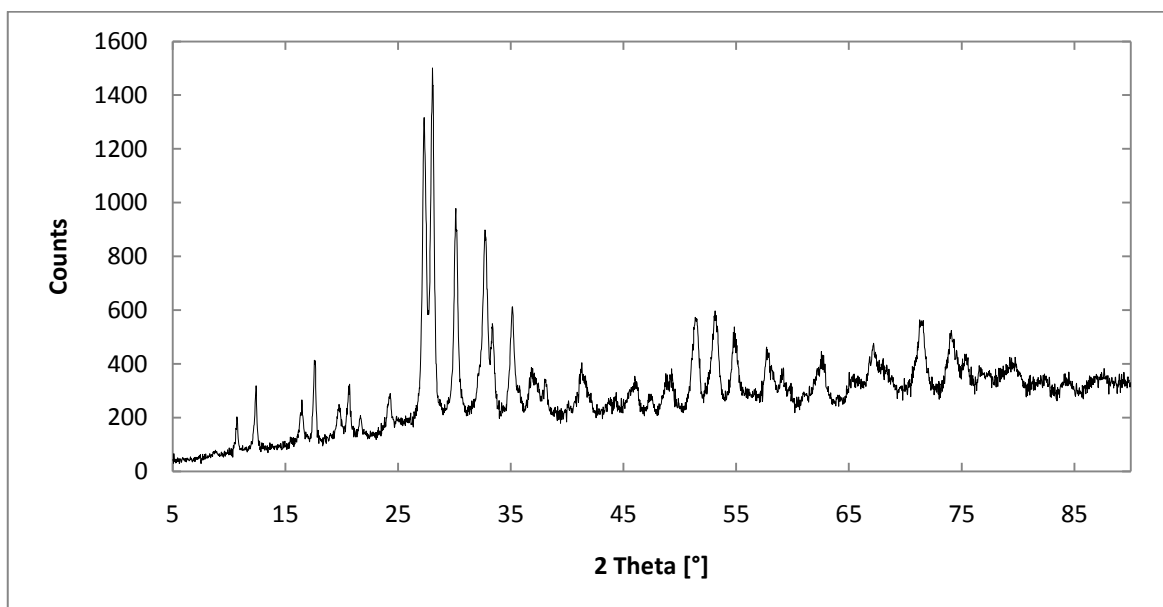


Obr. 23. XRD spektrum promytého gelu přídavkem K_2SO_4

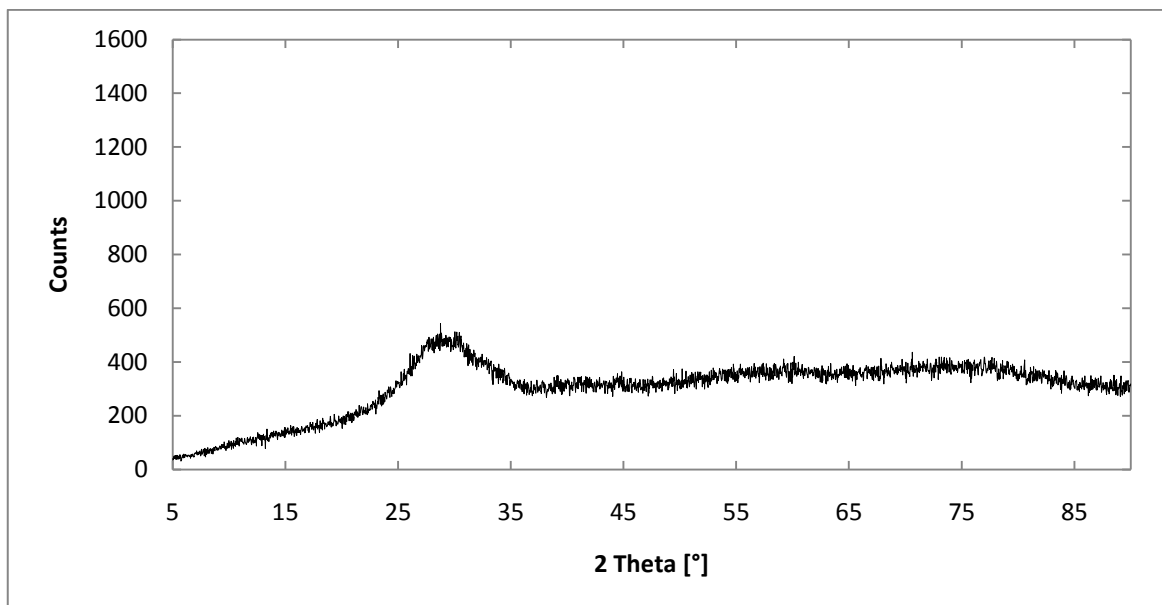


Obr. 24. XRD spektrum promytého gelu přidavkem KCl

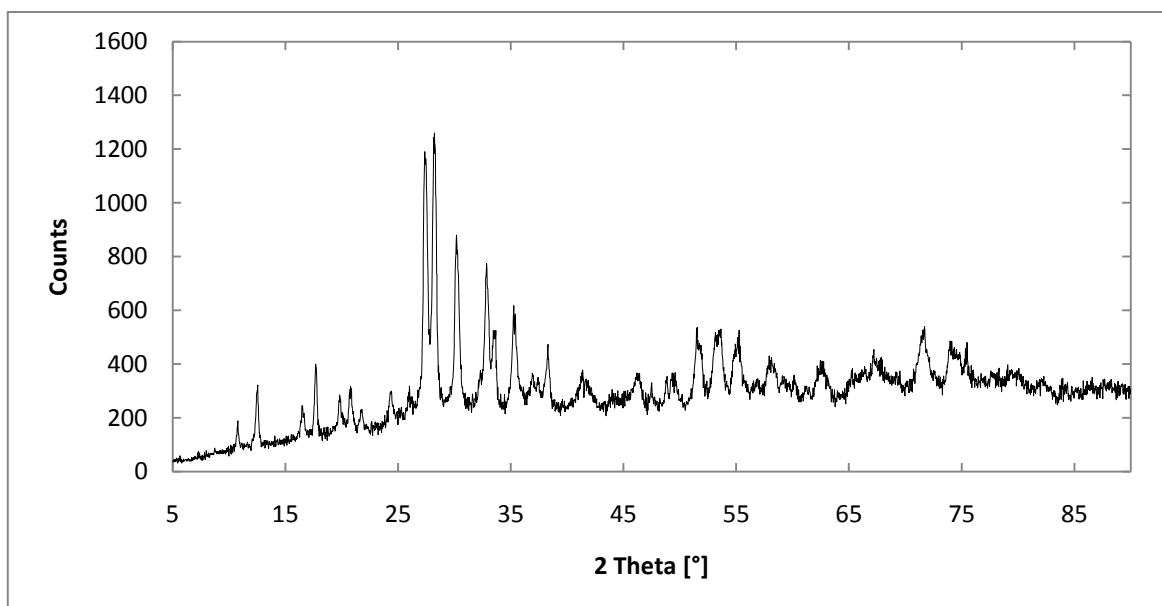
Jak je patrné na **obr. 22 - 24** XRD spektra měřených vzorků jsou téměř totožná, proto zde uvádím pouze vybraná spektra. XRD spektra gelu s přidavkem KNO_3 , KBr a KI jsou uvedeny v **přílohách I - III**.



Obr. 25. XRD spektrum promytého gelu bez přidavku draselných solí vystavenému hydrotelnálním podmínkám



Obr. 26. XRD spektrum promytého gelu s přidavkem K_2SO_4 a vystavenému hydrotelnálním podmínkám



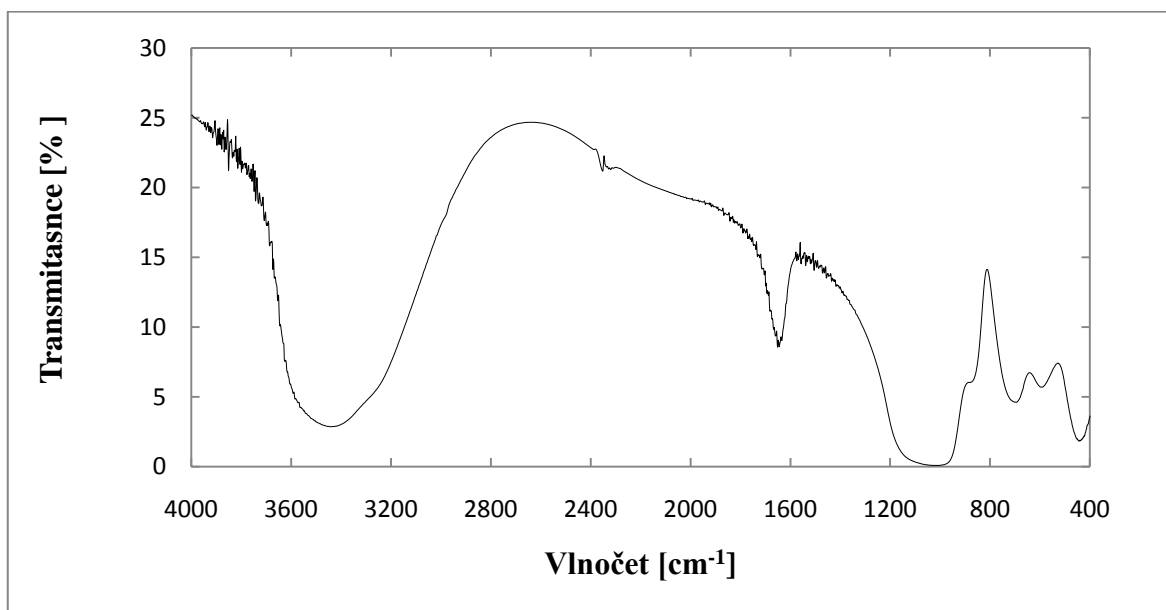
Obr. 27. XRD spektrum promytého gelu s přidavkem KCl a vystavenému hydrotelnálním podmínkám

XRD spektra gelů s přidavkem KNO_3 , KBr a KI , vystavené hydrotermálním podmínkám jsou uvedeny v **přílohách I - III**.

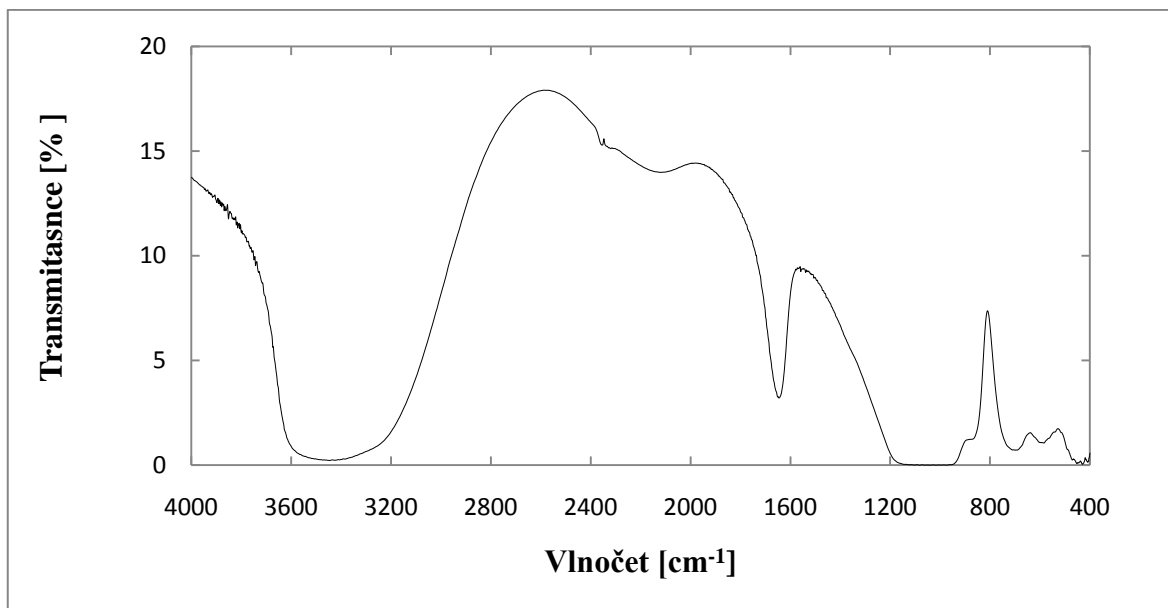
XRD analýza ukázala změnu spekter u gelů, které byly vystaveny hydrotermálním podmínkám oproti gelům, které těmto podmínkám vystaveny nebyly. Dochází ke změnám amorfní struktury na krystalickou. Toto tvrzení neplatí pro přidavek K_2SO_4 do roztoku (viz **obr. 23 a 26**). U tohoto přídatku nedochází ke změně amorfní struktury na krystalickou. Gel v tomto případě zůstává nezměněný i po hydrotermálních podmínkách. U zbývajících gelů dochází ke změně amorfní struktury v krystalickou, ve které převládá krystalická struktura phillipsitu [43].

9.2 FTIR analýza

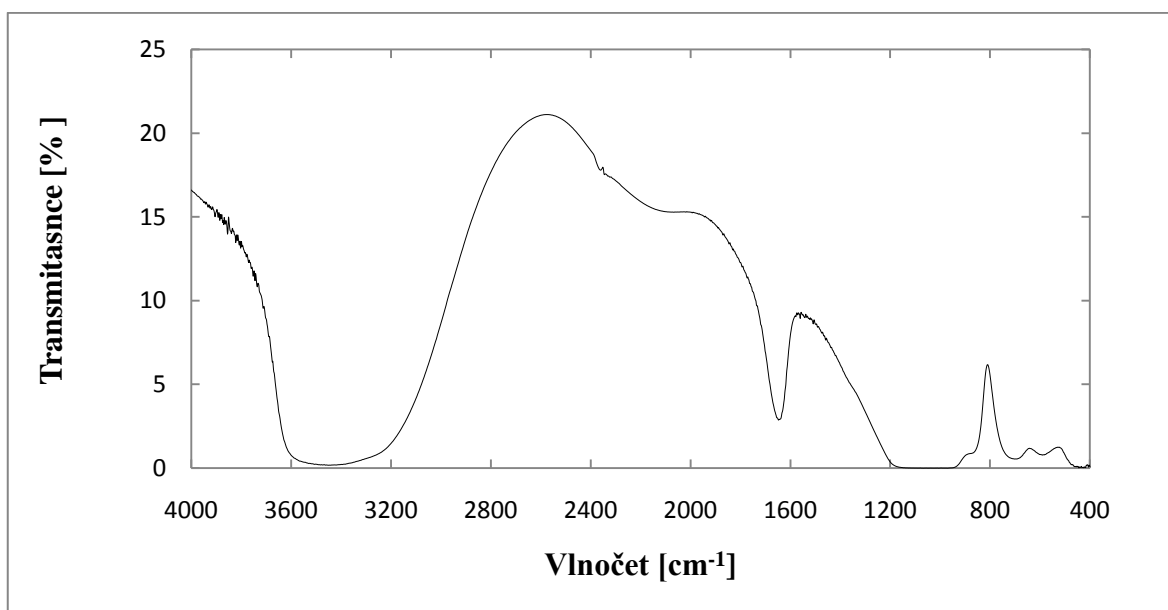
Připravené vzorky (viz **kapitola 7.1**) byly podrobeny FTIR analýze na přístroji Nicolet IS10.



Obr. 28. FTIR spektrum promytého gelu bez přídatku draselných solí



Obr. 29. FTIR spektrum promytého gelu s přidavkem K_2SO_4



Obr. 30. FTIR spektrum promytého gelu s přidavkem KCl

Z obr. 28 - 30 je patrné, že FTIR spektra čistého gelu a gelu s přidavky draselných solí jsou si podobná, proto zde již neuvádím spektra promytých gelů s přidavky KNO_3 , KI a KBr . FTIR spektra gelu s přidavkem KNO_3 , KI a KBr jsou uvedeny v přílohách IV - VI. Jednotlivé vibrační pásy jsou popsány v tab. 13.

Tab. 13. Charakteristické vibrační pásy promytých gelů

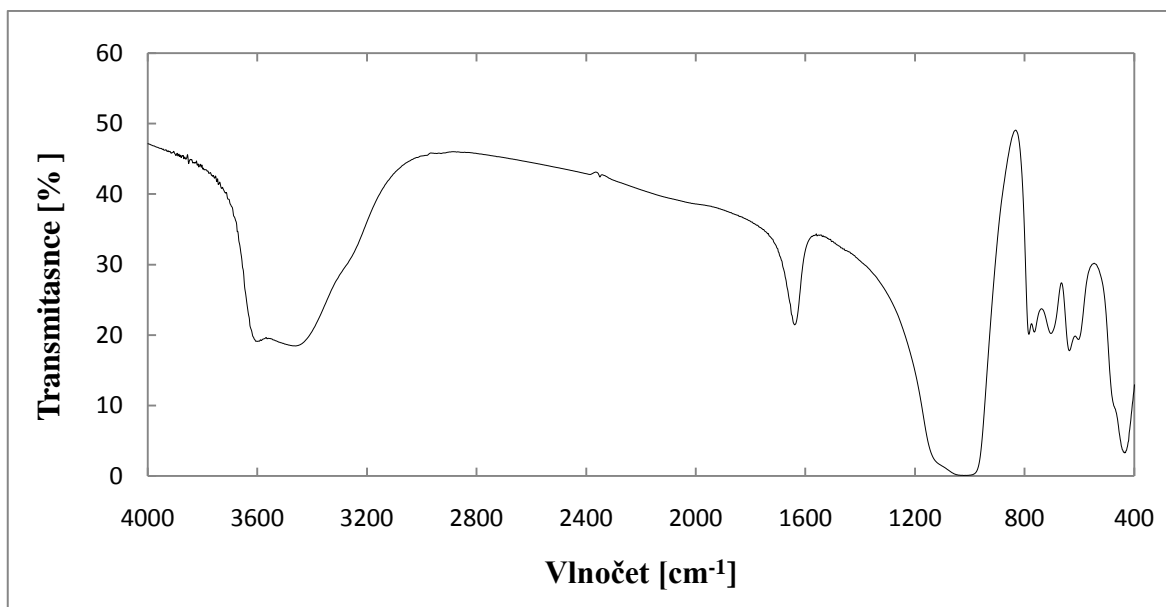
Vlnoččet [cm^{-1}]	Popis
3471-3443	vazebné – OH
1651-1642	deformačná vibrace H-O-H
1022-1015	asymetrický TO_4 , vibrace Si(Al)–O
870	Al-O-H
702-697	symetrický TO_4 vibrace Si–O
598-589	D4R, D6R
448-440	ohyb TO vibrační

Kde: TO_4 (T = Si, Al) jsou interní vibrace tetraedrů

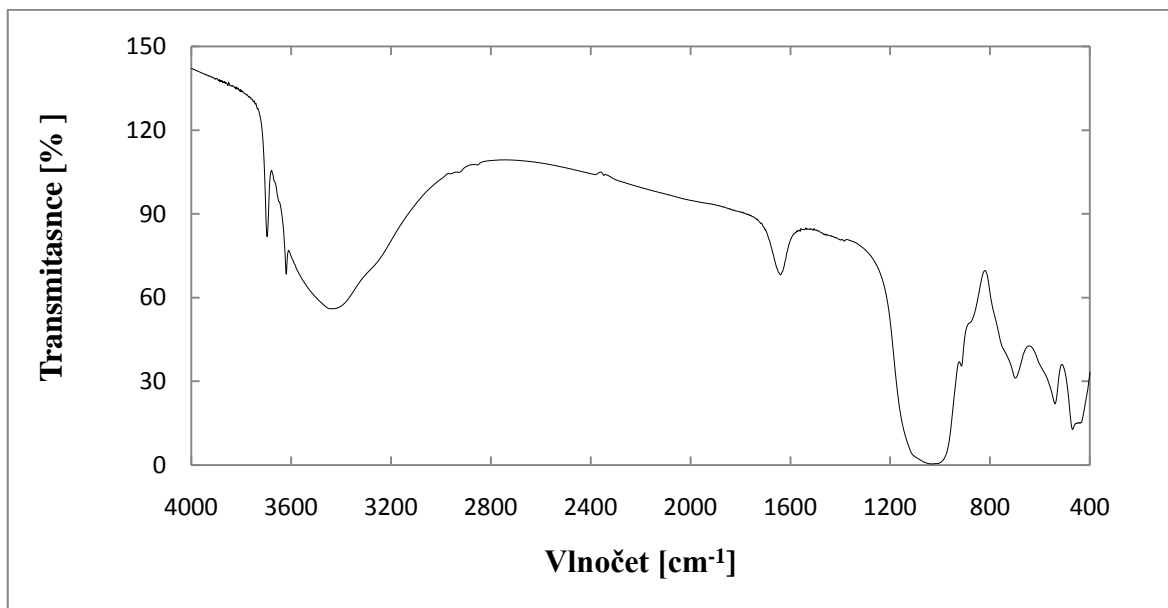
D4R, D6R jsou 4 a 6 člené kruhy stavebních jednotek zeolitických materiálů

U promytých gelů, které nebyly vystaveny hydrotermálním podmínkám byly identifikovány charakteristické vibrační pásy (viz **tab. 13**). Naměřená spektra byla vyhodnocována v databázi spekter programu OMNIC.

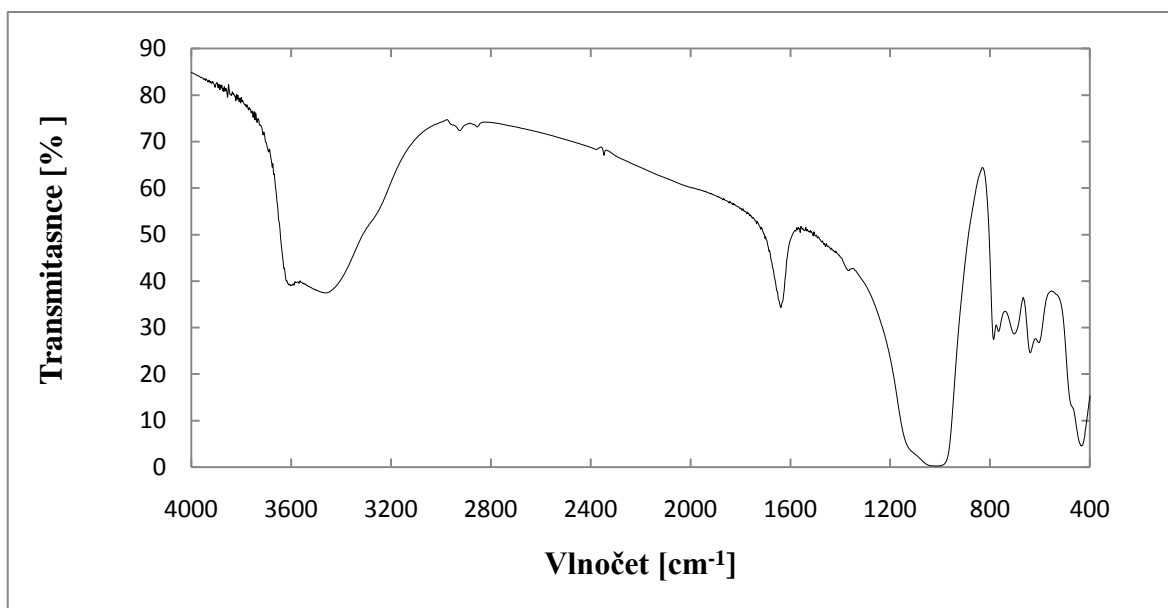
V oblasti $500 - 650 \text{ cm}^{-1}$ se nacházejí vibrace 4 a 6 členných kruhů (sekundárních stavebních jednotek zeolitických materiálů).



Obr. 31. FTIR spektrum promytého gelu bez přídavku draselných solí a vystavenému hydrotermálním podmínkám



Obr. 32. FTIR spektrum promytého gelu s přidavkem K_2SO_4 a vystavenému hydrotelnárním podmínkám



Obr. 33. FTIR spektrum promytého gelu s přidavkem KCl a vystavenému hydrotelnárním podmínkám

Z obr. 31 a 33 je patrné, že FTIR spektra čistého gelu a gelu s přidavkem KCl jsou si podobná, proto zde již neuvádím spektra promytých gelů s přidavky KNO_3 , KI a KBr . FTIR spektra gelů s přidavkem KNO_3 , KI a KBr jsou uvedeny v přílohách IV - VI. U

FTIR spektra gelu s přídavkem K_2SO_4 nedochází ke vzniku charakteristických vibračních pásů typických pro zeolit phillipsit. Jednotlivé vibrační pásy jsou popsány v **tab. 13**. V **tab. 13** nejsou zahrnuty vibrační pásy pro K_2SO_4 v rozmezí vlnočtu $1000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Tyto vibrační pásy se dostatečně nepodařilo sjednotit s databází spekter programu OMNIC, proto zde nejsou uvedeny.

Tab. 14. Charakteristické vibrační pásy promytých gelů vystavených hydrotermálním podmínkám

Vlnočť $[\text{cm}^{-1}]$	Popis
3620	-OH
1640	ohyb vody
1010	asymetrická Si(Al)-O
785	Si-O-(Al)
765	Si-O-Al
700	symetrická vibrace Si-O
640	Si-O
600	D4R, D6R
430	ohyb TO vibrační

Kde: TO_4 (T = Si, Al) jsou interní vibrace tetraedrů

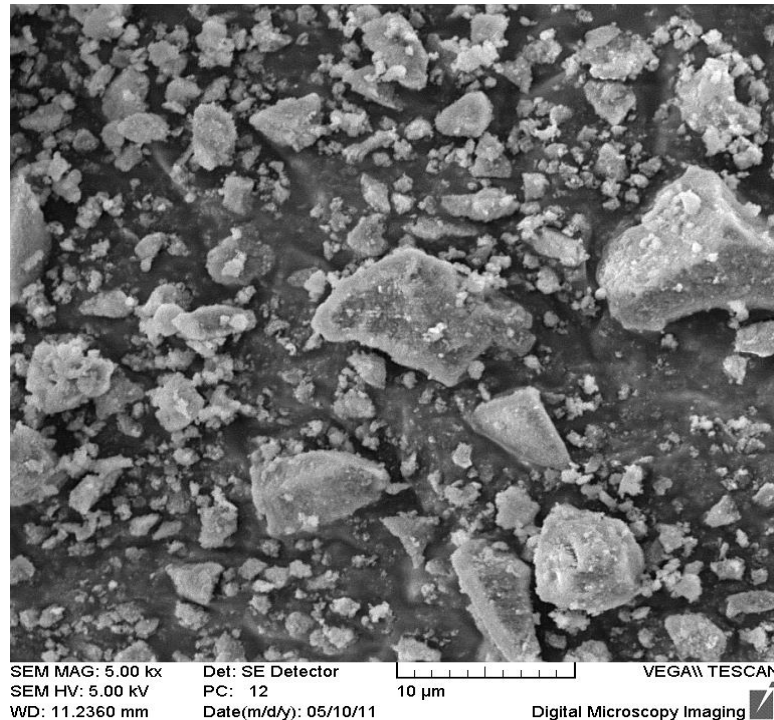
D4R, D6R jsou 4 a 6 člené kruhy stavebních jednotek zeolitických materiálů

Zajímavý je peak o vlnočtu 870 cm^{-1} u gelů, které nebyly vystaveny hydrotermálním podmínkám (viz **obr. 28 - 30**). Podle **tab. 13** se jedná o funkční skupinu Al-O-H. V případě této funkční skupiny dochází při zahřívání ke spotřebování Al-O-H na pokračování polykondenzační reakce a zvyšování stupně polymerace [39, 41, 42].

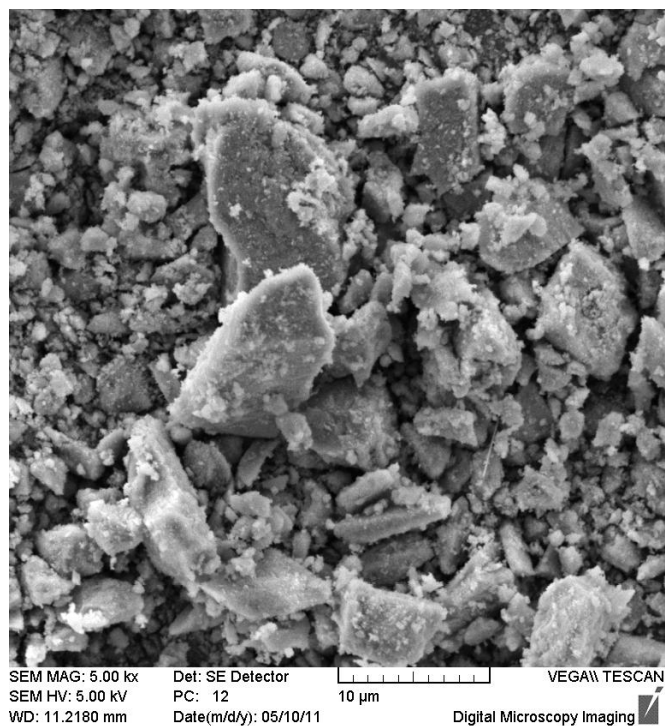
Porovnáním spekter vzorků s databází spekter programu OMNIC bylo zjištěno, že ve všech případech mimo gelu s přídavkem K_2SO_4 , se pravděpodobně jedná o spektra minerálu phillipsitu.

9.3 Elektronová skenovací mikroskopie (SEM)

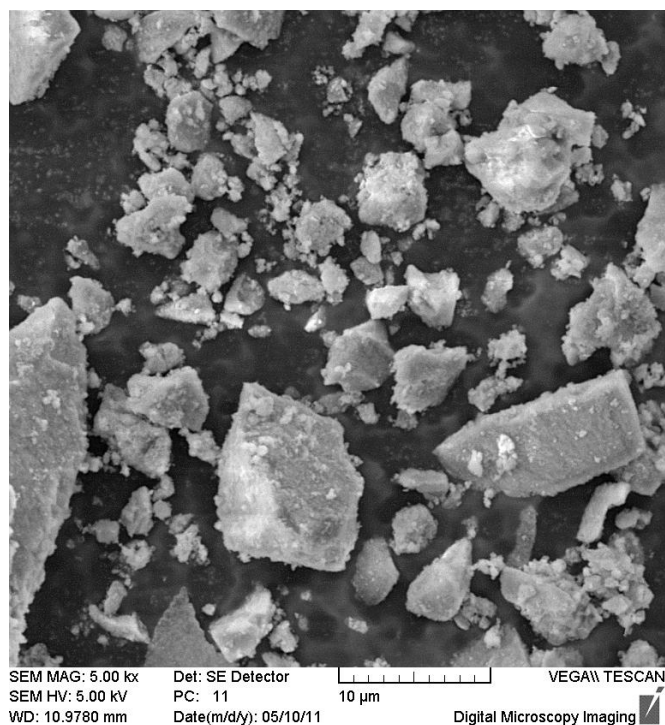
Vzorky připravené dle kapitoly 7.1 byly podrobeny studiu morfologie pomocí skenovací elektronové mikroskopie. K SEM byl použit vzorek promytého gelu bez přídavku draselných solí (vystavený i nevystavený hydrotermálním podmínkám), promytý gel s přídavkem K_2SO_4 a KCl (vystavený i nevystavený hydrotermálním podmínkám).



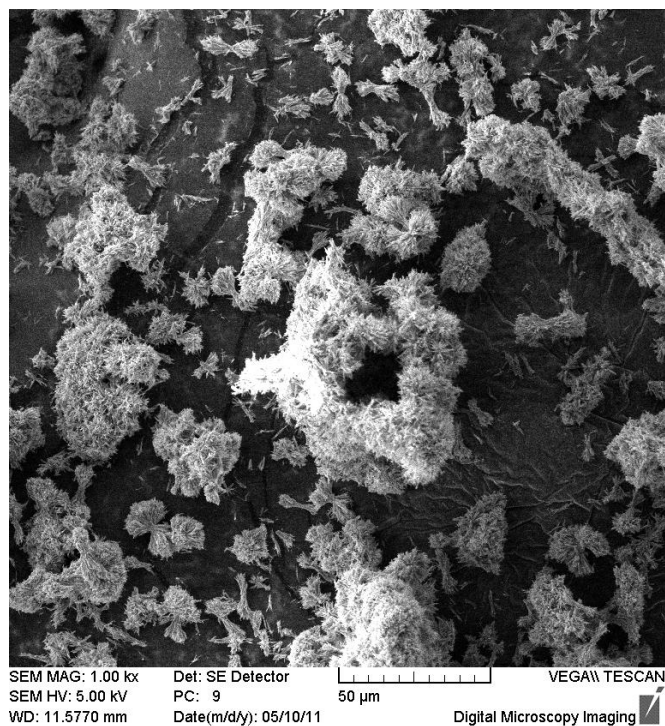
Obr. 34. Snímek vysušeného gelu, bez přídavku draselných solí, nevystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM



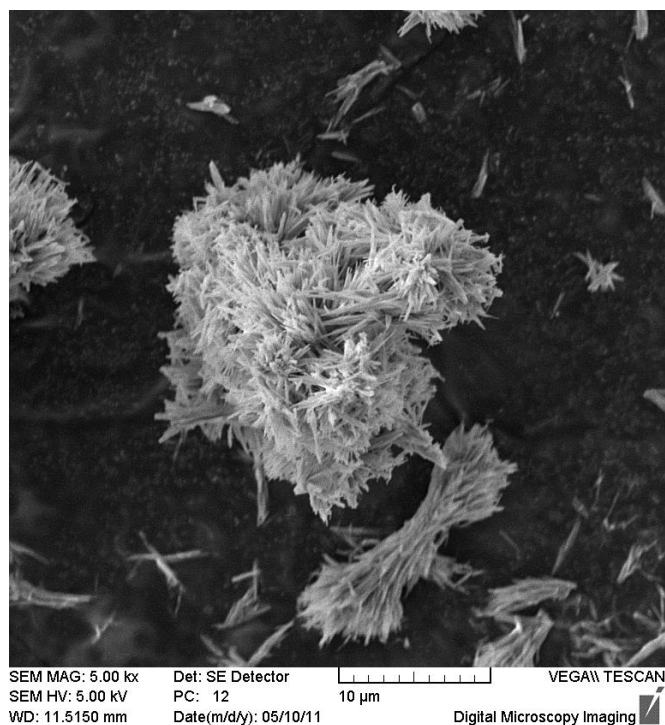
Obr. 35. Snímek vysušeného gelu, s přidavkem KCl , nevystaveného hydrotermálním podmínkám pořizený pomocí SEM



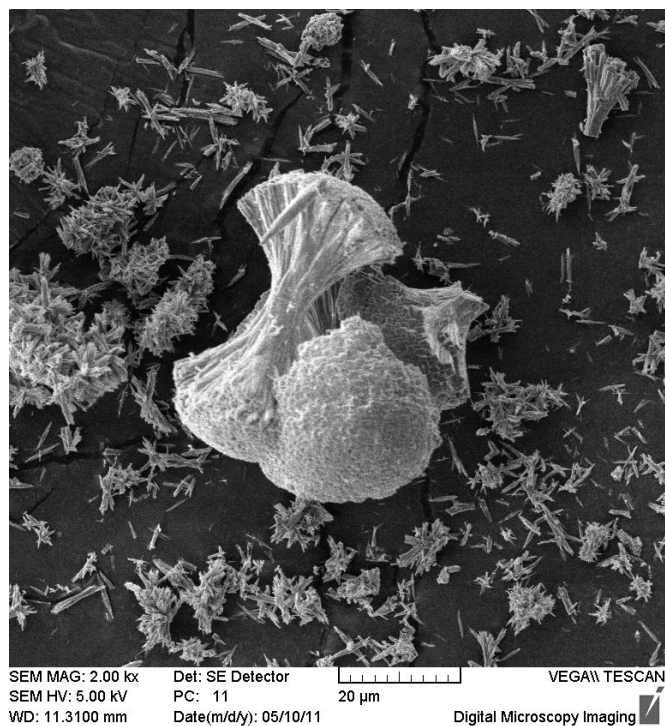
Obr. 36. Snímek vysušeného gelu, s přidavkem K_2SO_4 , nevystaveného hydrotermálním podmínkám pořizený pomocí SEM



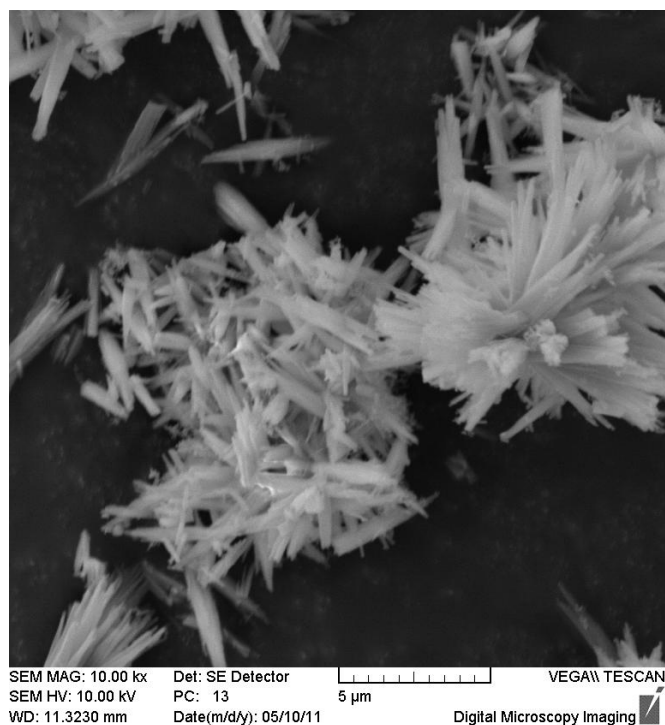
Obr. 37. Snímek vysušeného gelu, bez přidavku draselných solí, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 50 μ m



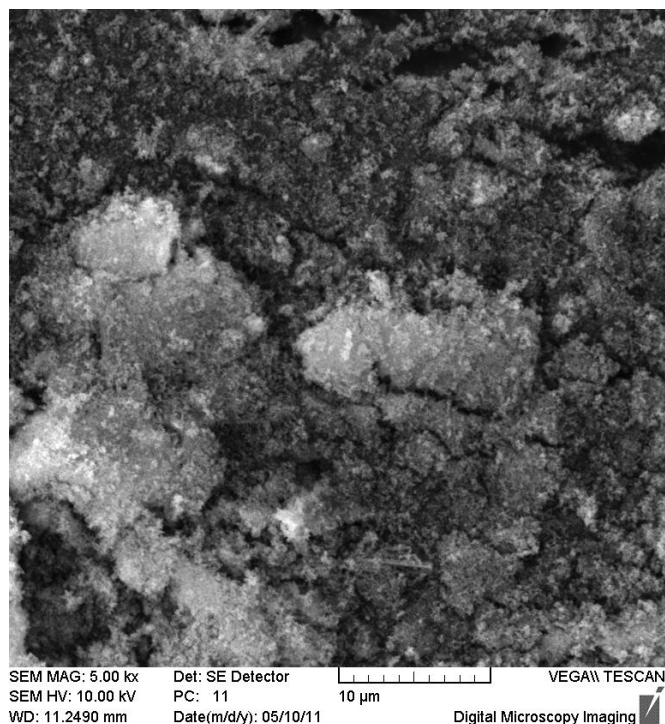
Obr. 38. Snímek vysušeného gelu, bez přidavku draselných solí, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 10 μ m



Obr. 39. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem KCl, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 20 μ m



Obr. 40. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem KCl, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 5 μ m



Obr. 41. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem *KCl*, vystaveného hydrotermálním podmínkám
pořízený pomocí SEM

Z gelů vyobrazených na **obr. 34 - 36** není rozeznatelná struktura krystalů a proto není možné identifikovat tyto struktury. Na **obr. 37 - 40**, kde jsou vyobrazeny gely, které prošly hydrotermálními podmínkami je vidět struktura krystalů, které odpovídají minerálu phillipsit [43].

Na **obr. 41** je vyobrazen gel s přídavkem K_2SO_4 , který prošel hydrotermálními podmínkami, ovšem ze snímku není jasné o jakou strukturu se jedná, proto tuto strukturu nejsme schopni identifikovat.

ZÁVĚR

Úkolem mé práce bylo prozkoumat vliv přídavku draselných solí na dobu zgelovatění a na vlastnosti produktů polykondenzačních reakcí. K analýze produktů polykondenzační reakce byly zvoleny následující instrumentální metody: XRD, FTIR a SEM.

Ze statistického zpracování závislosti doby zgelovatění na teplotě je patrné, že přídavek draselných solí nemá z 99,95 % vliv na dobu polykondenzace.

Ze směrníc rovnic linearizovaných závislostí doby zgelovatění na teplotě je patrné, že přídavek iontů má vliv na aktivační energii. Nejnižší aktivační energie, která byla zjištěna ze směrnice grafu byla u gelů bez přídavku draselných solí. Naopak nejvyšší aktivační energie byla u gelů s přídavkem K_2SO_4 .

Z XRD analýzy promytých gelů, které byly a nebyly vystaveny hydrotermálním podmínkám vyplynulo, že po vystavení gelů hydrotermálním podmínkám dochází ke změně amorfni struktury na krystalickou. Podle rozboru spekter byl tento krystal označen jako phillipsit. Změna struktury nebyla prokázána u gelu s přídavkem K_2SO_4 .

Z FTIR analýzy promytých gelů, které byly a nebyly vystaveny hydrotermálním podmínkám vyplynulo, že po vystavení gelů hydrotermálním podmínkám dochází ke změnám vibračních pásem. Z identifikace pásem vyplynulo že se jedná o phillipsit. Vibrační pásma byla označena u všech připravených gelů až na vibrační pásma v rozmezí vlnočtu $1000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ u promytého gelu K_2SO_4 vystaveného hydrotermálním podmínkám. U tohoto gelu nebyl určen druh struktury.

Z SEM analýzy promytých gelů, které byly a nebyly vystaveny hydrotermálním podmínkám vyplynulo, že po vystavení gelů hydrotermálním podmínkám dochází ke změnám struktury gelů. Z analýzy výsledků SEM vyplynulo že se jedná o phillipsit. U gelu s přídavkem K_2SO_4 struktura zůstala nepojmenovaná.

Výtěžnost studované polykondenzační reakce se s ohledem na obtížnost promývání a izolace produktů reakce nepodařila stanovit.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] ELIAS, H. *G. Macromolecules: Volume 1: Chemical structures and syntheses.* Weinheim : WILEY-VCH, 2005. 666 s. ISBN-10: 3-527-31172-6.
- [2] BRANDŠTETR, J.; HAVLICA, J. *Zeolity v maltách a betonech.* 2000, roč. 2000, č. 6, s. 48-50. ISSN: 1211-0789.
- [3] KOMNITSAS, K.; ZAHARAKI, D. *Geopolymerisation: A review and prospects for the minerals industry.* Minerals Engineering, November 2007, 14, 20, s. 1261-1277. Dostupný také z WWW: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/B6VDR-4PNF2MP-1/2/97230cd7eea75644f67aae592fb74a11>>. ISSN 0892-6875.
- [4] [Http://projektalfa.ic.cz](http://projektalfa.ic.cz) [online]. 2009 [cit. 2011-01-22]. *Polykondenzace.* Dostupné z WWW: <<http://projektalfa.ic.cz/polykondenzace.htm>>.
- [5] YOKOZAWA, T.; YOKOYAMA, A. "Chain-growth Polycondensation for Well-defined Condensation Polymers and Polymer Architecture," *Chemical Record* 5, no. 1 (2005): 47-57.
- [6] The Open University. *Introduction to polymers* [online]. [s.l.] : [s.n.], 2010 [cit. 2011-04-23]. Dostupné z WWW: <<http://openlearn.open.ac.uk/mod/oucontent/view.php?id=397829&ion=4.2>>.
- [7] PROKOPOVÁ, I. *Makromolekulární chemie.* 2. Praha : VŠCHT Praha, 2007. 207 s. ISBN 978-80-7080-662-3.
- [8] MCNAUGHT, A. D.; WILKINSON, A. IUPAC. *Compendium of Chemical Terminology (the "Gold Book").* Oxford : Blackwell Scientific Publications, 1997. 2307 s. ISBN 0-9678550-9-8.
- [9] SCHEJBALOVÁ, H.; STIBOR, I. *Úvod do studia organické a makromolekulární chemie .* 1. Liberec : Technická univerzita v Liberci, 2004. 204 s. ISBN 80-7083-879-5.
- [10] RYBNIKÁŘ, F. *Makromolekulární chemie.* Zlín : FT VUT, 2000. 105 s. ISBN 8021415568
- [11] MLEZIVA, J. *Základy makromolekulární chemie.* 1. Praha : Státní nakladatelství technické literatury, 1986. 380 s.

[12] JURŠÍK, F. *Anorganická chemie nekovů*. 1. Praha : VŠCHT Praha, 2001. 228 s. Dostupné z WWW: <http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_isbn-80-7080-417-3/pdf/176.pdf>. ISBN 80-7080-417-3.

[13] ARCHER, R. D. *Inorganic and organometallic polymers* [online]. [s.l.] : [s.n.], 2001 [cit. 2011-04-30]. Dostupné z WWW: <<http://eu.wiley.com/WileyCDA/WileyTitle/productCd-0471241873.html>>. ISBN 0-471-22445-6.

[14] KLIKORKA, J. et al. *Úvod do preparativní anorganické chemie*. 3. Praha : SNTL, 1974. 376 s. ISBN 301-03-6.

[15] LEACH, M. *Meta-Synthesis* [online]. 1999 [cit. 2011-04-30]. Meta-Synthesis. Dostupné z WWW: <http://www.meta-synthesis.com/webbook/13_lab-matrix/matrix.php?id=1389>.

[16] TROFIMOV, B.; MAL'KINA, A.; SAPOZHNIKOV, A.; VASIL'EVA, I.; SHMIDT, A.; KUROKHTINA, A.; VAKUL'SKAYA, T.; KHUTSISHVILI, S. *Polymerization of Acetylene in Aqueous PdCl₂-CuCl Solutions Novel Catalytically Active Palladium-copper-containing Carbon Materials* Doklady Chemistry. 2010, vol. 431, no. 187621989 s. 94-98. ISSN:0012-5008.

[17] JANČÁŘ, J. *Úvod do materiálového inženýrství kompozitů*. Brno : [s.n.], 1999. 40 s. Dostupné z WWW: <[http://wood.mendelu.cz/cz/sections/Props/files/verejny/MVD/Jancar - Uvod do materialoveho inzenyrstvi kompozitu/skripta_1.doc](http://wood.mendelu.cz/cz/sections/Props/files/verejny/MVD/Jancar-Uvod%20do%20materialoveho%20inzenyrstvi%20kompozitu/skripta_1.doc)>.

[18] MLEZIVA, J.; ŠŇUPÁREK, J. *Polymery, výroba, struktura, vlastnosti a použití*. Praha : Sobotáles, 2000. ISBN 8085920727.

[19] JOHN WILEY & SONS; Inc. *Principles of polymerization*. New Jersey : Hoboken, 2004. ISBN 0-471-27400-3.

[20] RUBINSTEIN, M.; COLBY, R.H. *Polymer Physics*. Oxford Univ. Press, 2003.

[21] MORTIMER, S.; RYAN, A. J.; STANFORD, J. L. *Rheological Behavior and Gel-Point Determination for a Model Lewis Acid-Initiated Chain Growth Epoxy Resin*. Macromolecules. 2001, vol. 34, is. 9, s. 2973-2980

[22] Kolektiv autorů. *Instrumentální analýza*. Praha : SNTL, 1986. 296 s. ISBN 04-601-86.

- [23] MILATA, V.; SEGL' A, P. *Spektrálne metódy v chémii*. 1. Bratislava : STU Bratislava, 2004. 296 s. ISBN 80-2272049-6.
- [24] WANG, T. D. [Http://sitemaker.umich.edu](http://sitemaker.umich.edu) [online]. 2010 [cit. 2011-01-27]. Network for Translational Research: Infrared spectroscopy. Dostupné z WWW: <http://sitemaker.umich.edu/ntr/infrared_spectroscopy>.
- [25] WILSON, E.B.; DECIUS, J.C.; CROSS, P.C. *Molecular Vibrations: the theory of infrared and Raman vibrational spectra*. Dover : [s.n.], 1980. 388 s. ISBN 0-486-63941-X.
- [26] BROWN, J. M. *Molecular Spectroscopy*. [s.l.] : Oxford University, 1998. 96 s. ISBN 019855785X
- [27] SOCRATES, G. *Infrared Characteristic Group Frequencies*. 2. Chichester : John Wiley & Sons, LTD, 1994. 349 s. Dostupné z WWW: <http://books.google.com/books?id=LDoAAjMnwEIC&printsec=frontcover&hl=cs&source=gbs_ge_summary_r&cad=0>. ISBN 0-471-85298-8.
- [28] WANG, T. D. [Http://sitemaker.umich.edu](http://sitemaker.umich.edu) [online]. 2010 [cit. 2011-01-27]. Network for Translational Research: Infrared spectroscopy. Dostupné z WWW: <http://sitemaker.umich.edu/ntr/infrared_spectroscopy>.
- [29] BARASHKOV, M. V.; KOMYAK, A. I.; SHASHKOV, S. N. *Vibrational Spectra and Structure of Potassium Alum $K_2(SO_4)_2 \cdot 12[(H_2O)_x(D_2O)_{1-x}]$* . Journal of Applied Spectroscopy. 2004-05-01, 71, s. 328-333. Dostupný také z WWW: <<http://dx.doi.org/10.1023/B:JAPS.0000039957.12208.7e>> ISSN: 0021-9037
- [30] JOHAN, Z.; ROTTER, R.; SLÁNSKÝ, E. *Analýza látek rentgenovými paprsky*. Praha: SNTL, 1970. 258 s.
- [31] MARTINI, S.; HERRERA, M. L. *X-Ray Diffraction and Crystal Size*. Journal of the American Oil Chemists' Society [online]. 2002-3-1, 79, s 315-316 Dostupný z WWW: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11746-002-0480-z>>. ISSN 0003-021X.
- [32] BRUKER AXS, INC. Bruker [online]. 2006 [cit. 2011-05-08]. *Introduction to X-ray fluorescence (XRF)*. Dostupné z WWW: <http://www.bruker-axs.de/fileadmin/user_upload/xrfintro/sec1_8.html>.

- [33] CRABTREE, ROBERT H.; MINGOS, D. MICHAEL P. *Comprehensive Organometallic Chemistry III : Volumes 1 - 13* [online]. [s.l.] : Elsevier, 2007 [cit. 2011-05-10]. Dostupné z WWW: <http://www.knovel.com/web/portal/browse/display?_EXT_KNOVEL_DISPLAY_bookid=1768&VerticalID=0>. ISBN 978-0-08-044590-8.
- [34] OSAWA, C. C.; BERTRAN, C. A. *Mullite formation from mixtures of alumina and silica sols: mechanism and pH effect*. Journal of the Brazilian Chemical Society. 2005, 16, 2, s. 251-258. ISSN 0103-5053.
- [35] STRAUCH, B. *Možnosti laserové Ramanovy spektrometrie*. 3. Praha : SNTL, 1988.
- [36] SIESLER, H; HOLLAND-MORITZ, K. *Infrared and Raman Spectroscopy of Polymers*. New York : Marcel Dekker, 1980. 389 s. ISBN:082476935X
- [37] HOLZGRABE, U.; WAWER, I.; DIEHL, B. *NMR Spectroscopy in Pharmaceutical Analysis* [online]. [s.l.] : Elsevier, 2008 [cit. 2011-05-15]. Dostupné z WWW: <http://www.knovel.com/web/portal/browse/display?_EXT_KNOVEL_DISPLAY_bookid=2766&VerticalID=0>. ISBN 978-0-444-53173-5.
- [38] MELAR, J. *Studium polykondenzace křemičitanu s hydroxohlinitanem ve vodném roztoku*. Zlín, 2008. 62 s. Diplomová práce. UTB ve Zlíně.
- [39] BEDNAŘÍK, V.; VONDRUŠKA, M.; SLAVÍK, R.; MELAR, J. *Polycondensation of Silicate with Hydroxocomplexes of Some Amphoteric Elements in Aqueous Solution*. INORGANIC REACTION MECHANISMS. 2008, 4, 6, s. 327-335. ISSN 1028-6624.
- [40] BRDIČKA, R.; KALOUSEK, M.; SCHÜTZ, A. *Úvod do fyzikální chemie*. 2. Praha, SNTL, 1972. 493 s
- [41] BEDNAŘÍK, V.; VONDRUŠKA, M.; SLAVÍK, R. *Reaction between Silicate and Hydroxoaluminate Ions in Aqueous Solution*. Inorganic Reaction Mechanisms. 2008, 6, 4, s. 265-273
- [42] BEDNAŘÍK, V., MELAR, J., VONDRUŠKA, M., SLAVÍK, R.: *Influence of Silicate Depolymerisation on the Polycondensation Reaction with Hydroxoaluminate in Alkaline Aqueous Solution*. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials. 2011, 21, 1, s. 9-14

[43] GATTA, G. D.; LEE, Y. *Anisotropic elastic behaviour and structural evolution of zeolite phillipsitenext term at high pressure: A synchrotron powder diffraction study* . Microporous and Mesoporous Materials. 2007, 3, 105, s. 239-250. ISSN 1387-1811.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

FTIR Infračervené spektrometry s Fourierovou transformací.

XRD Rentgenová difrakční analýza.

SEM Skenovací elektronová mikroskopie.

XRF Rentgenová fluorescenční analýza

NMR Nukleární magnetická rezonance

K-VS Draselné vodní sklo

SW Shapiro - Wilksonova

SEM Skenovací elektronová mikroskopie

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. <i>Vznik cyklických fosfazenů s následným otevřením kruhu [12, 13]</i>	13
Obr. 2. <i>Kondenzační reakce v roztoku chromanu [14]</i>	14
Obr. 3. <i>Řetězec polymerního chloridu paladnatého [15, 16]</i>	14
Obr. 4. <i>Číselná distribuční funkce molekulové hmotnosti [6]</i>	18
Obr. 5. <i>Hmotnostní distribuční funkce molekulové hmotnosti [6]</i>	18
Obr. 6. <i>Rozvětvená struktura polymeru [20]</i>	20
Obr. 7. <i>Vibrační pohyby molekuly z pohledu klasické fyziky [27]</i>	22
Obr. 8. <i>FTIR spektrometr s Michelsonovým interferometrem [28]</i>	23
Obr. 9. <i>IR spektrum $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ [29]</i>	24
Obr. 10. <i>Braggův zákon [32]</i>	25
Obr. 11. <i>Struktura XRD zařízení [33]</i>	26
Obr. 12. <i>Difraktogram amorfního vzorku, připraveného z Al a Si v poměru 1:3 a pH 8, zahříváného po dobu 50 hodin při teplotě 1050 ± 2 °C [34]</i>	27
Obr. 13. <i>Difraktogram krystalického vzorku, připraveného z Al a Si v poměru 1:3 a pH 1, zahříváného po dobu 250 hodin při teplotě 1050 ± 2 °C [34]</i>	27
Obr. 14. <i>Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS$</i>	41
Obr. 15. <i>Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka K_2SO_4</i>	42
Obr. 16. <i>Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KNO_3</i>	42
Obr. 17. <i>Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KCl</i>	43
Obr. 18. <i>Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KI</i>	43
Obr. 19. <i>Graf závislosti přirozeného logaritmu doby zgelovatění na převrácené hodnotě reakční teploty pro $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O + K-VS +$ navážka KBr</i>	44
Obr. 20. <i>Grafy Shapiro - Wilksonova W testu pro normální rozložení</i>	47
Obr. 21. <i>Krabicové grafy jednotlivých roztoků</i>	49
Obr. 22. <i>XRD spektrum promytého gelu bez přídavku draselných solí</i>	51
Obr. 23. <i>XRD spektrum promytého gelu přídavkem K_2SO_4</i>	51
Obr. 24. <i>XRD spektrum promytého gelu přídavkem KCl</i>	52

Obr. 25. XRD spektrum promytého gelu bez přídavku draselných solí vystavenému hydrotelnárním podmínkám	52
Obr. 26. XRD spektrum promytého gelu s přídavkem K_2SO_4 a vystavenému hydrotelnárním podmínkám	53
Obr. 27. XRD spektrum promytého gelu s přídavkem KCl a vystavenému hydrotelnárním podmínkám	53
Obr. 28. FTIR spektrum promytého gelu bez přídavku draselných solí	54
Obr. 29. FTIR spektrum promytého gelu s přídavkem K_2SO_4	55
Obr. 30. FTIR spektrum promytého gelu s přídavkem KCl	55
Obr. 31. FTIR spektrum promytého gelu bez přídavku draselných solí a vystavenému hydrotelnárním podmínkám	56
Obr. 32. FTIR spektrum promytého gelu s přídavkem K_2SO_4 a vystavenému hydrotelnárním podmínkám	57
Obr. 33. FTIR spektrum promytého gelu s přídavkem KCl a vystavenému hydrotelnárním podmínkám	57
Obr. 34. Snímek vysušeného gelu, bez přídavku draselných solí, nevystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM	59
Obr. 35. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem KCl, nevystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM	60
Obr. 36. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem K_2SO_4 , nevystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM	60
Obr. 37. Snímek vysušeného gelu, bez přídavku draselných solí, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 50 μm	61
Obr. 38. Snímek vysušeného gelu, bez přídavku draselných solí, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 10 μm	61
Obr. 39. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem KCl, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 20 μm	62
Obr. 40. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem KCl, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM 5 μm	62
Obr. 41. Snímek vysušeného gelu, s přídavkem KCl, vystaveného hydrotermálním podmínkám pořízený pomocí SEM	63

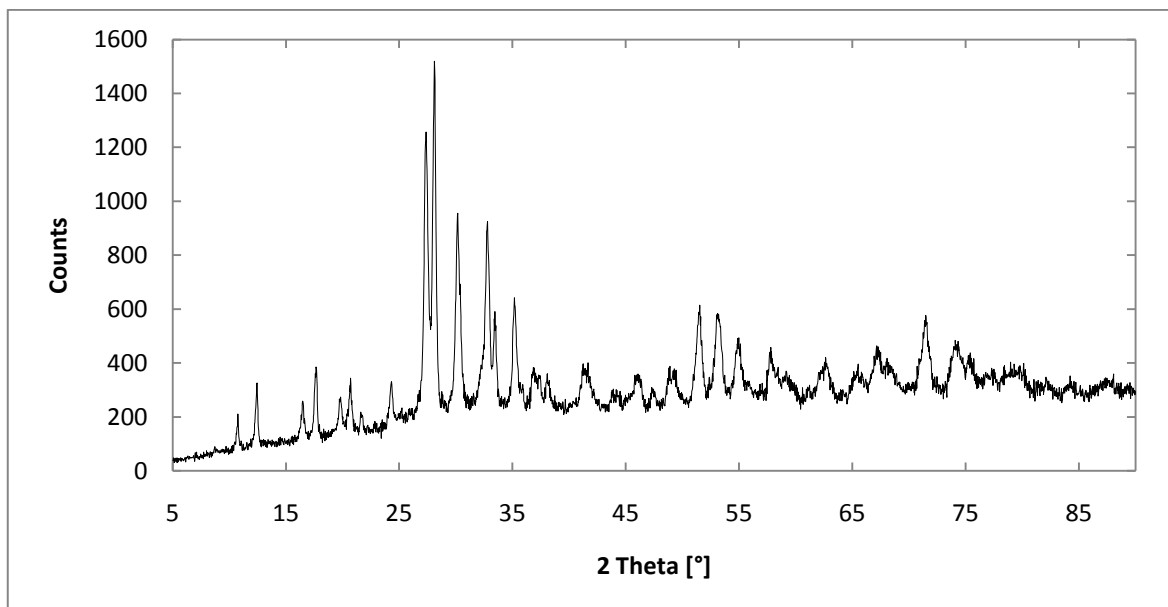
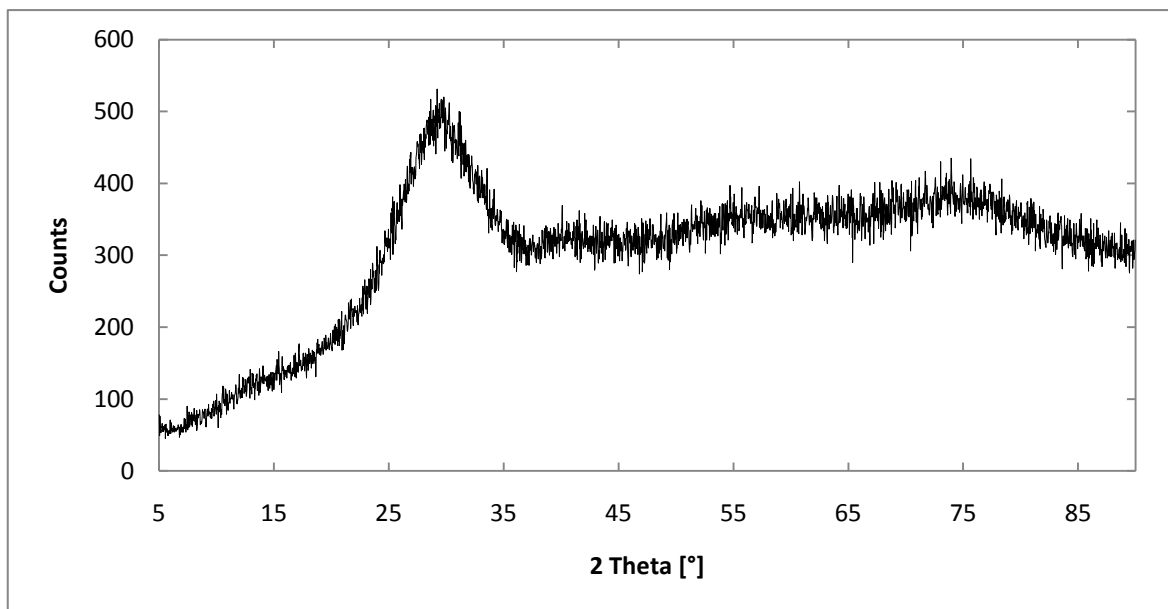
SEZNAM TABULEK

Tab. 1. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS bez přídavku draselných solí	34
Tab. 2. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přídavkem K_2SO_4	35
Tab. 3. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přídavkem KNO_3	35
Tab. 4. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přídavkem KCl	36
Tab. 5. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přídavkem KI	36
Tab. 6. Navážky $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a K-VS s přídavkem KBr	37
Tab. 7. Hodnoty směrníc přímemek z grafů na obr. 14 - 19	44
Tab. 8. Naměřené doby zgelovatění pro jednotlivé roztoky a teploty	46
Tab. 9. Výsledky SW-W testu	47
Tab. 10. Leveneův test homogenity rozptylů	48
Tab. 11. Analýza rozptylů na hladině významnosti 0,05	49
Tab. 12. Analýza rozptylů na hladině významnosti 0,01	49
Tab. 13. Charakteristické vibrační pásy promytých gelů	56
Tab. 14. Charakteristické vibrační pásy promytých gelů vystavených hydrotermálním podmínkám	58

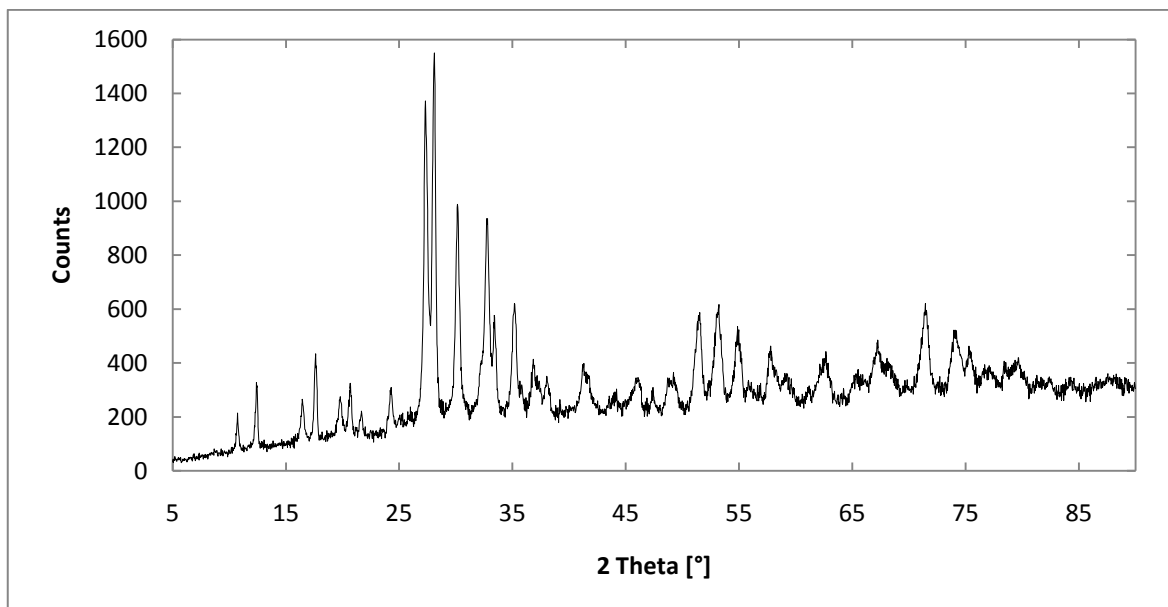
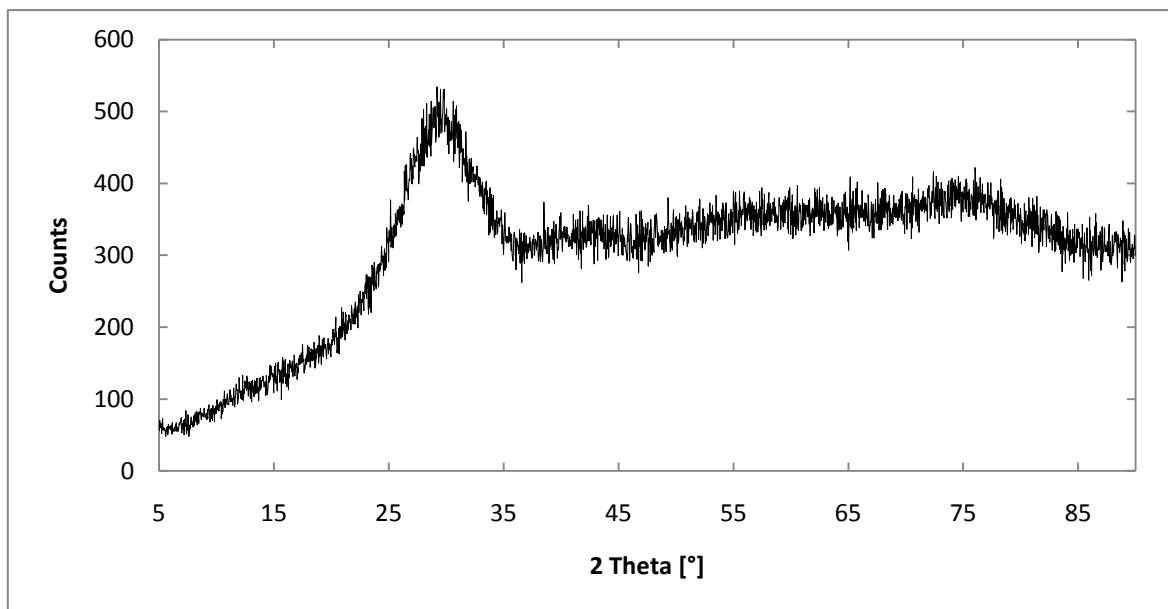
SEZNAM PŘÍLOH

- P I *XRD spektra promytých gelů s přidavkem KNO_3 (nevystaveného i vystaveného hydrotermálním podmínkám)*
- P II *XRD spektra promytých gelů s přidavkem KI (nevystaveného i vystaveného hydrotermálním podmínkám)*
- P III *XRD spektra promytých gelů s přidavkem KBr (nevystaveného i vystaveného hydrotermálním podmínkám)*
- P IV *FTIR spektra promytých gelů s přidavkem KNO_3 (nevystaveného i vystaveného hydrotermálním podmínkám)*
- P V *FTIR spektra promytých gelů s přidavkem KI (nevystaveného i vystaveného hydrotermálním podmínkám)*
- P VI *FTIR spektra promytých gelů s přidavkem KBr (nevystaveného i vystaveného hydrotermálním podmínkám)*

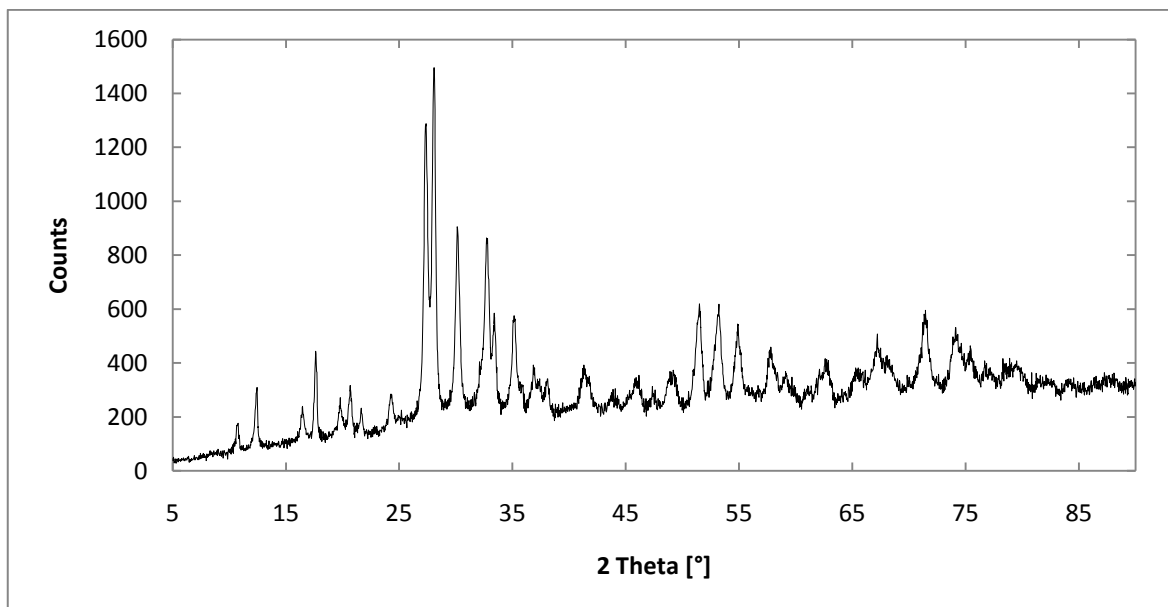
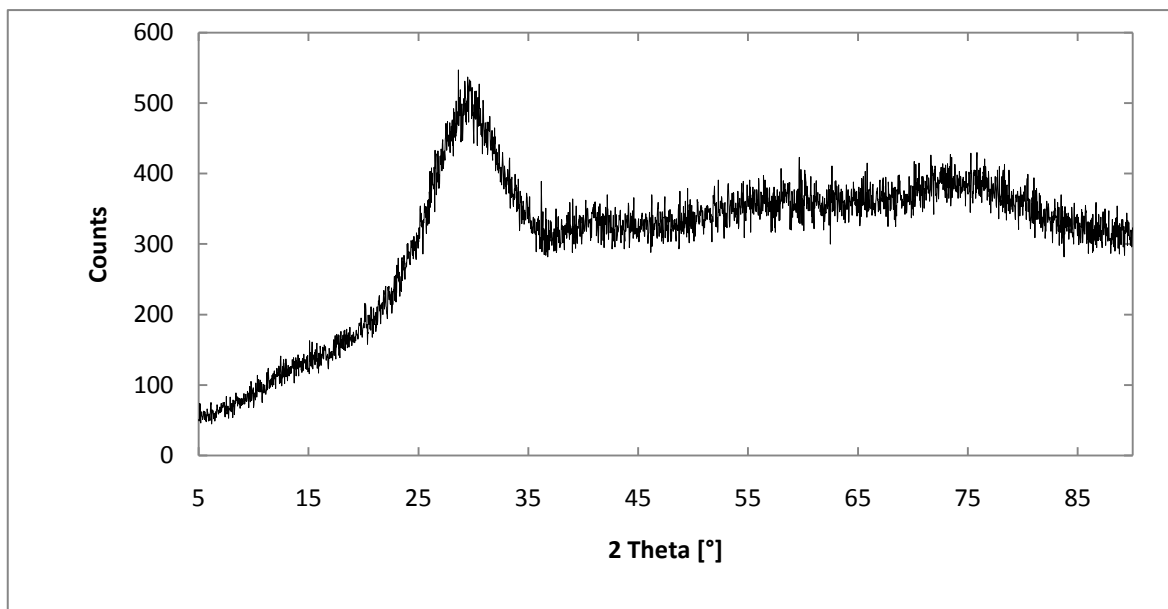
PŘÍLOHA I: XRD SPEKTRA PROMYTÝCH GELŮ S PŘÍDAVKEM KNO_3 (NEVYSTAVENÉHO I VYSTAVENÉHO HYDROTERMÁLNÍM PODMÍNKÁM)



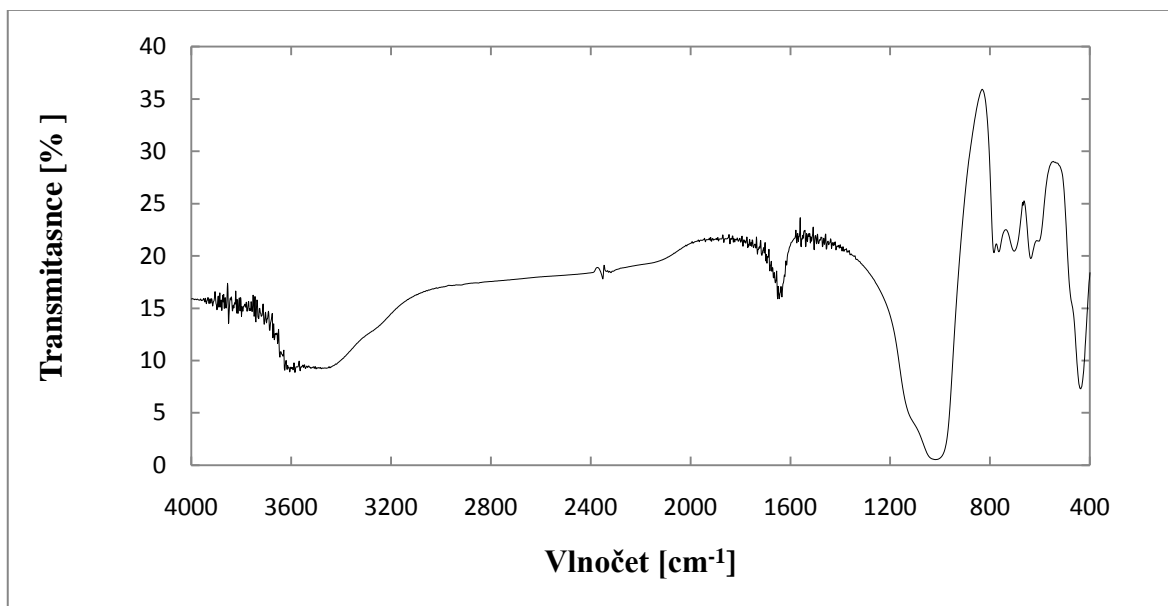
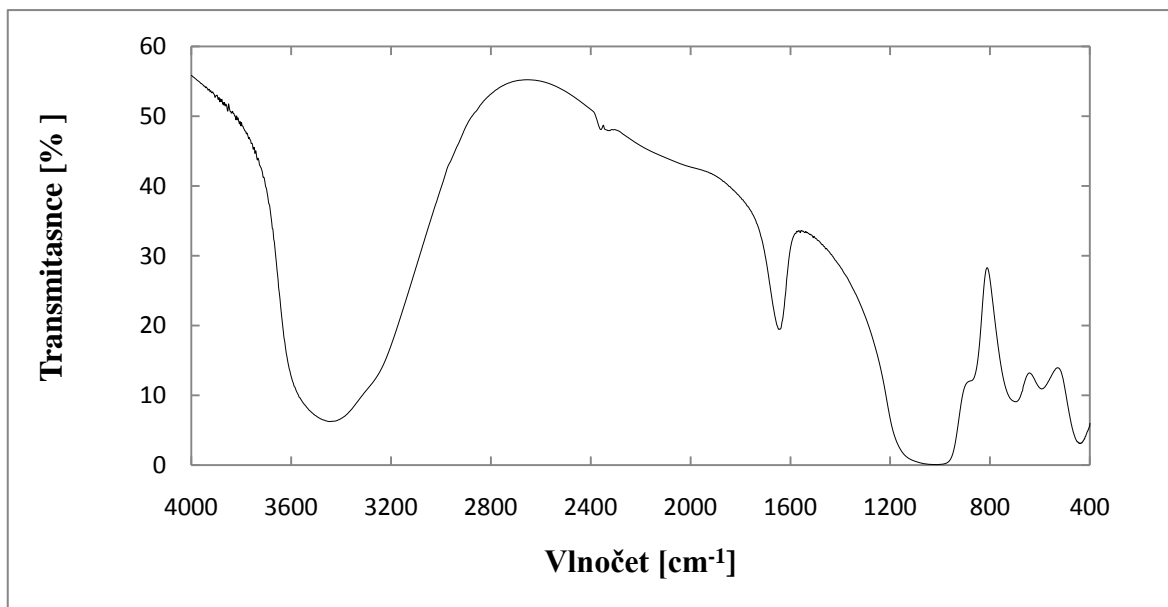
**PŘÍLOHA II: XRD SPEKTRA PROMYTÝCH GELŮ S PŘÍDAVKEM KI
(NEVYSTAVENÉHO I VYSTAVENÉHO HYDROTERMÁLNÍM
PODMÍNKÁM)**



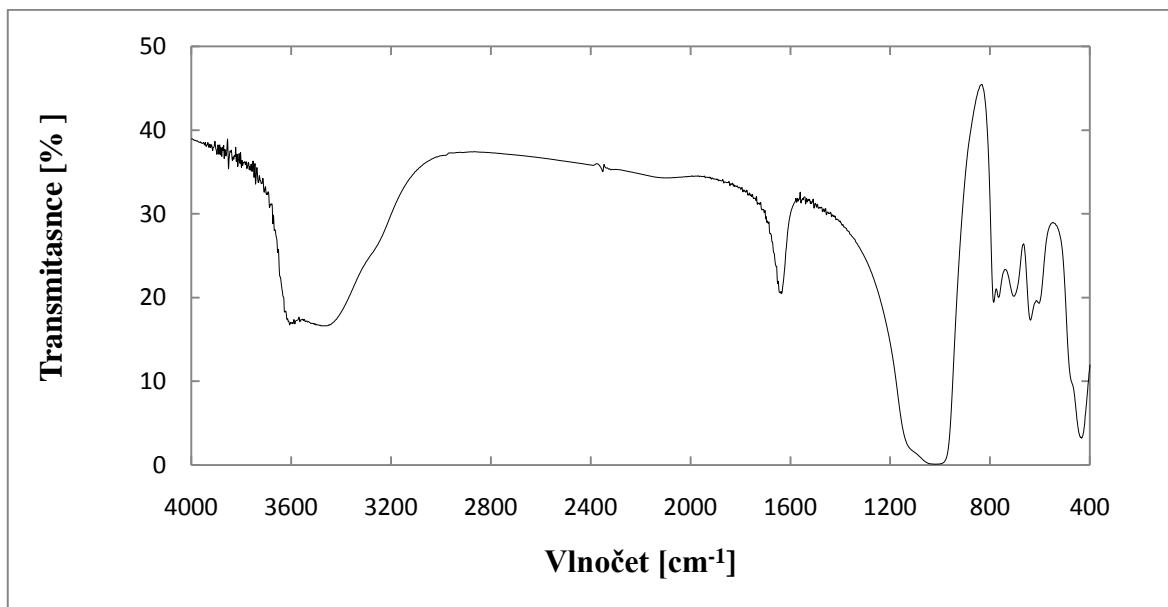
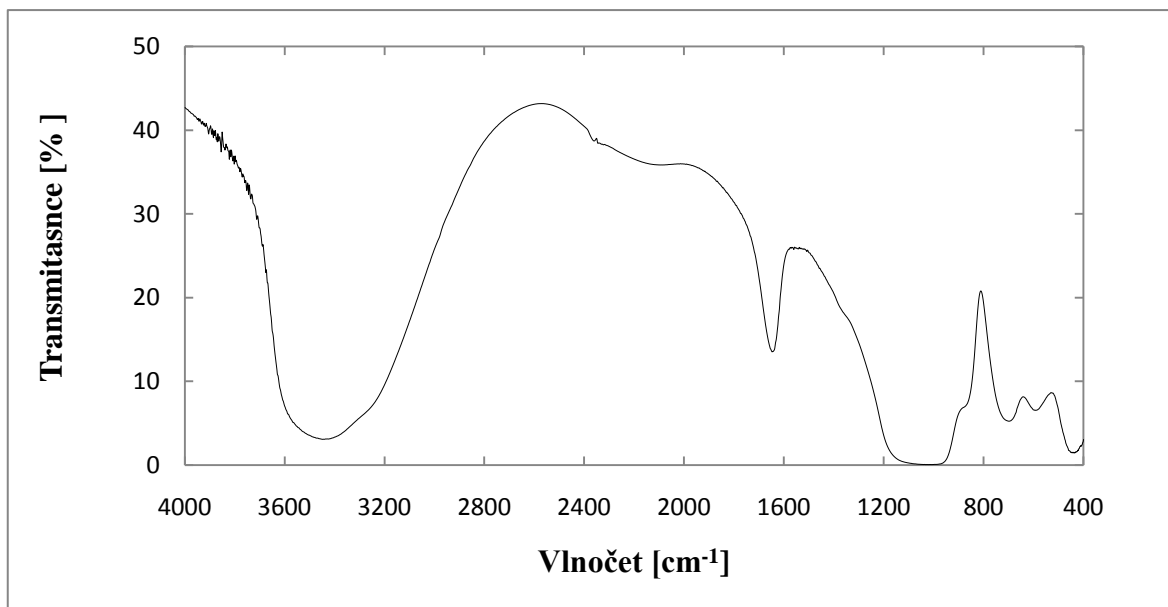
PŘÍLOHA III: XRD SPEKTRA PROMYTÝCH GELŮ S PŘÍDAVKEM KB_R (NEVYSTAVENÉHO I VYSTAVENÉHO HYDROTERMÁLNÍM PODMÍNKÁM)



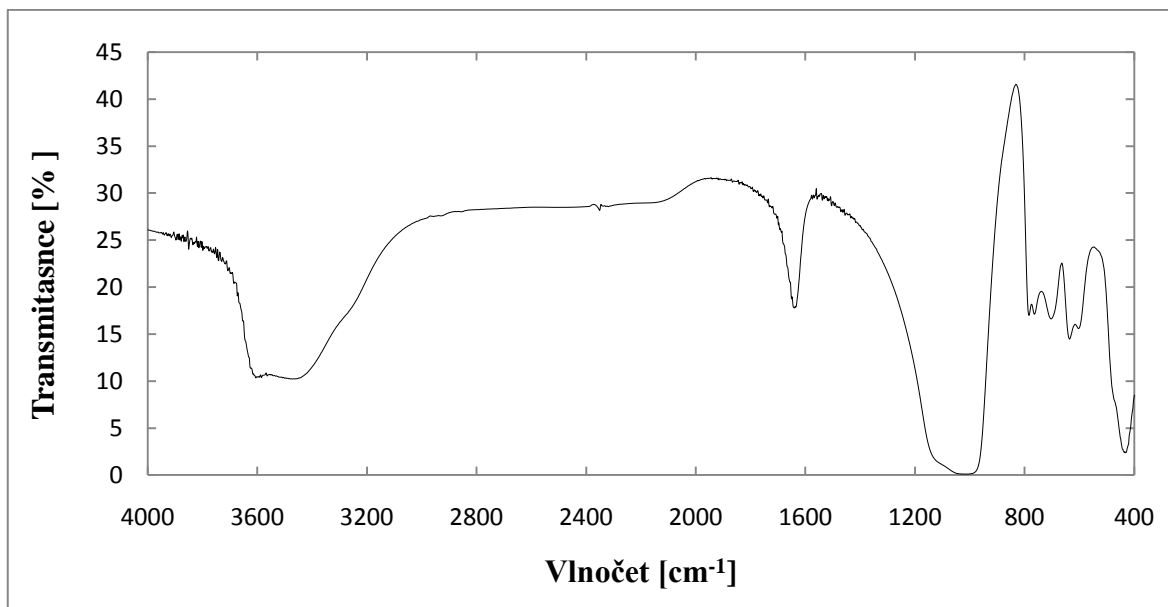
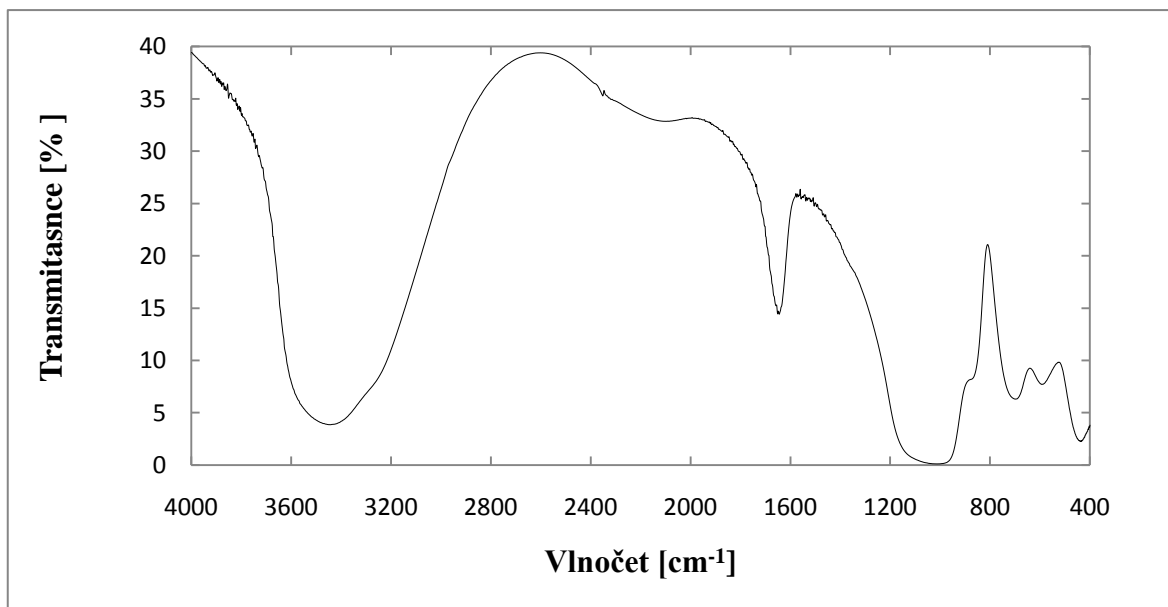
PŘÍLOHA IV: FTIR SPEKTRA PROMYTÝCH GELŮ S PŘÍDAVKEM KNO_3 (NEVYSTAVENÉHO I VYSTAVENÉHO HYDROTERMÁLNÍM PODMÍNKÁM)



**PŘÍLOHA V: FTIR SPEKTRA PROMYTÝCH GELŮ S PŘÍDAVKEM KI
(NEVYSTAVENÉHO I VYSTAVENÉHO HYDROTERMÁLNÍM
PODMÍNKÁM)**



**PŘÍLOHA VI: FTIR SPEKTRA PROMYTÝCH GELŮ S PŘÍDAVKEM
KB_R (NEVYSTAVENÉHO I VYSTAVENÉHO HYDROTERMÁLNÍM
PODMÍNKÁM)**



EVIDENČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

Sigla (místo uložení diplomové práce)	Ústřední knihovna UTB ve Zlíně
Název diplomové práce	Studium mechanismu a produktů anorganických polykondenzačních reakcí
Autor diplomové práce	Bc. Antonín Filák
Vedoucí diplomové práce	doc. Ing. Vratislav Bednařík, Ph.D.
Vysoká škola	Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Adresa vysoké školy	nám T. G. Masaryka 5555, 760 01 Zlín
Fakulta (adresa, pokud je jiná než adresa VS)	Fakulta technologická ve Zlíně nám. T. G. Masaryka 275, 762 72 Zlín
Katedra (adresa, pokud je jiná než adresa VS)	Ústav inženýrství ochrany životního prostředí nám T. G. Masaryka 275, 762 72 Zlín
Rok obhájení DP	2011
Počet stran	80
Počet svazků	3
Vybavení (obrázky, tabulky...)	41 obrázků, 14 tabulek, 6 příloh
Klíčová slova	anorganická polykondenzace, doba zgelovatění, draselné soli, XRD, FTIR, SEM, phillipsit