

MARIAN ZABORSKI¹⁾, TADEUSZ PARYJCZAK²⁾
ANNA KAŻMIERCZAK²⁾, JADWIGA ALBIŃSKA²⁾

Charakterystyka fizykochemicznych właściwości nieorganicznych składników mieszanin polimerowych o budowie „jądro-powłoka”

CZ. II. UKŁADY ZAWIERAJĄCE KRZEMIONKĘ PIROGENICZNĄ^{*)}

CHARACTERIZATION OF PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF THE INORGANIC COMPONENTS IN THE “CORE-SHELL”-STRUCTURED IN POLYMER MIXTURES. PART II. THE SYSTEMS OBTAIN PYROGENIC SILICA

Summary — Wet impregnation of pyrogenic silica (Aerosil 200 and Aerosil 300) with aqueous solutions of zinc salts [$Zn(NO_3)_2$, $Zn(CH_3COO)_2$, $Zn(NH_3)_4(NO_3)_2$ and zinc complexes with EDTA, ethylene diamine and diethyl triamine] was used to obtain a new type of dispersoids with “core-shell” (ZnO/SiO_2 systems) structure, containing 1–20% ZnO by weight. Physico-chemical properties of ZnO/SiO_2 systems were determined using EDX, ICP, adsorptive static method and XRD.

Wet impregnation allows to obtain ZnO/SiO_2 systems with the assumed ZnO content, regardless of the kind of zinc salt being supported (Table 4). Bulk and surface layer ZnO content is proportional to the amount of zinc salt being supported, and the surface layer is ZnO enriched (Table 3). XRD shows that ZnO supported on pyrogenic silica is amorphous. Increase in ZnO content decreases the ZnO/SiO_2 system specific surface (more visible in Aerosil 300), whereas their capillary structure remains unchanged (Table 6).

Deposition of ZnO on pyrogenic silica improves its dispersion and ZnO/SiO_2 systems may be used as white fillers, crosslinking agents and activators of elastomer mixtures.

Key words: “core-shell” dispersoids, pyrogenic silica, wet impregnation, ZnO/SiO_2 systems, textural characteristics.

Napełniacze mineralne są silnie rozdrobnionymi substancjami stanowiącymi zdyspergowaną i nierozpuszczalną fazę w kompozytowych materiałach polimerowych. Pod względem właściwości wzmacniających napełniacze takie można podzielić na aktywne i bierne. Krzemionki, zaliczane do napełniaczy aktywnych, otrzymuje się dwiema metodami: strąceniową i pirogeniczną.

Metoda strąceniowa polega na wytrąceniu SiO_2 z krzemianu sodowego za pomocą kwasu siarkowego. Powierzchnia właściwa krzemionek strączanych zmienia się w przedziale 12–800 m²/g. Na powierzchni tego

typu krzemionek można wykryć obecność jonów Na^+ stanowiących zanieczyszczenie [1].

Krzemionkę pirogeniczną (*fumed, pyrogenic, thermal silica*) produkuje się wg licencji firmy Degussa AG w wyniku reakcji krzemu z bezwodnym, gazowym HCl. Tworzy się $SiCl_4$, który zostaje zmieszany z wodorem oraz powietrzem i następnie jest spalany w temp. ok. 2073 K, tworząc SiO_2 . Wydzielający się HCl zawraca się do obiegu. Metodą tą otrzymuje się krzemionki o cząstkach sferycznych i powierzchni właściwej 5–400 m²/g [2].

Krzemionki pirogeniczne mają bardziej jednorodną strukturę kapilarną niż krzemionki strącane [3, 4]. Również rozkład centrów energetycznych na powierzchni krzemionki pirogeniczej jest bardziej jednorodny niż na żelu krzemionkowym i krzemionce stręcanej [5].

Krzemionki pirogeniczne zawierają mniej powierzchniowych grup silanolowych niż krzemionki strącane, gdzie występują przede wszystkim grupy związane, tj.

¹⁾ Politechnika Łódzka, Instytut Polimerów, ul. Żeromskiego 116, 90-924 Łódź.

²⁾ Politechnika Łódzka, Instytut Chemii Ogólnej i Ekologicznej, ul. Żeromskiego 116, 90-924 Łódź.

^{*)} Cz. I — por. [1].

wicynalne i geminalne [6]. Prawdopodobnie, na powierzchni krzemionek strączonych są obecne także krótkie fragmenty poli(kwasu krzemowego), o czym może świadczyć zjawisko przejścia jonowego krzemionek strączonych w przedziale temperatury 373–493 K oraz duża, dochodząca nawet do 14 grup/nm² zawartość grup -OH, podczas gdy w przypadku krzemionek pirogenicznych jest to wartość wynosząca ok. 3 grup/nm² [7, 8].

W skład mieszanin elastomerowych, obok napelniaaczy, wchodzi także inne nieorganiczne dyspersoidy, takie jak aktywatory lub substancje sieciujące, np. ZnO.

Celem naszych badań było opracowanie metody syntezy dyspersoidów o budowie „jądro-powłoka”, stanowiących układy ZnO/SiO₂ z jądrem krzemionkowym i powłoką ZnO. Ze względu na różnice w charakterystyce krzemionek strączonych i pirogenicznych, wydawało się celowe porównanie właściwości układów otrzymanych w wyniku osadzenia ZnO na tych dwóch typach krzemionek.

W pierwszej części pracy przedstawiliśmy właściwości układów ZnO/SiO₂, w których ZnO został osadzony na krzemionkach strączonych — „Zeosilu 175 MP” i „Ultrasilu VN2” [1]. Niniejszy artykuł dotyczy natomiast fizykochemicznej charakterystyki układów ZnO/SiO₂, w których ZnO osadzono na krzemionkach pirogenicznych.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Przedmiotem badań były fizykochemiczne właściwości krzemionek pirogenicznych — „Aerosilu 200” i „Aerosilu 300” firmy Degussa (Niemcy) — oraz tychże krzemionek z osadzonym na nich tlenkiem cynku w ilości 1, 4, 8, 12 lub 20% mas. (układy ZnO/SiO₂).

Wszystkie układy ZnO/SiO₂ otrzymano w wyniku mokrej impregnacji odpowiedniej krzemionki solami cynku: Zn(NO₃)₂, Zn(CH₃COO)₂ i Zn(NH₃)₄(NO₃)₂. Do impregnacji „Aerosilu 200” zastosowano także związki kompleksowe cynku z kwasem etylenodiaminotetraoctowym (EDTA), etylenodiaminą i dietylenotriaminą. Prekursory układów ZnO/SiO₂, po wysuszeniu w temp. 393 K, kalcynowano w przepływie powietrza w temp. 723 K w ciągu 4 h. Wybór temperatury kalcynacji był poprzedzony oznaczeniami termogravimetrycznymi i temperaturowo programowanym rozkładem. Przed oznaczeniem fizykochemicznych właściwości wyjściowych krzemionek pirogenicznych poddawano je wstępnej obróbce wodą, suszeniu w temp. 393 K i kalcynacji w temp. 723 K w ciągu 4 h.

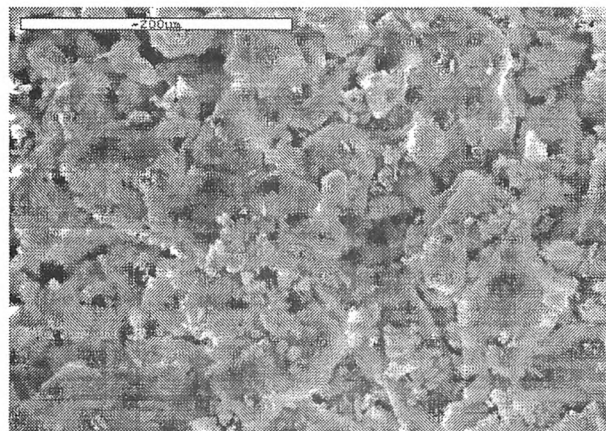
Metodyka badań omawianych tu układów została opisana w [1].

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Do oznaczania składu warstwy powierzchniowej „Aerosilu 200” i „Aerosilu 300” oraz układów ZnO/

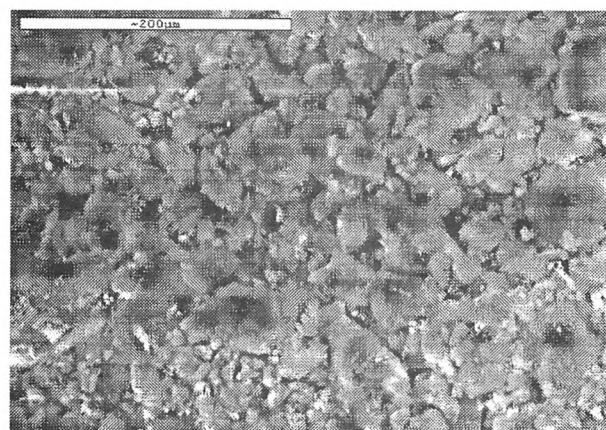
SiO₂ zastosowano metodę mikroanalizy rentgenowskiej. Obliczenia procentowej zawartości pierwiastków w analizowanych próbkach wykonano za pomocą programu „SEM Quant” z procedurą korekcyjną ZAF.

Rysunki 1 i 2 przedstawiają mikroskopowe obrazy topograficzne omawianych krzemionek, a tabela 1 zawiera wyniki oznaczania składu ich warstw powierzchniowych.



Rys. 1. Mikroskopowy obraz topograficzny krzemionki pirogenicznej „Aerosil 200”

Fig. 1. Microscopic topographic picture of pyrogenic silica Aerosil 200



Rys. 2. Mikroskopowy obraz topograficzny krzemionki pirogenicznej „Aerosil 300”

Fig. 2. Microscopic topographic picture of pyrogenic silica Aerosil 300

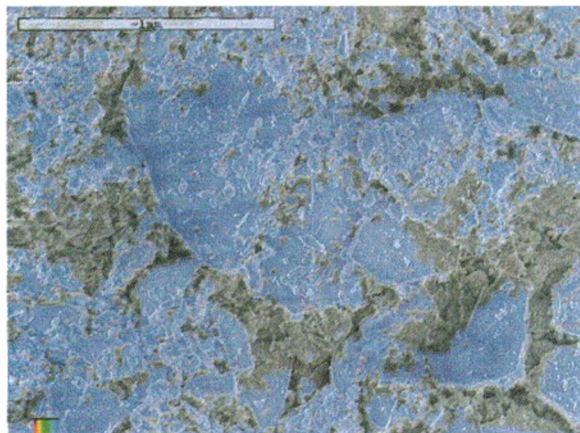
Tabela 1. Ilościowy skład chemiczny powierzchni wyjściowych krzemionek pirogenicznych (% mas.)

Table 1. Quantitative chemical composition of initial [pyrogenic silica (wt. %)]

Pierwiastek	„Aerosil 200”	„Aerosil 300”
Si	44,13	44,97
O	55,87	58,03

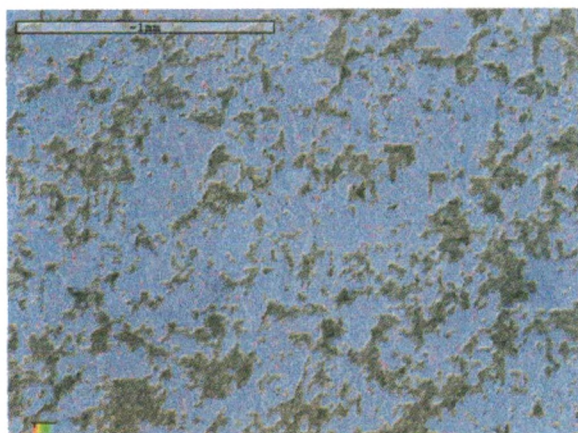
Do oznaczania składu warstwy powierzchniowej układów ZnO/SiO₂ zastosowano program „CAMEO”, który pozwala nanieść na czarno-biały obraz topogra-

ficzny kolorową mapę ich składu chemicznego. W otrzymanym obrazie kolorem niebieskim zaznaczone są obszary o dużym stężeniu Si, a kolorem szarym — obszary o dużym stężeniu Zn. Na rysunkach 3 i 4 przedstawiono także kolorowe obrazy topograficzne, odpowiednio, układów 12% mas. ZnO/„Aerosil 200” i 12% mas. ZnO/„Aerosil 300”; układy te otrzymano w wyniku impregnacji odpowiedniej krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$.



Rys. 3. Mikroskopowy obraz topograficzny układu 12% mas. ZnO/„Aerosil 200” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$ (kolor niebieski oznacza obszary o dużym stężeniu Si, kolor szary — o dużym stężeniu Zn)

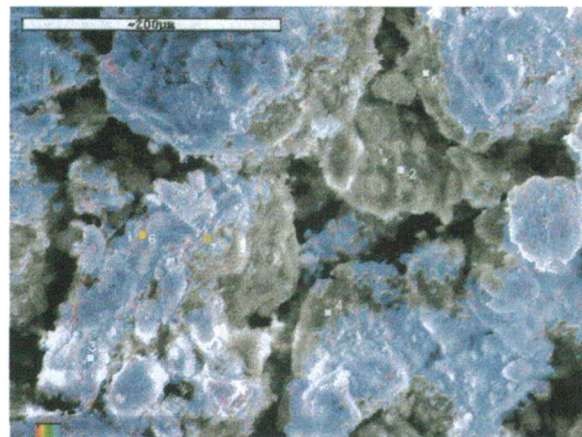
Fig. 3. Microscopic topographic picture of 12% ZnO/Aerosil 200 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution (areas with high Si concentrations are shown in blue, and those with high Zn concentrations in gray)



Rys. 4. Mikroskopowy obraz topograficzny układu 12% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$ (rozkład kolorów jak na rys. 3)

Fig. 4. Microscopic topographic picture of 12% ZnO/Aerosil 300 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution (color distribution as in Fig. 3)

Mikroskopowy obraz topograficzny układu 12% mas. ZnO/„Aerosilu 200” ilustruje rys. 5. Są tam zaznaczone punkty, w których wykonano analizę ilościową; wyniki tej analizy punktowej zawiera tabela 2.



Rys. 5. Mikroskopowy obraz topograficzny układu 12% mas. ZnO/„Aerosil 200” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem soli kompleksowej Zn z EDTA, z zaznaczonymi punktami, w których wykonano analizę ilościową (por. tabela 2); rozkład kolorów niebieskiego i szarego jak na rys. 3, kolor różowy oznacza sól

Fig. 5. Microscopic topographic picture of 12% ZnO/Aerosil 200 system obtained by impregnation of silica with water aqueous solution of Zn—EDTA complex with marked points in which quantitative analysis was carried out (see Table 2); distribution of blue and gray color, see Fig. 3, pink denotes sodium

Tabela 2. Zawartość Si i Zn w poszczególnych punktach powierzchniowej warstwy układu 12% mas. ZnO/„Aerosil 200”, otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki związkiem kompleksowym Zn z EDTA (por. rys. 5)

Table 2. Percentage content of Si and Zn at individual points of the 12% ZnO/Aerosil 200 system surface layer obtained by impregnation of silica with the Zn—EDTA complex aqueous solution

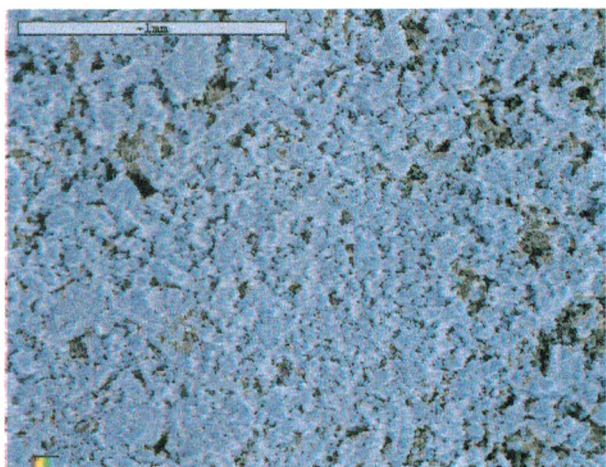
Skład	Nr punktu					
	1	2	3	4	5	6
Si, % mas.	33	6,2	45,2	9,6	16,7	9,6
Zn, % mas.	7,8	81,9	20,0	75,8	55,8	1,6

Dane zawarte w tabeli 2 wskazują, że w przypadku zastosowania do impregnacji „Aerosilu 200” związku kompleksowego Zn z solą disodową EDTA w układzie pojawia się jako zanieczyszczenie sól (kolor różowy na obrazie topograficznym); świadczą też o tym małe stężenia Si i Zn w punkcie 6 (tabela 2).

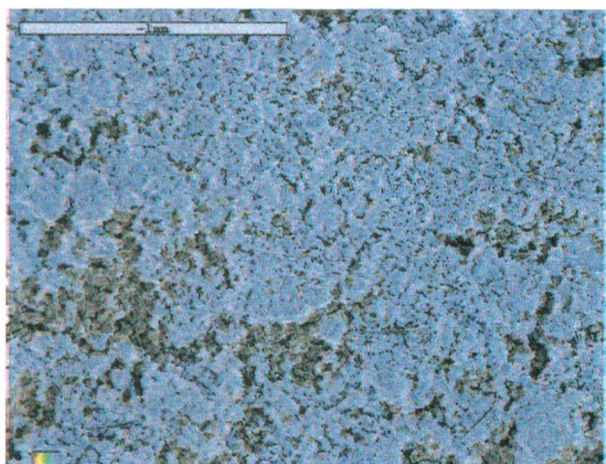
Wyniki analizy powierzchniowej układów ZnO/„Aerosil 300” są przedstawione w tabeli 3. Zawartość ZnO w warstwie powierzchniowej takich układów zwiększa się więc wraz ze wzrostem stężenia nanoszonej na krzemionkę soli cynku.

Rysunki 6 i 7 przedstawiają mikroskopowe obrazy topograficzne układów ZnO/„Aerosil 300” zawierające, odpowiednio, 4 i 8% mas. ZnO; otrzymano je w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$. Rozkład kolorów potwierdza tu wnioski wynikające z tabeli 3.

Jeżeli do impregnacji krzemionki zastosuje się różne sole cynku o takim samym stężeniu, to w otrzymanych



Rys. 6. Mikroskopowy obraz topograficzny układu 4% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$ (rozkład kolorów jak na rys. 3)
Fig. 6. Microscopic topographic picture of 4% ZnO/Aerosil 300 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution (color distribution as in Fig. 3)



Rys. 7. Mikroskopowy obraz topograficzny układu 8% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$ (rozkład kolorów jak na rys. 3)
Fig. 7. Microscopic topographic picture of 8% ZnO/Aerosil 300 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution (color distribution as in Fig. 3)

układach ZnO/SiO₂ zawartość ZnO jest taka sama niezależnie od rodzaju naniesionej soli cynku, którym impregnowano krzemionki pirogeniczne. Zawartość ZnO w powierzchniowej warstwie układów ZnO/SiO₂ była większa od zakładanej (1, 4, 8, 12, 20% mas., tabela 3), co świadczy o tym, że na skutek segregacji warstwa ta zostaje wzbogacona w ZnO.

Zawartość ZnO w masie układów ZnO/SiO₂ otrzymanych z zastosowaniem różnych związków cynku oznaczano metodą ICP (Inductively Coupled Plasma — plazma wzbudzona indukcyjnie); wyniki tych pomiarów zawiera tabela 4. I w tym przypadku zawartość ta nie zależy od rodzaju naniesionej soli cynku.

Tabela 3. Zawartość Si i Zn w powierzchniowej warstwie układów ZnO/„Aerosil 300” otrzymanych w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$

Table 3. Percentage content of Si and Zn at individual points of the ZnO/Aerosil 300 systems surface layers obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution

Zawartość ZnO (% mas.) w układzie ZnO/„Aerosil 300”	Wyniki analizy składu warstwy powierzchniowej układu ZnO/SiO ₂ , % mas.		
	Si	Zn	ZnO
1	40,48	1,32	1,64
4	41,27	4,86	6,05
8	37,67	9,62	11,97
12	33,98	13,37	16,64
20	31,85	21,35	26,57

Tabela 4. Oznaczana metodą ICP zawartość ZnO w układach ZnO/SiO₂

Table 4. ZnO content in ZnO/SiO₂ systems by ICP

Rodzaj nanoszonego związku cynku	Zawartość ZnO w % mas. założona	oznaczona	
		„Aerosil 200”	„Aerosil 300”
Zn(NO ₃) ₂	1	0,98	1,01
	4	3,92	3,89
	8	7,91	7,99
	12	11,89	12,05
	20	19,62	19,59
Zn(CH ₃ COO) ₂	1	0,99	0,97
	4	3,97	4,02
	8	8,03	7,94
	12	12,03	11,92
	20	19,78	19,84
Zn(NH ₃) ₄ (NO ₃) ₂	1	1,02	0,98
	4	4,04	3,95
	8	7,91	7,95
	12	11,97	12,01
	20	19,88	19,67
Kompleks Zn z EDTA	8	7,59	
Kompleks Zn z etylenodiaminą	8	7,72	
Kompleks Zn z dietylenotriaminą	8	7,61	

W celu określenia wpływu ilości i rodzaju nanoszonej soli cynku na właściwości teksturalne układów ZnO/„Aerosil 200” i Zn/„Aerosil 300” określono wartości powierzchni właściwej i dominujące promienie kapilar adsorpcyjną metodą statyczną.

Jako adsorbat stosowano przy tym azot i na podstawie jego adsorpcji/desorpcji w temp. 77 K, podobnie jak w [1], obliczono metodą BET pojemność monowarstwy adsorbentu a metodą Dollimora—Heala dominujący promień kapilar.

Właściwości teksturalne wyjściowych krzemionek pirogenicznnych przedstawiają tabela 5 oraz rys. 8 i 9.

Omawiane w naszej pracy krzemionki pirogeniczne różnią się więc właściwościami teksturalnymi. „Aerosil

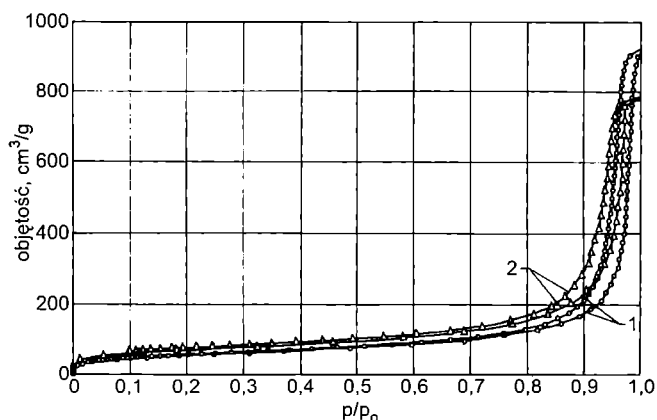
200" ma mniejszą powierzchnię właściwą, ale większą pojemność sorpcyjną przy czym ok. 50% tej pojemności przypada na kapilary o promieniach 30–20 nm. Natomiast w „Aerosilu 300” ponad 50% jego pojemności sorpcyjnej przypada na kapilary o mniejszych promieniach wynoszących 20–10 nm.

T a b e l a 5. Właściwości teksturalne „Aerosilu 200” i „Aerosilu 300”^{*)}

T a b l e 5. Textural properties of Aerosil 200 and Aerosil 300

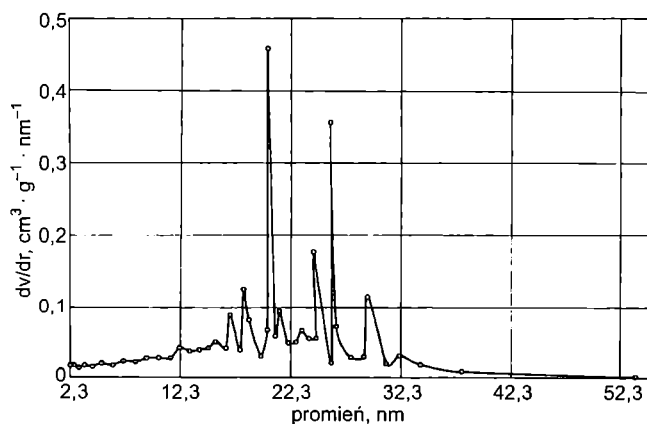
„Aerosil”	S m ² /g	V _c cm ³ /g	V _k cm ³ /g	r nm	% V _c		
					30–20 nm	20–10 nm	10–8 nm
200	199,4	927	1,40	> 20	49,3	28,9	3,8
300	267,4	824	1,24	19	16,1	55,5	8,3

^{*)} V_c — całkowita pojemność sorpcyjna, V_k — pojemność kapilar, S — powierzchnia właściwa, r — dominujący promień kapilar.



Rys. 8. Izotermy adsorpcji-desorpcji azotu w temp. 77 K: 1 — „Aerosil 200”, 2 — „Aerosil 300”

Fig. 8. N₂ adsorption/desorption isotherms at temp. 77 K on: 1 — Aerosil 200, 2 — Aerosil 300



Rys. 9. Krzywa rozkładu objętości kapilar w „Aerosilu 200”

Fig. 9. Pore volume distribution curves for Aerosil 200

Zmiany zachodzące po naniesieniu na krzemionki różnych ilości i różnych rodzajów związków cynku

przedstawiono w tabelach 6, 7 i 8 oraz na rys. 10. Porównanie wartości powierzchni właściwej układów ZnO/SiO₂ o takiej samej zawartości ZnO z powierzchnią

T a b e l a 6. Właściwości teksturalne różniących się zawartością ZnO układów ZnO/„Aerosil 300” otrzymanych w wyniku impregnacji krzemionki roztworem Zn(NO₃)₂^{*)}

T a b l e 6. Textural properties of ZnO/Aerosil 300 systems with varying ZnO content, obtained by impregnation of silica with Zn(NO₃)₂ solution

Zawartość ZnO (% mas.) w układzie ZnO/„Aerosil 300”	S m ² /g	V _c cm ³ /g	V _k cm ³ /g	r nm	% V _c		
					30–20 nm	20–10 nm	10–8 nm
1	236,8	802	1,20	19,0	21,8	46,5	3,6
4	220,7	795	1,19	17,7	22,7	44,1	6,4
8	209,0	762	1,14	19,1	25,3	39,8	8,1
12	193,7	662	0,99	18,0	18,1	49,3	6,2
20	152,0	648	0,97	17,5	16,0	46,7	9,1

^{*)} Znaczenie symboli jak w tabeli 5.

T a b e l a 7. Właściwości teksturalne układów 8% mas. ZnO/„Aerosil 200” otrzymanych w wyniku impregnacji krzemionki różnymi związkami cynku^{*)}

T a b l e 7. Textural properties of 8% ZnO/Aerosil 200 systems obtained by impregnation of silica with different zinc salts solutions

Rodzaj naniesionego związku cynku	S m ² /g	V _c cm ³ /g	V _k cm ³ /g	r nm	% V _c		
					30–20 nm	20–10 nm	10–8 nm
Zn(NO ₃) ₂	155,2	668	1,0	>20	47,4	24,9	5,0
Zn(CH ₃ COO) ₂	149,8	743	1,1	20	54,7	23,9	2,3
Zn(NH ₃) ₄ (NO ₃) ₂	150,0	721	1,1	>20	58,8	21,0	5,0
Kompleks Zn z EDTA	153,4	734	1,1	20	53,5	22,4	4,5
Kompleks Zn z etylenodiaminą	152,6	758	1,1	>20	62,4	17,6	4,2
Kompleks Zn z di- etylenotriaminą	149,5	571	0,9	20	29,6	38,9	6,1

^{*)} Znaczenie symboli jak w tabeli 5.

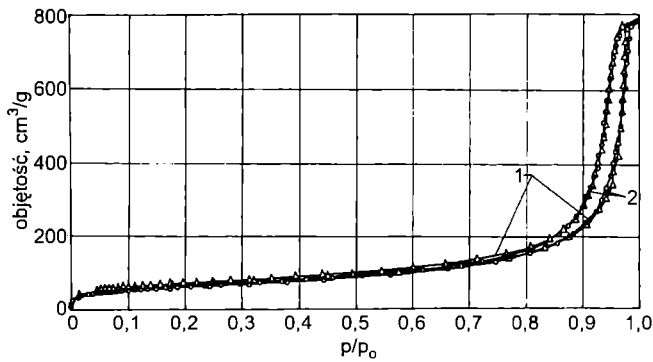
T a b e l a 8. Właściwości teksturalne układów 4% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanych w wyniku impregnacji krzemionki różnymi solami cynku^{*)}

T a b l e 8. Textural properties of 4% ZnO/Aerosil 300 systems obtained by impregnation of silica with different zinc salts solutions

Rodzaj naniesionej soli cynku	S m ² /g	V _c cm ³ /g	V _k cm ³ /g	r nm	% V _c		
					30–20 nm	20–10 nm	10–8 nm
Zn(NO ₃) ₂	220,7	802	1,20	17,7	22,7	44,1	6,4
Zn(CH ₃ COO) ₂	240,5	837	1,25	17,6	15,8	49,5	8,1
Zn(NH ₃) ₄ (NO ₃) ₂	218,3	815	1,22	18,0	28,3	39,3	5,4

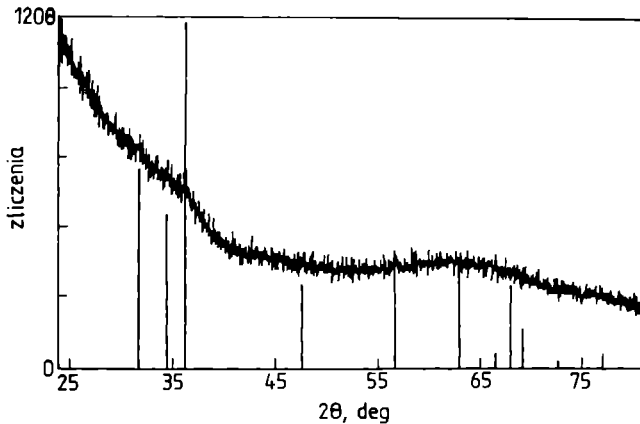
^{*)} Znaczenie symboli jak w tabeli 5.

właściwą wyjściowego „Aerosilu” wskazuje, że zmiany tej powierzchni są większe w przypadku „Aerosilu 300”. Może to oznaczać, że stopień zdyspergowania ZnO na tym typie „Aerosilu” jest większy.



Rys. 10. Izotermi adsorpcji-desorpcji azotu w temp. 77 K dotyczące układów 8% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanych w wyniku impregnacji krzemionki roztworami: 1 — $Zn(CH_3COO)_2$, 2 — $Zn(NH_3)_4(NO_3)_2$

Fig. 10. N_2 adsorption/desorption isotherms at temp. 77 K on 8% ZnO/Aerosil 300 systems obtained by impregnation of silica with 1— $Zn(CH_3COO)_2$, 2 — $Zn(NH_3)_4(NO_3)_2$ solutions

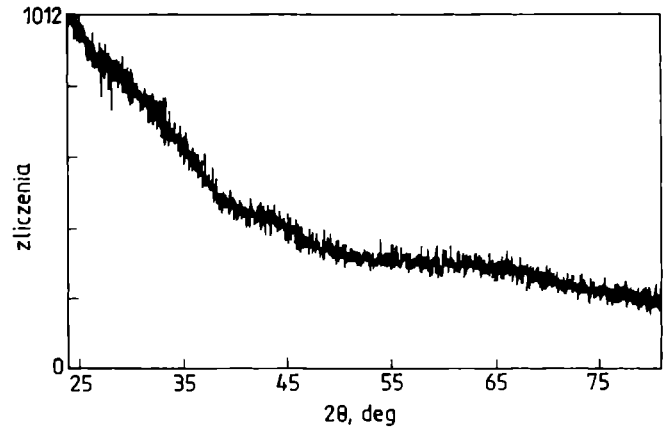


Rys. 11. Dyfraktogram proszkowy układu 20% mas. ZnO/„Aerosil 200” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$

Fig. 11. XRD patterns of 20% ZnO/Aerosil 200 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution

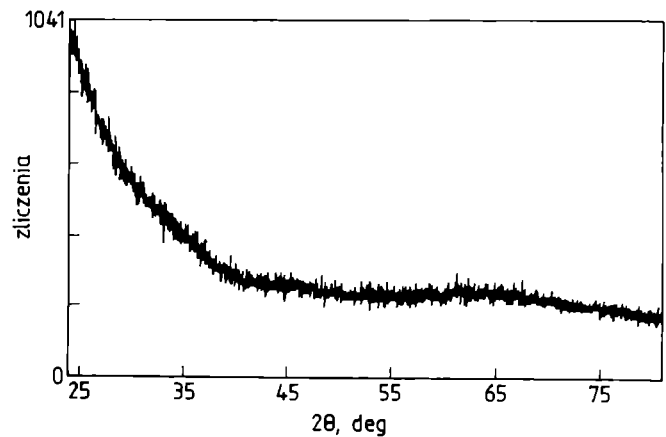
Porównanie powierzchni właściwej układów 8% ZnO/„Aerosil 200”, otrzymanych w wyniku impregnacji krzemionki różnymi związkami cynku (tabela 7) pokazało, że rodzaj tego związku nie wywiera wpływu na zdyspergowanie ZnO. Struktura kapilarna różniących się zawartością ZnO układów ZnO/„Aerosil” jest podobna i tylko w niewielkim stopniu zmienia się w porównaniu ze strukturą odpowiedniego wyjściowego „Aerosilu”.

Badania struktury wykonane metodą rentgenowską (por. dyfraktogramy proszkowe na rys. 11–13) wykazały, że we wszystkich rozważanych układach ZnO/„Aerosil”, niezależnie od rodzaju i ilości nanoszonej na krzemionkę pirogeniczną soli cynku, tlenek cynku występuje w postaci rentgenograficznie amorficznej.



Rys. 12. Dyfraktogram proszkowy układu 12% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NO_3)_2$

Fig. 12. XRD patterns of 12% ZnO/Aerosil 300 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NO_3)_2$ solution



Rys. 13. Dyfraktogram proszkowy układu 12% mas. ZnO/„Aerosil 300” otrzymanego w wyniku impregnacji krzemionki roztworem $Zn(NH_3)_4(NO_3)_2$

Fig. 13. XRD patterns of 12% ZnO/Aerosil 300 system obtained by impregnation of silica with $Zn(NH_3)_4(NO_3)_2$ solution

WNIOSKI

— Synteza układów ZnO/SiO₂ metodą mokrej impregnacji krzemionek pirogeniczych („Aerosilu 200” i „Aerosilu 300”) wodnymi roztworami soli cynku [$Zn(NO_3)_2$, $Zn(CH_3COO)_2$, $Zn(NH_4)(NO_3)_2$] prowadzi do otrzymania dyspersoidów o budowie „jądro-powłoka” z założoną (1, 4, 8, 12 i 20% mas.) zawartością ZnO.

— Zawartość ZnO zarówno w masie układów ZnO/SiO₂, jak i w ich warstwie powierzchniowej rośnie proporcjonalnie do ilości nanoszonej na krzemionkę soli cynku, przy czym warstwa powierzchniowa jest wzbogacona w ZnO.

— We wszystkich układach ZnO/„Aerosil” tlenek cynku występuje w postaci rentgenograficznie amorficznej.

— Osadzenie ZnO na krzemionkach pirogeniczych wywołuje proporcjonalne do zawartości ZnO zmniejsze-

nie powierzchni właściwej, zależne od typu użytej krzemionki (znaczniejsze w przypadku „Aerosilu 300”).

Pracę wykonano w ramach projektu badawczego nr 3T09B07214.

LITERATURA

1. Zaborski M., Paryjczak T., Kaźmierczak A., Albińska J.: *Polimery* 2002, 47, nr 2.
2. Wypych G.: „Handbook of Fillers”, Chemtech Pub., Toronto-New York 1999, str. 131—137.
3. Zaborski M., Vidal A., Papirer E.: *Polimery* 1993, 38, 319.
4. Vansant E. F., Van Der Voort P., Vrancken K. C.: „Characterization and Chemical Modification of the Silica Surface”, Elsevier Sci, Amsterdam 1997, str. 10—38.
5. Jagiełło J., Ligner G., Papirer E.: *J. Colloid. Interface Sci.* 1990, 137, 128.
6. Legrand A. P., Hommmel H. A., Tuel A., Vidal A., Balard H., Papirer E., Levitz P., Czernichowski M., Erre R., Van Damm H., Gallas J. P., Hemidy J. F., Lavalley J. G., Barres O., Burneau A., Grillet V.: *Adv. Colloid Interface Sci.* 1990, 33, 91.
7. Zaborski M., Vidal A., Papirer E., Morawski J.: *Macromol. Chem.* 1989, 23, 307.
8. Vidal A., Papirer E.: „Chemical Reactivity” w pracy zbiorowej „The Surface Properties of Silicas” (red. Legrand A. P.), Wiley J., Nowy Jork 1998, str. 285—312.

Otrzymano 5 II 2001 r.

KALENDARZ IMPREZ

10—11 kwietnia 2002 r., Kassel, Niemcy. **4th International Wood and Natural Fibre Composites Symposium**

Informacje: Dipl.-Ing. K. Specht, Institut für Werkstofftechnik, Kunststoff- und Recyclingtechnik, Universität Gh Kassel, Mönchebergstr. 3, D-34109 Kassel. Tel: (+49) 561/804-3688, fax: (+49) 561/804-3692, e-mail: specht@uni.kassel.de, <http://www.kutech-kassel.de>

27—29 maja 2002 r. Lyon-Villeurbanne, Francja. **Symposium europejskie „7th European Symposium on Polymer Blends”**

Organizator: Centre Nationale de la Recherche Scientifique, Laboratoire des Matériaux Macromoléculaires, Lyon.

Tematyka: termodynamika mieszania, zmiany morfologii podczas mieszania i przetwarzania, środki kompatybilizujące, mieszanie reaktywne, materiały, zależność struktura-właściwości, nowe kierunki rozwoju, strategię i zastosowania przemysłowe mieszanin.

Informacje: Secreatariat 7th European Symposium on Polymer Blends, Laboratoire des Matériaux Macromoléculaires, Bat. Jules Verne, INSA Lyon; 20 Avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex, France. Fax: 33(0) 4 72 43 85 27, e-mail: polymerblends@insa-lyon.fr; <http://www.insa-lyon.fr/polymerblends/index.htm>.

27—31 maja 2002 r. Dniepropietrowsk, Ukraina. **„The Second Ukrainian-Polish Conference — Polymers for Special Applications”**

Organizatorzy: Department of Plastics Materials Processing and Photo-polygraphic Materials Technology of

Ukrainian State Chemical-Technology University, Dniepropetrovsk, Ukraina + Department of Polymer Chemistry of Radom Technical University, Radom, Polska.

Informacje: Dr Jerzy Borycki, Radom Technical University, tel.: +48-48-361 75 61, 361 75 70, fax: +48-48-361 75 68, e-mail: borycki@kinx.man.radom.pl + Dr. Tatiyana Hohlova, Dniepropetrovsk, Gagarina Av. 8, Department of Plastic Materials Processing; e-mail: polymer@dicht.dp.ua.

3—7 czerwca 2002 r. Paryż, Francja. **„EUROOLAST 2002 — 12th International Exhibition of Plastics, Rubber and Composite Materials”**

Organizator: Reed Exhibition Companies, Reed Exhibitions France, Paris przy współpracy promotorów: ACDI (Association of Manufacturers, Distributors and Importers of Equipment for the Plastic Materials Industry), AFIM (French Association of Mould, Model and Mock-up Makers), AFICEP (The French Association of Rubber Syndicate).

Prezentacje: surowce i układy rozdzielcze, maszyny przetwórcze, formy i narzędzia, urządzenia peryferyjne, jednostki centralne, aparatura i urządzenia do badań laboratoryjnych i inne.

Uzupełnienie wystawy stanowią konferencje i referaty w poszczególnych sektorach.

Informacje: „Europlast 2002”, Reed Exhibitions France: 70, rue Rivay, F-925 32 Levallois Cedex, France. Tel.: +33 01 55 21 34 38, fax: +33 01 55 21 34 29, e-mail: stephanielauretti@reedexpo.fr; <http://www.europlast-paris.com> + <http://plastibase.com>.