

УДК 547.1'128:544.77

## **ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ МОНОЛИТНЫХ СЛОЕВ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СОРБЕНТА МЕТОДОМ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗА**

**© 2008 Фролова А. М., Чухлеб М. А., Дробот А. В., Крохмаль А. П.,  
Бойченко А. П., Логинова Л. П.**

В работе предложен подход к получению пластин для тонкослойной хроматографии с монолитным тонким слоем кремнезема. Разработана методика золь-гель синтеза тонких монолитных слоев. Методами ИК-спектроскопии и электронной сканирующей микроскопии исследованы свойства сорбента. Полученные пластины были успешно применены для разделения смесей красителей.

Управление структурой кремнезема на микро- и наноуровне позволяет получить новые стационарные фазы для хроматографии. В последние годы удалось существенно повысить эффективность хроматографирования, заменяя в колонках или на пластинках гранулированный кремнезем его монолитной модификацией. Монолит кремнезема представляет собой сплошной (непрерывный) блок пористого материала с бимодальным распределением размеров пор – макропоры и мезопоры. Получение такого материала в начале 90-х годов положило начало изготовлению и промышленному производству монолитных колонок на основе кремнезема для высокоэффективной жидкостной хроматографии [1]. Для получения монолитных колонок используются золь-гель технологии [2], включающие выбор исходных материалов, приготовление и гидролиз золя, выбор добавок, условия созревания и высушивания монолита. Многочисленным применениям монолитных колонок, иллюстрирующим их преимущества, посвящен обзор [1].

Первые попытки получить золь-гель методом тонкие монолитные пленки кремнезема, пригодные для планарной хроматографии, относятся к 90-м годам [3]. На 24-м международном симпозиуме по хроматографии в 2002 году было официально объявлено о возникновении новой разновидности планарной хроматографии, связанной с применением ультратонких монолитных слоев кремнезема, получившей название ультратонкослойной хроматографии (УТСХ) [4,5]. Появление УТСХ стало одним из наиболее заметных усовершенствований планарной хроматографии после внедрения в 70-х годах высокоэффективной тонкослойной хроматографии.

На пластинках с ультратонким слоем разделение компонентов достигается при длине пробега элюента 1-3 см, что в пять раз меньше, чем в традиционной тонкослойной хроматографии (ТСХ). При этом время хроматографирования сокращается в 8 раз (до 1-6 минут) и расход компонентов подвижной фазы уменьшается в 50-100 раз [4]. Освоен промышленный выпуск пластин для УТСХ, однако они еще не получили широкого распространения и их аналитические возможности пока мало изучены, прежде всего из-за непривычной для исследователя техники нанесения пробы объемом в несколько нанолитров [6].

Недавно предложен оригинальный метод получения наноструктурированных тонких пленок кремнезема, состоящий в направленном осаждении потока распыленного вещества по специальной технике [7]. Вместе с тем, продолжается поиск простых и надежных методов получения монолитных слоев сорбента, пригодных для хроматографирования. Хотя формирование пленок является традиционной областью золь-гель технологий, получение монолитных слоев для ТСХ связано со специфическими трудностями, касающимися управления макропористой структурой, предотвращения растрескивания монолита и закрепления пленки на носителе [3]. На изготовление монолитных слоев нельзя автоматически перенести методические приемы, накопленные при изготовлении монолитных колонок, к тому же, как отмечено в обзоре [1], многие авторы пытались воспроизвести опубликованные методики получения монолитных колонок, но это редко удается.

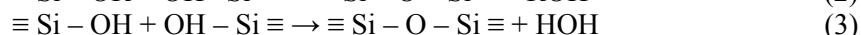
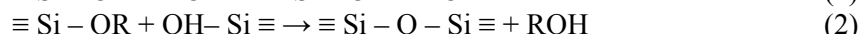
Цель данной работы — разработать надежную методику золь-гель синтеза для получения монолитных тонких слоев кремнезема на носителе, пригодных для тонкослойной хроматографии.

## 2. Экспериментальная часть, результаты и обсуждение

### 2.1. Основные стадии золь-гель синтеза и задачи исследования условий получения монолитных слоев кремнезема

Получение нанодисперсного кремнезема золь-гель методом основано на реакциях поликонденсации кремниевых кислот, кинетика которых контролирует образование межфазной поверхности при переходе истинных растворов в золи, тем самым, определяя свойства гелей и структуру конечных материалов [2]. В качестве прекурсоров кремниевых кислот используют силикат натрия, галогениды, сложные эфиры, алкоксиды кремния. Наиболее часто используют алкоксиды кремния общей формулой  $\text{Si}(\text{OR})_4$ , где R – алкильный радикал, такой как метил, этил или пропил. Процесс получения наноструктурированного материала, в том числе монолитного, состоит из следующих стадий.

Стадия 1. Гидролиз прекурсора (уравнение 1) и поликонденсация кремниевой кислоты (уравнения 2,3):



Образующиеся олигомеры из-за низкой растворимости постепенно переходят в коллоидный раствор. Коллоидные частицы могут объединяться за счет образования ковалентных связей, а также за счет межмолекулярных взаимодействий, образуя трехмерную сетку [8].

Стадия 2. Формование — золь заливают в форму, в случае получения монолитного слоя — на подложку, фиксирующую монолитный слой.

Стадия 3. Образование геля. В трехмерной пространственной структуре геля остаются вода, спирт, образующиеся в реакциях (1)-(3), а также соли.

Стадия 4. Старение (созревание) геля с уплотнением его структуры.

Стадия 5. Сушка — удаление жидкости из пространственной структуры геля.

Катализаторами реакции гидролиза могут выступать как ионы  $\text{H}^+$ , так и ионы  $\text{OH}^-$ , поскольку скорость гидролиза уменьшается в интервале pH 0—7 и увеличивается в интервале pH 7—14. Скорость поликонденсации сильно зависит от pH системы, однако соответствующие экспериментальные данные достаточно противоречивы [2]. Минимальное значение скорости поликонденсации соответствует изоэлектрическому интервалу pH 2-3, при значении pH > 11 поликонденсация не происходит [2].

В качестве катализаторов на стадии 1 используют сильные и слабые кислоты, аммиак, амины и другие основания, такие как N-метилимидазол или диметиламинопиридин, а также оксиды ванадия, титана и др. Эффективными катализаторами являются фториды в виде KF или HF. Механизм гидролиза с их участием предполагает образование пяти- и шестикоординированных интермедиатов [9].

Монолитный слой сорбента для ТСХ должен иметь подходящую толщину и пористость, быть однородным и механически устойчивым, не растрескиваться и не отслаиваться от подложки. Из специфики отдельных стадий золь-гель синтеза следует, что для поиска оптимальных условий необходимо изучить свойства получаемых слоев в зависимости от факторов, влияющих на структуру и прочность продуктов синтеза на каждой стадии, а именно:

на стадии 1 — природа растворителя и прекурсора, тип гидролиза (кислотный или основной), катализаторы и другие улучшающие добавки;

на стадии 2 — материал и предварительная подготовка подложки;

на стадии 3 и 4 — длительность процесса и изменение температуры;

на стадии 5 — температурный режим и скорость испарения растворителя.

### 2.2 Реактивы и оборудование

В качестве прекурсоров использовались тетраэтоксисилан (ТЭОС) и тетраметоксисилан (ТМОС). В работе использованы также следующие реактивы:

Уксусная кислота (ч.д.а); мочевины (х.ч.); аммиак (х.ч.); хлороводородная кислота (х.ч.); толуол (х.ч.); раствор фтороводородной кислоты с массовой долей 25% (х.ч.) производства Шоттинского завода химических реактивов.

Полиэтиленгликоль (ПЭГ) M=1000, х.ч., Fischamend, Вена, Австрия.

Цетилпиридиний хлорид (ЦПХ) (98.6 %); додецилсульфат натрия (ДДС) (94.6 %); метанол (о.с.ч.) (96.6 %); этанол (о.с.ч.) (96.6 %); N,N-диметилформамид (ДМФА) (х.ч) производства Merck, Германия.

Бромкрезоловый пурпурный (БКП) (ч.д.а.); бромкрезоловый зеленый (ч.д.а.); бриллиантовый зеленый (ч.д.а.); метиловый оранжевый (ч.д.а.); фенолфталеин (х.ч.); метиловый красный (ч.д.а.) производства Реахим.

Для получения матовой поверхности стеклянной подложки использовали матирующий раствор, применяемый в промышленном производстве матового стекла.

В работе использовалось обычное аналитическое оборудование; термообработку проводили с использованием муфельного шкафа. В качестве подложек использовали стеклянные пластинки размером 10×4 см, пластинки из алюминиевой фольги и полиэтилентерефталата, используемые в коммерческих ТСХ-пластинах. Для формования слоев на поверхности пластин закрепляли рамки из самоклеющейся ленты.

Микроструктуру монокристаллических сорбентов наблюдали с помощью электронного сканирующего микроскопа JSM-840; ИК-спектры регистрировали на спектрометре Thermo Nicolet Avatar 360 FTIR.

### **2.3. Роль материала и предварительной подготовки подложки**

Для получения тонкого монокристаллического слоя, предназначенного для ТСХ, необходима значительная адгезия между подложкой и реакционной смесью, которую можно достичь, изменяя свойства подложки или уменьшая поверхностное натяжение смеси за счет добавок поверхностно-активных веществ. На поверхности алюминиевой фольги и полиэтилентерефталата реакционная смесь образовывала отдельные капли и не растекалась; недостаточное растекание наблюдалось и на гладкой поверхности стекла. Растекание улучшалось после протравливания стеклянной пластинки раствором 7 М гидроксида натрия. Однако наиболее равномерное растекание реакционной смеси наблюдалось, если стеклянные пластинки предварительно матировали специальной смесью, содержащей фториды. Возможно, на поверхности матового стекла образуются фторсодержащие соединения, которые могут выступать катализаторами процесса поликонденсации [10].

Для управления поверхностным натяжением на стадии формования в реакционную смесь вводили поверхностно-активные вещества (ПАВ). Из трех видов ПАВ — анионного ДДС, неионогенного Твин-80 и катионного ЦПХ наиболее подходящим оказалось последнее; во всех последующих синтезах в исходную реакционную смесь вводили добавки раствора  $7 \cdot 10^{-3}$  М ЦПХ.

### **2.4. Влияние условий золь-гель синтеза на свойства получаемых слоев**

Для получения тонких монокристаллических слоев кремнезема испытаны и при необходимости модифицированы описанные в литературе методики получения монокристаллических слоев [3] и монокристаллических колонок [11], всего 6 методик кислотного и 1 методика основного гидролиза. Ниже изложены основные положения методик, внесенные нами изменения и результаты синтеза.

#### **Кислотный гидролиз**

Способ получения монокристаллических колонок, описанный в [11], предусматривает использование реакционной смеси состава: 1 мл ТМОС, 0.5 мл 0.01 М уксусной кислоты, 54 мг полиэтиленгликоля ( $M_n=10000$ ), 30 мг мочевины, 0.57 г ЦПХ и 0.2 мл метанола, которую перемешивали на магнитной мешалке в течение 40 мин. В нашей работе такую реакционную смесь распределяли по предварительно подготовленной подложке и сушили при комнатной температуре 24 ч, затем, как и в [11], температуру повышали до 300°C и выдерживали в данном температурном режиме 2 ч. Полученный слой сорбента был не прозрачен, растрескивался и отслаивался от подложки.

Способ получения макропористых тонких пленок для планарной хроматографии, описанный в [3], основан на использовании метилтриметоксисилана (МТМОС) в качестве прекурсора. Для приготовления реакционной смеси смешивали 15 мл метанола, 0.5 мл МТМОС и 0.18 г БКП в кислой форме; в некоторых случаях дополнительно добавляли раствор 11 М HCl. Раствор энергично перемешивали в течение 4 мин и сразу наносили 0.2 мл на стеклянную подложку размером 25×75 мм. Сушили в течение суток при комнатной температуре, затем промывали этано-

лом, получая белое непрозрачное тонкопленочное покрытие. Мы использовали аналогичную реакционную смесь, заменив МТМОС на ТМОС и добавив ЦПХ. Смесь распределяли по подложке и сушили при 40°C 24 ч. Однако получаемый слой кремнезема имел красную окраску, поскольку БКП этанолом не вымывался. Слой растрескивался и отслаивался от подложки.

Дальнейшая модификация предыдущей методики заключалась в замене МТМОС на ТЭОС, а двухцветного индикатора БКП на бесцветный в кислой среде ФФ. Реакционную смесь состава 1.5 мл метанола, 0.6 мл ТЭОС, 0.18 г фенолфталеина, 0.0144 г ЦПХ и 3 капли 11 М HCl перемешивали в течение 4 мин, формовали и сушили при комнатной температуре 24 ч, затем температуру повышали до 300°C и выдерживали в данном температурном режиме 120 мин. Полученный слой сорбента был мутным, растрескивался и отслаивался от подложки.

В 1984 г. для устранения растрескивания был предложен метод DCCA (Drying Control Chemical Additive – контроль высушивания посредством химической добавки) [12, 13]. Руководствуясь рекомендациями DCCA, мы вводили в реакционную смесь ДМФА. Смесь состава 0.8 мл ТЭОС, 0.3 мл раствора с массовой долей HF 25%, 0.4 мл раствора  $7 \cdot 10^{-3}$  М ЦПХ в этаноле, 0.4 мл ДМФА перемешивали в течение 4 мин, формовали и сушили 120 мин при температуре 40°C, затем температуру постепенно повышали до 80°C и выдерживали в данном температурном режиме 120 мин. Сорбент белого цвета был плотно закреплен на подложке и не растрескивался.

Видоизменяя методику с использованием ДМФА, мы исключили добавку HF и ввели для создания кислой среды 0.2 мл 1 М HCl. Все остальные операции выполнялись как в предыдущем случае. Полученный слой сорбента был плотно закреплен на подложке, не растрескивался и, в отличие от предыдущего случая, оказался прозрачным.

Попытка заменить ЦПХ и ДМФА природным ПАВ желатином не увенчалась успехом. Реакционная смесь состава 0,4 мл этанола, 0.2 мл 1 М HF, 0.8 мл ТЭОС, 0.12 мл 3% раствора желатина загустевала в течение 5 мин. Не дожидаясь загустения, ее формовали и сушили при комнатной температуре 24 ч, затем температуру повышали до 300°C и выдерживали в данном температурном режиме 2 ч. Полученный слой сорбента был не прозрачен, растрескивался и отслаивался от подложки.

#### Основной гидролиз

Реакционную смесь состава 0.4 мл раствора  $7 \cdot 10^{-3}$  М ЦПХ в этаноле, 0.4 мл раствора 3 М  $\text{NH}_3$ , 0.8 мл ТЭОС перемешивали в течение 4 мин, формовали и сушили 2 ч при температуре 40°C, затем температуру постепенно повышали до 80°C и выдерживали в данном температурном режиме еще 2 ч. Сорбент белого цвета был плотно закреплен на подложке, не растрескивался.

Таким образом, получение прочных однородных монолитных слоев кремнезема обеспечивает кислотный гидролиз ТЭОС в присутствии ДМФА и ЦПХ. Из литературы известно, что ДМФА является лучшей добавкой для контроля стадии высушивания и предотвращения растрескивания [12]. В отличие от других растворителей и органических соединений, применяемых в качестве добавок в методе DCCA, ДМФА удачно сочетает низкое поверхностное натяжение и высокую температуру кипения, благодаря которой остается в порах сорбента при повышенных температурах высушивания, обеспечивая снижение поверхностного натяжения. В этих условиях уменьшаются капиллярные эффекты, создающие расклинивающее давление, и монолит не растрескивается.

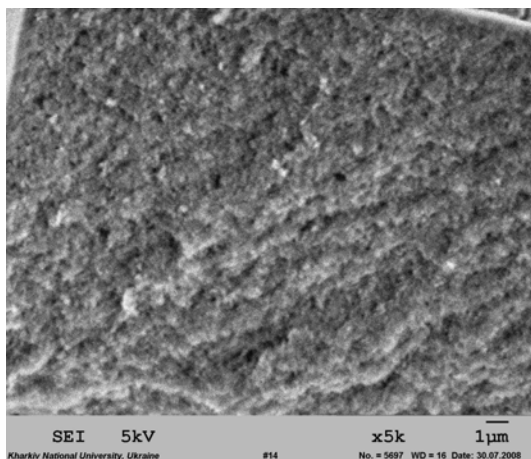
Для уменьшения скорости испарения растворителя на этапе высушивания подложку с реакционной смесью накрывали стеклом на весь период повышения температуры (методики 4 и 5).

### ***2.5 Исследование свойств и микроструктуры продуктов золь-гель синтеза, полученных по разным методикам***

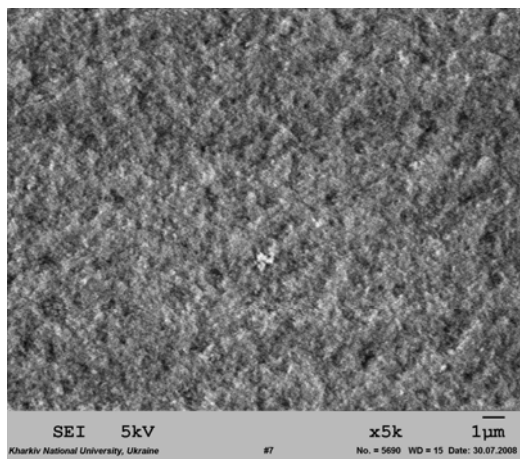
Влияние условий золь-гель синтеза на микроструктуру продуктов изучали методом электронной сканирующей микроскопии. Для этого по соответствующим методикам были получены монолитные блоки кремнезема путем формования в трубке медицинского шприца диаметром 5 мм, после высушивания монолит разламывали, отдельные фрагменты подвергали термообработке при повышенной температуре (650 и 900 °C) и наблюдали внутреннюю структуру с помощью электронного сканирующего микроскопа SEI—840 при напряжении 5 кВ.

Структура продукта, полученного по методике 4 (рис. 1), соответствует наноструктурированным образцам монокристаллов кремнезема, описанным в литературе [3]. Пористость материала уменьшается вблизи поверхности раздела, что наблюдали и другие авторы [3]. Дополнительная термическая обработка монолита при температуре 650 °С приводит к некоторому уменьшению размеров пор (рис. 2), и более заметному уменьшению пористости при температуре 900 °С (рис. 3). Отметим, что при температуре 1050 °С происходит спекание наноструктурированного кремнезема [13].

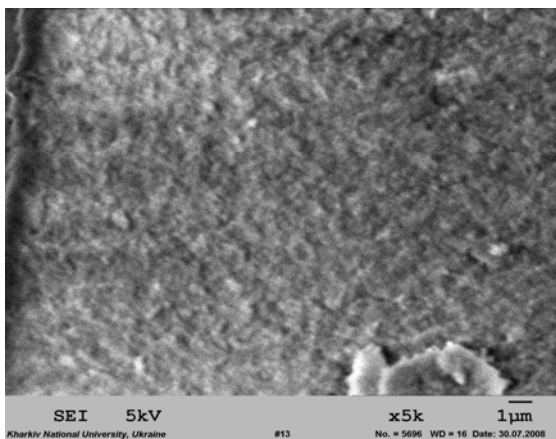
Методика 7 основного гидролиза приводит к получению более пористого продукта, чем методика кислотного гидролиза (ср. рис. 2 и 4).



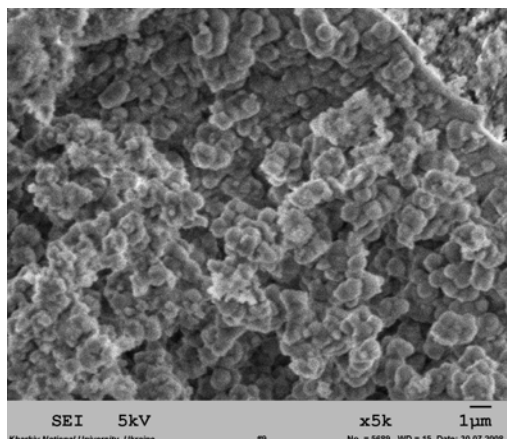
**Рис. 1.** Электронно-микроскопическое изображение структуры кремнезема, полученного по методике 4 и высушенного при 80 °С.



**Рис. 2.** Электронно-микроскопическое изображение структуры кремнезема, полученного по методике 4 и высушенного при 650 °С.



**Рис. 3.** Электронно-микроскопическое изображение структуры кремнезема, полученного по методике 4 и высушенного при 900 °С.



**Рис. 4.** Электронно-микроскопическое изображение структуры кремнезема, полученного по методике 7 и высушенного при 650 °С.

Те же специально полученные образцы монолита исследовали методом ИК-спектроскопии. В ИК-спектре продукта, полученного по методике 4, при 960 см<sup>-1</sup> наблюдается лишь незначительное увеличение поглощения, исчезающее после термообработки продукта при температуре 650 °С (рис. 5, 6). Заметная полоса силанольной группы при 960 см<sup>-1</sup> наблюдается в ИК-спектре продукта, полученного основным гидролизом по методике 7 (рис. 7), однако она исчезает если продукт высушить при 650 °С (рис. 8). Вместе с тем во всех ИК-спектрах наблюдается широкая полоса поглощения при 3400 см<sup>-1</sup>, которую относят к различным изолированным и водородосвязанным группам Si-O-H. Также в этой области поглощают водородные связи воды.

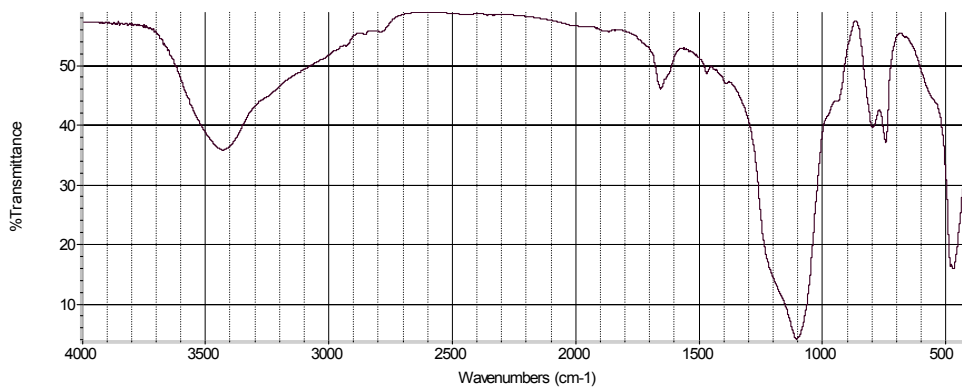


Рис. 5. ИК-спектр монолита, полученного по методике 4 и высушенного при 80°C.

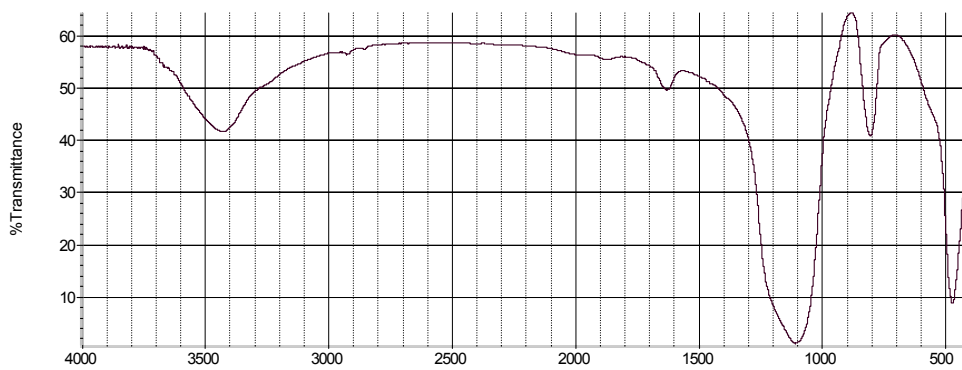


Рис. 6. ИК-спектр монолита, полученного по методике 4 и высушенного при 650°C.

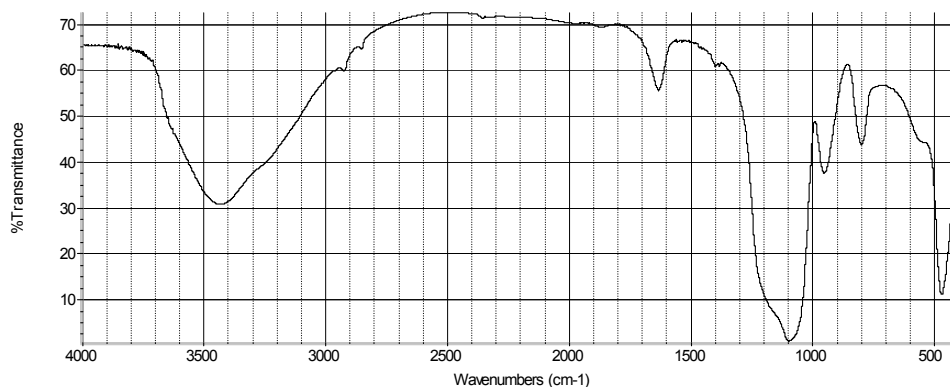


Рис. 7. ИК-спектр монолита, полученного по методике 7 и высушенного при 80°C.

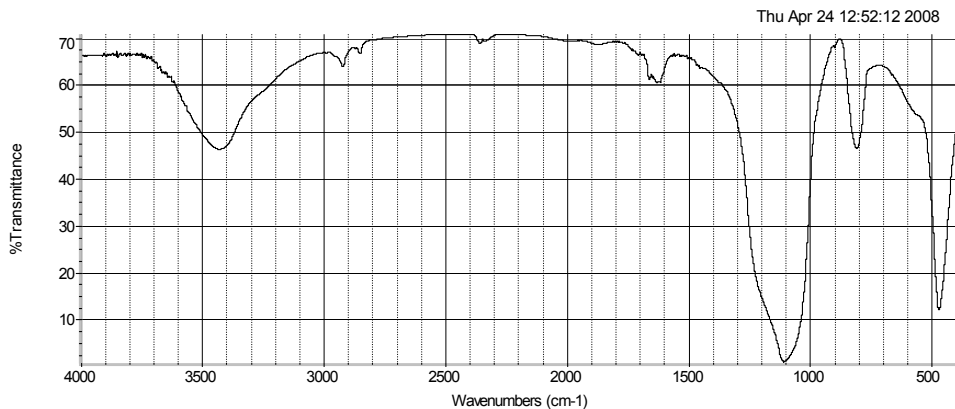


Рис. 8. ИК-спектр монолита, полученного по методике 7 и высушенного при 650°C.

### 2.6 Испытание полученных монокристаллических слоев кремнезема как стационарных фаз для ТСХ

Монокристаллические сорбенты, полученные по методикам 4 и 7, использовались для разделения тестовых смесей красителей. В качестве подвижной фазы применяли смесь метанол:толуол в объемном соотношении 20:80. Хроматографирование проводили в восходящем режиме в обычных камерах с предварительным насыщением камеры парами компонентов подвижных фаз. Результаты хроматографирования фиксировали с помощью цифровой фотокамеры Canon 570. Полученные изображения обрабатывались в программе Photoshop 7.0 для получения денситограмм.

На рис. 9 представлены хроматограмма и денситограмма, полученные при разделении красителей бриллиантового зеленого и нейтрального красного на монокристаллическом слое сорбента, синтезированном по методике 7. Полного разделения красителей удалось достичь на дистанции длиной 1 см, при этом время хроматографирования составило 5 мин. Однако пятна красителей имели неправильную форму (рис. 9), а пятно нейтрального красного существенно размывалось. Это может объясняться наличием более крупных пор в сорбенте, полученном методом основного гидролиза, и, возможно, большей его неоднородностью.

Лучшие результаты хроматографирования наблюдались для монокристаллического сорбента, синтезированного методом кислотного гидролиза по методике 4. Типичная хроматограмма разделения бромкрезолового зеленого, метилового красного и метилового желтого на монокристаллическом слое такого сорбента показана на рис. 10. Тестовую смесь красителей удалось полностью разделить на дистанции 1.5 см за 7 мин. При этом пятна имели правильную форму, а пики на денситограмме приближаются к правильной форме и хорошо разделены.

В результате исследования полученных монокристаллических слоев как стационарных фаз для ТСХ обнаружилась еще одна практически важная особенность. Хроматографические пятна полностью удалялись при промывании пластинки подвижной фазой и высушивании при комнатной температуре. Очищенные таким образом пластинки оказались пригодными для повторного использования: результаты хроматографирования хорошо воспроизводились даже после 3-4 циклов хроматографирование-регенерация.

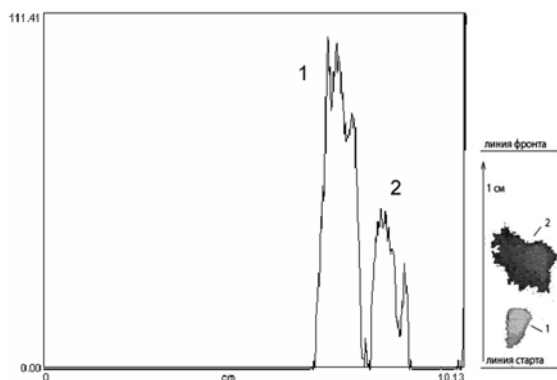


Рис. 9. Денситограмма и хроматограмма бриллиантового зеленого (1) и нейтрального красного (2), на сорбенте, полученном по методике 7.

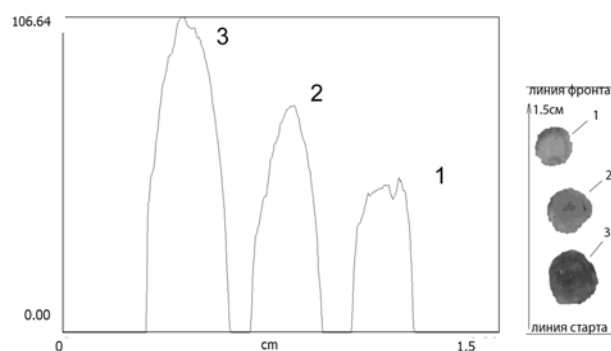


Рис. 10. Денситограмма и хроматограмма бромкрезолового зеленого (3), метилового красного (2) и метилового желтого (1), на сорбенте, полученном по методике 4.

### 3. Выводы

В работе предложен подход к получению пластинок с монокристаллическим тонким слоем кремнезема для тонкослойной хроматографии. Подход включает золь-гель синтез монокристаллических слоев кремнезема путем кислотного гидролиза тетраэтоксисилана фтороводородной кислотой в присутствии *N,N*-диметилформамида, цетилпиридиний хлорида и этанола; формирование монолита на подложке из стекла, предварительно обработанной матирующей смесью; высушивание при 80 °С.

Полученные пластины с монокристаллическим тонким слоем кремнезема успешно протестированы на примере разделения трех красителей и имеют следующие преимущества по сравнению с традиционными пластинами для тонкослойной хроматографии: (i) высокая скорость разделения; (ii) малая длина пробега подвижной фазы, необходимая для полного разделения аналитов; (iii)

возможность регенерации и многократного использования пластин; (iv) значительное сокращение расхода токсичных органических растворителей.

*Авторы выражают благодарность Министерству образования и науки Украины за финансирование НИР 15-15-06, Куликову А.Ю. за спектроскопические исследования, А.П.Б. благодарен ИНТАС за предоставление гранта 06-1000019-5962, позволившего познакомиться с технологиями получения монолитов.*

#### Список литературы

1. Guiochon G. Monolithic columns in high-performance liquid chromatography // J. Chromatography A — 2007. — Vol. 168. — P. 101-168.
2. Шабанова Н.А., Саркисов П.Д. Основы золь-гель технологии нанодисперсного кремнезема. — М.: АКАДЕМКНИГА, 2004. — 207 с.
3. Tsionsky M., Vanger A., Lev O. Macroporous Thin Films for Planar Chromatography // J. Sol-Gel Sci. Techn. — 1994. — Vol 2, № 1-3. — P. 595-599.
4. Hauck H., Schulz M. J. Ultrathin-Layer Chromatography // J. Chromatogr. Sci. — 2002. — Vol. 40, No. 10. — P. 550-552.
5. Hauck H., Schulz M. Ultra Thin-Layer Chromatography // Chromatographia Supplement — 2003. — Vol. 57, No.1 — P. 313-315
6. Halkina T., Sherma J. Comparative evaluation of the performance of silica gel TLC plates and irregular and spherical-particle HPTLC plates // Acta Chromatographica. — 2006. — No. 17. — P.261-271.
7. Bezuidenhout L.W., Brett M.J. Ultrathin layer chromatography on nanostructured thin films // J. Chromatogr. A — 2008. — Vol. 1183. — P. 179-185.
8. Douglas A., Kenneth J. Bridged Polysilsesquioxanes. Highly porous hybrid organic-inorganic materials // Chem. Rev. — 1995. — Vol. 95, No. 5. — P. 1431-1442.
9. Золотов Ю. А., Цизин Г.И. Сорбционное концентрирование микрокомпонентов из растворов. — М.: Наука, 2007. — 207 с.
10. Добрянская Г. И., Мельник И.В. Влияние соотношения  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4/(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SH}$  на структурно-адсорбционные характеристики образующихся ксерогелей и доступность функциональных групп в их поверхностном слое // Журн. физ. химии — 2006. — Т.80, № 6. — с. 1071-1077.
11. Wang P., Chen Z., Chang H.Ch. An integrated micropump and electrospray emitter system based on porous silica monoliths // Electrophoresis — 2006. — Vol.27, No. 20. — P.3964-3970.
12. Sumio S., Almeida R. M. Handbook of sol-gel science and technology: Processing, Characterization and Applications. Characterization and properties of sol-gel materials and products. Kluwer Academic Publishers — Vol. 1. — 2005 —791 p.
13. Brinker C.J., Scherer G.V. Sol-gel science. The physics and chemistry of sol-gel processing. — Academic: Boston. — 1990. — 910 p.

*Поступила в редакцию 25 июня 2008 г.*

Kharkov University Bulletin. 2008. № 820. Chemical Series. Issue 16(39). Frolova A. M., Chukhlieb M. A., Drobot A. V., Krohmal A. P., Boichenko A. P., Loginova L. P. Producing thin monolithic layers of inorganic sorbent by sol-gel synthesis.

In this work the approach for producing thin-layer plates with monolithic layers of silica was proposed. The technique of sol-gel synthesis of monolithic thin layers was developed. The properties of obtained monoliths were studied by FTIR spectroscopy and electron-scanning microscopy. Produced thin-layer plates were successfully used for separation of dyes mixtures.