

ВЛИЯНИЕ МОДУЛЯ РАСТВОРИТЕЛЯ НА ВЫХОД НАНООКСИДАМЕДИ (II) ПРИ ТЕРМОЛИЗЕ МЕДНОЙ СОЛИ N,N'-ДИНИТРОМОЧЕВИНЫ

С.Г. Ильясов, М.В. Тильзо, И.В. Казанцев

Оптимизация способа получения наноразмерного порошка оксида меди термолизом медного комплекса N,N'-динитромоочевина в апротонном растворителе (ДМФА). Влияние модуля растворителя на время седиментации и выход продукта.

Ключевые слова: оксид меди, наноксид меди, нанопорошок, термолиз, N,N'-динитромоочевина, медная соль N,N'-динитромоочевина.

ВВЕДЕНИЕ

Ранее в работе [1] нами был описан способ получения наноразмерных частиц оксида меди (II) термолизом медной соли N,N'-динитромоочевина (2) в апротонных растворителях. Данный способ отличается простотой аппаратного оформления, не требует дополнительных реагентов и дает порошки высокой чистоты.

К недостаткам этого метода можно отнести малый выход и длительное время выделения готового порошка.

В настоящей работе исследовано влияние модуля растворителя на выход и время седиментации наноксида меди (II) из реакционной массы.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Регистрацию ИК-спектров проводили на Фурье-спектрометре «ФТ-801», в таблетках с КВг.

Термоаналитические исследования проводили в условиях программируемого линейного нагрева на дифференциально-сканирующем калориметре DSC822e/400 и модуле термогравиметрического и дифференциального термического анализа TGA/SDTA851e/LF/1600 фирмы «METTLERLEDO» в политермическом режиме (в атмосфере азота, при скорости нагрева 10 °С/мин от 23 до 1100 °С).

N,N'-динитромоочевина (1). Получали по методике, приведенной в литературе [2]. Промывали 3×10 мл трифторуксусной кислотой, сушили и хранили в эксикаторе над хло-

ристым кальцием не более 3 суток. Физические константы продукта соответствуют литературным данным. Соединение очень чувствительно к статическому электричеству, поэтому при обращении с ним необходимо соблюдать осторожность!

Медная соль N,N'-динитромоочевина (2). Получали по методике, описанной в работе [3]. Полученный продукт хранили под вакуумом при комнатной температуре не более 12 ч. Выход 75 %.

Физические константы продукта соответствуют литературным данным.

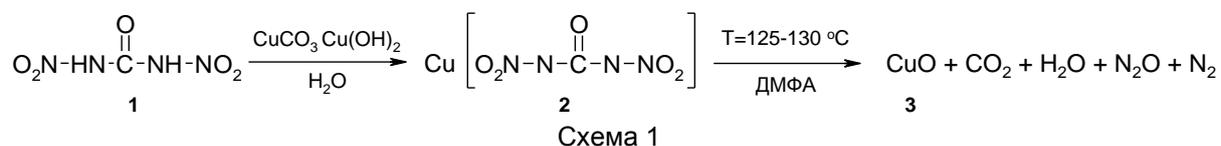
Получение нанопорошка оксида меди (II) (3).

К расчетному количеству медной соли ДНМ (3) прибавляли 140 мл (132,23 г) ДМФА. При перемешивании за 20 минут нагревали до 125 °С и выдерживали в течении 6 ч. при температуре 125–130 °С. Затем реакционную массу охлаждали и отстаивали до образования прозрачного раствора. Седиментировавший осадок отделяли декантацией. Промывали 3×100 мл этанола и 1×100 мл этиксиэтана. Затем сушили до постоянного веса под вакуумом при комнатной температуре.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Для применения разработанного способа в промышленных масштабах необходимо повысить выход порошка наноразмерного оксида меди (II) до приемлемого уровня при неизменном качественном составе.

Синтез наноксида меди (II) вели по разработанной ранее схеме 1.



ВЛИЯНИЕ МОДУЛЯ РАСТВОРИТЕЛЯ НА ВЫХОД НАНООКСИДАМЕДИ (II) ПРИ ТЕРМОЛИЗЕМЕДНОЙ СОЛИ N,N'-ДИНИТРОМОЧЕВИНЫ

Термолиз вели в неизменном объеме ДМФА, увеличивая загрузку медной соли (2) с шагом 1,4 г. Критерием предела уменьшения модуля служила растворимость исходного реагента в ДМФА.

В результате термолиза, проведенного при различном модуле, были получены данные приведенные в таблице 1.

Из представленных значений следует, что при первом же снижении модуля до 1 : 47 выход резко возрастает до 94 % и далее остается на уровне 94÷97 %. Такое резкое увеличение выхода объясняется уменьшением абсолютного значения потерь целевого продукта при большем его количестве в реакционной массе.

Таблица 1 – Результаты термолиза медной соли (2) при различных модулях растворителя

№	Условия эксперимента			Время седиментации из реакционной массы, ч	Выход оксида меди (II)	
	медная соль ДНМ (2), г	ДМФА, г	весовой модуль		масса, г	% от теор.
1	1,3	132,23	1 : 94	49	0,09	30
2	2,8	132,23	1 : 47	12	0,78	94
3	4,2	132,23	1 : 31	8	1,2	96
4	5,6	132,23	1 : 23	6	1,55	93
5	7	132,23	1 : 19	5	2,0	96
6	8,4	132,23	1 : 16	5	2,42	97

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Время седиментации с увеличением модуля растворителя уменьшается достигая предела в 5 ч при соотношении медная соль (2) : ДМФА = 1 : 19.

Качественный состав порошков контролировали термогравиметрическим методом и методом ИК-спектроскопии. Результаты анализа соответствуют приведенным в литературе [5].

Независимо от модуля растворителя наноксид меди (II) имеет неизменный химический состав, что подтверждают одинаковые ИК-спектры исследуемых партий оксида (3) (см. рисунок 1).

Проведенными исследованиями установлено, что снижение модуля растворителя ведет к увеличению выхода наноразмерного порошка оксида меди (II) и уменьшению времени седиментации вплоть до 5 ч. Выход реакции термолиза составил 94÷97 %.

Таким образом, не изменяя технологию и количество используемых растворителей, удалось значительно увеличить производительность способа получения нанопорошка оксида меди (II) методом термолиза медной соли ДНМ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Казанцев, И. В. Синтез наноразмерного оксида меди / И. В. Казанцев, С. Г. Ильясов, В. И. Зайковский // Ползуновский вестник – 2010. – № 4–1. – С. 20–23.
2. Лобанова, А. А. Химия нитропроизводных мочевины. Синтез N,N'-динитромочевины / А. А. Лобанова, Р. Р. Сатаев, Н. И. Попов, С. Г. Ильясов // Журн. орг. химии. – 2000. – Т. 36, вып. 2. – С. 188–191.
3. Ильясов, С. Г. Химия нитропроизводных мочевины. Взаимодействие N,N'-динитромочевины с основаниями / С. Г. Ильясов, А. А. Лобанова, Н. И. Попов, Р. Р. Сатаев // Журн. орг. химии. – 2002. – Т. 38, вып. 12. – С. 1793–1804.
4. Sergey G. Il'yasov, Igor V. Kazantsev, Mikhail V. Til'zo, Gennady V. Sakovich, Vladimir I. Zaikovski, Igor P. Prosvirin, and Fedor V. Tuzikov, A New Method of Preparing Copper Oxide from Dinitrourea Copper Salt // Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie, Volume 640, Issue 11, P. 2132–2138.

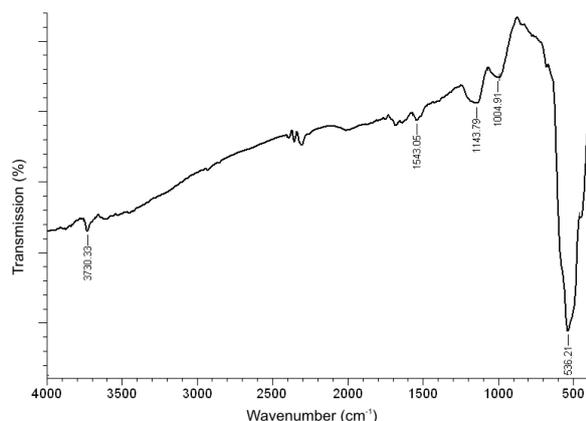


Рисунок 1 – Типичный ИК-спектр наноксида меди (II)

Ильясов С.Г. – д.х.н., заместитель директора по научной работе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), 8(3854)30-59-37, iysow@ipcet.ru, admin@ipcet.ru.

Тильзо М.В. – младший научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт

проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), 8(3854)30-14-89, mi-hail.tilzo@mail.ru.

Казанцев И.В. – к.т.н., научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), 8(3854)30-19-80, nitroigor@mail.ru.