

ГОЛОВЧУК С.А.

Національний технічний університет України "КПІ", м. Київ

## **ВПЛИВ КОНЦЕНТРАЦІЇ ТА ФАЗОВОГО СТАНУ КОМПОНЕНТІВ НА ВИХІД І БУДОВУ ГІБРИДНИХ ОЛІГОМЕРНИХ ПРОДУКТІВ**

В роботі наводяться результати дослідження впливу концентрації та фазового стану вихідних компонентів на вихід та будову гібридних олігомерних продуктів. Метою є визначення оптимальних умов для синтезу олігофенолятів ванадію, заліза та міді, а саме порівняння використання для синтезу наважок хлоридів металів та їх розчинів.

В работе приводятся результаты исследования влияния концентрации и фазового состояния исходных компонентов на выход и строение гибридных олигомерных продуктов. Целью является определение оптимальных условий синтеза олигофенолятов ванадия, железа и меди, а именно сравнение использования для синтеза навесок хлоридов и их растворов.

The paper presents the impact of concentration and phase state of initial components on the yield and structure of hybrid oligomeric products. The aim of the experiment is to determine the optimal conditions for the synthesis of vanadium, iron and copper oligo phenolates, namely comparison of the use of solid metal chlorides and their solutions for the synthesis.

**Ключові слова:** олігофенолят, металополімер, гібридні матеріали, ванадій, залізо, мідь.

Гібридні органо-неорганічні олігомерні системи є перспективними компонентами в широкому спектрі сучасних технологій. Вони можуть використовуватися в якості зв'язуючих для отримання конструкційних і функціональних матеріалів з високими фізико-механічними, антифрикційними, оптичними властивостями, а також теплостійких адгезивів, покриттів різного призначення, іонообмінних матеріалів, мембран. Їх особливі властивості пов'язані з присутністю в їх структурі нанорозмірних неоднорідностей органічної і неорганічної природи.

Для створення металополімерних матеріалів використовуються три різних підходи: 1) з використанням будівельних блоків, 2) формування матеріалів методом *in situ* на основі золь-гель процесів і 3) одночасним формуванням обох компонентів. Одночасне формування неорганічного і органічного полімерів приводить до найбільш однорідних матеріалів, тому обрали цей метод.

Прекурсор змішують з органічним мономером і проводять процес в присутності або відсутності розчинника. При цьому можливе протікання трьох процесів: 1) динамічне формування сітки неорганічної фази; 2) перебіг полімеризації органічної фази; 3) термодинамічний процес фазового розділення двох фаз [1, 2]. Зіставлення і підбір кінетичних параметрів перших двох процесів полімеризації так, щоб вони проходили одночасно і

досить швидко, веде до зменшення або виключення фазового поділу матеріалів.

Були досліджені процеси, які відбуваються при синтезі гібридних олігомерів із класу поліфеніленів з вмістом моно- та поліядерних комплексів перехідних металів. З метою отримання максимального виходу олігофенолятів ванадію, заліза та міді, проводили експерименти по оптимізації процесу їх синтезу. Однією з задач було порівняти використання для синтезу наважок хлоридів металів та їх розчинів.

Для проведення експерименту концентрація водного розчину олігофенілену становила - 100 г/л. Перед реакцією водний розчин смоли нагрівався до 295 К (25 °С). Сіль металу поступово вводилася по 0,05 г в розчин смоли. Після додавання останньої порції солі, подальшого прогріву ще протягом 10 хв випадав рясний осад. Осад відфільтрували на лійці Бюхнера і промивали великим об'ємом дистильованої води для видалення домішкових залишків хлориду металу. Далі олігофенолят піддавався термообробці при температурі 973 К (700 °С) для того, щоб видалити всю органічну частину домішок, які могли залишитися після промивання водою. Залишком після термообробки був оксид відповідного металу, після перерахунку на стехіометричний вміст металу в оксиді, виводився вміст металу в олігофеноляті [3].

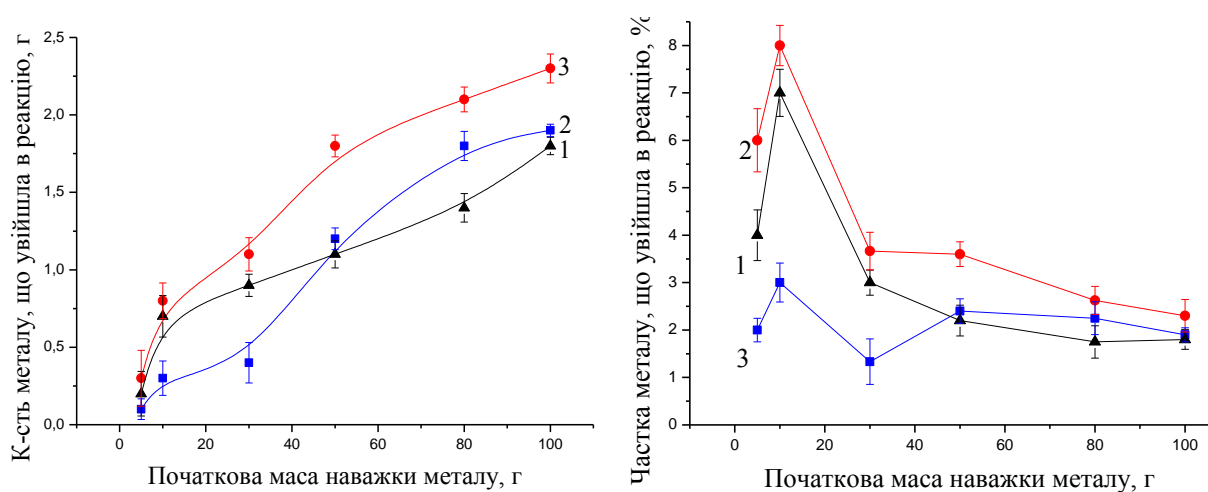


Рис.1 - Залежність абсолютної і відносної кількості оксиду металу, який вступив в реакцію від початкової наважки солі з утворенням олігофенолятів ванадію(1), заліза (2), міді(3).

Як можна судити з графіку, найбільша кількість солі металу, що вступила у реакцію з олігомером, спостерігається для хлориду заліза. Перегин лінії, що вказує на уповільнення і зупинку входження металу в реакцію з феніленовим олігомером, знаходиться на рівні 10-11 г початкового масового співвідношення. При цьому після термообробки сухий залишок при зважуванні склав для початкових 10 г - 8%. За ним слідує хлорид ванадію, сухий залишок склав 6,8% від початкової маси. Далі хлорид міді - 3%. Так як абсолютне і відносне значення частки металу, що увійшов виявилися невеликі (до 8%), то було запропоновано збільшити частку металу і

відповідно вихід основного продукту за рахунок використання водних розчинів металу.

Був використаний розчин олігофенілену з концентрацією 100 г/л. Розчини нагрівалися до температури 298К (25°C), після нагрівання їх зливали і перемішували. У процесі перемішування протягом 10 хв, випадав рясний осад, який обробляли і розраховували кількість металу за вищевказаною схемою.

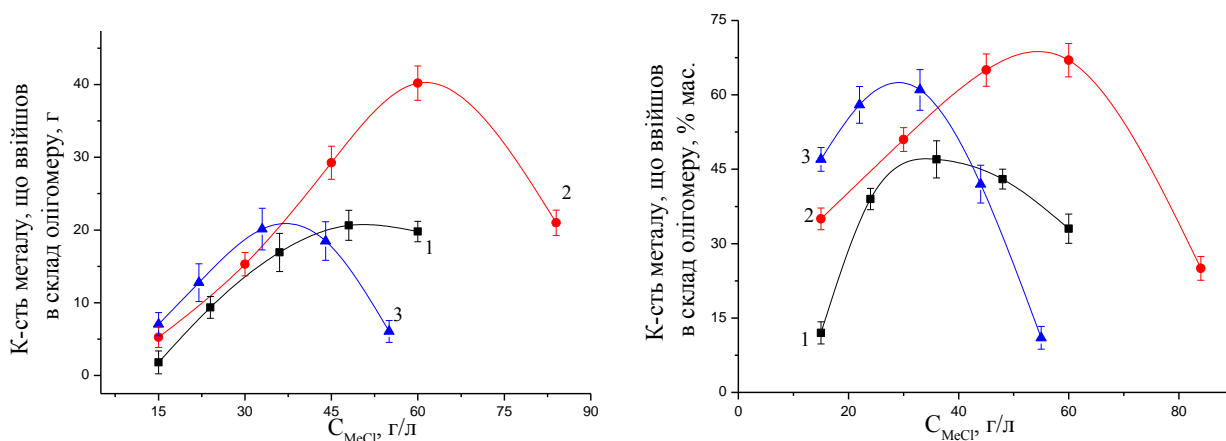


Рис.2 - Залежність абсолютної і відносної кількості оксиду металу, який вступив в реакцію від концентрації розчину солі з утворенням олігофеноляту ванадію(1), заліза(2), міді(3).

Запропонований варіант з використанням розчинів солей металу виявився вірним - вдалося підвищити вихід продукту майже в 8 разів. Оптимальна концентрація розчину солі ванадію становить 35-50 г / л, заліза - 55-60 г / л, міді 27-34 г / л. При цьому вихід продукту реакції становить в середньому від 46-65% від початкової концентрації розчину.

#### Список використаних джерел:

1. Hernan P. Rhodium complexes with nitrogen-donor ligands anchored on silicic supports. 1. Synthesis and characterization / P. Hernan, C. Del Pino, E. Ruiz-Hitzky // Chemistry of materials. – 1992. – V. 4. – N 1. – P. 49–55.

2.0 Jiménez-Morales A. Hybrid Organic-Inorganic Electrode-Membranes Based on Organo-Polysiloxane/Macrocycle Systems / A. Jiménez-Morales, J.C. Galván, P. Aranda // MRS Proceedings.– Cambridge: University Press, 1998.– V. 519.– P. 211.

3. Савченко Д.А. Гибридные органо-неорганические полимеры как новый класс инструментальных материалов. Оптимизация синтеза и механизм реакции // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сборник научных трудов.– Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2013.– Вып.16.– С. 381.