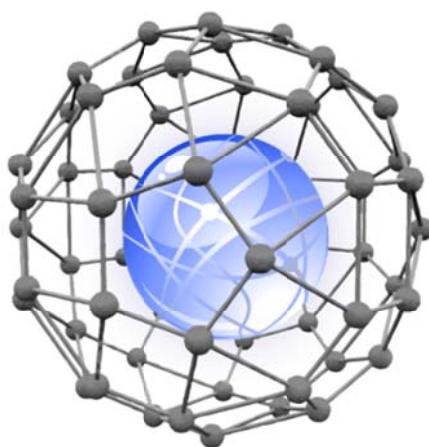


МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
Химический факультет

# ПОЛИФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Материалы Международной научной конференции  
21–22 мая 2015 г.

Том 2



Томск  
Издательский Дом Томского государственного университета  
2015

Работа выполнена при поддержке РФФИ (Грант 14-03-90011\_Бел-а) и гранта Президента РФ НШ-13005.2014.2.

### Список литературы

1. Loudget A. BODIPY dyes and their derivatives: syntheses and spectroscopic properties / A. Loudget, K. Burgess // *Chemical Reviews*. 2007. Vol. 107. P. 4891–4932.
2. Berezin M.B. Synthesis and properties of (1,2,3,7,9-pentamethyldipyrrolylmethen-8-yl)-(1,2,3,7,8-pentamethyldipyrrolylmethen-9-yl)methane and bis(1,2,3,7,9-pentamethyldipyrrolylmethen-8-yl)trifluoromethylmethane dihydrobromides / M. B. Berezin, E. V. Antina, A. I. Vyugin, A.S. Semeikin, S. L. Yutanova // *Russian Journal of General Chemistry*. 2012. Vol. 82. P. 1287–1292.
3. Kuznetsova R.T. Spectral, luminescent, photochemical and laser properties of a series of boron fluoride complexes of dipyrrolylmethenes in solutions / R.T. Kuznetsova, Yu.V. Aksenova, E.N. Telminov, L.G. Samsonova, G.V. Maier // *Optics and Spectroscopy*. 2012. Vol. 112. P. 746–754.
4. Ermolina E.G. Novel quenchometric oxygen sensing material based on diiodine-substituted boron dipyrromethene dye / E.G. Ermolina, R.T. Kuznetsova, Yu.V. Aksenova, R.M. Gadirov, T.N. Kopylova, E.V. Antina, M.B. Berezin, A.S. Semeikin // *Sensors and Actuators B*. 2014. Vol. 197. P. 206–210.

УДК 639.3(571.14)

## ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗ АЛЮМИНАТА СТРОНЦИЯ

**Акулова Евгения Владимировна**, студент, Национальный исследовательский Томский государственный университет, химический факультет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, E-mail: [sunicorn@sibmail.com](mailto:sunicorn@sibmail.com)

**Мишенина Людмила Николаевна**, канд. хим. наук, доцент кафедры неорганической химии, Национальный исследовательский Томский государственный университет, химический факультет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, E-mail: [lnm@chem.tsu.ru](mailto:lnm@chem.tsu.ru)

**Селюнина Лилия Александровна**, канд. хим. наук, старший преподаватель кафедры неорганической химии, Национальный исследовательский Томский государственный университет, химический факультет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, E-mail: [SeluninaL@sibmail.com](mailto:SeluninaL@sibmail.com)

Актуальность работы обусловлена необходимостью поиска новых экономически выгодных методов получения алюмината стронция.

Цель работы: заключалась в получении алюмината стронция золь-гель методом с использованием в качестве полимеризующего агента ЭДТА, лимонной, винной и яблочной кислот, и определении наиболее оптимальных условий, позволяющих получать однофазный продукт.

Методы исследования: термический анализ (прибор для термического анализа NETZCH STA 449C); рентгенофазовый анализ (дифрактометр Rigaku MiniFlex: CuK $\alpha$ -излучение).

Результаты: исследованы процессы фазообразования при синтезе алюмината стронция, полученного по золь-гель технологии, показано, что формирование моноклинного алюмината стронция происходит при температуре выше 900 °C, через стадии образования алюминатов стронция различного состава.

**Ключевые слова:** алюминат стронция, ЭДТА, лимонная кислота, винная кислота, яблочная кислота, метод комплексонатной гомогенизации, золь-гель технология

## SOL-GEL SYNTHESIS OF STRONTIUM ALUMINATE

**Evgeniya V. Akulova**, student, National Research Tomsk State University, Chemistry Department, 36, Lenina Avenue, Tomsk, 634050, Russia, E-mail: [sunicorn@sibmail.com](mailto:sunicorn@sibmail.com)

**Lyudmila N. Mishenina**, Ph.D., Associate Professor of Department of Inorganic Chemistry, National Research Tomsk State University, Chemistry Department, 36, Lenina Avenue, Tomsk, 634050, Russia, E-mail: [lnm@chem.tsu.ru](mailto:lnm@chem.tsu.ru)

**Liliya A. Selyunina**, Ph.D., Assistant of Department of Inorganic Chemistry, National Research Tomsk State University, Chemistry Department, 36, Lenina Avenue, Tomsk, 634050, Russia, E-mail: [SeluninaL@sibmail.com](mailto:SeluninaL@sibmail.com)

Relevance of the work is caused by the need to develop new cost-effective methods for producing strontium aluminate. The main aim of the study was to obtain strontium aluminate by zol-gel method using EDTA, citric acid, tartaric acid, malic acid as a polymerizing agent and to identify the optimal conditions for a homogeneous product.

The methods used in the study: thermal analyses were run on a NETZCH STA 449C instrument. Powder X-ray diffraction was carried out using a Rigaku MiniFlex diffractometer with CuK  $\alpha$  radiation.

The results: the authors have investigated the synthesis of strontium aluminate prepared by the sol-gel technology using the homogenization of chelating agent method.

**Key words:** strontium aluminate, EDTA, citric acid, tartaric acid, malic acid, homogenization of chelating agent method, sol-gel technology

Алюминат стронция используется в качестве матрицы, активация которой ионами редкоземельных элементов позволяет получить эффективный люминофор, обладающий интенсивной люминесценцией при ультрафиолетовом возбуждении и длительным временем послесвечения. Область практического применения таких материалов обширна: энергоэкономичные люминесцентные лампы, светящиеся краски, панели плазменных дисплеев и т. д. [1–3].

В последнее время наибольшее распространение для получения данных соединений получила золь-гель технология, основанная на реакции полимеризации, приводящей к образованию геля с гомогенно-распределенными атомами металлов, при термической обработке которого формируется целевой продукт.

Для получения алюмината стронция использовали растворы нитрата стронция, нонагидрата нитрата алюминия и полимеризующего агента. В качестве полимеризующего агента были выбраны ЭДТА, лимонная, винная и яблочная кислоты.

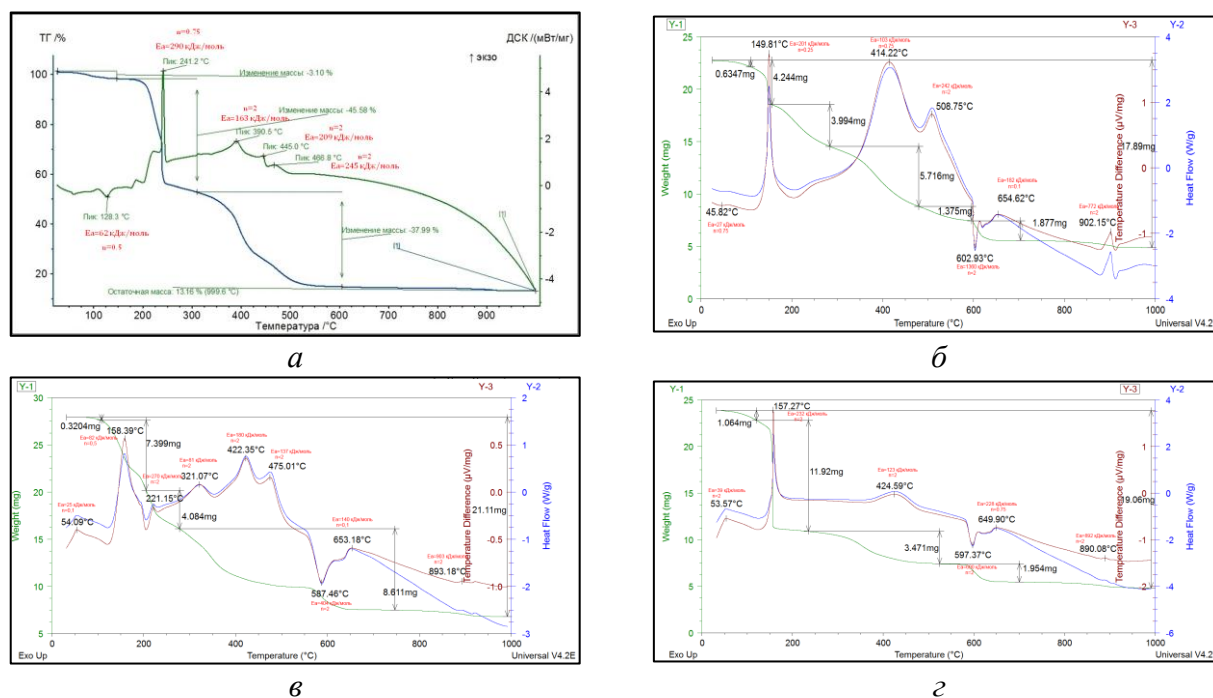


Рис. 1. Термограмма прекурсоров, полученных с применением в качестве полимеризующего агента: а – ЭДТА; б – лимонной кислоты; в – винной кислоты; г – яблочной кислоты

Реагенты были взяты в стехиометрическом соотношении. На первой стадии синтеза получали раствор комплексных солей алюминия и стронция. Далее раствор упаривали до вязкой стеклообразной массы и высушили на водяной бане при 100 °С. Полученный прекурсор подвергли термообработке в муфельной печи в течение 3 часов при температурах от 300 °С до 1250 °С, с целью разложения полимерных комплексов с последующим формированием алюмината стронция.

Фазообразование изучали с использованием термического анализа, полученных ксерогелей. В процессе образования алюмината стронция наблюдается разложение образцов (рис. 1). Их масса уменьшается в среднем на 80 % в интервале температур от 25 до 700 °С, процесс протекает в несколько стадий, что видно из данных ТГ и ДСК кривых. По данным термограммы можно судить о наличии эндоэффекта при малых температурах соответствующему удалению воды, и серии экзоэффектов, свидетельствующих об окислении и разложении органической компоненты. Образование продукта наблюдается после 700 °С.

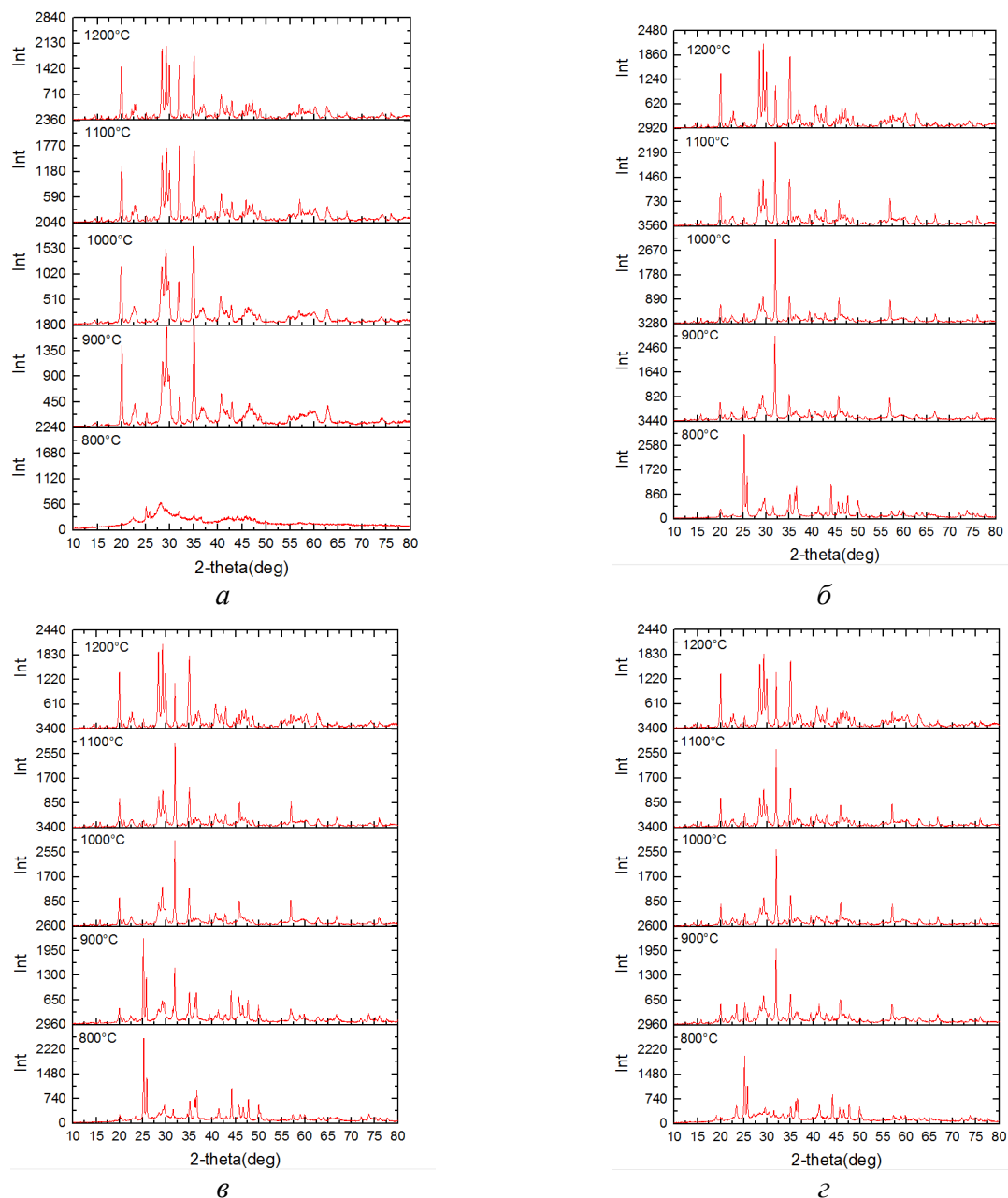


Рис. 2. Рентгенограммы прокаленных прекурсоров, полученных с применением в качестве полимеризующего агента: а – ЭДТА; б – лимонной кислоты; в – винной кислоты; г – яблочной кислоты

Согласно рентгенофазовому анализу (рис. 2) образец с ЭДТА, прокаленный при температуре 800 °С, является рентгеноаморфным. В образцах прокаленных при температурах 900–1200 °С помимо основной фазы моноалюмината стронция, присутствуют посторонние фазы:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (в образце при 900 °С),  $\text{Sr}_9\text{Al}_6\text{O}_{18}$  (в образце при 1100 °С), и  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ , содержание которых уменьшается до 4 % с ростом температуры. С высоким содержанием конечного продукта, моноалюминат стронция образуется уже при 900 °С. Аналогично на рентгенограммах образцов, полученных с использованием лимонной, винной и яблочной кислот, помимо основной фазы  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$  присутствуют посторонние:  $\text{SrCO}_3$  (в образцах при 800 °С и 900 °С), и  $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ , содержание которых также уменьшается с ростом температуры. В достаточной степени моноалюминат стронция начинает формироваться только с 1100 °С. Все конечные продукты синтеза представлены моноклинной модификацией алюмината стронция с параметрами элементарной ячейки:  $a = 0,84$  нм,  $b = 0,88$  нм,  $c = 0,51$  нм,  $\beta = 93,41^\circ$ .

Таким образом, с использованием золь-гель технологии получен моноклинный алюминат стронция. В качестве полимеризующего агента была выбрана ЭДТА, позволяющая при более низких температурах получать  $\text{SrAl}_2\text{O}_4$ . Содержание основной фазы в продукте синтеза составило 96%.

*Работа выполнена в рамках государственного задания (№ государственной регистрации 114051370021) Минобрнауки РФ по проекту № 1432.*

#### Список литературы

1. Karabulut Y. Luminescence of dysprosium doped strontium aluminate phosphors by codoping with manganese ion / Y. Karabulut, A. Canimoglu, Z. Kotan, O. Akyuz, E. Ekdal // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 583. P. 91–95.
2. Misevicius M. Sol–gel synthesis and investigation of un-doped and Ce-doped strontium aluminates / M. Misevicius, O. Scit, I. Grigoraviciute-Puroniene, G. Degutis, I. Bogdanoviciene, A. Kareiva // Ceramics International. 2012. Vol. 38. P. 5915–5924.
3. Yanhong Yan Morphology and spectral characteristics of a luminous fiber containing a rare earth strontium aluminate / Yanhong Yan, Mingqiao Ge, Yonggui Li, DNT Kumar // Textile Research Journal. 2012. Vol. 82, Is. 17. P. 1819–1826.

УДК 547.853.5',68.07;543.51'422.25

### СИНТЕЗ ТИОСЕМИКАРБАЗОНОВ И СЕМИКАРБАЗОНОВ 3,6- ДИАЗАГОМОАДАМАНТАНА

**Рахман Тама Хайваль Аласади**, аспирант, Московский государственный университет тонких химических технологий им. М. В. Ломоносова, естественнонаучный факультет, 119571, Россия, г. Москва, просп. Вернадского, 86, E-mail: orgrahman00@yahoo.com

**Ибрагим Мохаммед Хасан Сенан**, канд. хим. наук, Московский государственный университет тонких химических технологий им. М. В. Ломоносова, естественнонаучный факультет 119571, Россия, г. Москва, просп. Вернадского, 86, E-mail: abramko77@yahoo.com

**Прошин Алексей Николаевич**, канд. хим. наук, заведующий Лабораторией специального органического синтеза ИФАВ РАН, Институт физиологически активных веществ Российской академии наук, 142432, г. Черноголовка, Северный проспект, 1, E-mail: proshin@ipac.ac.ru

**Серова Татьяна Михайловна**, канд. хим. наук, ст. науч. сотр., Институт физиологически активных веществ Российской академии наук, Лаборатория специального органического синтеза, 142432, г. Черноголовка, Северный проспект, 1, E-mail: tatiana\_tms@mail.ru

**Кузнецов Анатолий Иванович**, д-р хим. наук, профессор кафедры органической химии, Московский государственный университет тонких химических технологий им. М. В. Ломоносова, естественнонаучный факультет, 119571, Россия, г. Москва, просп. Вернадского, 86, E-mail: tetraza@mail.ru