

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582
 GIF (Australia) = 0.564
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
 ПИИЦ (Russia) = 3.939
 ESJI (KZ) = 8.771
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
 PIF (India) = 1.940
 IBI (India) = 4.260
 OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal
Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2022 Issue: 10 Volume: 114

Published: 11.10.2022 <http://T-Science.org>

Issue

Article



Jahongir Bahromovich Fayziev

Tashkent Research Institute of Chemical Technology
 Doctor of Technical Sciences (PhD),
 Uzbekistan, Tashkent
jahongirfayziyev1981@gmail.com

Nazokat Muzaffar qizi Bakhronova

Bukhara State University
 Master student
 200117, Uzbekistan, Bukhara, st. M. Iqbola 11.

SYNTHESIS AND PHYSICO-CHEMICAL ANALYSIS OF COPPER-CONTAINING PHTHALOCYANINE PIGMENT

Abstract: In this case, phthalocyanine pigments were synthesized using phthalic hydride, urea, Cu^I metal salt as the reaction base. Below are the individual methods for obtaining the pigment. Two different methods were used in the synthesis process: microwave and high-temperature heating. According to the results of the research, the second method for obtaining the pigment was chosen - the synthesis method at high temperatures.

Key words: phthalocyanine, heteroaromatic compounds, IR spectrum thermogravimetric analysis, differential thermal analysis.

Language: Russian

Citation: Fayziev, J. B., & Bakhronova, N. M. (2022). Synthesis and physico-chemical analysis of copper-containing phthalocyanine pigment. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 10 (114), 58-63.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-10-114-11> **Doi:** <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2022.10.114.11>
Scopus ASCC: 1605.

СИНТЕЗ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АНАЛИЗЫ МЕДЬСОДЕРЖАЩЕГО ФТАЛОЦИАНИНОВОГО ПИГМЕНТА

Аннотация: В этом случае фталоцианиновые пигменты были синтезированы с использованием фталевого гидрида, мочевины, металлической соли Cu^I в качестве основы реакции. Ниже приведены отдельные методы получения пигмента. В процессе синтеза использовались два разных метода: микроволновый и высоко температурный нагрев. По результатам исследований был выбран второй способ получения пигмента - метод синтеза при высоких температурах.

Ключевые слова: фталоцианин, гетероароматические соединения, ИК-спектра термогравиметрический анализ, дифференциально-термический анализ.

Введение

В настоящее время в мире разрабатываются передовые технологии, такие как производство электрических и оптических материалов на основе фталоцианиновых пигментов, солнечных элементов, химических сенсоров. Важным преимуществом фталоцианиновых пигментов является их очень низкая токсичность, они используются при производстве упаковочных

материалов для пищевых продуктов, детских игрушек, лекарств. Также фталоцианины и их производные привлекают внимание многих исследователей благодаря своей высокой химической стойкости, красивым и чистым цветам, свето- и термостойкости, пригодности для окрашивания любых полимерных материалов, относительно невысокой стоимости [1].

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582
 GIF (Australia) = 0.564
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
 ПИНЦ (Russia) = 3.939
 ESJI (KZ) = 8.771
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
 PIF (India) = 1.940
 IBI (India) = 4.260
 OAJI (USA) = 0.350

В этом случае фталоцианиновые пигменты были синтезированы с использованием фталевого нгидрида, мочевины, металлической соли Cu^I в качестве основы реакции. Ниже приведены отдельные методы получения пигмента. В

процессе синтеза использовались два разных метода: микроволновый и высокотемпературный нагрев. По результатам исследований был выбран второй способ получения пигмента - метод синтеза при высоких температурах [2].

Таблица 1. Соотношение исходных реагентов, полученных для CuPc , и влияние температуры на выход пигмента

№	ФА:Кар:CuCl	T, °C	ω, %	№	ФА:Кар:CuCl	T, °C	ω, %
1	1:1:0,25	200	21,1	9	1:5:0,25	200	65,1
2		225	25,6	10		225	77,4
3		250	28,8	11		250	85,3
4		275	26,1	12		275	79,2
5	1:3:0,25	200	43,3	13	1:7:0,25	200	67,1
6		225	55,1	14		225	78,8
7		250	61,7	15		250	85,3
8		275	53,3	16		275	79,3

По полученным результатам установлено, что соотношение исходных реагентов для синтеза фталоцианинового пигмента меди составляло 1: 5:

0,25 и при температуре 250°C выход составил 85,3%. Стало ясно, что эти результаты являются оптимальными условиями для синтеза CuPc .

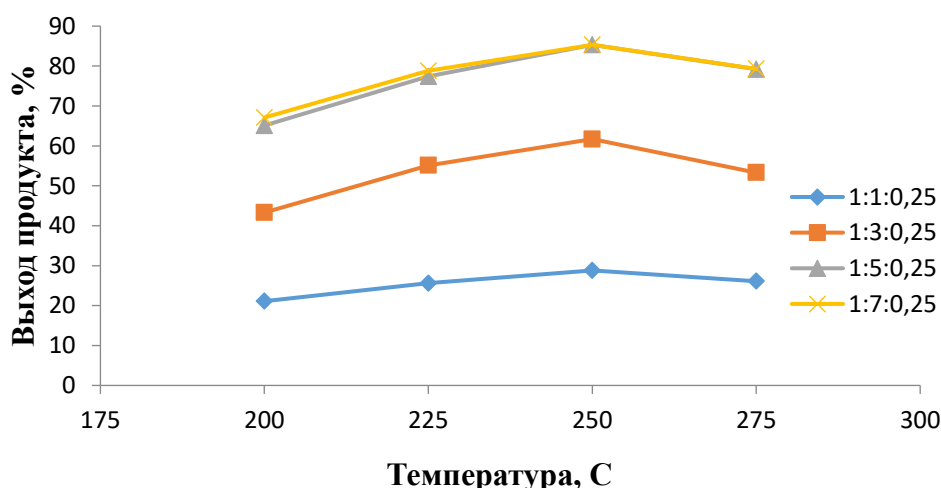


Рис. 1. Графическое представление соотношения исходных реагентов, полученных для пигмента CuPc , и влияния температуры на выход пигментов.

Фталоцианин на основе меди, полученный методом нагревания, был получен путем растворения пигментов в 4-х различных

концентрациях серной кислоты: 1) 60%, 2) 70%, 3) 80%, 4) 90% и полученные пигменты были испытаны при различных температурах.

Таблица 2. Тестирование пигмента CuPc , отверждаемого на месте, при различных температурах

№	Пигменты, полученные для тестирования	Начальная температура °C	Конечная температура °C	Наблюдаемые изменения
1	CuPc -60	160	280	белый дым
2	CuPc -70	180	250	белый дым
3	CuPc -80	200	210	белый дым
4	CuPc -90	250	250	Не было изменений

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 8.771
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Получение пигмента фталоцианина меди осуществляется двумя разными способами. Пигмент, на основе фталоцианина меди, взятый для анализа, получали способом 2, т.е. путём нагревания. Путём проведения анализов, при исследовании процесса синтеза, мы получили информацию, к какой модификации относится полученный фталоцианиновый пигмент меди. В наших исследованиях, после синтеза, мы

рассматриваем β - модификацию полученного фталоцианина меди, потому что существует большая потребность в β - модификации фталоцианинов. Одна из очевидных причин заключается в том, что модификация α - нестабильна, а модификация β - более устойчива. Отобранный для тестирования пигмент, на основе фталоцианина меди, нагревали до 250°C.

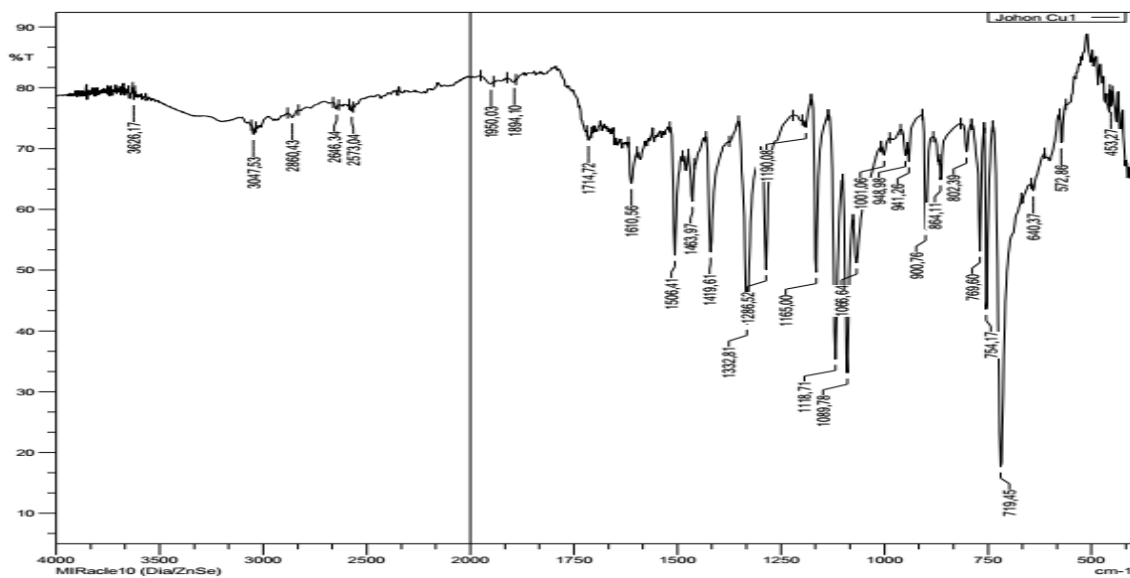


Рис. 2. ИК спектры пигмента фталоцианина меди

В таблице 3. приведено сравнение анализов площадей поглощения ИК-спектров фталоцианинов меди А.В. Зиминова с анализами

ИК-спектра фталоцианина меди, полученного нами.[3]

Таблица 3. Анализ ИК-спектра фталоцианина меди

№	Функциональные группы CuPc	Ziminov et al Поля поглощения CuPc	Синтезированные поля поглощения CuPc
1	C-H	3047 см ⁻¹	3047,53 см ⁻¹
2	C=C	1612 см ⁻¹	1610,56 см ⁻¹
3	-N=	1507 см ⁻¹	1506,41 см ⁻¹
4	Изоиндол	1465-1421 см ⁻¹	1464-1420 см ⁻¹
5	Пиррол	1333 см ⁻¹	1332,81 см ⁻¹
6	C-H в плоскости	1287 см ⁻¹	1286,52 см ⁻¹
7	C-H+ в плоскости изоиндола	1165 см ⁻¹	1165 см ⁻¹
8	Бензольные кольца	947 см ⁻¹	946,98 см ⁻¹
9	Изоиндол + атомы азота	900 см ⁻¹	900,76 см ⁻¹
10	Фталоцианиновые кольца	754 см ⁻¹	754,17 см ⁻¹

Полученная дериватограмма представлена на рисунке 3, который состоит из 4 кривых. Анализ кривой динамического термогравиметрического анализа (ДТГА) (кривая 2) показывает, что кривая ДТГА имеет место в основном в 2-х диапазонах интенсивных температур разложения. 1-й диапазон разложения соответствует температуре

88-209 °С, а 2-й разлагаемый промежуточный продукт соответствует температуре 220-675 °С. 1 - Температурная кривая; 2 - Кривая динамического термогравиметрического анализа (ДТГА); 3- Произведение кривой динамического термогравиметрического анализа (ДТГП); 4- Кривая ДСК.

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
 ISI (Dubai, UAE) = 1.582
 GIF (Australia) = 0.564
 JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
 ПИИЦ (Russia) = 3.939
 ESJI (KZ) = 8.771
 SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
 PIF (India) = 1.940
 IBI (India) = 4.260
 OAJI (USA) = 0.350

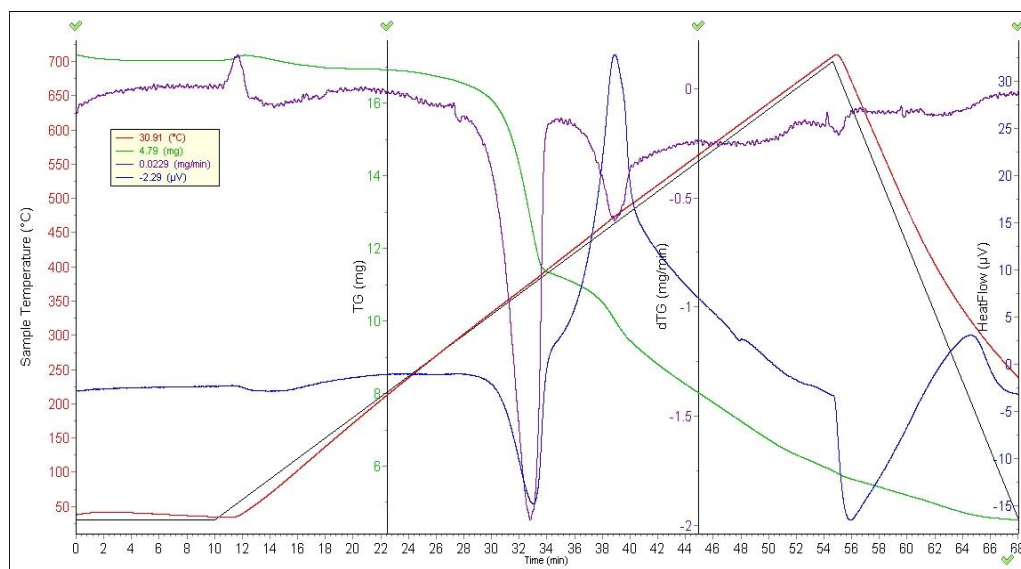


Рис 3. Дериватограмма медьсодержащего фталоцианинового пигмента

Пигмент CuPc получали в открытом тигле, сделанном из оксида алюминия и платины, устойчивого к температуре 1650 °С, и температуру постепенно повышали с 20 °С и далее. Когда температура достигает 100 °С, остаточная масса пигмента CuPc составляет 13,209 мг, что выражается как процентное соотношение $16 - 13,209 = 2,791$ мг · с / мг. Уменьшение массы пигмента CuPc при такой температуре связано с потерей адсорбированной воды, адсорбированной в композиции. Последующие наблюдения были выполнены при температуре 200 °С, и было замечено, что остаточная масса пигмента, измеренная при 16 мг от начальной массы, изменилась до 12 609 мг. Уменьшение количества массы пигмента CuPc составляло 21,19% от общей 100% массы при 200 °С, а количество потребляемой энергии

составляло 4,09 мкВ с / мг. В то же время уменьшение массы связано с сублимацией фталимидов, не вступающих в реакцию с пигментом CuPc. Исходя из результатов приведенного выше анализа, синтезированный пигмент CuPc имеет вид нерегулярно расположенных частиц, т.е. аморфный. Четкое доказательство этого внешнего вида наблюдалось на изображениях пигмента CuPc, полученных под растровым электронным микроскопом (СЭМ) (рис. 4).

Подробный анализ кривой динамического термогравиметрического анализа и кривой DSK приведен в таблице 4. Результаты анализа показывают, что потеря массы после повышения температуры выше 650°C составляет 9,993 мг и остается неизменной.[4]

Таблица 4. Анализ результатов ДТГА и ДСК кривой медьсодержащего фталоцианинового пигмента

№	Температура, °С	Потерянная масса, мг(16)	Потерянная масса, %	Количество потребляемой энергии (µV*s/mg)
1	50	15,903	0,097	2,45
2	100	13,209	2,791	1,91
3	200	12,609	3,391	4,09
4	300	12,406	3,594	6,08
5	400	10,896	5,104	6,03
6	500	9,696	6,304	8,67
7	600	8,996	7,004	4,80
8	700	6,007	9,993	4,52

Микроанализ химических элементов пигментов проводился в самом приборе ЭСМ и исследовался в областях с ускоряющим напряжением 20 кэВ и током 1 нА. В этом

исследовании изображения электронного сканера были получены при увеличениях в 200 и 700 раз с ускорением 30 кэВ, а также при 0,66 и 1,653 мкм видимого поля (рис. 4).

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 8.771
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

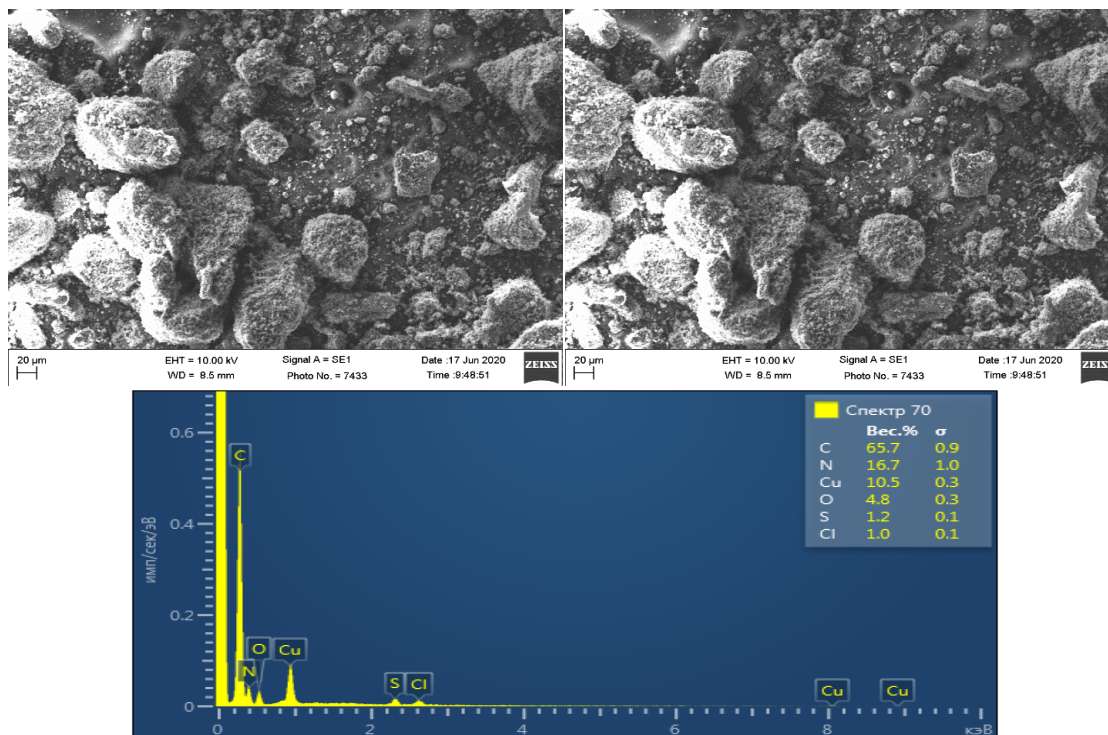


Рис 4. Электронный сканирующий микроскоп (ЭСМ) пигмента фталоцианина меди (увеличенное изображение в 200 и 700 раз) и данные элементного анализа.

Результаты анализа показывают, что на изображении пигмента фталоцианина меди, увеличенном в 200 и 700 раз, никаких остатков исходных веществ, не прореагировавших, не видно. Это позволяет получить информацию о том, что реакция прошла до конца, а также об элементном составе вещества, образующегося в реакции параллельно. Исследования показали, что

размер частиц пигмента фталоцианина меди составляет от 28,71 до ~ 35,72 нм. В то же время в больших кластерах элементный анализ проводился на отдельной поверхности. Большие кластеры указывают на присутствие остатков серы и хлора на уровне экспериментальной ошибки в дополнение к пигменту фталоцианина меди в исследуемых точках при анализе элемента.

References:

1. Zuev, K. V., Smrcek, V. A., Fedoseeva, M. S., Koldaeva, T. Jy., & Perevalov, V.P. (2015). Vlijanie himicheskoj modifikacii poverhnost ftalocianinovogo pigmenta na ego svojstva. *Himicheskaja promyshlennost' segodnja*.
2. Fajziev, Zh.B., Beknazarov, H.S., & Dzhililov, A.T. (2020). *izuchenie jelektronnoj mikroskopii i ik-spektral'nogo analiza ftalocianina medi*. Moskva.
3. Fajziev, Zh.B. (2021). *razrabotka tehnologii poluchenija novyh metallsoferzhashhih ftalocianinovyh pigmentov*. avtoreferat Toshkent.
4. Stepanov, B.I. (1984). *Vvedenie v himiu i tehnologiu krasitelej*. (p.590). Moscow: Himija.
5. Shaposhnikov, G.P., Kulinich, V.P., & Majzlish, V.E. (2012). *Modificirovannye ftalocianiny i ih strukturnye analogi*. pod red. O.I. Kojfmana. (p.480). Moscow: KRASAND.
6. Fajziev, Zh.B., Dzhililov, A.T., & Tillaev, A.T. (2019). *Tarkibida metall tutgan jangi ftalocianin pigmentini tadjik kilish*.
7. Fajziev, Zh.B., Beknazarov, H.S., & Dzhililov, A.T. (2020). *Sintez i svojstva ftalocianina medi*. Moskva.
8. (1985). *Water-soluble or water-dispersible graft polymers and the preparation and use thereof: patent EP184991*; Ciba-Geigy AG Corp.; EPO; 02.12.1985.

Impact Factor:	ISRA (India) = 6.317	SIS (USA) = 0.912	ICV (Poland) = 6.630
	ISI (Dubai, UAE) = 1.582	ПИИЦ (Russia) = 3.939	PIF (India) = 1.940
	GIF (Australia) = 0.564	ESJI (KZ) = 8.771	IBI (India) = 4.260
	JIF = 1.500	SJIF (Morocco) = 7.184	OAJI (USA) = 0.350

9. (1973). *Phthalocyanine compounds: patent specification GB1445523A*; United Kingdom; Sandoz Ltd.; 01.02.1973.
10. (1982). *Thermally actuated linkage arrangement: patent US4330369A*; USA; CibaGeigy Corp.; 18.05.1982.
11. (1970). *Phthalocyanine pigment compositions: patent DE2017040A1*; Germany; 15.10.1970.