ФИЗИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Статья поступила в редакцию: 24.09.2026
Статья принята к публикации: 30.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 544.723:546.05

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23481

Исследование процесса синтеза и элементного состава металлоорганических каркасов с использованием современного аналитического метода

Ахмадов Маджиджон Ашраф угли
ассистент
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада ал-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: m.axmadov@tuit.uz

Холиков Камолиддин Абдуганиевич
д-р философии (PhD) по техническим наукам, старший преподаватель
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада ал-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: xoliqov260887@gmail.com

Халилов Сарвар Самадович
д-р филос. (PhD) по педагогическим наукам, ст. преп
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада ал-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: sarvarsamadovich@gmail.com

Нурова Наргиза Дилмурод кизи
школьный советник, Специализированная государственная общеобразовательная школа № 10
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: nargizanurova08@gmail.com

Гайбуллаева Дилдора Уктам кизи
библиотекарь, филиал Российского государственного университета нефти и газа имени И.М. Губкина в
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: xurramovadildora0@gmail.com

Уракбоев Бекзод Тоштемирович
начальник отдела учебно-методического обеспечения Национальный институт художеств и дизайна имени Камолиддина Бехзода
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: urakboyevbekzod@gmail.com

Библиографическое описание: Исследование процесса синтеза и элементного состава металлоорганических каркасов с использованием современного аналитического метода // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Ахмадов М.А.У. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23481

Investigation of the synthesis process and elemental composition of metal–organic frameworks using a modern analytical method

Akhmadov Majidjon Ashraf ugli
Assistant
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Kholikov Kamoliddin Abduganiyevich
doctor of Philosophy (PhD) in Technical Sciences, Senior Lecturer
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Khalilov Sarvar Samadovich
doctor of Philosophy (PhD) in Pedagogical Sciences, Senior Lecturer
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Nurova Nargiza Dilmurod qizi
School Counselor, Specialized State General Education School No. 10
Uzbekistan, Tashkent Region
Gaybullaeva Dildora Uktam qizi
Librarian, Branch of the Gubkin Russian State University of Oil and Gas in Tashkent
Uzbekistan, Tashkent
Urakboev Bekzod Toshtemirovich
Head of the Department of Educational and Methodological Support, National Institute of Fine Arts and Design named after Kamoliddin Behzad
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В настоящем исследовании ZIF-8 (цеолитоподобный имидазолатный каркас-8) успешно синтезирован сольвотермальным методом в среде метанола с использованием гексагидрата нитрата цинка [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] и 2-метилимидазола (2-MIM) в качестве исходных веществ. Молярное соотношение Zn^{2+} к 2-MIM было задано как 1:843; при этом 8,32 г $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 19,36 г 2-MIM по отдельности растворяли в 70 мл метанола. Два прозрачных раствора объединяли путем капельного добавления и перемешивали при комнатной температуре со скоростью 800 об/мин в течение 1 ч. Затем смесь переносили в автоклав из нержавеющей стали с тефлоновым вкладышем и подвергали сольвотермальной обработке при 105 °C в течение 24 ч (скорость нагрева 4 °C/мин; скорость охлаждения 0,4 °C/мин). Образовавшийся белый осадок отделяли гравитационным фильтрованием, трижды промывали метанолом (3×120 мл), сушили при 80 °C в течение 6 ч и активировали при 150 °C в течение 8 ч для удаления остаточных молекул растворителя из поровых каналов. Выход продукта составил 5,13 г, что соответствует 80,7 % от теоретического значения. Синтезированный материал предназначен для структурного исследования с использованием методов элементного анализа.

Abstract

In the present study, ZIF-8 (zeolitic imidazolate framework-8) was successfully synthesized via a solvothermal method in methanol using zinc nitrate hexahydrate [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] and 2-methylimidazole (2-MIM) as starting materials. The molar ratio of Zn^{2+} to 2-MIM was set at 1:843; specifically, 8.32 g of $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ and 19.36 g of 2-MIM were separately dissolved in 70 mL of

methanol. The two clear solutions were combined by dropwise addition and stirred at room temperature at 800 rpm for 1 h. The resulting mixture was then transferred into a Teflon-lined stainless-steel autoclave and subjected to solvothermal treatment at 105 °C for 24 h, with heating and cooling rates of 4 °C min^{-1} and 0.4 °C min^{-1}, respectively. The resulting white precipitate was separated by gravity filtration, washed three times with methanol (3 × 120 mL), dried at 80 °C for 6 h, and subsequently activated at 150 °C for 8 h to remove residual solvent molecules from the pore channels. The product yield was 5.13 g, corresponding to 80.7 % of the theoretical yield. The synthesized material was intended for structural characterization using elemental analysis techniques.

Ключевые слова: ZIF-8, цеолитоподобные имидазолатные каркасы, металлоорганические каркасы, сольвотермальный синтез, гексагидрат нитрата цинка, 2-метилимидазол, элементный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ (XRF), стехиометрический состав, микропористые материалы.

Keywords: ZIF-8, zeolitic imidazolate frameworks, metal–organic frameworks, solvothermal synthesis, zinc nitrate hexahydrate, 2-methylimidazole, elemental analysis, X-ray fluorescence analysis (XRF), stoichiometric composition, microporous materials.

Введение

Металлоорганические каркасы (МОК) представляют собой класс высокоупорядоченных пористых кристаллических структур, образующихся в результате координационного связывания ионов или кластеров металлов с полифункциональными органическими лигандами. Благодаря высокой удельной площади поверхности, регулируемому размеру пор и широким возможностям модификации структурных компонентов МОК активно исследуются для хранения и разделения газов, катализа, сорбции, сенсорики и доставки лекарственных веществ [5].

Особый и перспективный подкласс МОК образуют цеолитоподобные имидазолатные каркасы (ZIF, Zeolitic Imidazolate Frameworks). В этих соединениях ионы переходных металлов (обычно Zn^{2+} или Co^{2+}) координируются с лигандами на основе имидазолата в тетраэдрической геометрии. Благодаря тому, что угол связи M–Im–M (~145°) близок к углу Si–O–Si, формируются топологии, характерные для цеолитов (sodalite, sod, rho и др.) [13]. Такое структурное сходство обеспечивает ZIF значительно более высокую термическую (до 400 °C) и химическую устойчивость к воздействию воды, щелочей и органических растворителей по сравнению со многими традиционными МОК, что повышает привлекательность этих материалов для промышленного применения [13, 8].

Внутри данного класса ZIF-8 каркас с содалитовой топологией, образованный ионами цинка и 2-метилимидазолатными лигандами, является одним из наиболее изученных и практически перспективных материалов. ZIF-8 характеризуется высокой микропористостью (удельная площадь поверхности ~1300-1900 $м^2/г$), малым размером входного окна пор (~3,4 Å) и значительным диаметром полости (~11,6 Å). Эти свойства обусловливают возможность его применения в мембранах для разделения газовых смесей CO_2/CH_4 и CO_2/N_2, в качестве носителя гетерогенных катализаторов, в газовых сенсорах и системах контролируемой доставки лекарственных веществ [8, 10, 11].

В литературе описано несколько методов синтеза ZIF-8: традиционный сольвотермальный синтез, осаждение при комнатной температуре, микроволновая активация и механохимический метод [7, 12]. Cravillon и соавторы показали возможность быстрого получения нанокристаллов ZIF-8 в метанольной среде при комнатной температуре [7], тогда как Pan и соавторы описали еще более быстрый процесс кристаллизации в водной среде при комнатной температуре [12]. Вместе с тем многие исследователи отдают предпочтение сольвотермальному методу синтезу в автоклаве при контролируемых температуре и давлении благодаря высокой кристалличности продукта, воспроизводимому распределению частиц по размерам и стабильности качественных характеристик [1, 4].

В ряде работ показано, что условия синтеза, в частности молярное соотношение иона металла и лиганда, природа растворителя, температура и продолжительность реакции, непосредственно влияют на кинетику кристаллизации ZIF-8, морфологию частиц и выход продукта [4, 6]. Отмечено, что значительный избыток лиганда по отношению к Zn^{2+} (обычно при молярных соотношениях от 1:4 до 1:70 и выше) способствует формированию мелких однородных кристаллов [1]. Однако исследований, посвященных детальной оценке фактического элементного состава образцов ZIF-8, синтезированных при чрезвычайно высоком избытке лиганда (например, при соотношениях выше 1:800), а также степени отклонения их состава от теоретической стехиометрической формулы методами элементного анализа, пока недостаточно [6, 3].

В то же время точная оценка химической чистоты синтезированных образцов ZIF-8, наличия в них остаточного растворителя и несвязанного лиганда имеет принципиальное значение для стабильности и воспроизводимости материала при практическом применении. Надежная оценка возможна при комплексном сопоставлении данных элементного анализа с результатами структурных и морфологических исследований [3, 9].

Материалы и методы

Для синтеза цеолитоподобного имидазолатного каркаса ZIF-8 использовали два основных исходных компонента: гексагидрат нитрата цинка [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] в качестве источника металла и 2-метилимидазол (2-MIM, $C_4H_6N_2$) в качестве органического линкера (лиганда). В качестве растворителя применяли метанол аналитической чистоты (CH_3OH), выбранный вследствие его способности хорошо растворять как соль металла, так и органический лиганд, низкой температуры кипения и способности создавать благоприятную среду для кристаллизации продукта реакции. Все реагенты использовали без дополнительной очистки в исходном виде, полученном от поставщика.

Для синтеза молярное соотношение иона цинка и лиганда было установлено на уровне 1:843, то есть при значительном избытке лиганда; данный подход был направлен на получение мелких и однородных кристаллических частиц. Для этого 8,32 г $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ растворяли при перемешивании в 70 мл метанола до полного растворения. Аналогично 19,36 г 2-метилимидазола отдельно растворяли в 70 мл метанола с получением второго прозрачного раствора. Оба раствора готовили при комнатной температуре на магнитной мешалке до полного исчезновения осадка.

Раствор соли цинка медленно, по каплям, добавляли к раствору 2-метилимидазола; такой способ использовали для предотвращения локального пересыщения и обеспечения равномерного контроля роста частиц. После объединения растворов полученную смесь непрерывно перемешивали при комнатной температуре со скоростью 800 об/мин в течение 1 ч. При этом происходило первоначальное формирование координационных связей между ионами Zn^{2+} и депротонированными имидазолатными группами, после чего система была подготовлена к последующей гидротермальной (сольвотермальной) обработке.

Подготовленную реакционную смесь переносили в герметичный автоклав с тефлоновым вкладышем и наружным корпусом из нержавеющей стали. Автоклав нагревали со скоростью 4 °C/мин до 105 °C и выдерживали при этой температуре в течение 24 ч. Относительно низкая скорость нагрева и длительная изотермическая выдержка способствовали постепенному и упорядоченному формированию кристаллической решетки. После завершения реакции автоклав охлаждали до комнатной температуры со скоростью 0,4 °C/мин. Такой режим медленного охлаждения был выбран для снижения вероятности образования кристаллических дефектов вследствие термических напряжений и сохранения структурной целостности конечного продукта.

Белый кристаллический осадок, образовавшийся в реакционной среде после извлечения из автоклава, отделяли от жидкой фазы методом гравитационного фильтрования. Для максимально полного удаления непрореагировавшего лиганда и следов растворимых солей осадок трижды промывали чистым метанолом по 120 мл за один цикл (всего 3×120 мл). Промытый образец сушили при 80 °C в течение 6 ч, после чего дополнительно активировали в вакууме при 150 °C в течение 8 ч для удаления остаточных молекул растворителя, удерживаемых в микропористых каналах материала. Стадия активации имеет определяющее значение для подготовки открытой пористой структуры ZIF-8 к последующим анализам, поскольку остаточные молекулы растворителя в порах могут искажать результаты определения элементного состава.

После завершения всех технологических стадий масса полученных сухих кристаллов ZIF-8 составила 5,13 г. По сравнению с теоретическим выходом, рассчитанным исходя из количества исходных реагентов, практический выход составил 80,7 %, что указывает на относительно высокую эффективность примененного метода синтеза.

Для количественной оценки элементного состава синтезированного и активированного образца ZIF-8 использовали автоматизированный CHN(S)-элементный анализатор. Предварительно взвешенный сухой образец, массу которого определяли на весах с микрограммовой точностью, полностью сжигали в атмосфере чистого кислорода в высокотемпературной камере сгорания (обычно 950–1000 °C). Образовавшиеся газообразные продукты сгорания (CO_2, пары H_2O и оксиды азота, впоследствии восстанавливаемые до молекулярного азота) разделяли с помощью хроматографических колонок и количественно регистрировали детектором теплопроводности (TCD). Таким образом определяли массовые доли углерода (C), водорода (H) и азота (N) в образце. Для каждого образца измерения повторяли не менее трех раз, рассчитывая среднее значение и стандартное отклонение. Определенные содержания C, H и N сопоставляли со значениями, рассчитанными по теоретической (стехиометрической) формуле ZIF-8, что позволяло оценить химическую чистоту синтезированного материала и наличие либо отсутствие следов

несвязанного лиганда или остаточного растворителя. Для более полной оценки окончательной структурной чистоты материала результаты элементного анализа обсуждались совместно с данными дополнительных инструментальных методов, представленными в последующих разделах.

Результаты и обсуждение

Элементный состав синтезированного образца ZIF-8 (XRF, метод FP). Для количественной оценки неорганического элементного состава активированного образца ZIF-8 был проведен рентгенофлуоресцентный анализ (XRF) методом фундаментальных параметров (FP) в режиме рассеяния (Scatter). Полученные результаты обобщены в таблице 1.

Таблица 1.

Анализ содержания основного компонента — цинка (Zn)

№	Элемент	Результат, масс.%	Статистическая ошибка	LLD	LLQ
1	Cl	0,0348	0,0001	<0,0001	0,0003
2	Si	0,0179	0,0003	0,0003	0,0010
3	S	0,0103	0,0001	0,0002	0,0005
4	K	0,0027	0,0003	0,0006	0,0018
5	Ca	0,0026	0,0002	0,0003	0,0010
6	Ti	(0,0003)	<0,0001	0,0001	0,0004
7	Fe	0,0037	0,0002	0,0004	0,0011
8	Ni	0,0010	0,0001	0,0003	0,0009
9	Zn	8,62	0,0284	<0,0001	0,0002
10	Zr	0,0729	0,0012	0,0001	0,0003
11	Ag	0,0005	<0,0001	0,0001	0,0004

Из данных таблицы следует, что цинк является доминирующим элементом в образце; его массовая доля составила 8,62 масс.%, что в 100–1000 раз превышает содержание всех остальных обнаруженных элементов. Полученный результат подтверждает присутствие Zn^{2+} в составе синтезированного материала в качестве тетраэдрического координационного центра каркасной структуры и согласуется с ожидаемым характером металл-лигандного строения ZIF-8. Статистическая ошибка определения Zn (0,0284) свидетельствует о высокой относительной надежности результата, поскольку ее величина составляет менее 0,5 % измеренного значения.

Analyzed result(FP method, Scatter)

No.	Component	Result	Unit	Stat. Err.	LLD	LLQ
1	Cl	0.0348	mass%	0.0001	<0.0001	0.0003
2	Si	0.0179	mass%	0.0003	0.0003	0.0010
3	S	0.0103	mass%	0.0001	0.0002	0.0005
4	K	0.0027	mass%	0.0003	0.0006	0.0018
5	Ca	0.0026	mass%	0.0002	0.0003	0.0010
6	Ti	(0.0003)	mass%	<0.0001	0.0001	0.0004
7	Fe	0.0037	mass%	0.0002	0.0004	0.0011
8	Ni	0.0010	mass%	0.0001	0.0003	0.0009
9	Zn	8.62	mass%	0.0284	<0.0001	0.0002
10	Zr	0.0729	mass%	0.0012	0.0001	0.0003
11	Ag	0.0005	mass%	<0.0001	0.0001	0.0004

Spectrum

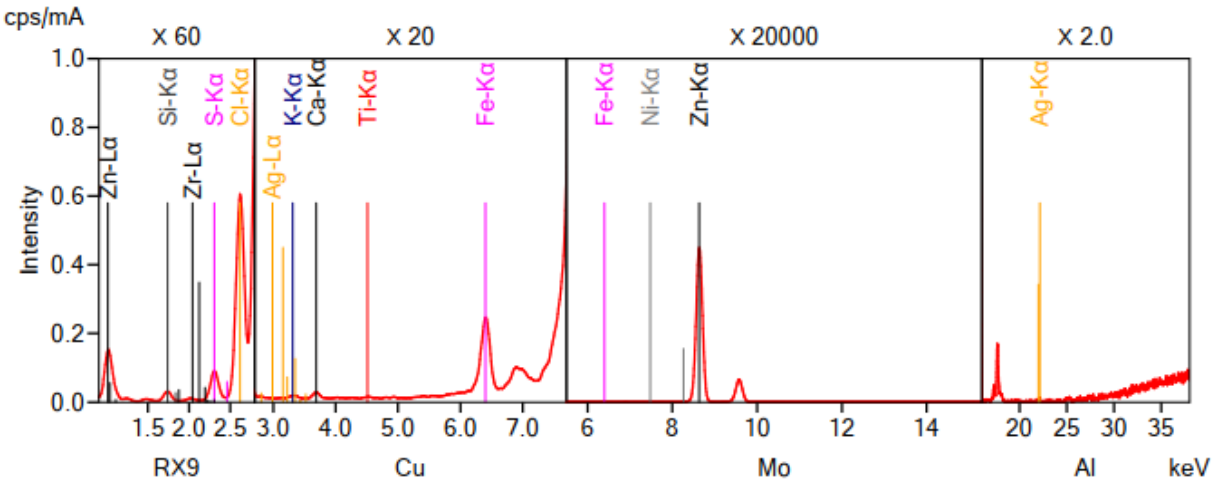


Рисунок 1. Результаты рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) образца и его спектр

В спектре на рис. 1 высокоинтенсивные пики Zn-Kα (около 8,6 кэВ, в окне увеличения «×20000») и Zn-Lα (около 1,0 кэВ, в окне увеличения «×60») визуально подтверждают количественный результат: оба сигнала являются наиболее интенсивными в спектре образца, что дополнительно свидетельствует о доминирующем содержании цинка.

Анализ следовых элементов. Остальные десять обнаруженных элементов — Cl, Si, S, K, Ca, Ti, Fe, Ni, Zr и Ag зарегистрированы на уровне ниже 0,1 масс.%, то есть в следовых количествах. Их происхождение может быть интерпретировано следующим образом:

• Cl (0,0348 масс.%) и S (0,0103 масс.%) могут происходить из технологических примесей исходного реагента $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ либо из остаточных загрязнений на поверхности лабораторной посуды и оборудования, поскольку источники хлоридов или сульфатов специально в реакционную систему не вводились.

• Si (0,0179 масс.%) может рассматриваться как типичное фоновое загрязнение, способное переходить в образец из лабораторной стеклянной посуды или стекловолоконных материалов, используемых при фильтровании.

• K (0,0027 масс.%) и Ca (0,0026 масс.%) относятся соответственно к щелочным и щелочноземельным металлам и нередко присутствуют в виде остаточных следов в дистиллированной воде либо реагентах технической степени чистоты.

• Fe (0,0037 масс.%) и Ni (0,0010 масс.%) могут быть обусловлены микроскопическими следами коррозии вследствие кратковременного контакта реакционной среды с корпусом автоклава из нержавеющей стали и элементами перемешивающего оборудования.

• Значение Ti ((0,0003) масс.%) находится в непосредственной близости к пределу обнаружения (LLD); его указание в скобках свидетельствует о том, что данная величина представляет собой оценку вблизи предела обнаружения, а не статистически надежно определенное содержание.

• Zr (0,0729 масс.%) имеет относительно высокое значение среди следовых элементов; не исключено, что оно связано с фоновым сигналом от цирконийсодержащих материалов, используемых во внутренней калибровке XRF-прибора или в держателе образца.

• Ag (0,0005 масс.%) находится вблизи предела обнаружения и представляет собой крайне низкое, недостаточно надежное значение, соответствующее уровню случайного фонового загрязнения.

Значения для всех следовых элементов находятся выше соответствующих пределов обнаружения (LLD) и количественного определения (LLQ) либо близки к ним. Это свидетельствует о высокой чувствительности прибора, но одновременно подтверждает, что с метрологической точки зрения данные элементы присутствуют на следовом уровне и не оказывают существенного влияния на основной фазовый состав образца.

Применение на спектрограмме различных коэффициентов дифференциального увеличения для отдельных энергетических диапазонов (×60, ×20, ×20000, ×2,0) позволило визуально выделить даже низкоинтенсивные пики следовых элементов. Вместе с тем относительно широкие и низкоинтенсивные сигналы Si-Kα, S-Kα и Cl-Kα в низкоэнергетической области (1,5–3 кэВ) еще раз подтверждают, что их количественный вклад значительно меньше по сравнению с сигналом Zn. Сигнал Ag-Kα, зарегистрированный в высокоэнергетической области (20–35 кэВ, увеличение ×2,0), также крайне слаб, что указывает на практически пренебрежимо малое содержание серебра в образце.

Результаты XRF-анализа методом FP показали высокую чистоту синтезированного образца ZIF-8 по неорганическому составу: массовая доля обнаруженного цинка (8,62 масс. %) подтверждает его доминирующую роль как основного металлического компонента каркасной структуры, тогда как суммарное содержание остальных десяти обнаруженных элементов значительно ниже 1 масс.% и может рассматриваться как следовое технологическое загрязнение либо приборный фон. Совместное рассмотрение этих результатов с данными CHN-элементного анализа (углерод, водород, азот), приведенными в предыдущем разделе, позволяет более полно и надежно оценить химическую чистоту синтезированного ZIF-8 и соответствие его состава теоретической стехиометрической формуле.

Цеолитоподобный имидазолатный каркас ZIF-8 формируется в результате тетраэдрической координации иона Zn^{2+} четырьмя анионами 2-метилимидазолата — депротонированной формой лиганда 2-MIM. В процессе синтеза молекула 2-метилимидазола ($C_4H_6N_2$) теряет протон водорода связи N–H и превращается в имидазолат-анион ($C_4H_5N_2^-$), который через два атома азота выполняет функцию мостикового (bridging) лиганда, соединяя два соседних центра Zn^{2+}. Поскольку каждый ион цинка координирован четырьмя такими лигандами, элементарная повторяющаяся единица каркаса описывается общей формулой:

$Zn(C_4H_5N_2)_2$, то есть полная атомная формула $ZnC_8H_{10}N_4$.

В литературе эта формула также может быть сокращенно представлена как $Zn(MeIM)_2$ (MeIM — 2-метилимидазолат); бесконечная трехмерная сеть каркаса формируется за счет повторения данной элементарной единицы.

Расчет молекулярной массы. Молярную массу элементарной единицы рассчитывали на основании атомных масс элементов следующим образом

Таблица 2.

Теоретический элементный состав (масс.%)

Элемент	Число атомов	Атомная масса, г/моль	Вклад, г/моль
Zn	1	65,38	65,38
C	8	12,01	96,08
H	10	1,008	10,08
N	4	14,01	56,04
Итого (M)			**227,58 г/моль**

На основании приведенной молярной массы теоретический элементный состав формулы $ZnC_8H_{10}N_4$ определяется следующим образом:

• Zn: (65,38 / 227,58) × 100 = 28,74 масс.%

• C: (96,08 / 227,58) × 100 = 42,22 масс.%

• H: (10,08 / 227,58) × 100 = 4,43 масс.%

• N: (56,04 / 227,58) × 100 = 24,62 масс.%

Сопоставление с экспериментальными результатами. XRF-анализ методом FP, представленный в предыдущем разделе, предназначен преимущественно для количественного определения неорганических и сравнительно тяжелых элементов и, как правило, не обеспечивает надежного количественного определения легких элементов, таких как углерод, водород и азот. Поэтому зарегистрированное методом XRF содержание Zn (8,62 масс.%) относится к общей массе анализируемого образца, тогда как теоретическое значение 28,74 масс.% характеризует долю Zn в чистой элементарной единице $ZnC_8H_{10}N_4$. Различие между этими значениями в исходном материале связывается со следующими факторами:

• легкие элементы (C, H, N, O) не определяются XRF-прибором систематически, поэтому программное обеспечение может учитывать их как недетектируемую часть матрицы;

• при подготовке образца материал мог быть разбавлен матрицей, например связующим веществом или подложкой-носителем;

• остаточный метанол или адсорбированная влага, сохраняющиеся в порах после активации, могут увеличивать общую массу образца и снижать относительную долю Zn.

Тем не менее доминирование линий Zn-Kα и Zn-Lα в XRF-спектре по сравнению со всеми другими зарегистрированными элементами, а также содержание Zn, в 100–1000 раз превышающее содержание остальных десяти следовых элементов, качественно подтверждают, что цинк является единственным доминирующим металлическим компонентом каркаса. Для окончательной количественной оценки степени соответствия материала теоретической формуле необходимо рассматривать результаты XRF совместно с данными CHN-элементного анализа по содержанию углерода, водорода и азота, что

позволит восстановить полный массовый баланс образца (Zn + C + H + N ≈ 100 %) и проверить стехиометрическое соотношение лиганда и металла (теоретически 1:2, Zn:2-MIM).

Заключение

В результате проведенного исследования цеолитоподобный имидазолатный каркас ZIF-8 успешно синтезирован сольвотермальным методом на основе гексагидрата нитрата цинка [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] и 2-метилимидазола в метанольной среде при значительном избытке лиганда (Zn^{2+}:2-MIM = 1:843). Выдерживание реакционной смеси в автоклаве при 105 °C в течение 24 ч, последующее медленное охлаждение со скоростью 0,4 °C/мин и дополнительная активация при 150 °C в течение 8 ч обеспечили получение белого кристаллического продукта с высоким выходом 80,7 % (5,13 г), что указывает на технологическую эффективность и воспроизводимость примененного режима синтеза.

По результатам анализа элементного состава синтезированного образца методом XRF (метод фундаментальных параметров) цинк был определен как доминирующий компонент в количестве 8,62 масс.%, что подтверждает его присутствие в качестве основного координационного центра каркасной структуры ZIF-8. Остальные десять элементов (Cl, Si, S, K, Ca, Ti, Fe, Ni, Zr, Ag) зарегистрированы в концентрациях ниже 0,1 масс.% и интерпретированы как следовые фоновые примеси, связанные преимущественно с оборудованием для синтеза, чистотой реагентов и лабораторной средой. Полученные данные свидетельствуют о высокой чистоте синтезированного материала по неорганическому составу.

Сопоставление XRF-данных с теоретическим стехиометрическим составом, рассчитанным для формулы $ZnC_8H_{10}N_4$ (Zn — 28,74 масс.%, C — 42,22 масс.%, H — 4,43 масс.%, N — 24,62 масс.%), показывает наличие различия между экспериментальным и теоретическим содержанием Zn. В исходном тексте это различие связывается прежде всего с ограничениями XRF-метода в отношении легких элементов (C, H, N), а также с возможным влиянием следовых количеств влаги или растворителя в образце. При этом выраженное доминирование линий Zn-Kα и Zn-Lα в спектре относительно сигналов остальных элементов качественно согласуется с ожидаемым составом ZIF-8.

Полученные результаты практически подтверждают возможность сольвотермального синтеза ZIF-8 из гексагидрата нитрата цинка и 2-метилимидазола в метанольной среде при высоком избытке лиганда с высоким выходом и химической чистотой. Примененный подход, сочетающий параметры сольвотермального синтеза с результатами XRF-элементного анализа, может служить методической основой для контроля синтеза и оценки качественных характеристик ZIF-8 и других цеолитоподобных имидазолатных каркасов. В дальнейших исследованиях дополнение полученных данных результатами CHN-элементного анализа, FTIR-спектроскопии, XRD и BET позволит сформировать более полную структурно-композиционную характеристику материала и оценить перспективы его практического применения в хранении газов, катализе и сорбционных процессах.

Список литературы

1. Каримов, А.А. Координацион полимерларнинг таркиби ва тузилишини спектрал усуллар билан тадқиқ қилиш / А.А. Каримов, С.Ш. Рашидова // Universum: tabiiy fanlar. – 2019. – № 5.
2. Butova V.V., Soldatov M.A., Guda A.A. et al. Metal-organic frameworks: structure, properties, methods of synthesis and characterization // Russian Chemical Reviews. – 2016. – T. 85, № 3. – P. 280–307.
3. Cychosz K.A., Guzman-Castillo M., Fairen-Jimenez D. Characterization of metal-organic frameworks by gas adsorption: past, present and future // Chemical Society Reviews. – 2018. – T. 47. – DOI: 10.1039/C7CS00837F.
4. Farrusseng, D. Metal-Organic Frameworks: Applications from Catalysis to Gas Storage / D. Farrusseng. – Weinheim: Wiley-VCH, 2011.-Organic Frameworks: Applications from Catalysis to Gas Storage / D. -VCH, 2011.
5. Furukawa, H. The Chemistry and Applications of Metal-Organic Frameworks / H. Furukawa, K.E. Cordova, M. O'Keeffe, O.M. Yaghi // Science. – 2013. – T. 341. – DOI: 10.1126/science. 1230444.-
6. Kaskel, S. The Chemistry of Metal-Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications / S. Kaskel. – Weinheim: Wiley-VCH, 2016.-Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications / S. -VCH, 2016.
7. Khan N.A., Jhung S.H. Synthesis of metal-organic frameworks (MOFs) with microwave or ultrasound: Rapid reaction, phase-selectivity, and size reduction // Coordination Chemistry Reviews. – 2015. – T. 285. – P. 11–23.
8. Li H., Eddaoudi M., O'Keeffe M., Yaghi O.M. Design and synthesis of an exceptionally stable and highly porous metal-organic framework // Nature. – 1999. – T. 402. – P. 276–279.
9. Loiseau T., Serre C., Huguenard C. et al. A rationale for the large breathing of the porous aluminium terephthalate (MIL-53) upon hydration // Chemistry – A European Journal. – 2004. – T. 10. – P. 1373–1382.
10. Rowsell J.L.C., Yaghi O.M. Metal-organic frameworks: a new class of porous materials // Microporous and Mesoporous Materials. – 2004. – T. 73. – P. 3–14.
11. Stock N., Biswas S. Synthesis of Metal-Organic Frameworks (MOFs): Routes to Various MOF Topologies, Morphologies, and Composites // Chemical Reviews. – 2012. – T. 112, № 2. – P. 933–969.
12. Yusupov B.T., Nazarov Sh.B. Металлоорганик каркас материалларни синтез қилиш ва тадқиқ этиш усуллари // O'zbekiston kimyo jurnali. – 2020. – № 3.
13. Zhou H.-C., Long J.R., Yaghi O.M. Introduction to Metal-Organic Frameworks // Chemical Reviews. – 2012. – T. 112, № 2. – P. 673–674.

References

1. Karimov A.A., Rashidova S.Sh. Investigation of the composition and structure of coordination polymers using spectral methods. Universum: Tabiiy Fanlar. 2019. No. 5.

2. Butova V.V., Soldatov M.A., Guda A.A., et al. Metal–organic frameworks: Structure, properties, methods of synthesis and characterization. Russian Chemical Reviews. 2016. Vol. 85, No. 3. P. 280–307.
3. Cychosz K.A., Guzman-Castillo M., Fairen-Jimenez D. Characterization of metal–organic frameworks by gas adsorption: Past, present and future. Chemical Society Reviews. 2018. Vol. 47. DOI: 10.1039/C7CS00837F.
4. Farrusseng D. Metal–Organic Frameworks: Applications from Catalysis to Gas Storage. – Weinheim: Wiley-VCH, 2011.
5. Furukawa H., Cordova K.E., O'Keeffe M., Yaghi O.M. The chemistry and applications of metal–organic frameworks. Science. 2013. Vol. 341. DOI: 10.1126/science.1230444.
6. Kaskel S. The Chemistry of Metal–Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications. – Weinheim: Wiley-VCH, 2016.
7. Khan N.A., Jhung S.H. Synthesis of metal–organic frameworks (MOFs) with microwave or ultrasound: Rapid reaction, phase-selectivity, and size reduction. Coordination Chemistry Reviews. 2015. Vol. 285. P. 11–23.
8. Li H., Eddaoudi M., O'Keeffe M., Yaghi O.M. Design and synthesis of an exceptionally stable and highly porous metal–organic framework. Nature. 1999. Vol. 402. P. 276–279.
9. Loiseau T., Serre C., Huguenard C., et al. A rationale for the large breathing of the porous aluminium terephthalate (MIL-53) upon hydration. Chemistry – A European Journal. 2004. Vol. 10. P. 1373–1382.
10. Rowsell J.L.C., Yaghi O.M. Metal–organic frameworks: A new class of porous materials. Microporous and Mesoporous Materials. 2004. Vol. 73. P. 3–14.
11. Stock N., Biswas S. Synthesis of metal–organic frameworks (MOFs): Routes to various MOF topologies, morphologies, and composites. Chemical Reviews. 2012. Vol. 112, No. 2. P. 933–969.
12. Yusupov B.T., Nazarov Sh.B. Methods for the synthesis and investigation of metal–organic framework materials. O'zbekiston Kimyo Jurnali (Uzbekistan Chemical Journal). 2020. No. 3.
13. Zhou H.-C., Long J.R., Yaghi O.M. Introduction to metal–organic frameworks. Chemical Reviews. 2012. Vol. 112, No. 2. P. 673–674.