

Корисна модель належить до матеріалознавства та "зеленої" енергетики з цілеспрямованим одержанням високоефективних фотокаталізаторів із великою питомою поверхнею і може бути використана для генерування водню внаслідок розкладу води під дією сонячного випромінювання, фотокаталітичного очищення стічних вод від шкідливих органічних сполук для ремедіації гідросфери, фіксації азоту та відновлення вуглекислого газу.

Відомий спосіб одержання графітоподібного нітриду вуглецю, що включає термічну полімеризацію меламіну в корундовому тиглі в трубчастій печі в атмосфері аргону [Effect of processing temperature on structure and photocatalytic properties of g-C₃N₄/I. Papailias, T. Giannakopoulou, N. Todorova, D. Demotikali, T. Vaimakis, C. Trapalis//Applied Surface Science. - 2015. - Vol. 358. - P. 278-286]. Суть способу полягає у нагріванні меламіну до температури 550 °C зі швидкістю 40 °C/хв і витримуванні за цієї температури упродовж 3 год.

Але даний спосіб характеризується довготривалістю і, відповідно, підвищеною витратою електроенергії для нагрівання меламіну, необхідністю створення інертної атмосфери за рахунок використання аргону, що збільшує собівартість одержання графітоподібного нітриду вуглецю, а також трубчастою морфологією продукту, що вказує на незавершеність термічної полімеризації меламіну.

В основу корисної моделі поставлено задачу створити такий спосіб одержання графітоподібного нітриду вуглецю, у якому нові умови здійснення процесу забезпечили б зменшення тривалості термічної полімеризації меламіну і, відповідно, зменшення витрат електроенергії, та збільшення ступеня термічної полімеризації меламіну.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі одержання графітоподібного нітриду вуглецю, що включає термічну полімеризацію меламіну до температури 550 °C і витримування за цієї температури, згідно з корисною моделлю, термічну полімеризацію здійснюють шляхом поетапного нагрівання меламіну в атмосфері повітря до температури 300 °C зі швидкістю 10 °C/хв, витримування протягом 1 год за цієї температури, після цього температуру збільшують до 550 °C зі швидкістю 10 °C/хв і витримують за цієї температури протягом 1 год.

Застосування поетапного нагрівання і витримування меламіну спочатку за нижчої температури, а потім за вищої температури зумовлює розділення процесів утворення похідних меламіну (мелему і димелему), яке відбувається за нижчої температури, та їх перетворення на графітоподібний нітрид вуглецю, для якого необхідна вища температура, що сприяє зменшенню витрат електроенергії, збільшенню ступеня термічної полімеризації меламіну та надає можливості для керованого одержання графітоподібного нітриду вуглецю.

Здійснення полімеризації меламіну в атмосфері повітря, теплопровідність якого в 1,6 рази більша, порівняно з теплопровідністю аргону, призводить до зменшення тривалості термічного розкладу меламіну і, відповідно, інтенсивнішого виділення газової фази (аміаку), що супроводжується утворенням дрібних пластівців графітоподібного нітриду вуглецю, наслідком агломерації яких є формування шаруватої морфології продукту термічної полімеризації меламіну, що спричиняє збільшення питомої площі поверхні графітоподібного нітриду вуглецю і, як результат, посилення його фотокаталітичної активності.

На кресленні наведено СЕМ-зображення графітоподібного нітриду вуглецю, одержаного внаслідок термічної полімеризації меламіну, яку здійснювали шляхом поетапного нагрівання і витримування меламіну в атмосфері повітря спочатку за нижчої температури (300 °C), а потім за вищої температури (550 °C).

Спосіб здійснюють так. Графітоподібний нітрид вуглецю синтезують методом термічної полімеризації меламіну. 10 г меламіну поміщали в корундовий тигель із кришкою, який нагрівали в муфельній печі в атмосфері повітря до температури 300 °C (зі швидкістю 10 °C/хв), і витримували впродовж 1 год за цієї температури. Після цього температуру збільшували до 550 °C (зі швидкістю 10 °C/хв) і витримували тигель із продуктами розкладу меламіну і нерозкладеним меламіном за цієї температури впродовж 1 год. Утворений продукт (графітоподібний нітрид вуглецю) охолоджували до кімнатної температури і подрібнювали до стану порошку в фарфоровій ступці.

Розмір кристаліту графітоподібного нітриду вуглецю (D нм) обчислювали із використанням рівняння Дебая-Шеррера на основі результатів X-променевого дифракційного аналізу (за піком із максимальною інтенсивністю), який виконували на дифрактометрі AERIS Research (Malvern PANalytical) із Си K α -випромінюванням:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta},$$

де k - константа Шеррера, що визначається кількома факторами, зокрема індексом Міллера, індексом площини відбивання та формою кристалу (k=0,9); λ - довжина хвилі X - випромінювання ($\lambda=1,5406$ Å); β - повна ширина на половині максимуму піків відбивання, рад.; θ - кут Бреґґа (кут дифракції), рад.

Морфологію поверхні графітоподібного нітриду вуглецю досліджували методом сканівної електронної мікроскопії (СЕМ).

Характеристика речовин і матеріалів:

- меламін ($C_3H_6N_6$; ступінь чистоти - 99 %) - CAS: 108-78-1.

Приклад

Графітоподібний нітрид вуглецю синтезували із меламіну, 10 г якого поміщали в корундовий тигель із кришкою. Тигель із меламіном нагрівали в муфельній печі в атмосфері повітря до температури 300 °C (зі швидкістю 10 °C/хв), і витримували впродовж 1 год за цієї температури. Потім температуру підвищували до 550 °C (зі швидкістю 10 °C/хв) і витримували тигель із продуктами розкладу меламіну та нерозкладеним меламіном за цієї температури впродовж 1 год. Графітоподібний нітрид вуглецю, одержаний методом термічної полімеризації меламіну, охолоджували природним шляхом до кімнатної температури. Подрібнення продукту до стану порошку здійснювали в фарфоровій ступці.

На основі результатів X-променевого дифракційного аналізу (за піком із максимальною інтенсивністю) із використанням рівняння Дебая-Шеррера розраховано розмір кристаліту графітоподібного нітриду вуглецю (D нм), який дорівнював 6,196 нм.

Морфологію поверхні графітоподібного нітриду вуглецю вивчали методом сканівної електронної мікроскопії (SEM). На SEM-зображенні видно, що поверхня графітоподібного нітриду вуглецю є шаруватою за рахунок агломерації дрібних пластівців графітоподібного нітриду вуглецю, утворених внаслідок поетапного нагрівання і витримання меламіну в атмосфері повітря спочатку за нижчої температури (300 °C; 1 год), а потім за вищої температури (550 °C, 1 год).

