

Химия

УДК 541.40/546.0

А. К. ДОВЛАТЯН

СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЕРОКСОДИСУЛЬФАТА ЦЕТИЛПИРИДИНИЯ КАК НОВОГО ВЕЩЕСТВА

Рентгеноструктурными и оптическими (с помощью поляризационного микроскопа) исследованиями показано, что персульфат калия и бромид цетилпиридиния имеют кристаллическую структуру. Продукт их взаимодействия, в отличие от исходных, является аморфным веществом.

В работе [1] на основании исследования температур плавления было предположено, что пероксодисульфат цетилпиридиния (ПДЦП) – продукт взаимодействия персульфата калия (ПК) и бромида цетилпиридиния (БЦП) – в основном является аморфным веществом. Для выяснения структурных особенностей ПДЦП проводились рентгеноструктурные и оптико-микроскопические исследования. Чтобы обосновать сделанные выводы, изучались также ПК и БЦП.

Экспериментальная часть. Характеристики ПК, БЦП, ПДЦП и методика получения ПДЦП описаны в [1, 2]. Эксперименты проводились на рентгенодифракционных установках УРС-2 и ДРОН-3М. Образцы готовились следующим образом: полиэтиленовые мешочки цилиндрической формы (диаметром 1 мм) заполнялись исследуемыми веществами (ПК, БЦП, ПДЦП). Использовались рентгеновские камеры типа Лауэ (РКСО-2) и Дебая (ПКД-9). Для фиксации дифракционной картины использовалась рентгеновская пленка РМ-2. В исследованиях применялся также оптический поляризационный микроскоп марки Биогар-5 (увеличение $\times 1400$).

Результаты и обсуждение. При исследовании методом дифракции рентгеновских лучей под малыми и большими углами получены дифрактограммы ПК, БЦП и ПДЦП. На дифрактограмме образца ПК (рис. 1, а) обнаружен дифракционный пик под углом 28° , что свидетельствует о кристаллической структуре образца с периодом идентичности $d=3,2328$ [3].

О кристаллической структуре ПК свидетельствуют и экспериментальные данные, полученные методом оптической поляризационной микроскопии. Выявилось, что в сухом состоянии ПК является кристаллическим веществом (рис. 2, а). Это подтверждается наличием светлых участков в поле зрения микроскопа. Картина, полученная для ПК в водном растворе, приве-

дена на рис. 2, б. На ней видно, что участки, соответствующие кристаллической структуре ПК, уменьшились и появились участки от аморфных образований. Причиной этого, вероятно, является неравномерная гидратация отдельных кристалликов ПК.

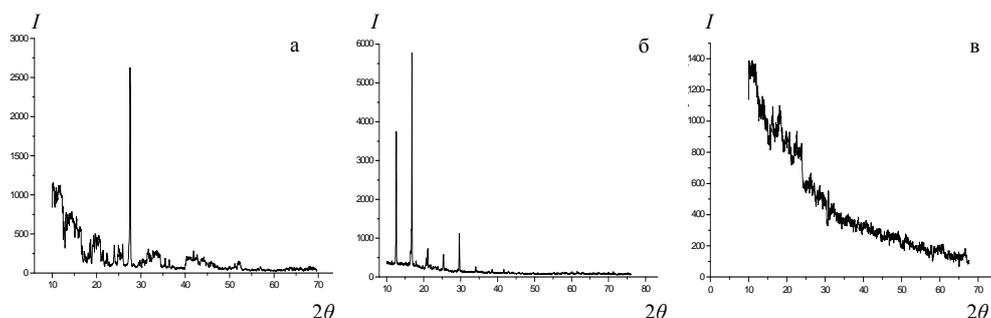


Рис. 1. Дифрактограммы образцов ПК (а), БЦП (б) и ПДЦП (в).

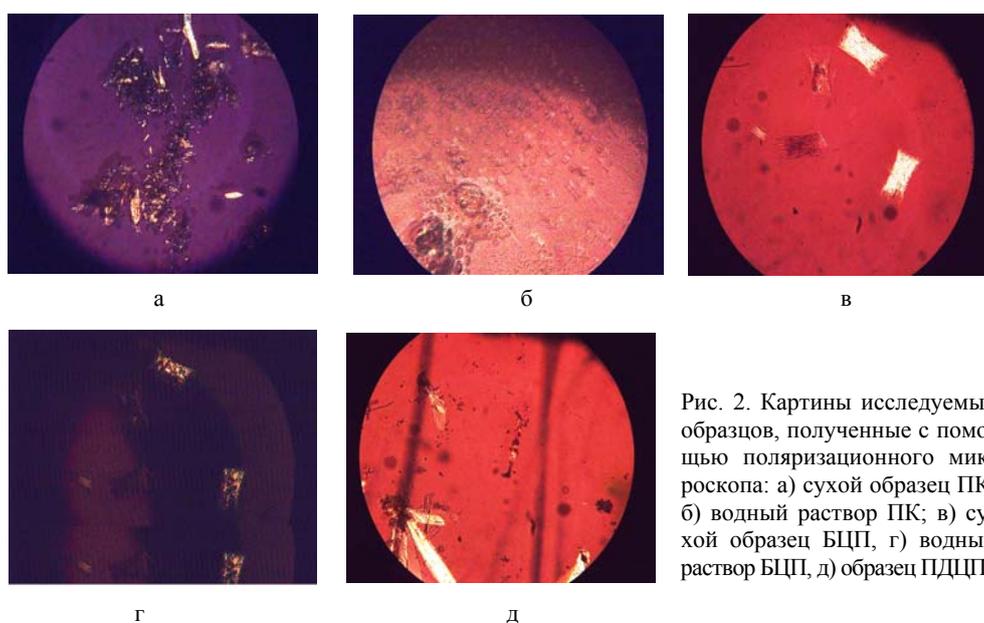


Рис. 2. Картины исследуемых образцов, полученные с помощью поляризационного микроскопа: а) сухой образец ПК, б) водный раствор ПК; в) сухой образец БЦП, г) водный раствор БЦП, д) образец ПДЦП.

Этот факт подтверждает и дебаграмма, полученная от ПК (рис. 3, а), где помимо участков от аморфной части, локализованных вблизи центрального пучка, появились рефлексы, соответствующие кристаллической структуре, но в меньшей степени, чем при БЦП (рис. 3, б).

На дифрактограмме БЦП (рис. 1, б) видны 5 пиков разной интенсивности, что свидетельствует о кристаллической структуре с разными периодами идентичности: $d_1=7,0195$, $d_2=5,2636$, $d_3=4,2939$, $d_4=3,5066$, $d_5=3,0106$. Исследования с применением поляризационного микроскопа показали, что БЦП в сухом состоянии имеет строго кристаллическую структуру (рис. 2, в) и состоит из крупных кристаллических блоков. В водном растворе он остается кристаллическим, то есть имеет жидкокристаллическую структуру (рис. 2, г),

но с другими параметрами идентичности. Тот факт, что сухой БЦП имеет строго кристаллическую структуру подтверждается данными, полученными из дебаграммы образца БЦП (рис. 3, б). Это выражается четкими и точечными рефлексами под малыми углами.

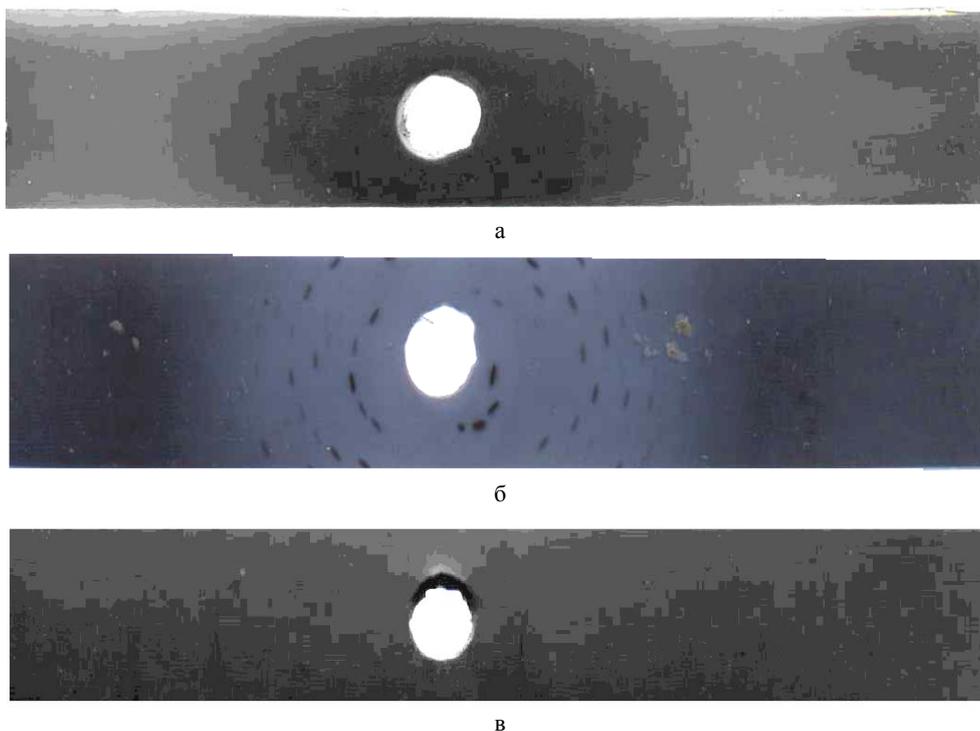


Рис. 3. Дебаграммы образцов ПК (а), БЦП (б) и ПДЦП (в).

Из водных растворов ПК и БЦП образуется новое вещество – ПДЦП, которое выделяется из раствора и осаждается на дне сосуда. В дальнейшем раствор выпаривали и полученный ПДЦП сушили при $T=313\text{ K}$. Из рентгенодифрактограммы этого образца (рис. 1, в) видно, что он имеет строго аморфную структуру без какого-либо кристаллического оттенка.

Однако исследования методом оптической поляризационной микроскопии показали, что исследуемый образец ПДЦП состоит из кристаллической и аморфной фазы (рис. 2, д), причем последняя преобладает и составляет $\approx 60\%$ от общей массы образца. Тот факт, что в дифрактограмме отсутствуют пики от кристаллической части образца, можно объяснить тем, что интенсивность дифрагирующих лучей от малых кристалликов настолько мала, что скрывается интенсивностью лучей от аморфной составляющей образца. Об этом и свидетельствует дебаграмма, полученная от ПДЦП (рис. 3, в), где кристаллические образования видны в виде черных маленьких сгустков на темном фоне.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Арутюнян Р.С., Довлатян А.К., Габриелян Г.А.** Армянский химический журнал, 2010, т. 63, № 4, с. 538–540.
2. **Арутюнян Р.С., Довлатян А.К., Манукян Х.В., Бадалян Г.Г.** Материалы докладов II международной конференции по химии и химической технологии. Ер., 2010, с. 164–166.
3. **Миркин Л.И.** Рентгеноструктурный анализ. Справочное руководство. М.: Наука, 1979, с. 290.

Ա. Կ. ԴՈՎԼԱԹՅԱՆ

ՅԵՏԻԼՊԻՐԻԴԻՆԻՆԻՍԻ ՊԵՐՕՔՍՈՂԻՍՈՒԼՖԱՏԻ ՈՐՊԵՍ ՆՈՐ ՆՅՈՒԹԻ ԿԱՌՈՒՑՎԱԾՔԱՅԻՆ ԲՆՈՒԹԱԳՐԵՐԸ

Ա մ փ ո փ ո մ

Ռենտգենկառուցվածքային և օպտիկական հետազոտություններով (օպտիկական բևեռային մանրադիտակի օգնությամբ) ցույց է տրվել, որ կալիումի պերսուլֆատը և ցետիլպիրիդինիումի բրոմիդը ունեն բյուրեղային կառուցվածք: Դրանցից գոյացած նոր նյութը՝ ի տարբերություն ելային նյութերի, հանդիսանում է ամորֆ միացություն:

A. K. DOVLATYAN

STRUCTURAL FEATURES OF CETYLE PYRIDINIUM PEROXODISULFATE AS A NEW SUBSTANCE

Summary

Roentgen structural and optical (optical polarizing microscope) investigations showed that potassium persulfate and cetylpyridinium bromide have crystal structure. The product of their interaction in contrast to the originals is an amorphous substance.