



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)



2-0002826

(51) **B01J 20/18; B01J 20/28; C07F 1/08; B01J**
2020.01 **20/22**

(13) **Y**

(21) 2-2019-00436

(22) 19/04/2017

(67) 1-2017-01441

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/08/2017 353A

(73) Trường Đại học Bách khoa Hà Nội (VN)

Số 1, Đại Cồ Việt, quận Hai Bà Trưng, thành phố Hà Nội

(72) Tạ Ngọc Đôn (VN); Trịnh Xuân Bái (VN); Tạ Ngọc Hùng (VN); Bùi Thị Thanh Hà (VN); Nguyễn Khánh Diệu Hồng (VN); Tạ Ngọc Thiện Huy (VN); Hà Thị Lan Anh (VN).

(54) **PHƯƠNG PHÁP TỔNG HỢP VẬT LIỆU HKUST-1 CÓ KÍCH THƯỚC MICRO TỪ
ĐỒNG (II) HYDROXIT TRONG DUNG MÔI NƯỚC/ETANOL**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro từ đồng hydroxit và benzen-1,3,5-tricacboxylic axit trong dung môi nước và etanol với quy trình công nghệ đơn giản trong điều kiện thường, không khuấy trộn.

Công đoạn kết tinh được tiến hành ở nhiệt độ 75°C, áp suất khí quyển, thời gian kết tinh 6 giờ. Sản phẩm vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thu được có độ tinh thể đạt 92-100 %, kích thước tinh thể 630-835 nm, bề mặt riêng (theo BET) đạt 1205-1468 m²/g, trong đó bề mặt ngoài đạt 146-219 m²/g, bền nhiệt 402-450°C trong không khí và hiệu suất đạt 90,8-98,7 %.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực tổng hợp vật liệu khung cấu trúc hữu cơ – kim loại kích thước micro. Cụ thể hơn, giải pháp hữu ích liên quan đến phương pháp tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro bằng phương pháp nhiệt dung môi trong điều kiện áp suất thường, không khuấy trộn.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Vật liệu HKUST-1 được công bố lần đầu tiên vào năm 1999 bởi “S.S. Chui, S.M. Lo, J.P. Charmant, A.G. Orpen, I.D. Williams, *Science* 283 (1999) 1148-1150. Cho đến nay, HKUST-1 là một trong số vật liệu MOF được nghiên cứu rộng rãi nhất. HKUST-1 được tạo thành từ các ligand benzen-1,3,5-tricarboxylic axit (H_3BTC) và các ion Cu^{2+} trong một mạng tinh thể lập phương ($Fm\bar{3}m$). Mỗi nguyên tử Cu liên kết với 4 nguyên tử oxy của nhóm cacboxylat (trong BTC) và các phân tử nước. Các phân tử nước hoặc dung môi liên kết yếu với với các tâm Cu^{2+} chưa bão hòa (tâm kim loại mở) và có thể được loại bỏ bằng cách sấy trong chân không. Hệ thống mao quản chính là các mặt cắt vuông có đường kính 0,9 nm và mặt tứ diện gồm các “túi” có đường kính 0,5 nm nối thông với mao quản chính qua cửa sổ hình tam giác có kích thước 0,35 nm.

HKUST-1 đã được nghiên cứu nhiều nhằm ứng dụng làm chất xúc tác cho một số phản ứng tổng hợp hữu cơ nhờ tính axit hay làm chất hấp phụ, lưu trữ và tách khí do có độ xốp lớn.

Đã có nhiều phương pháp tổng hợp HKUST-1 được công bố như tổng hợp điện hoá, cơ hóa, vi nhũ, siêu âm, phối trộn trực tiếp, nhưng phổ biến nhất là phương pháp nhiệt dung môi.

Các hợp chất chứa ion Cu^{2+} khác nhau cũng được nhiều tác giả lựa chọn nhưng phổ biến nhất là $Cu(NO_3)_2.3H_2O$, $Cu(NO_3)_2.2,5H_2O$ và $Cu(CH_3COO)_2.H_2O$. Ngoài hai

thành phần chính là hợp chất của Cu^{2+} và H_3BTC , thành phần thứ ba thường được sử dụng là dung môi. Dung môi có thể là các hợp chất hữu cơ đơn chất hoặc hỗn hợp theo các tỷ lệ khác nhau. Tiêu biểu là dung môi etanol, metanol, dimethylformamid (DMF), HCOONa , CH_3COONa và trietyl amin, etylen glycol và dietylen glycol hoặc dung môi hỗn hợp etanol/nước, dimethyl sulfoxit (DMSO)/etanol, DMF/etanol/nước, benzoic axit/n-butanol/DMF và salicylic axit/etanol/DMF. Sự thay đổi loại dung môi và điều chỉnh lượng dung môi đã tạo ra HKUST-1 với chất lượng rất khác nhau. Trong số các công bố đã có, dung môi thường được sử dụng nhất là DMF, DMF/etanol/nước và etanol/nước. Trong đó, dung môi etanol/nước được đánh giá cao do thân thiện môi trường.

Trong phương pháp nhiệt dung môi, tác nhân Cu^{2+} thường được lấy dư, cá biệt lấy dư H_3BTC như “K.S. Lin, A.K. Adhikari, C.N. Ku, C.L. Chiang, H. Kuo, *International journal of hydrogen energy* 37 (2012) 13865–13871”, hoặc lấy đúng tỷ lệ mol Cu^{2+} và H_3BTC như “B. Xiao, P.S. Wheatley, X. Zhao, A.J. Fletcher, S. Fox, A.G. Rossi, I.L. Megson, S. Bordiga, L. Regli, K.M. Thomas, R.E. Morris, *J. Am. Chem. Soc.* 129 (2007) 1203–1209” và “A.S. Münch, Florian O.R.L. Mertens, *J. Mater. Chem.* 22 (2012) 10228–10234”. Điều kiện tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thường được đặc biệt lưu ý là nhiệt độ và thời gian phản ứng. Có các báo cáo thực hiện phản ứng ở 75–100 °C trong thời gian từ 20–24 giờ hay ở 110–120 °C với thời gian từ 12–24 giờ trong dòng áp suất tự sinh. Sản phẩm tạo thành có cấu trúc vi mao quản với bề mặt riêng BET từ 418–1922 m^2/g .

Để đánh giá tính hiệu quả khi tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro, bên cạnh độ tinh thể, bề mặt riêng, thời gian và nhiệt độ kết tinh, thì độ bền cấu trúc cùng với hiệu suất sản phẩm tạo thành cũng rất cần quan tâm để mở rộng phạm vi ứng dụng. Các nghiên cứu gần đây cho thấy:

(i) Trong phương pháp nhiệt dung môi, bề mặt BET của vật liệu HKUST-1 có kích thước micro cao nhất đã được công bố bằng 1922 m^2/g theo “X. Yan, S. Komarneni, Z. Zhang, Z. Yan, *Microporous and Mesoporous Materials* 183 (2014) 69–73” và bằng 1611 m^2/g theo “C. Zhu, Z. Zhang, B. Wang, Y. Chen, H. Wang, X. Chen,

H. Zhang, N. Sun, W. Wei, Y. Sun, *Microporous and Mesoporous Materials* 226 (2016) 476-481". Các công trình này đều được tổng hợp trong dung môi DMF độc hại, dư Cu^{2+} .

(ii) Trong dung môi etanol/nước, bề mặt BET của vật liệu HKUST-1 có kích thước micro cao nhất được biết đến nay bằng $1465 \text{ m}^2/\text{g}$ theo "M.M. Peng, D.K. Kim, A. Aziz, K.R. Back, U.J. Jeon and H.T. Jang, *Communications in Computer and Information Science*, January 2012, DOI:10.1007/978-3-642-35248-5-34", nhưng kết tinh ở 120°C trong 24 giờ, lấy dư Cu^{2+} và cũng chỉ bền nhiệt đến 300°C .

(iii) Chỉ có nghiên cứu lấy dư H_3BTC như "K.S. Lin, A.K. Adhikari, C.N. Ku, C.L. Chiang, H. Kuo, *International journal of hydrogen energy* 37 (2012) 13865–13871" nhưng kết tinh ở 110°C trong 18 giờ và cũng chỉ bền nhiệt đến 250°C . Bề mặt riêng BET được công bố bằng $1055 \text{ m}^2/\text{g}$.

(iv) Độ bền nhiệt trong không khí cao nhất theo "A. Roy, A.K. Srivastava, B. Singh, T.H. Mahato, D. Shah, A.K. Halve, *Microporous and Mesoporous Materials* 162 (2012) 207-212" được công bố bằng 350°C , nhưng sử dụng dung môi DMF/etanol/nước và lấy dư Cu^{2+} .

(v) Có rất ít công bố hiệu suất vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thu được. Hiệu suất cao nhất được công bố bằng 94 % trên cơ sở Cu theo "M. Schlesing, S. Schulze, M. Hietschold, M. Mehring, *Microporous Mesoporous Mater.* 132 (2010) 121–127" và bằng 89,4 % theo "A.J. Nadeen, H. Patrick, T.M. Laura, G. Arthur, G. Patricia, S. Flor, F. Xiaolei, *Chemical Engineering Journal* 281 (2015) 669-677", nhưng cả hai công bố này đều thực hiện ở $100\text{--}120^\circ\text{C}$ trong thời gian 24 giờ, sử dụng muối $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ với lượng dư, sản phẩm bền đến 280°C .

Như vậy, cho đến nay chưa có sáng chế nào tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro đạt được đồng thời các ưu việt về độ tinh thể, hiệu suất sản phẩm và độ bền nhiệt. Ngoài ra, chưa có công bố nào sử dụng dung môi thân thiện (nước/etanol), thành phần phản ứng với lượng dư H_3BTC , kết tinh ở nhiệt độ dưới 110°C và thời gian dưới 18 giờ cho bề mặt BET đạt đến $1.400 \text{ m}^2/\text{g}$.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp tổng hợp vật liệu vật liệu HKUST-1 có kích thước micro bằng phương pháp nhiệt dung môi trong điều kiện áp suất thường, không khuấy trộn, sử dụng dung môi thân thiện môi trường.

Nguyên liệu ban đầu là $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (Ký hiệu CuH, 95 %), benzen-1,3,5-tricarboxylic axit (Ký hiệu H_3BTC , 95 %), etanol (Ký hiệu EtOH, 96 %) được cung cấp bởi Sigma–Aldrich và nước cất hai lần. Phương pháp này bao gồm các bước:

a. Tiến hành hòa tan CuH vào H_2O theo tỷ lệ $\text{CuH} : \text{H}_2\text{O} = 9 : 20$ (mmol:ml) (dung dịch A) và hòa tan H_3BTC vào dung môi EtOH theo tỷ lệ $\text{H}_3\text{BTC} : \text{EtOH} = 7,2 : 10$ (mmol : ml) (dung dịch B), sau đó rót từ từ dung dịch A vào dung dịch B để tạo thành hỗn hợp phản ứng với tỷ lệ $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 7,2 : 10 : 20$ (mmol : mmol : ml : ml).

b. Hỗn hợp phản ứng ở bước (a) được kết tinh tại 75°C trong 6 giờ, không khuấy trộn.

c. Sản phẩm ở bước (b) được làm nguội tự nhiên xuống nhiệt độ phòng, lọc rửa 3 lần bằng nước và etanol, sấy trong chân không tại 120°C trong 6 giờ. Sản phẩm vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thu được có độ tinh thể 100 %, kích thước tinh thể 630 nm (theo TEM), bề mặt riêng (theo BET) bằng $1468\text{ m}^2/\text{g}$, trong đó bề mặt ngoài bằng $219\text{ m}^2/\text{g}$, độ bền nhiệt bằng 450°C trong không khí và hiệu suất bằng 98,7 %.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Theo giải pháp hữu ích, nguồn nguyên liệu ban đầu được chọn là $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (Ký hiệu CuH, 95 %), benzen-1,3,5-tricarboxylic axit (Ký hiệu H_3BTC , 95 %), etanol (Ký hiệu EtOH, 96 %) được cung cấp bởi Sigma–Aldrich và nước cất hai lần.

Ưu điểm của giải pháp hữu ích chính là việc tìm ra tỷ lệ thành phần phản ứng phù hợp, đặc biệt sử dụng lượng dư H_3BTC hợp lý khi kết tinh ở nhiệt độ thấp và thời gian kết tinh ngắn. Đồng thời, quá trình nhiệt dung môi được tiến hành trong dung môi nước và etanol thân thiện môi trường với thành phần phù hợp, cùng với quá trình xử lý sản phẩm sau kết tinh hợp lý nên đã tạo ra vật liệu HKUST-1 có kích thước micro tinh

khuyết, có hiệu suất và độ bền nhiệt cao nhất được biết từ trước đến nay. Đặc biệt, giải pháp hữu ích đã đồng thời đề cập đến quy trình công nghệ đơn giản, không gây ô nhiễm bởi tác nhân và dung môi độc hại khi tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro từ $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Điều này giúp giải pháp hữu ích dễ áp dụng, giảm giá thành sản phẩm và mở rộng phạm vi ứng dụng trong lĩnh vực xúc tác và hấp phụ.

Phương pháp tổng hợp vật liệu HKUST-1 có kích thước micro theo giải pháp hữu ích bao gồm các bước sau:

a. Tiến hành hòa tan CuH vào H_2O theo tỷ lệ $\text{CuH} : \text{H}_2\text{O} = 9 : 20$ (mmol:ml) (dung dịch A) và hòa tan H_3BTC vào dung môi EtOH theo tỷ lệ $\text{H}_3\text{BTC} : \text{EtOH} = 7,2 : 10$ (mmol : ml) (dung dịch B), sau đó rót từ từ dung dịch A vào dung dịch B để tạo thành hỗn hợp phản ứng với tỷ lệ $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 7,2 : 10 : 20$ (mmol : mmol : ml : ml).

b. Hỗn hợp phản ứng ở bước (a) được kết tinh tại 75°C trong 6 giờ, không khuấy trộn.

c. Sản phẩm ở bước (b) được làm nguội tự nhiên xuống nhiệt độ phòng, lọc rửa 3 lần bằng nước và etanol, sấy trong chân không tại 120°C trong 6 giờ.

Sản phẩm vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thu được mịn và xốp, công thức $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$, độ tinh thể 100 %, kích thước tinh thể 630 nm (theo TEM), bề mặt riêng (theo BET) đạt $1468 \text{ m}^2/\text{g}$, trong đó bề mặt ngoài bằng $219 \text{ m}^2/\text{g}$, độ bền nhiệt bằng 450°C trong không khí và hiệu suất bằng 98,7 %.

Để đánh giá cấu trúc và các tính chất đặc trưng của sản phẩm thu được, các mẫu được phân tích trên máy phát nhiễu xạ BRUKER D8 ADVANCE (Đức). Chế độ ghi: ống phát tia Cu với bước sóng $K_\alpha = 1,54056 \text{ \AA}$, điện áp 40 kV, cường độ ống phóng 30mA, nhiệt độ 25°C và góc quét $2\theta = 5-45^\circ$. Phân tích phổ hấp thụ hồng ngoại (FTIR) theo phương pháp ép viên với KBr, tỷ lệ 1mg mẫu/200 mg KBr, áp lực nén là 2000 kg/cm^2 (200Mpa), trên máy SHIMADZU FTIR 8101M (Nhật) ở nhiệt độ 25°C , bước quét là 4 cm^{-1} trong vùng dao động tinh thể từ 400 đến 1500 cm^{-1} . Chụp ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) trên máy S-4800 (Nhật); chụp ảnh hiển vi điện tử truyền qua trên

máy JEM 1010 (Nhật); xác định bề mặt riêng (BET) trên hệ Micromeritics Gemini VII 2390 (Mỹ); ghi giản đồ TG-DSC trên máy Netzsch STA 409 PC (Đức).

Độ tinh thể được tính toán từ phương pháp XRD, kích thước tinh thể được xác định theo phương trình Scherrer, hiệu suất sản phẩm HKUST-1 tạo thành được tính toán theo lượng đồng trong sản phẩm so với lượng đồng đã sử dụng.

Phương pháp tổng hợp vật liệu vật liệu HKUST-1 có kích thước micro theo Giải pháp hữu ích đơn giản, dễ áp dụng, thân thiện môi trường, chi phí không cao, sản phẩm thu được có độ tinh thể tốt, cỡ hạt đồng đều, hiệu suất và độ bền nhiệt tốt.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Dưới đây là các ví dụ ưu tiên về phương pháp tổng hợp vật liệu vật liệu HKUST-1 có kích thước micro theo giải pháp hữu ích.

Ví dụ 1

a. Tiến hành hòa tan CuH với một lượng xác định vào H₂O theo tỷ lệ CuH : H₂O = 9 : 20 (mmol : ml) (dung dịch A) và hòa tan H₃BTC với một lượng xác định vào dung môi EtOH theo tỷ lệ H₃BTC : EtOH = 7,2 : 10 (mmol : ml) (dung dịch B), sau đó rót từ từ dung dịch A vào dung dịch B để tạo thành hỗn hợp phản ứng với tỷ lệ CuH : H₃BTC : H₂O : EtOH = 9 : 7,2 : 10 : 20 (mmol : mmol : ml : ml).

b. Hỗn hợp phản ứng ở bước (a) được kết tinh tại 75 °C trong 6 giờ, không khuấy trộn.

c. Sản phẩm ở bước (b) được làm nguội tự nhiên xuống nhiệt độ phòng, lọc rửa 3 lần bằng nước và etanol, sấy trong chân không tại 120 °C trong 6 giờ.

Các kết quả phân tích sản phẩm:

- Độ tinh thể vật liệu HKUST-1 có kích thước micro : C = 100 %
- Bề mặt riêng BET : S_{BET} = 1.468 m²/g
- Bề mặt ngoài : S_{ngoài} = 219 m²/g
- Kích thước tinh thể theo TEM : S = 630 nm

- Hiệu suất tính theo Cu : $Y = 98,7 \%$

- Độ bền nhiệt trong không khí : $B = 450^\circ\text{C}$

Bằng phương pháp XRD xác nhận vật liệu HKUST-1 có kích thước micro trong mẫu tổng hợp có cùng cấu trúc với mẫu vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thương mại (Basolite@C300) được cung cấp bởi Sigma–Aldrich được sử dụng để đối chứng. Bằng phương pháp FTIR xác nhận vật liệu HKUST-1 có kích thước micro trong mẫu tổng hợp có các đỉnh hấp thụ cực đại xung quanh các giá trị 1642, 1579, 1448, 1374, 1273, 1189, 1114, 938, 760, 730 và 490 cm^{-1} . Bằng phương pháp XRD và TEM khẳng định tinh thể meso nano-ZIF-8 trong mẫu tổng hợp có dạng khối hình tám mặt, kích thước hạt tinh thể đều nhau trong khoảng 630 nm.

Bằng phương pháp TG-DSC xác định được mẫu vật liệu HKUST-1 có kích thước micro xuất hiện hai khoảng mất trọng lượng:

(i) từ nhiệt độ phòng đến 450°C mất 14,5 %. Đây là quá trình mất nước hấp phụ, dung môi và H_3BTC còn dư trên bề mặt và trong mao quản của vật liệu HKUST-1 có kích thước micro;

(ii) từ $450\text{--}600^\circ\text{C}$ mất 49,2 %. Trong khoảng nhiệt độ này xuất hiện 2 hiệu ứng tỏa nhiệt có đỉnh tại 467 và 559°C . Đây là quá trình phân hủy vật liệu HKUST-1 có kích thước micro để tạo thành Cu_2O rồi CuO .

Sản phẩm vật liệu HKUST-1 có kích thước micro thu được mịn và xốp, công thức $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$, độ tinh thể 100 %, kích thước tinh thể 630 nm (theo TEM), bề mặt riêng (theo BET) đạt $1468\text{ m}^2/\text{g}$, trong đó bề mặt ngoài bằng $219\text{ m}^2/\text{g}$, độ bền nhiệt bằng 450°C trong không khí và hiệu suất bằng 98,7 %.

Ví dụ 2

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1 nhưng quá trình kết tinh có khuấy trộn liên tục. Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

$$C = 100 \% ; S_{\text{BET}} = 1.322\text{ m}^2/\text{g} ; S_{\text{ngoài}} = 182\text{ m}^2/\text{g}.$$

$$S = 835\text{ nm} ; Y = 94,4 \% ; B = 410^\circ\text{C}.$$

Ví dụ 3

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1 nhưng thành phần hỗn hợp phản ứng $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 7,2 : 5 : 10$ (mmol : mmol : ml). Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

$$C = 98 \% ; \quad S_{\text{BET}} = 1.362 \text{ m}^2/\text{g} ; \quad S_{\text{ngoài}} = 198 \text{ m}^2/\text{g}.$$

$$S = 732 \text{ nm} ; \quad Y = 92,1 \% ; \quad B = 428 ^\circ\text{C}.$$

Ví dụ 4

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1 nhưng thành phần hỗn hợp phản ứng $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 7,2 : 15 : 30$ (mmol : mmol : ml). Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

$$C = 95 \% ; \quad S_{\text{BET}} = 1.205 \text{ m}^2/\text{g} ; \quad S_{\text{ngoài}} = 168 \text{ m}^2/\text{g}.$$

$$S = 790 \text{ nm} ; \quad Y = 91,2 \% ; \quad B = 405 ^\circ\text{C}.$$

Ví dụ 5

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1 nhưng thành phần hỗn hợp phản ứng $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 6 : 10 : 20$ (mmol : mmol : ml). Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

$$C = 92 \% ; \quad S_{\text{BET}} = 1.215 \text{ m}^2/\text{g} ; \quad S_{\text{ngoài}} = 146 \text{ m}^2/\text{g}.$$

$$S = 764 \text{ nm} ; \quad Y = 90,8 \% ; \quad B = 402 ^\circ\text{C}.$$

Ví dụ 6

Phương pháp tổng hợp được thực hiện tương tự như trong Ví dụ 1 nhưng thành phần hỗn hợp phản ứng $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 8,6 : 10 : 20$ (mmol : mmol : ml). Sản phẩm thu được có các đặc điểm:

$$C = 98 \% ; \quad S_{\text{BET}} = 1.417 \text{ m}^2/\text{g} ; \quad S_{\text{ngoài}} = 193 \text{ m}^2/\text{g}.$$

$$S = 752 \text{ nm} ; \quad Y = 93,2 \% ; \quad B = 435 ^\circ\text{C}.$$

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tổng hợp vật liệu HKUST-1 kích thước micro từ nguyên liệu ban đầu là $\text{Cu}(\text{OH})_2$ nồng độ 95 % (ký hiệu CuH), benzen-1,3,5-tricarboxylic axit nồng độ 95% (ký hiệu H_3BTC), etanol nồng độ 96 % (ký hiệu EtOH) và nước cất hai lần, phương pháp này bao gồm các bước:

a. tiến hành hòa tan CuH vào H_2O theo tỷ lệ $\text{CuH} : \text{H}_2\text{O} = 9 : 20$ (mmol : ml) (dung dịch A) và hòa tan H_3BTC vào dung môi EtOH theo tỷ lệ $\text{H}_3\text{BTC} : \text{EtOH} = 7,2 : 10$ (mmol : ml) (dung dịch B), sau đó rót từ từ dung dịch A vào dung dịch B để tạo thành hỗn hợp phản ứng với tỷ lệ $\text{CuH} : \text{H}_3\text{BTC} : \text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 9 : 7,2 : 10 : 20$ (mmol : mmol : ml : ml);

b. hỗn hợp phản ứng ở bước (a) được kết tinh tại $75\text{ }^\circ\text{C}$ trong 6 giờ, không khuấy trộn;

c. sản phẩm ở bước (b) được làm nguội tự nhiên xuống nhiệt độ phòng, lọc rửa 3 lần bằng nước và etanol, sấy trong chân không tại $120\text{ }^\circ\text{C}$ trong 6 giờ thu được vật liệu HKUST-1 có kích thước micro, mịn và xốp, có công thức $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$.