



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38538 (13) U
(51) МПК
C01B 25/42 (2008.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО α -ДИФОСФАТУ КАЛІЮ-МАНГАНУ (II)

1

2

(21) u200809919

(22) 30.07.2008

(24) 12.01.2009

(46) 12.01.2009, Бюл.№ 1, 2009 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, UA

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ,
UA(57) Спосіб одержання подвійного α -дифосфату калію-мангану (II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, який відрізняється тим, що механічну суміш $K_4P_2O_7$ та KPO_3 з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,4 моль K_2O -

1 моль P_2O_5 перемішують в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють 1,5 години в платиновому тиглі при температурі 00-800°C, розплав насичують Mn_2O_3 до 10-15% мас. і при перемішуванні гомогенізують 2-3 години в інтервалі температур 900-950°C, потім протягом 24 годин кристалізують отриманий розплав $K_2O-P_2O_5-Mn_2O_3$ шляхом пониження температури від 950°C до 700°C, одержані монокристали $\alpha-K_2Mn^{II}P_2O_7$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме до подвійного безводного дифосфату α -калію-мангану (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\alpha-K_2Mn^{II}P_2O_7$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $K_2Mn^{II}P_2O_7$ одержаний шляхом твердофазного синтезу при взаємодії карбонату калію (K_2CO_3) з гідрофосфатом амонію $(NH_4)_2HPO_4$ та оксиду мангану (II) в інтервалі температур 400-800°C. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. -М.: Мир, 1987; Печковский В.В., Чудинова Н.Н. и др. Атлас инфракрасных спектров фосфатов. Двойные моно -и дифосфаты. -Москва: Наука, 1990. -350с.]

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється, є неможливість одержання монокристалів подвійного дифосфату за вказаною процедурою внаслідок ряду причин: наявність у складі речовини домішок у вигляді вихідних речовин, недостатні умови для одержання чистої індивідуальної сполуки, яка відноситься до подвійних фосфатів - неорганічних сполук з координаційною будовою.

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний α -дифосфат калію-мангану (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного α -дифосфату калію-мангану (II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, згідно корисній моделі механічну суміш $K_4P_2O_7$ та KPO_3 з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,4 моль K_2O - 1 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють 1,5 години в платиновому тиглі при температурі 700-800°C, розплав насичують Mn_2O_3 до 10-15% мас, і при перемішуванні, гомогенізують 2-3 години в інтервалі температур 900-950°C, потім протягом 24 годин кристалізують отриманий розплав $K_2O-P_2O_5-Mn_2O_3$, шляхом пониження температури від 950°C до 700°C, одержані монокристали $\alpha-K_2Mn^{II}P_2O_7$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном, та висушують при кімнатній температурі.

Одержання монокристалічного подвійного дифосфату, який відноситься до координаційних солей за будовою аніону, загальної формули $\alpha-K_2Mn^{II}P_2O_7$, забезпечено кристалізацією розплаву $K_2O-P_2O_5-Mn_2O_3$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки $K_4P_2O_7$ та KPO_3 , взяті з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,4 моль K_2O - 1 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі при

(13) U

(11) 38538

(19) UA

700-800°C 1 годину. Одержаний розплав насичують оксидом мангану (III), витримують, і кристалізують. Отримують монокристали подвійного дифосфату $\alpha\text{-K}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ - речовину білого кольору.

Приклад. Наважки $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$ (3,85г) та KPO_3 (4,14г) розтирають в агатовій ступці. Одержану механічну суміш висипають в платиновий тигель об'ємом 50мл і гомогенізують протягом 1-2 години. Одержаний розплав насичують оксидом мангану (III) (10-15% масових) - 0,9-1,0г і гомогенізують

розплав 2-3 години при перемішуванні в інтервалі температур 900-950°C. Протягом 24 годин кристалізують отриманий розплав шляхом пониження температури від 950°C до 700°C. Одержані монокристали $\alpha\text{-K}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном, та висушують при кімнатній температурі.

Загальна формула синтезованої речовини встановлена за її хімічним складом (табл.1).

Таблиця 1

Визначення хімічної формули подвійного α -дифосфату калію-мангану (II)

Формула сполуки	K_2O		MnO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\alpha\text{-K}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$	30,61	30,48	23,13	23,10	59,98	60,02

В одержаній за прикладом сполуці наявність $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону підтверджено шляхом ІЧ спектроскопії. В спектрі синтезованої сполуки добре ідентифікуються валентні симетричні та асиметричні коливання $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону у діапазоні хвильових чисел $700\text{-}1260\text{cm}^{-1}$ та деформаційні коливання кристалічної ґратки в межах $420\text{-}600\text{cm}^{-1}$. Наявність дифосфатного аніону чітко визначається присутністю інтенсивних смуг поглинання в інтервалі $700\text{-}760\text{cm}^{-1}$.

Результати рентгенофазового аналізу показали, що синтезована сполука відповідає літературним даним. Параметри кристалічної ґратки встановлені методом РФА: моноклінна сингонія, $\text{P}21/\text{n}$, $a=1,271\text{nm}$, $b=0,558\text{nm}$, $c=0,929\text{nm}$, $\beta=105,5^\circ$. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. -М.: Мир, 1987].

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічної фосфатної матриці для синтезу матеріалів з особливими фізичними властивостями.