



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52467 (13) U
(51) МПК (2009)
C01B 25/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ДИФОСФАТУ КАЛІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

(21) u201002774

(22) 11.03.2010

(24) 25.08.2010

(46) 25.08.2010, Бюл.№ 16, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, ПЕТРЕНКО ОЛЬГА ВАСИЛІВНА, КОПІЛЕВИЧ ВОЛОДИМИР АБРАМОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного дифосфату калію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш KPO_3 та $NH_4H_2PO_4$ з відповідним мольним співвідношен-

2

ням для досягнення пропорції 1,0 моль K_2O - 2,0 моль P_2O_5 , розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного дифосфату $K_2NiP_2O_7$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного дифосфату калію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $K_2NiP_2O_7$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $K_2NiP_2O_7$, одержаний шляхом взаємодії оксиду кобальту (II) в розплавів системи K_2O - P_2O_5 -NiO при температурі 700-900°C.

[Петренко О.В. Синтез та дослідження подвійних фосфатів лужних металів та нікелю і кобальту (II). Дис. канд. хім. наук: 02.00.01.- К., 1997, 176 с].

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється є неможливість одержання великих монокристалів (розмірами понад 4 мм) подвійного безводного дифосфату калію-нікелю (II) за вказаною процедурою внаслідок причини: недостатні умови для кристалізації та вирощування монокристалів великих розмірів для подальшого використання чистої індивідуальної сполуки, яка відноситься до подвійних фосфатів -неорганічних сполук з координаційною будовою та особливими електрофізичними властивостями (іонна провідність).

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

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного дифосфату калію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш K_2O та P_2O_5 з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1 моль K_2O - 2,0 моль P_2O_5) розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850°C,

розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години, одержані монокристали подвійного дифосфату $K_2NiP_2O_7$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний дифосфат калію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону, загальної формули $K_2NiP_2O_7$, забезпечено кристалізацією розплаву K_2O - P_2O_5 - NiO - KF.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки KPO_3 та $NH_4H_2PO_4$, (взяті для досягнення пропорції 1 моль K_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому

(13) U
(11) 52467
(19) UA

тиглі 1 годину при температурі 850°C, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дифосфату $K_2NiP_2O_7$ червоного кольору.

Приклад. Наважки KPO_3 (5,6 г) та $NH_4H_2PO_4$ (5,47г) (взяті для досягнення пропорції 1 моль K_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до

однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850°C, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дифосфату $K_2NiP_2O_7$.

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

| Формула сполуки | K_2O | | NiO | | P_2O_5 | |
|-----------------|--------|--------|-------|--------|----------|--------|
| | розр. | одерж. | розр. | одерж. | розр. | одерж. |
| $K_2NiP_2O_7$ | 30,22 | 30,48 | 24,11 | 24,02 | 45,67 | 45,50 |

В одержаній за прикладом сполуці наявність $P_2O_7^{4-}$ аніону підтверджено методом ІЧ-спектроскопії (табл.2.).

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання в ІЧ-спектрі $K_2NiP_2O_7$ (cm^{-1})

| Віднесення частот | Смуги поглинання |
|-------------------|------------------|
| $\nu_s P-O-P$ | 740с. |
| | 760ср. |
| $V_{as}PO_2$ | 940пл. |
| | 980пл. |
| $\nu_s PO_2$ | 1080с. |
| | 1140с. |

С- сильна, ср.- середня, пл. - плече.

Таким чином, на ІЧ-спектрі подвійного дифосфату калію-нікелю (II) спостерігаються смуги поглинання - коливання характерні $P_2O_7^{4-}$ аніону і доводять присутність дифосфатної групи в складі синтезованої сполуки.

Результати рентгенофазового аналізу та спектри дифузного відбиття синтезованого фосфату

показали, що сполука відповідає літературним даним. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений.- М: Мир, 1987]. Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічного барвника (пігменту) та іонного провідника.