



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52469 (13) U
(51) МПК (2009)
C01B 25/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

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

1

2

(21) u201002776

(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-кобальту (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 співвідно-

шенням 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 кобальту (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 $K_2CoP_2O_7$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного дифосфату калію-кобальту (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $K_2CoP_2O_7$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $K_2CoP_2O_7$, одержаний шляхом взаємодії оксиду кобальту (II) в розплавах системи $K_2O-P_2O_5-CoO$ при температурі 700-900 °С.

[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-кобальту (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-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного дифосфату калію-кобальту (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 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (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 $K_2CoP_2O_7$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний дифосфат калію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону, загальної формули $K_2CoP_2O_7$, забезпечено кристалізацією розплаву $K_2O-P_2O_5-CoO-KF$.

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 тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав

(13) U
(11) 52469
(19) UA

насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (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. Отримують монокристали подвійного дифосфату $K_2CoP_2O_7$ червоного кольору.

Приклад. Наважки KPO_3 (5,6 г) та $NH_4H_2PO_4$ (5,47 г) (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 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (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. Отримують монокристали подвійного дифосфату $K_2CoP_2O_7$.

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	K_2O		CoO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$K_2CoP_2O_7$	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 $K_2CoP_2O_7$ (cm^{-1})

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

С - сильна, ср. - середня, пл. - плече.

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

Результати рентгенофазового аналізу та електронні 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.