



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53156 (13) U  
(51) МПК  
C01B 25/42 (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ТРИФОСФАТУ ЛІТІЮ-КОБАЛЬТУ (II)

1

(21) u201003785

(22) 02.04.2010

(24) 27.09.2010

(46) 27.09.2010, Бюл.№ 18, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, КОР-  
НІЄНКО ЗОЯ ІВАНІВНА, НАГОРНИЙ ПАВЛО ГРИ-  
ГОРОВИЧ, КОПІЛЕВИЧ ВОЛОДИМИР АБРАМО-  
ВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУР-  
СІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ(57) Спосіб одержання подвійного трифосфату  
літію-кобальту (II), що включає використання роз-  
плаву механічної суміші полікристалічних речовин,  
який **відрізняється** тим, що механічну суміш  
 $\text{LiPO}_3$  та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , з відповідним мольним спів-

2

відношенням для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ , розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі  $850^\circ\text{C}$ , розплав насичують при пере-  
мішуванні фторидом літію  $\text{LiF}$  (1,0г) та витримують при температурі  $850^\circ\text{C}$  1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (1,0г), витримують 2 години при температурі  $900^\circ\text{C}$ , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з  $900^\circ\text{C}$  до  $700^\circ\text{C}$  за 24 години, одержані монокристали подвійного трифосфату  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$  фіолетового кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного трифосфату літію-кобальту (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$ .

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$ , одержаний шляхом взаємодії оксиду кобальту (II) в розплавах системи  $\text{Li}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{CoO}$  при температурі  $700-900^\circ\text{C}$ . [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 4мм) подвійного безводного трифосфату літію-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 аніонів.

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний безводний трифосфату літію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного

трифосфату літію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш  $\text{Li}_2\text{O}$  та  $\text{P}_2\text{O}_5$  з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі  $850^\circ\text{C}$ , розплав насичують при пере-  
мішуванні фторидом літію  $\text{LiF}$  (1,0г) та витримують при температурі  $850^\circ\text{C}$  1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (1,0г), витримують 2 години при температурі  $900^\circ\text{C}$ , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з  $900^\circ\text{C}$  до  $700^\circ\text{C}$  за 24 години, одержані монокристали подвійного трифосфату  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$  відмивають водою та висушують при кімнатній температу-  
рі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний трифосфату літію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою аніону, загальної формули  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$ , забезпечено кристалізацією розплаву  $\text{Li}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{CoO}-\text{LiF}$ .

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки  $\text{LiPO}_3$  та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі  $850^\circ\text{C}$ , розплав насичують при перемішуванні фторидом лі-

(13) U  
(11) 53156  
(19) UA

тію LiF (1,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (1,0г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують фіолетові монокристали подвійного трифосфату  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$ .

Приклад. Наважки  $\text{LiPO}_3$  (4,38г) та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  (5,85г) (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), 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 літію LiF (1,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (1,0г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують фіолетові монокристали подвійного трифосфату  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$ .

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

Таблиця 1.

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	$\text{Li}_2\text{O}$		$\text{CoO}$		$\text{P}_2\text{O}_5$	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$	3,97	4,03	39,1-3	40,11	56,35	55,86

В одержаній за прикладом сполуці наявність  $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$  аніону підтверджено методом ІЧ-спектроскопії (табл. 2.).

Таблиця 2.

Віднесення смуг поглинання в ІЧ-спектрі  $\text{LiCo}_2\text{P}_3\text{O}_{10}$  ( $\text{cm}^{-1}$ )

$\square (\text{PO}_3)$ колив. ґратки	450 пл. 490 ср.
$\delta_s$ P-O $\delta_{as}$ + $\nu\text{MO}$	515 ср., 560пл. 585 пл.
$\nu_s$ P-O-P	715 ср., 740 ср.
$\nu_{as}$ P-O-P	890 ср. 910 ср.
$\nu_s$ $\text{PO}_4$	1025 с.
$\nu_{as}$ $\text{PO}_4$	1070 с.
$\nu_s$ $\text{PO}_2$	1100 ср.
$\nu_{as}$ $\text{PO}_2$	1140пл. 1160 пл. 1230 пл. 1250 пл. 1280 с.

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

Таким чином, в ІЧ-спектрі подвійного трифосфату літію-кобальту (II) спостерігаються смуги поглинання - коливання характерні  $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$  аніону, які доводять присутність в складі синтезованої сполуки.

Результати рентгенофазового аналізу та електронні спектри дифузного відбиття показали що

кобальт в складі сполуки має ступінь окиснення (II) і 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).