



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53161 (13) U
(51) МПК
C01B 25/42 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ДИПІРОФОСФАТУ НАТРІЮ-КОБАЛЬТУ (II)

1

(21) u201003790

(22) 02.04.2010

(24) 27.09.2010

(46) 27.09.2010, Бюл.№ 18, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, НАГОРНИЙ ПАВЛО ГРИГОРОВИЧ, КОПІЛЕВИЧ ВОЛОДИМИР АБРАМОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного дипірофосфату натрію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, з відповідним мольним

2

співвідношенням для досягнення пропорції 1,0моль Na_2O - 1,3моль 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 натрію NaF (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0г), 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 дипірофосфату $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного дипірофосфату натрію-кобальту (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$, одержаний шляхом взаємодії оксиду кобальту (II) в розплавах системи $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{CoO}$ 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, 176с.].

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється є неможливість одержання великих монокристалів (розмірами понад 4мм) подвійного безводного дипірофосфату натрію-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.

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

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного дипірофосфату натрію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш Na_2O та P_2O_5 з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1моль Na_2O - 1,3моль 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 натрію NaF (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0г), витримують 2 години при температурі 900°C , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури у 900°C до 700°C за 24 години, одержані монокристали подвійного дипірофосфату $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний дипірофосфат натрію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону, загальної формули $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$, забезпечено кристалізацією розплаву $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{CoO}-\text{NaF}$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, (взяті для досягнення пропорції 1моль Na_2O - 1,3моль P_2O_5), перемішу-

(19) UA (11) 53161 (13) U

ють в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850°C, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дипірофосфату $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$ червоного кольору.

Приклад

Наважки NaPO_3 (7,44г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (2,51г) (взяті для досягнення пропорції 1моль Na_2O -

1,3моль 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 натрію NaF (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0г), витримують 2 години при температурі 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дипірофосфату $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$.

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	Na_2O		CoO		P_2O_5	
	розн.	одерж.	розн.	одерж.	розн.	одерж.
$\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$	34,13	35,07	13,76	13,22	52,11	51,71

В одержаній за прикладом сполуці наявність $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону підтверджено методом ІЧ-спектроскопії (табл.2.).

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання в ІЧ-спектрі $\text{Na}_6\text{Co}(\text{P}_2\text{O}_7)_2$ (cm^{-1})

Віднесення частот	Смути поглинання
$\nu_s \text{P-O-P}$	720с.
$\nu_{as} \text{PO}_2$	900пл. 940шт.
$\nu_s \text{PO}_2$	1080с. 1140с.

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

Таким чином, на ІЧ-спектрі подвійного дипірофосфату натрію-кобальту (II) спостерігаються смуги поглинання - коливання характерні $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону і доводять присутність дифосфатної групи в складі синтезованої сполуки.

Результати рентгенофазового аналізу та електронні спектри дифузного відбиття показали що кобальт в складі сполуки має ступінь окислення (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).