



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53165 (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 ПІРООКТАМЕТАФОСФАТУ ЛІТІЮ-КОБАЛЬТУ (II)

1

2

(21) u201003794

(22) 02.04.2010

(24) 27.09.2010

(46) 27.09.2010, Бюл.№ 18, 2010 р.

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

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного пірооктаметафосфату літію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш LiPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, відповідним мольним

співвідношенням для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 1,3 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 літію LiF (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0 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 пірооктаметафосфату $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного пірооктаметафосфату літію-кобальту (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$, 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 °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, 176с.].

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

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний без-

водний пірооктаметафосфату літію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та метафосфатного аніонів.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного пірооктаметафосфату літію-кобальту (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш Li_2O та P_2O_5 з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O -1,3 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 літію LiF (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0 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 пірооктаметафосфату $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$ відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний пірооктаметафосфату літію-кобальту (II), що відноситься до координаційних солей за

(13) U

(11) 53165

(19) UA

будовою дифосфатного та метафосфатного аніонів, загальної формули $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$, забезпечено кристалізацією розплаву $\text{Li}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{CoO}-\text{LiF}$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки LiPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 1,3 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 літію LiF (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0 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 пірооктаметафосфату $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$.

Приклад. Наважки LiPO_3 (6,41 г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (2,57 г) (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 1,3 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 літію LiF (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом кобальту (II) (2,0 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 пірооктаметафосфату $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$.

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	Li_2O		CoO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$	5,61	6,12	28,03	27,74	66,36	66,14

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 $\text{Li}_4\text{Co}_4(\text{PO}_3)_8(\text{P}_2\text{O}_7)$ (cm^{-1})

$\tau(\text{PO}_3)$ колив. ґратки	440 ел.
$\delta_s \text{P-O}$ $\delta_s + \nu \text{MO}$	550 ел., 585 сл., 635 ел.
$\nu_s \text{P-O-P}$	745 ср.
$\nu_{as} \text{P-O-P}$	950 ср.
$\nu_s \text{PO}_4$ $\nu_{as} \text{PO}_4$	1070 ел.
$\nu_s \text{PO}_2$	1100 ел.
$\nu_{as} \text{PO}_2$	1125с., 1220 ср.

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

Таким чином, на ІЧ-спектрі подвійного пірооктаметафосфату літію-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 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).