



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53167 (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 ПІРОДІОРТОФОСФАТУ КАЛІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u201003796

(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 піродіортофос-
фату калію-нікелю (II), що включає використання
розплаву механічної суміші полікристалічних ре-
човин, який **відрізняється** тим, що механічну су-
міш KPO_3 та $NH_4H_2PO_4$, з відповідним мольним

співвідношенням для досягнення пропорції 1,0 моль K_2O - 1,1 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 (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 750 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного піродіортофосфату $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$ відмивають соляною кислотою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного піродіортофосфату калію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$, одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю (II) в розплавах системи $K_2O-P_2O_5-NiO$ 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 піродіортофосфату 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 двох аніонів.

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний безводний піродіортофосфату калію-нікелю (II), що

відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та ортофосфатного аніонів.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного піродіортофосфату 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 - 1,1 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 (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 750 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного піродіортофосфату $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$ відмивають соляною кислотою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний піродіортофосфату калію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та ортофосфатного аніонів, загальної формули $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$, забезпечено кристалізацією розплаву $K_2O-P_2O_5-NiO-KF$.

(19) UA (11) 53167 (13) U

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки KPO_3 та $NH_4H_2PO_4$, (взяті для досягнення пропорції 1 моль K_2O - 1,1 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі $850\text{ }^{\circ}C$, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2,0 г) та витримують при температурі $850\text{ }^{\circ}C$ 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 г), витримують 2 години при температурі $900\text{ }^{\circ}C$, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з $900\text{ }^{\circ}C$ до $750\text{ }^{\circ}C$ за 24 години. Отримують монокристали подвійного піродіортофосфату $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$.

Приклад. Наважки KPO_3 (8,48 г) та $NH_4H_2PO_4$ (0,92 г) (взяті для досягнення пропорції 1 моль K_2O

- 1,1 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі $850\text{ }^{\circ}C$, розплав насичують при перемішуванні фторидом калію KF (2,0 г) та витримують при температурі $850\text{ }^{\circ}C$ 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 г), витримують 2 години при температурі $900\text{ }^{\circ}C$, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з $900\text{ }^{\circ}C$ до $750\text{ }^{\circ}C$ за 24 години. Отримують монокристали подвійного піродіортофосфату $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$.

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.
$K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$	13,86	13,35	44,25	45,08	41,89	42,40

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 $K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$ (cm^{-1})

Віднесення частот	Формула сполуки
	$K_2Ni_4(PO_4)_2(P_2O_7)$
$\tau (PO_3)$ колив. ν ратки	475 ср.
δ_s P-O + ν MO	530 ср., 560 ср. 580 ср., 600 пл. 690 ел.
δ_{as} ν_s P-O-P	740 ел.
ν_{as} P-O-P	905 ср., 940 ел. 960с.
ν_s PO_4	995 ел.
ν_{as} PO_4	1015 ср.
ν_s PO_2	1080 пл.
ν_{as} PO_2	1110 с., 1160 ср. 1190 ел. 1250 с.

С.- сильна, ср.- середня, пл.- плече.

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

Електронні спектри дифузного відбиття показали що нікель в складі сполуки має ступінь окис-

нення (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.