



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53172 (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 ДИПІРОТЕТРАМЕТАФОСФАТУ КАЛІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u201003801

(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 дипіротетраме-
тафосфату калію-нікелю (II), що включає викорис-
тання розплаву механічної суміші полікристалічних
речовин, який **відрізняється** тим, що механічну
суміш KPO_3 та $NH_4H_2PO_4$, з відповідним мольним

співвідношенням 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 (2,0 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 дипіротетраметафосфату $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$ відмивають соляною кислотою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного дипіротетраметафосфату калію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$, 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 дипіротетраметафосфату 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 дипіротетраметафосфату калію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та метафосфатного аніонів.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного дипіротетраметафосфату 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 1,0 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 (2,0 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 дипіротетраметафосфату $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$ відмивають соляною кислотою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний дипіротетраметафосфату калію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та метафосфатного аніонів, загальної формули $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$, забезпечено кристалізацією розплаву $K_2O-P_2O_5-NiO-KF$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки KPO_3 та $NH_4H_2PO_4$, (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль K_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемі-

(19) UA (11) 53172 (13) U

шують 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. Отримують монокристали подвійного дипіротетраметафосфату $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$.

Приклад. Наважки KPO_3 (5,61 г) та $NH_4H_2PO_4$ (5,47 г) (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль K_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій сту-

пці 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. Отримують монокристали подвійного дипіротетраметафосфату $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$.

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	K ₂ O		NiO		P ₂ O ₅	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$	26,23	26,35	20,93	21,41	52,84	52,24

В одержаній за прикладом сполуці наявність $P_2O_7^{4-}$ аніону підтверджено методом ІЧ-спектроскопії (табл.2.).

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання в 14-спектрі $K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$ (см⁻¹)

Віднесення частот	Формула сполуки
	$K_6Ni_3(PO_3)_4(P_2O_7)_2$
τ (PO_3) колив. ґратки	475 ср.
δ_s P-O + ν MO δ_{as}	510 ср., 540 пл. 560 ср., 575 ел. 630 с.
ν_s P-O-P	720 ср., 780 ср., 795 ел.
ν_{as} P-O-P	920 ел., 950 сл., 970 ел.
ν_s PO_4	
ν_{as} PO_4	
ν_s PO_2	1020 ел., 1050 пл., 1060 ел.
ν_{as} PO_2	1090 ел., 1120 ср. 1140 пл., 1230 ел. 1280 с.

C,- сильна, ср.- середня, пл.- плече.

Таким чином, на ІЧ-спектрі спостерігаються смуги поглинання -коливання характерні $P_2O_7^{4-}$ та PO_3^- аніонів і доводять присутність дифосфатної групи в складі синтезованої сполуки. Електронні спектри дифузного відбиття показали що нікель в складі сполуки має ступінь окиснення (II) і відпові-

дає літературним даним. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. –М.: мир, 1987].

Проведені дослідження показали що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічного барвника.