

**ОСОБЛИВОСТІ ДИФЕРЕНЦІАЛЬНО-ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ
ГІДРАТОВАНИХ ФОСФАТІВ**Філіпова П. О., *Коречко С. А.*, Антрапцева Н. М.Національний університет біоресурсів і природокористування України, Київ, Україна
aspirant_nubipu@ukr.net

Послідовність фізико-хімічних і структурних перетворень, що відбуваються під час термообробки гідратованих фосфатів, визначають, використовуючи термоаналітичні методи дослідження, зокрема термографічні. У наш час наукові критерії вибору швидкості нагрівання зразка під час термографічних досліджень відсутні. Її підбирають емпірично, найчастіше з інтервалу 2.5–10.0 град/хв. Зазвичай, відмічають температури початку і завершення теплових ефектів на термічних кривих, обмежуючись конкретизацією тільки цих величин. Однак, швидкість нагрівання суттєво впливає на природу термолізу і, зокрема, на особливості кристалізаційних процесів, які відбуваються одночасно чи послідовно з його дегідратацією.

Мета цієї роботи – обґрунтувати вибір умов зневоднення $Zn_2P_2O_7 \cdot 5H_2O$ – фосфату-матриці для синтезу твердих розчинів гідратованих і безводних дифосфатів.

Вибір умов зневоднення здійснювали за допомогою диференціально-термічного аналізу (деріватограф Q–1500 D, тиглі платинові з кришкою, наважка зразка 100–300 мг, еталон порівняння – свіжопрожарений Al_2O_3).

Для отримання надійних відтворних експериментальних результатів виконували серії дослідів, в яких вивчали термічну поведінку $Zn_2P_2O_7 \cdot 5H_2O$ в динамічному (швидкість нагріву 1.25, 2.5, 5.0 і 10.0 град/хв.) і квазіізотермічному (лабіринтовий платиновий тримач проб, швидкості 0.6, 3.0 град/хв.) режимах.

Для з'ясування процесів, що відбуваються на різних стадіях термічної дегідратації, відбирали проби зразка при температурах, що відповідають тепловим ефектам на кривій ДТА. Отримані продукти термолізу аналізували за допомогою хімічного, рентгенофазового аналізів, ІЧ спектроскопії. Для запобігання часткової регідратації зразків під час охолодження і отримання інформації про всі проміжні фази виконували запис ІЧ спектрів у процесі нагрівання. Для цього зразок, запресований з KBr ставили у піч, яка перебуває в кюветному відділенні спектрометра, і нагрівали. У разі досягнення температури теплових ефектів, нагрів припиняли і реєстрували ІЧ спектр зразка при постійній температурі.

Аніонний склад продуктів термообробки визначали методом роздільної кількісної паперової хроматографії. Розшифровування природи аніонного складу виконували окремо для твердої фази (сольового компонента) і вільних фосфатних кислот, що утворюються в якості одного з проміжних продуктів термолізу. Аналіз останніх виконували за їх попередньої екстракцію висушеним ацетоном.

Аналіз даних, одержаних з врахуванням наведених методичних особливостей, свідчить про те, що спроби розділити накладені один на одного на кривій ДТА $Zn_2P_2O_7 \cdot 5H_2O$ ендотермічні ефекти, варіюючи швидкісними режимами термообробки, не призвели до позитивного результату. Принципових відмінностей в ході термічних кривих не спостерігається. Збільшення швидкості нагріву з 5.0 до 10 град/хв. призводить до зміщення температурних інтервалів реалізації обох стадій зневоднення $Zn_2P_2O_7 \cdot 5H_2O$ і супроводжується ще більшим накладенням теплових ефектів. За зниження швидкості нагріву з 5.0 до 2.5 і 1.25 град/хв. теплові ефекти набувають розширені форми незначної інтенсивності, що знижує результативність термоаналітичних досліджень.

Отже, оптимальним режимом зневоднення $Zn_2P_2O_7 \cdot 5H_2O$ є термообробка в динамічних умовах із швидкістю нагрівання 5.0 град/хв.