

*В. В. Печковский, М. И. Кузьменков, С. С. Гусев,
Г. Х. Черчес, Т. И. Баранникова, С. П. Мартыничик*

ПРИМЕНЕНИЕ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИФОСФАТОВ, ВЫДЕЛЕННЫХ МЕТОДОМ ГЕЛЬ-ФИЛЬТРАЦИИ

Гель-фильтрационному разделению подвергали натрийфосфатное стекло, соответствующее по валовому составу триполифосфату натрия с

$$R = \frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{P}_2\text{O}_5} = 1,67.$$

Разделение проводили на колонках высотой 90 и 175 см, диаметром 1,3 см, заполненных сефадексом марки G-15. В качестве элюирующей жидкости использовали дистиллированную воду, скорость элюирования составляла 20 мл/час. Фракции объемом 1 и 5 мл анализировали хроматографией на бумаге. Полифосфаты, содержащиеся в выделенных фракциях, осаждали ацетоном, а затем центрифугировали.

Для непосредственного установления состава полифосфатов, содержащихся в выделенных фракциях, наиболее подходящим методом оказалась адсорбционная спектроскопия в инфракрасной области, так как использование других методов физико-химического анализа для этих целей затруднительно. Кроме того, в перспективе ставится задача выяснить возможность идентификации с помощью ИКС полифосфатов, разделение которых невозможно методом бумажной хроматографии.

Спектры поглощения записывали на спектрофотометре ИКС-14А в области 600—1800 и 2000—4000 см⁻¹ с использованием окошек KRS-5 для маслоподобных образцов и стандартной методики путем прессования с KBr — для твердых продуктов.

В результате гель-фильтрационного разделения получен ряд фракций, которые по данным спектральных измерений были разделены на три группы: с преимущественным содержанием тетраполи-, триполи- и пирофосфата. Объяснены наблюдающиеся изменения в ИК-спектрах в зависимости от количественного и качественного содержания указанных фосфатов. Характер спектральных изменений позволил качественно различить фракции групп с преимущественным содержанием тетраполифосфата. Высказано предположение о влиянии степени полимеризации на характер спектрального поглощения.

Показано, что осажденные ацетоном из фракций элюата пирополи- и триполифосфат натрия — кристаллогидраты.

Следовательно, метод адсорбционной молекулярной спектроскопии можно использовать для исследования состава смеси полифосфатов, полученных в результате гель-фильтрации.

В. В. Печковский, М. И. Кузьменков, С. В. Плышевский

ИССЛЕДОВАНИЕ АЛЮМОФОСФАТНЫХ СМОЛ И ПРОДУКТОВ ИХ ТЕРМООБРАБОТКИ

Алюмофосфатные связки (АФС) в последнее время используются в качестве составляющих компонентов при синтезе материалов, обладающих высокими термическими, диэлектрическими, клеящими и другими специальными свойствами.

Растворимые полиалюмофосфаты синтезировали путем нейтрализации при 100°C фосфорной кислоты гидроокисью алюминия с последующей поликонденсацией при 200—210°C в течение 30 мин.

Состав исходной АФС с соотношением $P_2O_5 : Al_2O_3$ от 6 : 1 до 10 : 1 исследовали методом гель-фильтрации и бумажной хроматографии. Было установлено, что алюмофосфатные смолы независимо от указанного выше соотношения представляют собой смесь, состоящую в основном из орто-, пиро- и высокомолекулярных фосфатов алюминия. Олигофосфаты алюминия в АФС отсутствуют.

Продукты термообработки АФС изучали с помощью ДТА, ДТГ, рентгенофазового анализа и ИКС. На термограммах полиалюмофосфатов наблюдаются эндозффекты в области 210—220, 230—240 и 270—290°, наличие которых на термограммах обусловлено удалением воды. В интервале 300—310°C обнаружен небольшой экзотермический эффект, вызванный, по данным рентгенофазового анализа, частичной кристаллизацией АФС с образованием триполифосфата алюминия и небольшого количества метафосфата алюминия.

В области 330—360° имеется большой эндотермический эффект, связанный с частичным превращением триполифосфата алюминия в метафосфат и удалением воды. В интервале 735—785° этот процесс заканчивается полностью. С повышением температуры до 1300° происходит дальнейшее увеличение количества кристаллического метафосфата алюминия за счет кристаллизации остаточной аморфной фазы.

Методом ИКС исследовали те же образцы. На ИК-спектрах образцов АФС, термообработанных при 310°, имеются полосы поглощения с частотой 1285, 1182, 730 cm^{-1} , которые соответствуют асимметричным колебаниям группы P—O, симметричным колебаниям группы P—O и симметричным колебаниям цепочки P—O—P соответственно в молекуле метафо-