



МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 119152

(13) U

(51) МПК

C01B 25/42 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2017 03640**

(22) Дата подання заявки: **13.04.2017**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **11.09.2017**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **11.09.2017, Бюл.№ 17**

(72) Винахідник(и):

**Лаврик Руслан Володимирович (UA),
Копілевич Володимир Абрамович (UA),
Петренко Ольга Василівна (UA)**

(73) Власник(и):

**НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
БІОРЕСУРСІВ І
ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ,
вул. Героїв Оборони, 15, м. Київ-41, 03041
(UA)**

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОТРІЙНОГО ТРИОРТОФОСФАТУ $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$

(57) Реферат:

Спосіб одержання потрійного триортофосфату цезію-нікелю(II)-стануму(IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$, що належить до координаційних солей за будовою фосфатного аніону, включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин. Механічну суміш полікристалічних речовин Cs_2CO_3 , NiO , SnO_2 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ перетирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигель (фарфоровий тигель) об'ємом 100 мл і прожарюють протягом 24 години при температурі 1000 °С. Одержані полікристали відмивають водою, висушують при кімнатній температурі.

UA 119152 U

Корисна модель належить до нових хімічних сполук координаційної будови, а саме потрібний триортофосфат цезію-нікелю(II)-стануму(IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$.

Найбільш близьким за хімічною суттю є спосіб одержання подвійного триортофосфату рубідію-титану (IV) $\text{RbTi}_2(\text{PO}_4)_3$, одержаний шляхом твердофазного синтезу. [Bhattacharyya R. The electronic spectra of the quinoline N-oxide adduct of oxovanadium (IV) chloride.// J. Indian Chem. Soc-1974.-Т. 51.- № 6.-Р.625-629.].

Корисною моделлю ставиться задача створити спосіб одержання потрібного триортофосфату цезію-нікелю(II)-стануму(IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$, що належить до координаційних солей за будовою фосфатного аніону.

Поставлена корисною моделлю задача вирішується тим, що одержання потрібного триортофосфату цезію-нікелю(II)-стануму(IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$, що включає використання механічної суміші полікристалічних речовин, згідно з корисною моделлю механічну суміш речовин Cs_2CO_3 , NiO , SnO_2 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ перетирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигель (фарфоровий тигель) об'ємом 100 мл і прожарюють протягом 24 години при температурі 1000 °С, одержаний полікристалічний порошок відмивають водою, висушують при кімнатній температурі.

Синтез виконують в наступному порядку. Готують суміш речовин Cs_2CO_3 , NiO , SnO_2 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (мольні співвідношення 1:4:2:6). Суміш перетирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигель (фарфоровий тигель) об'ємом 100 мл і прожарюють протягом 24 години при температурі 1000 °С, одержаний полікристалічний порошок відмивають водою, висушують при кімнатній температурі.

Приклад. Наважку Cs_2CO_3 (1,79 г) NiO (4,10 г), SnO_2 (2,50 г) та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (8,90 г) перетирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигель (фарфоровий тигель) об'ємом 100 мл і прожарюють протягом 24 години при температурі 1000 °С, одержані полікристали відмивають водою, висушують при кімнатній температурі.

Загальна формула синтезованої речовини встановлена за її хімічним складом. За допомогою методу ДТА встановлено теоретичну втрату маси суміші, що добре корелює з практичною втратою маси.

Таблиця 1

Результати практичної втрати суміші маси при синтезі $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$

Формула сполуки	Втрата маси, %	
	розн.	прак.
$\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$	19,69	19,57

В одержаній за прикладом сполуці наявність PO_4^{3-} аніону підтверджено шляхом ІЧ-спектроскопії (табл. 2).

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання в ІЧ-спектрі (cm^{-1})

Віднесення частот	$\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$
δ , (PO_3) колив. ґратки	410 сл.
	420 сл.
δ , P-O	515 ср.
	565 ср.
δ_{as} + ν MO	615 пл.
$\nu_{\text{s}} \text{PO}_4^{3-}$	1020 с.
$\nu_{\text{as}} \text{PO}_4^{3-}$	1030 пл.
$\nu_{\text{s}} \text{PO}_2$ $\nu_{\text{as}} \text{PO}_2$	1065 д.с.
	1070 с.
	1100 с.

Для підтвердження наявності нікелю (II) у складі виділеного фосфату було проаналізовано електронні спектри дифузного відбиття. Для фосфатів нікелю (II) притаманні переходи між розщепленими компонентами $^3E_g \rightarrow ^3T_{2g}$ (смуги поглинання в інтервалі 10000-12000 см^{-1}), а переходи при більш високих енергіях (25000-27000 см^{-1}) відповідають смугам переносу заряду. Віднесення смуг поглинання в електронних спектрах дифузного відбиття синтезованого фосфату узгоджується з літературними даними. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений.- М.: Мир, 1987.].

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись як іонний провідник.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб одержання потрібного триортофосфату цезію-нікелю(II)-стануму(IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{CsNi}_2\text{Sn}(\text{PO}_4)_3$, що належить до координаційних солей за будовою фосфатного аніону, що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш полікристалічних речовин Cs_2CO_3 , NiO , SnO_2 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ перетирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигль (фарфоровий тигль) об'ємом 100 мл і прожарюють протягом 24 години при температурі 1000 $^\circ\text{C}$, одержані полікристали відмивають водою, висушують при кімнатній температурі.

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601