



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **121322** (13) **U**
(51) МПК (2017.01)
C01G 41/00
C30B 29/32 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2017 07269	(72) Винахідник(и): Марійчак Олександра Юріївна (UA), Розанцев Георгій Михайлович (UA), Радіо Сергій Вікторович (UA)
(22) Дата подання заявки: 10.07.2017	(73) Власник(и): ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТУСА, вул. 600-річчя, 21, м. Вінниця, 21021 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 27.11.2017	(74) Представник: Хаджинов Ілля Васильович
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 27.11.2017, Бюл.№ 22	

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ЛАНТАНОЇД(III)-ВМІСНИХ ПОЛІОКСОВОЛЬФРАМАТІВ

(57) Реферат:

Спосіб одержання кристалічних солей лантаноїд(III)-вмісних поліоксовольфраматів із аніоном зі структурою Пікока-Уїклі включає послідовне додавання розчинів натрію вольфрамату, нітратної кислоти й лантаноїду нітрату у стехіометричному відношенні. Проводиться висолювання дією апротонного розчинника ацетону, витримування розчину з кристалами у щільно закритій хімічній склянці за 6 °С упродовж 48 годин, фільтрування, промивання охолодженою до 6 °С сумішшю вода:ацетон (1:1), висушування на повітрі за 20-25 °С протягом 24 годин.

UA 121322 U

Корисна модель належить до неорганічної та координаційної хімії, а саме до способу синтезу лантанод(III)-вмісних поліоксовольфраматів, і може бути використана в науково-дослідній лабораторній практиці для експресного одержання середніх солей натрію(I) із гетерополідекавольфрамолантанідат(III)-аніонами.

З літературних джерел відомо два способи (методи) синтезу солей із гетерополідекавольфрамолантанідат(III)-аніоном. Перший і найбільш близький за технічною суттю та одержуванним результатом, запропоновано в 1971 р. Peacock R. D. та Weakley T. J. R. [1], за прізвищами яких і названо відповідний гетерополідекавольфрамолантанідат(III)-аніон $[\text{Ln}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2]^-$ (Ln-La та лантанодиди). Він полягає в підкисленні розчину Na_2WO_4 ацетатною кислотою до pH 6.5-7.5 та додаванні розчинів нітратів або хлоридів лантанодидів за 90 °C та за ретельного перемішування. При цьому одержання кристалічного осаду відбувається або під час повільної кристалізації за кімнатної температури, або під час охолодження розчину до 5 °C. Одержувані за даною методикою солі не є середніми, а є кислими [1]: $\text{M}_7\text{H}_2[\text{Ln}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (M=Na, K, Cs, CH_3N_3 ; Ln=Ce, Y, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Ho, Er, Yb; n=8-17). Недоліком цього способу є використання нагрівання, значний час до отримання кристалічного продукту, який сягає 2 тижнів від початку синтезу, та неможливість одержання середніх солей. Описаний спосіб було використано в [2] для отримання кислих солей $\text{Na}_7\text{H}_2[\text{Ln}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (Ln=La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Yb) й характеристики їх методами ІЧ та КР-спектроскопії. При цьому було зазначено, що для отримання індивідуальних солей слід використовувати потрібну перекристалізацію з водного розчину за 60 °C, що не дає змоги проводити експресний синтез цих сполук.

Другий спосіб [3], запропонований у 2006 р., полягає у підкисленні розчину до необхідної кислотності $Z = \nu(\text{H}^+)/\nu(\text{WO}_4^{2-}) = 0.80-1.30$ та стабілізації pH шляхом введення ацетатного буферного розчину зі значенням pH, яке відповідає кислотності Z утворення гетерополіаніону, та додаванні надлишку розчину талію нітрату. За даним способом у [3-4] вдавалося цілеспрямовано виділяти тільки аморфні талієві солі з гетероатомами Ho(III) та Nd(III), як середні, так і з необхідною кількістю атомів Гідрогену: $\text{Ti}(9-n)\text{Hn}[\text{Ho}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot m\text{H}_2\text{O}$ (n=2-4, m=7-9) [3] та $\text{Ti}(9-n)\text{Hn}[\text{Nd}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot m\text{H}_2\text{O}$ (n=1-3, m=7-11) [4]. Недоліком цього способу є необхідність введення додаткової препаративної стадії, яка полягає в додаванні ацетатного буферного розчину та неможливості одержання кристалічного продукту.

Таким чином, наведені вище способи синтезу мають суттєвий недолік, пов'язаний із неможливістю одержання індивідуальних кристалічних середніх солей із катіонами натрію(I).

Як прототип нами вибраний описаний у [1] спосіб одержання кислих солей $\text{Na}_7\text{H}_2[\text{Ln}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (Ln - лантанодид), який полягає в підкисленні розчину Na_2WO_4 ацетатною кислотою до pH 6.5-7.5, додаванні розчинів нітратів або хлоридів лантанодидів за 90 °C за ретельного перемішування, упарюванні розчинів удвічі за 60 °C, охолодженні розчинів до 5 °C й одержанні кристалічного продукту. Нещодавно в [5] було показано, що використання цього способу не приводить до одержання однофазного продукту, а дозволяє отримувати суміш із трьох солей - двох гетерополівольфраматів та натрію паравольфрамату Б $\text{Na}_{10}[\text{W}_{12}\text{O}_{40}(\text{OH})_2] \cdot 27\text{H}_2\text{O}$. Нажаль, у [1] не приведено надійних даних із застосуванням фізичних методів дослідження, які б підтверджували індивідуальність сполук. Тому немає впевненості, що в [1] було одержано індивідуальні сполуки. Проведені нами дослідження методом рентгенофазового та рентгеноструктурного аналізу показують, що солі, одержані за описаним у [1] способом, не є індивідуальними й також містять домішки натрію паравольфрамату Б, $\text{Na}_{10}[\text{W}_{12}\text{O}_{40}(\text{OH})_2] \cdot 27\text{H}_2\text{O}$.

У способі, який заявляється, для отримання середніх солей натрію гетерополідекавольфрамолантанідатів(III) – $\text{Na}_9[\text{Ln}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot n\text{NaO}$ (Ln-La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm), на відміну від [1-4] проводиться змішування розчинів натрію вольфрамату, нітратної кислоти й лантанодиду нітрату у стехіометричному відношенні, після чого до розчину додається ацетон в об'ємному відношенні 1:1, а для одержання однофазного кристалічного осаду реакційну систему залишають витримуватися у щільно закритій хімічній склянці за 6 °C упродовж 48 годин. Внаслідок цього знижується температура реакції та одержується однофазний кристалічний осад середніх солей натрію гетерополідекавольфрамолантанідатів(III) з аніоном зі структурою Пікока-Уїклі.

Згідно з корисною моделлю, як вихідні компоненти використовують стехіометричну суміш розчинів натрію вольфрамату, нітратної кислоти та лантанодиду нітрату, що додаються послідовно за ретельного перемішування за 20-25 °C, із подальшим додаванням до розчину ацетону в об'ємному відношенні 1:1 та витримуванням кінцевого розчину з кристалами у щільно закритій хімічній склянці за 6 °C упродовж 48 годин.

Після додавання до водного розчину натрію вольфрамату нітратної кислоти до кислотності $Z=0.80$ до розчину додають за ретельного перемішування розчин лантаніду нітрату, витримуючи стехіометричне відношення $WO_4^{2-}:H^+:Ln^{3+}=10:8:1$. До кінцевого розчину приливають ацетон в об'ємному відношенні 1:1. Для одержання кристалічного осаду розчин поміщають у щільно закриту хімічну склянку та витримують упродовж 48 годин за $6^\circ C$. Кристали, які утворюються, відфільтровують на фільтрі "синя стрічка" і промивають охолодженою до $6^\circ C$ сумішшю вода:ацетон (1:1).

За описаним способом одержано кристалічні середні солі натрію гетерополідекавольфрамолантанідатів(III) з аніоном зі структурою Пікока-Уїклі - $Na_9[Ln(W_5O_{18})_2] \cdot nH_2O$ (Ln-La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm).

Результати хімічного аналізу (див. табл. 1) (вміст Na(I) визначено атомно-абсорбційною спектроскопією, вміст H_2O та W(VI) – методом гравіметричного аналізу, Ln(III) - методом комплексонометричного титрування) та мікрозондового елементного аналізу, виконаного в окремих ділянках зразку на растровому електронному мікроскопі JSM-6490LV із застосуванням рентгенівського енергодисперсійного спектрометра INCA Penta FETx3 (OXFORD Instruments) показали, що відношення металів $W:Ln:Na=10:1:9$ відповідає заданому для середніх солей гетерополісполук $Na_9[Ln(W_5O_{18})_2] \cdot nH_2O$.

Рівномірний контраст поверхні в режимі в режимі зворотно розсіяних електронів одержаних солей гетерополісполук $Na_9[Ln(W_5O_{18})_2] \cdot nH_2O$ свідчить про їх однофазність. На мікрофотографіях порошків $Na_9[Ln(W_5O_{18})_2] \cdot nH_2O$ в характеристичному рентгенівському випромінюванні (O K α 1, Na K α 1-2, W M α 1, Ln L α 1) відсутні області з різною морфологією поверхні та спостерігається рівномірний розподіл Ln, Na, W, O без сегрегації і ліквацій, що також підтверджує однофазність одержаних солей. Відсутність рефлексів фази натрію паравольфрамату Б на дифрактограмах повітряно-сухих солей вказує на відсутність найбільш характерної домішки $Na_{10}[W_{12}O_{40}(OH)_2] \cdot 27H_2O$ у складі кінцевого продукту.

Характер коливань в ІЧ-спектрах повітряно-сухих зразків одержаних солей (див. фіг. 1 та табл. 2), записаних на ІЧ-спектрометрі з перетворювачем Фур'є FTIR "Spectrum BXП" (Perkin-Elmer) в області хвильових чисел 400-4000 cm^{-1} , підтверджує наявність у їх складі гетерополіаніонів 10-го ряду зі структурою Пікока-Уїклі - гетерополідекавольфрамолантанідат(III)-аніонів $[Ln(W_5O_{18})_2]^{9-}$.

Використання запропонованого способу синтезу лантаніду(III)-вмісних поліоксвольфраматів забезпечує в порівнянні з існуючими способами наступні переваги:

1) Скорочення тривалості синтезу та його проведення без додаткового нагрівання знижує трудомісткість і енергозатратність процесу.

2) Одержання однофазного кристалічного продукту дозволить використовувати рентгеноструктурний аналіз для проведення структурних досліджень і визначення параметрів кристалічної будови раніше неописаних лантаніду(III)-вмісних поліоксвольфраматів.

3) Використання ацетону, менш полярного розчинника в порівнянні з водою, сприяє зменшенню розчинності солі з високозарядним аніоном і прискоренню одержання однофазних кристалічних середніх, а не кислих, солей натрію гетерополідекавольфрамолантанідатів(III).

Технічним результатом запропонованого способу є методика синтезу кристалічних середніх солей натрію гетерополідекавольфрамолантанідатів(III) – $Na_9[Ln(W_5O_{18})_2] \cdot nH_2O$ (Ln=La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Er, Tm), яка дозволяє одержувати однофазні середні, а не кислі солі, з гетероатомами-лантанідами.

Таблиця 1

Результати хімічного аналізу одержаних натрію гетерополідекавольфрамолантанідатів(III) (мас. %).

Результати хімічного аналізу	w(Na ₂ O)	w(Ln ₂ O ₃)	w(WO ₃)	w(H ₂ O)
Знайдено (розраховано) для $Na_9[La(W_5O_{18})_2] \cdot 34H_2O$, мас. %	8.4 (8.3)	5.0 (4.8)	68.8 (68.7)	18.1 (18.2)
Знайдено (розраховано) для $Na_9[Ce(W_5O_{18})_2] \cdot 28H_2O$, мас. %	8.4 (8.5)	5.1 (5.0)	71.1 (71.0)	15.5 (15.4)
Знайдено (розраховано) для $Na_9[Pr(W_5O_{18})_2] \cdot 34H_2O$, мас. %	8.4 (8.3)	5.0 (4.9)	68.6 (68.7)	18.1 (18.2)
Знайдено (розраховано) для $Na_9[Nd(W_5O_{18})_2] \cdot 35H_2O$, мас. %	8.0 (8.2)	5.3 (5.0)	68.1 (68.3)	18.5 (18.6)

Продовження таблиці 1

Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Sm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 30\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.3 (8.4)	5.2 (5.3)	69.8 (70.0)	16.3 (16.3)
Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Eu}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.3 (8.2)	5.2 (5.2)	68.4 (68.5)	18.2 (18.1)
Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Gd}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.3 (8.2)	5.2 (5.3)	68.3 (68.4)	18.0 (18.1)
Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Dy}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 30\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.3 (8.4)	5.5 (5.6)	69.6 (69.7)	16.2 (16.3)
Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Ho}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 33\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.3 (8.2)	5.5 (5.6)	68.4 (68.6)	17.7 (17.6)
Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Er}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 32\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.1 (8.3)	5.5 (5.7)	68.6 (68.9)	17.2 (17.1)
Знайдено (розраховано) для $\text{Na}_9[\text{Tm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 33\text{H}_2\text{O}$, мас. %	8.3 (8.2)	5.9(5.7)	68.4 (68.5)	17.5 (17.6)

Таблиця 2

Частоти коливань поглинання в ІЧ-спектрах солей натрію
гетерополідекавольфрамолантанідатів(III)

Сполука	δ (W-O-W)	ν (W-O-W, Ln-O-W)						ν (W=O)
$\text{Na}_9[\text{La}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$	415	484	540	577	716	793	843	951
$\text{Na}_9[\text{Ce}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 28\text{H}_2\text{O}$	416	485	542	575	711	787	845	955
$\text{Na}_9[\text{Pr}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$	417	484	540	581	711	787	843	942
$\text{Na}_9[\text{Nd}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 35\text{H}_2\text{O}$	417	486	546	575	710	789	849	955
$\text{Na}_9[\text{Sm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 30\text{H}_2\text{O}$	418	486	546	581	704	796	848	937
$\text{Na}_9[\text{Eu}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$	419	484	546	579	710	797	849	935
$\text{Na}_9[\text{Gd}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$	419	492	542	580	717	799	847	934
$\text{Na}_9[\text{Dy}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 30\text{H}_2\text{O}$	422	492	544	582	718	797	849	934
$\text{Na}_9[\text{Ho}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 33\text{H}_2\text{O}$	420	478	544	581	717	795	849	932
$\text{Na}_9[\text{Er}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 32\text{H}_2\text{O}$	419	478	548	582	718	799	850	934
$\text{Na}_9[\text{Tm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 33\text{H}_2\text{O}$	422	492	544	582	715	791	849	932

Спосіб, що заявляється, реалізується наступним чином.

Приклад 1

- 5 Одержання $\text{Na}_9[\text{Ce}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 28\text{H}_2\text{O}$ проводять за кислотності $Z = \nu(\text{H}^+)/\nu(\text{WO}_4^{2-}) = 0.80$ наступним чином. До 53.00 мл дистильованої води за 25 °C додають розчин Na_2WO_4 (19.27 мл, $C = 0.5190$ моль/л) та по краплях за інтенсивного перемішування додають розчин HNO_3 (17.60 мл, $C = 0.4545$ моль/л). Далі дуже повільно по краплях за інтенсивного перемішування додають розчин CeCl_3 (10.13 мл, $C = 0.09874$ моль/л). При цьому кожен наступну порцію розчину CeCl_3
- 10 додають тільки після зникнення опалесценції, що з'являється після додавання попередньої краплі. Після цього додають 100 мл ацетону, склянку щільно закривають або притертою пробкою або поліетиленовою плівкою й поміщують розчин із осадом, що починає утворюватися, до холодильної камери за 6 °C на 48 годин. Після цього кристалічний осад жовтого кольору відфільтровують на лійці Бюхнера через одинарний фільтр "синя стрічка", промивають 50 мл охолодженої до 6 °C суміші вода: ацетон (1:1). Синтез закінчують висушуванням кристалів $\text{Na}_9[\text{Ce}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 28\text{H}_2\text{O}$ на фільтрі за кімнатної температури (20-25 °C). Із наведених кількостей вихідних речовин утворюється 2.94 г (вихід 90 %) натрію гетерополідекавольфрамоцерату(III), $\text{Na}_9[\text{Ce}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 28\text{H}_2\text{O}$.

Приклад 2

- 20 Синтез $\text{Na}_9[\text{Eu}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2] \cdot 34\text{H}_2\text{O}$ проводять за кислотності $Z = \nu(\text{H}^+)/\nu(\text{WO}_4^{2-}) = 0.80$ наступним чином. До 55.70 мл дистильованої води додають 20.19 мл розчину Na_2WO_4 ($C = 0.4953$ моль/л) та по краплях приливають 16.56 мл розчину HNO_3 ($C = 0.4832$ моль/л). Після цього по краплях додають 7.55 мл розчину $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3$ ($C = 0.1325$ моль/л) за ретельного перемішування. При цьому кожен наступну краплю додають тільки після того, як система стає гомогенною після вливання попередньої краплі. Кінцевий об'єм водного розчину складає 100 мл. У кінці відразу додають
- 25

100 мл ацетону, щільно закривають і залишають розчин із утвореним осадом на 48 годин за 6 °С. Після цього кристалічний голчастий осад білого кольору відфільтровують на воронці Бюхнера через одинарний фільтр "синя стрічка", промивають 50 мл охолодженої до 6 °С суміші вода: ацетон (1:1), переносять до чашки Петрі, висушують на повітрі за кімнатної температури (20-25 °С) упродовж 24 годин до постійної маси. Із наведених кількостей вихідних речовин утворюється 3.11 г (вихід 92 %) натрію гетерополідекавольфрамоевропіату(III), $\text{Na}_9[\text{Eu}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2]\cdot 34\text{H}_2\text{O}$.

Приклад 3

Синтез $\text{Na}_9[\text{Tm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2]\cdot 33\text{H}_2\text{O}$ проводять за кислотності $Z = \nu(\text{H}^+) / \nu(\text{WO}_4^{2-}) = 0.80$ наступним чином. До 55.28 мл дистильованої води додають 20.19 мл розчину Na_2WO_4 ($C = 0.4953$ моль/л) та по краплях приливають 16.56 мл розчину HNO_3 ($C = 0.4832$ моль/л). Після цього по краплях додають 7.97 мл розчину $\text{Tm}(\text{NO}_3)_3$ ($C = 0.1254$ моль/л) за ретельного перемішування. При цьому кожну наступну краплю додають тільки після того, як система стає гомогенною після вливання попередньої краплі. Кінцевий об'єм водного розчину складає 100 мл. У кінці відразу додають 100 мл ацетону, щільно закривають і залишають розчин із утвореним осадом на 48 годин за 6 °С. Після цього кристалічний голчастий осад білого кольору відфільтровують на лійці Бюхнера через одинарний фільтр "синя стрічка", промивають 50 мл охолодженої до 6 °С суміші вода: ацетон (1:1), переносять до чашки Петрі, висушують на повітрі за кімнатної температури (20-25 °С) упродовж 24 годин до постійної маси. Із наведених кількостей вихідних речовин утворюється 3.21 г (вихід 95 %) натрію гетерополідекавольфрамотуліату(III), $\text{Na}_9[\text{Tm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2]\cdot 33\text{H}_2\text{O}$.

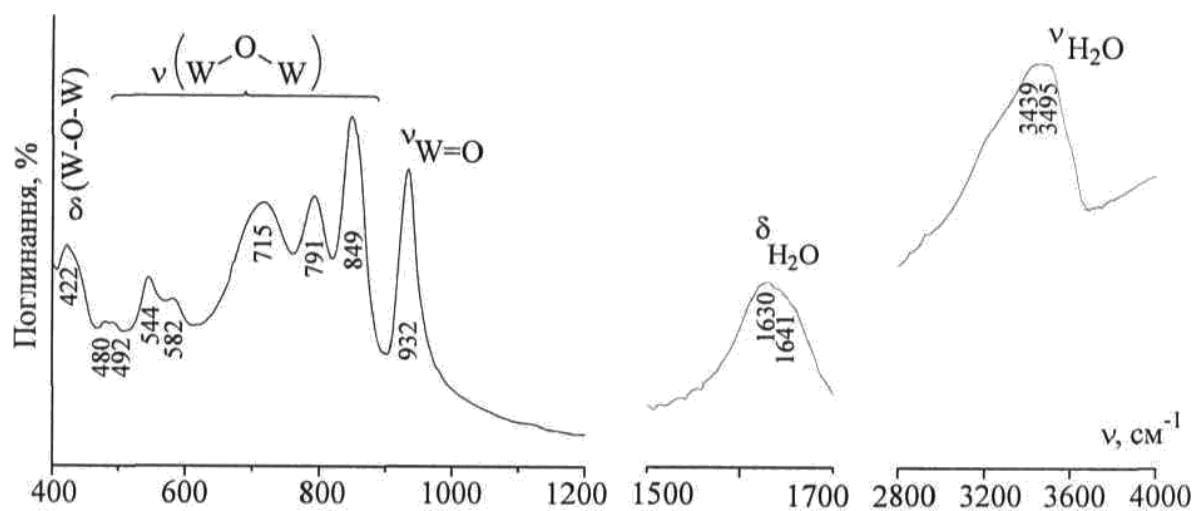
На кресленні зображений ІЧ-спектр $\text{Na}_9[\text{Tm}(\text{W}_5\text{O}_{18})_2]\cdot 33\text{H}_2\text{O}$.

Джерела інформації:

1. Peacock R.D., Weakley T.J.R. Heteropolytungstate Complexes of the Lanthanide Elements. Part I. Preparation and Reactions // J. Chem. Soc. A Inorg. Phys. Theor. - 1971. - P. 1836-1839. (прототип)
2. Shiozaki R., Inagaki A., Nishino A., Nishio E., Maekawa M., Kominami H., Kera Y. Spectroscopic investigation of a series of sodium lanthanide decatungstates, $\text{Na}_7\text{H}_2\text{Ln}(\text{III})(\text{W}_5\text{O}_{18})_2\cdot n\text{H}_2\text{O}$ (Ln: La-Yb): the contribution of $4f^n$ electrons to bonding interaction among Ln(III) and polyoxotungstates // J. Alloys Compounds. - 1996. - Vol. 234, № 2. - P. 193-198.
3. Rozantsev G.M., Ignatyeva V.V. Mathematical Modeling of Equilibria and the State of Holmium Heteropolytungstate ions // Russ. J. Inorg. Chem. - 2006. - Vol. 51, № 9. - P. 1509-1515.
4. Rozantsev G.M., Ignatyeva V.V. Ionic Equilibria for Hetero-10-tungstoneodimates: Study and Modeling // Russ. J. Coord. Chem. - 2007. - Vol. 33, № 9. - P. 641-647.
5. Ortiz-Acosta D., Feller R.K., Scott B.L., Del Sesto R.E. Isolation of an Asymmetric Lanthanide Polyoxometalate, $\text{Na}_{12}\text{H}[(\text{W}_5\text{O}_{19})\text{Tb}(\text{H}_2\text{W}_{11}\text{O}_{39})]\cdot 42\text{H}_2\text{O}$, Containing Two Distinct Isopolyanions // J. Chem. Crystallogr. - 2012. - Vol. 42, № 7. - P. 651-655.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб одержання кристалічних солей лантаноїд(III)-вмісних поліоксовольфраматів із аніоном зі структурою Пікока-Уіклі, що включає послідовне додавання розчинів натрію вольфрамату, нітратної кислоти й лантаноїду нітрату у стехіометричному відношенні, який **відрізняється** тим, що проводиться висолювання дією апротонного розчинника ацетону, витримання розчину з кристалами у щільно закритій хімічній склянці за 6 °С упродовж 48 годин, фільтрування, промивання охолодженою до 6 °С сумішшю вода:ацетон (1:1), висушування на повітрі за 20-25 °С протягом 24 годин.



Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

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

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