

Винахід відноситься до області хімічної технології та стосується отримання полікристалів іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$, що може використовуватись як матеріал для іонообмінних пристроїв.

Найбільш близьким за технічною суттю до винаходу є спосіб отримання молібден-вольфрам монофосфату $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ двостадійним синтезом з використанням вакуумного обладнання /A. Leclaire, M.M. Borel, J. Charedon and S. Raveau, Nonstoichiometry in the $\text{LiMo}_2\text{O}_3(\text{PO}_4)_2$ Structure: the molybdenotungsten monophosphate $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ Material Research Bulletin, Vol. 31, No. 10, pp. 1257-1262, 1996/, що передбачає змішування еквімолярних кількостей триоксиду вольфраму (WO_3), триоксиду молібдену (MoO_3), літєвмісного компонента, фосфорвмісного компонента з наступним нагріванням отриманої суміші до температури 600-700K (перша стадія), додаванням до отриманого продукту еквімолярної кількості порошку металічного молібдену (Mo) та повторне нагрівання до температури кристалізації $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ при 873K на протязі 100 год в умовах вакууму (друга стадія) з подальшим охолодженням зі швидкістю 1 град/год до 773K.

Основними недоліками наведеного способу отримання іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$, є тривалий час взаємодії (~300 год.), низька технологічність процесу та необхідність використання вакуумного обладнання.

В основу винаходу покладено завдання такого удосконалення способу отримання іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$, при якому за рахунок додавання до вихідних компонентів нітрату літію (LiNO_3), а також здійснення повторного нагрівання в умовах високих тисків вдається значно знизити час взаємодії (в 200 разів), а також отримати полікристалічний іонообмінний матеріал, при поліпшенні технологічності з підвищенням продуктивності процесу, а за рахунок реалізації пропонованих режимів вдається отримати полікристали із зрівноважними характеристиками.

Означене завдання вирішується тим, що у способі отримання іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$, який передбачає змішування еквімолярних кількостей триоксиду вольфраму (WO_3), триоксиду молібдену (MoO_3), літєвмісного компонента, фосфорвмісного компонента нагрівання отриманої суміші до температури 600-700K, додавання до отриманого продукту еквімолярної кількості порошку металічного молібдену (Mo) та повторне нагрівання до температури кристалізації $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$, згідно винаходу при змішуванні до вихідних компонентів додають нітрат літію (LiNO_3) в кількості 5-15% мас., як фосфор- та літєвмісний компоненти використовують метафосфат літію LiPO_3 , а повторне нагрівання до температури кристалізації іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ здійснюють при тиску не менше 5,5 ГПа, а оптимальним режимом отримання іонообмінного матеріалу є нагрівання суміші при тиску з витримкою при температурі кристалізації на протязі 30-40 хв., а після дії тиску отриманий іонообмінний матеріал на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ промивають киплячою водою.

У запропонованому способі завдяки використанню високого тиску та додаткового введення в суміш нітрату літію (LiNO_3) використання як фосфорвмісного компонента метафосфату літію LiPO_3 стає можливим отримувати іонообмінний матеріал із легкоплавкої фосфатно-нітратної системи $\text{Li}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{WO}_3-\text{MoO}_3-\text{LiNO}_3$ при значному зменшенні часу взаємодії.

Значне поліпшення технологічних умов синтезу пов'язане з особливостями фізико-хімічних процесів, що мають місце у багатокомпонентних фосфатно-вольфраматних системах, що містять оксиди вольфраму та фосфору, а також нітрати лужних металів. Процес розчинення оксидів вольфраму і молібдену (WO_3 , MoO_3), та металічного молібдену в запропонованій системі значно прискорюється завдяки введенню нітрату літію, який з фосфорвмісним компонентом утворює легкоплавку систему, що виконує роль флюсо-окисника.

Використання легкоплавкої фосфатно-нітратної системи $\text{Li}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{WO}_3-\text{MoO}_3-\text{LiNO}_3$ з подальшою обробкою продуктів взаємодії високим тиском дозволяє отримувати іонообмінний матеріал із виходом 65-75%, а реалізація пропонованих режимів додатково забезпечує отримання полікристалічного матеріалу із зрівноваженими характеристиками.

Приклад.

Змішують еквімолярну кількість триоксиду вольфраму (WO_3) (4,64 г), триоксиду молібдену MoO_3 (1,44 г) як фосфор- та літєвмісний компонент метафосфат літію - LiPO_3 (3,44 г), нітрат літію LiNO_3 (1,04 г), нагрівають отриману суміш до температури 650K, після чого до утвореного продукту додають порошок металічного молібдену в еквімолярній кількості 0,96 г та повторно нагрівають в апараті високого тиску до температури кристалізації, яка спостерігається при 1200°C та тиску 7,7 ГПа на протязі 35 хв., отриманий продукт охолоджують до кімнатної температури. В результаті проведеного експерименту отримано добре сформовані циліндричні зразки кераміки, з якої після промивання киплячою водою отримано полікристалічні зразки іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$. Загальний вихід іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ по відношенню до кристалоутворюючого компонента (WO_3) складає 70%. Використання низьких тисків - менше 5,5 ГПа призводить до значного збільшення часу взаємодії та отримання продуктів напівреакції. Верхня межа використаних тисків в даному випадку обмежена лише технічними можливостями дослідника. Витримка при температурі кристалізації дозволяє збільшити вихід основного продукту, та отримати матеріал із більш зрівноваженими характеристиками, а промивання гарячою водою призводить до розчинення надлишкової кількості нітрату літію та отримання іонообмінного матеріалу на базі $\text{Li}_{0.5}\text{MoWO}_3(\text{PO}_4)_2$ в вигляді монофазних полікристалів.