



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **38924** (13) **U**
(51) МПК
C01B 25/42 (2008.01)
C01B 25/45 (2008.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ДИФОСФАТУ НАТРІЮ-МАНГАНУ (II)

1

(21) u200810319
(22) 12.08.2008
(24) 26.01.2009
(46) 26.01.2009, Бюл.№ 2, 2009 р.
(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, UA
(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ,
UA
(57) Спосіб одержання подвійного дифосфату натрію-мангану (II), що включає перекристалізацію розплаву монокристалічної речовини, який **відрізняється** тим, що дрібно подрібнений NaPO_3 гомо-

2

генізують в платиновому тиглі протягом 1,5 години при температурі 800-850°C, одержаний розплав насичують оксидом мангану (III) до 15% мас. і гомогенізують розплав 2-3 години при перемішуванні в інтервалі температур 900-950°C, потім протягом 40 годин кристалізують отриманий розплав $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Mn}_2\text{O}_3$ шляхом пониження температури від 920°C до 750°C, одержані монокристали $\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійний безводний дифосфат натрію-мангану (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{Na}_2\text{MnP}_2\text{O}_7$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ одержаний шляхом: твердо-фазного синтезу при взаємодії карбонату калію (Na_2CO_3) з гідрофосфатом амонію $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ та оксиду мангану (II) в інтервалі температур 400-800°C.

/Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. -М.: Мир, 1987; Печковский В.В., Чудинова Н.Н. и др. Атлас инфракрасных спектров фосфатов. Двойные моно- и дифосфаты. -Москва: Наука, 1990. -350с., та синтезований з розплавів поліфосфорних кислот при взаємодії з солями натрію та мангану(III).

/Huang Q., Hwu S.J. Synthesis and characterization of three new layered phosphates, $\text{Na}_2\text{MnP}_2\text{O}_7$, $\text{NaCsMnP}_2\text{O}_7$, and $\text{NaCsMn}_{0,35}\text{Cu}_{0,65}\text{P}_2\text{O}_7$ // Inorg. Chem. -1998-37-P.5869-5874.

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється, є неможливість одержання великих монокристалів (розмірами 2-4мм) подвійного дифосфату натрію-мангану (II) за вказаною процедурою внаслідок ряду причин: наявність у складі речовини домішок у вигляді вихідних речовин, недостатні умови для кристалізації та вирощування монокристалів великих розмірів для подальшого використання чистої індивідуальної сполуки, яка відноситься до подвійних фосфатів -

неорганічних сполук з координаційною будовою та особливими електрофізичними властивостями (іонна провідність).

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний дифосфат натрію-мангану (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного дифосфату натрію-мангану (II), що включає перекристалізацію розплаву монокристалічної речовини, згідно корисної моделі мілко подрібнений NaPO_3 гомогенізують в платиновому тиглі протягом 1,5 години при температурі 800-850°C, одержаний розплав насичують оксидом мангану (III) до 15% мас., і гомогенізують розплав 2-3 години при перемішуванні в інтервалі температур 900-950°C, потім протягом 40 годин кристалізують отриманий розплав $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Mn}_2\text{O}_3$ шляхом пониження температури від 920°C до 750°C, одержані монокристали $\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном, та висушують при кімнатній температурі.

Суть корисної моделі полягає у використанні розплаву $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5$, взятого з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,0моль Na_2O - 1,0моль P_2O_5), та подальшим його насиченням Mn_2O_3 і кристалізацією.

Одержаний монокристалічний подвійний дифосфат натрію-мангану (II), який відноситься до координаційних солей за будовою аніону, загаль-

(13) **U**
(11) **38924**
(19) **UA**

ною формулою $\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ забезпечено при кристалізації розплаву $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Mn}_2\text{O}_3$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважку NaPO_3 взяту для досягнення пропорції 1,0моль Na_2O - 1,0моль P_2O_5 , перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі при 800-850°C 1,5 години. Одержаний розплав насичують оксидом мангану (III), витримують, і кристалізують. Отримують монокристали подвійного дифосфату $\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ - речовину темно-червоного кольору.

Приклад. Наважку NaPO_3 (8,0г) розтирають в агатовій ступці. Одержану механічну суміш виси-

пають в платиновий тигель об'ємом 50мл і гомогенізують протягом 1-2 годин. Одержаний розплав насичують оксидом мангану (III) (15% масових) - 1,2г і гомогенізують розплав 2-3 години при перемішуванні в інтервалі температур 900-950°C. Протягом 40 годин кристалізують отриманий розплав шляхом пониження температури від 920°C до 750°C. Одержані монокристали $\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном, та висушують при кімнатній температурі.

Загальна формула синтезованої речовини встановлена за її хімічним складом (табл.1).

Таблиця 1

Визначення хімічної формули подвійного дифосфату натрію-мангану (II)

Формула сполуки	Na_2O		MnO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{Na}_2\text{Mn}^{\text{II}}\text{P}_2\text{O}_7$	22,54	22,30	25,81	25,98	51,64	51,72

В одержаній за прикладом сполуці наявність $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону підтверджено шляхом ІЧ спектроскопії. В спектрі синтезованої сполуки добре ідентифікуються валентні симетричні та асиметричні коливання $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону у діапазоні хвильових чисел 700-1260 cm^{-1} та деформаційні коливання кристалічної ґратки в межах 420-600 cm^{-1} . Наявність дифосфатного аніону чітко визначається присутністю інтенсивних смуг поглинання в інтервалі 700-760 cm^{-1} і відповідає літературним даним. //Huang Q., Hwu S.J. Synthesis and characterization of three new layered phosphates, $\text{Na}_2\text{MnP}_2\text{O}_7$, $\text{NaCsMnP}_2\text{O}_7$, and $\text{NaCsMn}_{0,35}\text{Cu}_{0,65}\text{P}_2\text{O}_7$ // Inorg. Chem -1998. -37 -P.5869-5874.

Результати повного рентгеноструктурного аналізу (РСА) показали, що кристалографічні параметри синтезованої сполуки не відповідають

літературним даним - $\text{Na}_2\text{MnP}_2\text{O}_7$: пр. гр. $\text{P} \bar{1}$; $a=6,549\text{\AA}$ (5,316 \AA), $b=9,537\text{\AA}$ (6,580 \AA), $c=11,071\text{\AA}$ (9,409 \AA), $\alpha=64,62^\circ$ (109,7°), $\beta=79,79^\circ$ (95,3°), $\gamma=73,13^\circ$ (106,4°), в дужках наведені літературні дані, які є хибними. //Huang Q., Hwu S.J. Synthesis and characterization of three new layered phosphates, $\text{Na}_2\text{MnP}_2\text{O}_7$, $\text{NaCsMnP}_2\text{O}_7$, and $\text{NaCsMn}_{0,35}\text{Cu}_{0,65}\text{P}_2\text{O}_7$ // Inorg. Chem -1998 -37 -P.5869-5874. В літературних даних неправильно вибрано просторову комірку у якій проводились розрахунки кристалографічних параметрів.

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічної фосфатної матриці для синтезу матеріалів з особливими фізичними властивостями (іонний провідник).