



УКРАЇНА

(19) UA (11) 43933 (13) U  
(51) МПК  
C01B 25/42 (2009.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ДИФОСФАТУ НАТРІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u200903148

(22) 03.04.2009

(24) 10.09.2009

(46) 10.09.2009, Бюл.№ 17, 2009 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного дифосфату натрію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш  $\text{Na}_2\text{O}$  та  $\text{P}_2\text{O}_5$  з відповідним мольним співвідношенням для досягнення пропорції  $\text{Na}_2\text{O}$  1,0моль - 1,0моль

$\text{P}_2\text{O}_5$  розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі  $850^\circ\text{C}$ , розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію  $\text{NaF}$  (2г) та витримують при температурі  $850^\circ\text{C}$  1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1г), витримують 2 години при температурі  $900^\circ\text{C}$ , перемішують і кристалізують розплав шляхом зниження температури з  $900^\circ\text{C}$  до  $700^\circ\text{C}$  за 24 години, одержані монокристали подвійного дифосфату  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$  зеленого кольору відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель належить до хімічних сполук координаційної будови, а саме до подвійного безводного дифосфату натрію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$ .

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є полікристалічний  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$ , одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю в розплаві  $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}$  при температурі  $700-900^\circ\text{C}$ . [Петренко О.В. Синтез та дослідження подвійних фосфатів лужних металів та нікелю і кобальту (II). Дис. канд. хім. наук: 02.00.01. - К., 1997, 176с.]

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється, є неможливість одержання великих монокристалів (розмірами понад 2-4мм) подвійного безводного дифосфату натрію-нікелю (II) за вказаною процедурою внаслідок причини - 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 безводний дифосфат натрію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного

дифосфату натрію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, згідно корисній моделі механічну суміш  $\text{Na}_2\text{O}$  та  $\text{P}_2\text{O}_5$  з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції  $\text{Na}_2\text{O}$  1,0моль - 1,0моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при  $850^\circ\text{C}$ , розплав насичують, при перемішуванні, фторидом натрію  $\text{NaF}$  (2г) та витримують при  $850^\circ\text{C}$  1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1г), витримують 2 години при температурі  $900^\circ\text{C}$ , перемішують і кристалізують розплав шляхом зниження температури з  $900^\circ\text{C}$  до  $700^\circ\text{C}$  за 24 години, одержані монокристали подвійного дифосфату  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$  зеленого кольору відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержання монокристалічного подвійного безводного дифосфату натрію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного аніону, загальної формули  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$ , забезпечено кристалізацією розплаву  $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}-\text{NaF}$ .

Синтез виконують в наступному порядку. Наважку  $\text{NaPO}_3$  (взяту для досягнення пропорції 1,0моль  $\text{Na}_2\text{O}$  - 1,0моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі при  $800-850^\circ\text{C}$  1 годину. Одержаний розплав насичують фторидом натрію  $\text{NaF}$  (2г) та витримують при  $850^\circ\text{C}$  1 годину, далі насичують оксидом ніке-

(13) U  
(11) 43933  
(19) UA

лю (II) (1г), витримують 2 години 900°C, перемішують і кристалізують розплав шляхом зниження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дифосфату  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$  - зеленого кольору.

Приклад. Наважку  $\text{NaPO}_3$  (8,0г) розтирають в агатовій ступці. Одержану механічну суміш висипають в платиновий тигль об'ємом 50мл і гомогенізують протягом 1 години при 850°C. Одержаний

розплав насичують фторидом натрію NaF (2г) та витримують при 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1г), витримують 2 години 900°C, перемішують, і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного дифосфату  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$  - зеленого кольору.

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

Таблиця 1

Визначення хімічної формули подвійного дифосфату натрію-нікелю (II)

Формула сполуки	$\text{Na}_2\text{O}$		$\text{NiO}$		$\text{P}_2\text{O}_5$	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$	22,22	21,93	26,88	27,14	50,89	50,04

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 хвилових чисел 700-1260 $\text{cm}^{-1}$  та деформаційні коливання кристалічної ґратки в межах 420-600 $\text{cm}^{-1}$  (табл. 2).

Таблиця 2

Дані ІЧ-спектроскопічних досліджень ( $\text{cm}^{-1}$ )

Віднесення частот	Формула сполуки
	$\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$
$\tau(\text{PO}_3)$	465 сл.
колив. решітки	495 ср.
$\delta_s$	545 с.
P-O	575 с.
$\delta_{as}$	590 пл.
+	615 пл.
$\nu \text{ MO}$	
$\nu_s \text{ P-O-P}$	730 ср.
$\nu_{as} \text{ P-O-P}$	880 с. 920 ср. 960 с.
$\nu_s \text{ PO}_4$	
$\nu_{as} \text{ PO}_4$	
$\nu_s \text{ PO}_2$	1005 ср. 1050 с.
$\nu_{as} \text{ PO}_2$	1160 о.с. 1210 ср.

с. - сильне, о.с. - особливо сильне, сл. - слабе, ср. - середнє, пл. - плече.

Результати повного рентгенофазового показали, що кристалографічні параметри синтезованої сполуки відповідають літературним даним -  $\text{Na}_2\text{NiP}_2\text{O}_7$  (пр. гр. P1;  $a=6,390 \text{ \AA}$ ,  $b=9,327 \text{ \AA}$ ,  $c=10,862 \text{ \AA}$ ;  $\alpha=64,62^\circ$ ,  $\beta=80,15^\circ$ ,  $\gamma=73,60^\circ$ ).

[Петренко О.В. Синтез та дослідження подвійних фосфатів лужних металів та нікелю і кобальту (II). Дис. канд. хім. наук: 02.00.01. - К., 1997, 176с.]

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись як неорганічна фосфатна матриця для синтезу матеріалів з особливими фізичними властивостями (іонний провідник).