



УКРАЇНА

(19) UA (11) 51432 (13) U
(51) МПК
C01B 25/42 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ОРТОФОСФАТУ ЛІТІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u201002112

(22) 26.02.2010

(24) 12.07.2010

(46) 12.07.2010, Бюл.№ 13, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, ПЕТРЕНКО ОЛЬГА ВАСИЛІВНА

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного ортофосфату літію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш LiPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, з відповідним мольним спів-

відношенням для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 2,0 моль P_2O_5 , розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом літію LiF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного ортофосфату LiNiPO_4 відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного ортофосфату літію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули LiNiPO_4 .

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є LiNiPO_4 , одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю (II) в розплавах системи $\text{Li}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}$ при температурі 700-900 °С. [Петренко О.В. Синтез та дослідження подвійних фосфатів лужних металів та нікелю і кобальту (II). Дис. канд. хім. наук: 02.00.01. - К., 1997, 176 с.].

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється є неможливість одержання великих монокристалів (розмірами понад 4 мм) подвійного безводного ортофосфату літію-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.

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний безводний ортофосфат літію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою аніону.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у спосіб одержання подвійного ортофосфату літію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристаліч-

них речовин, згідно корисної моделі механічну суміш Li_2O та P_2O_5 з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 2,0 моль P_2O_5) розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом літію LiF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного ортофосфату LiNiPO_4 відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний ортофосфат літію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою ортофосфатного аніону, загальної формули LiNiPO_4 , забезпечено кристалізацією розплаву $\text{Li}_2\text{O} - \text{P}_2\text{O}_5 - \text{NiO} - \text{LiF}$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки LiPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом літію LiF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900

(19) UA (11) 51432 (13) U

°С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години. Отримують монокристали подвійного ортофосфату LiNiPO_4 .

Приклад. Наважки LiPO_3 (4,38 г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (5,85 г) (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль Li_2O - 2,0 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при

перемішуванні фторидом літію LiF (2 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,5 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години. Отримують монокристали подвійного ортофосфату LiNiPO_4 .

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	Li_2O		NiO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
LiNiPO_4	9,32	10,29	46,59	45,91	44,09	43,80

ІЧ-спектр сполуки LiNiPO_4 має характеристичні смуги поглинання $\nu_{\text{s, as}} \text{POP}$ та $\nu_{\text{s, as}} \text{PO}_4$, властиві відповідним фосфатним іонам (табл. 2). [Атлас инфракрасных спектров фосфатов. Двойные моно- и дифосфаты (под ред. И.В. Тананаева). - М.: Наука, 1990.].

Таблиця 2

ІЧ-спектр синтезованого фосфату (cm^{-1})

Частоти	LiNiPO_4
$\tau (\text{PO}_3)$ колив. гратки	470 ср.
δ_{s} P-O	515 ср.
δ_{as}	550 пл.
+	580 ср.
ν_{MO}	645 ср.

$\nu_{\text{s}} \text{P-O-P}$	
$\nu_{\text{as}} \text{P-O-P}$	
$\nu_{\text{s}} \text{PO}_4$	970 пл.
$\nu_{\text{as}} \text{PO}_4$	1055 с.
$\nu_{\text{s}} \text{PO}_2$	1105 пл.
$\nu_{\text{as}} \text{PO}_2$	1150 пл.

Результати рентгенофазового аналізу та електронні спектри дифузного відбиття синтезованого фосфату показали, що сполука відповідає літературним даним. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. - М.: Мир, 1987].

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості резистивного матеріалу.