



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53157 (13) U
(51) МПК
C01B 25/42 (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ПІРОДИОРТОФОСФАТУ НАТРІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u201003786

(22) 02.04.2010

(24) 27.09.2010

(46) 27.09.2010, Бюл. № 18, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, НАГО-
РНИЙ ПАВЛО ГРИГОРОВИЧ, КОПІЛЕВИЧ ВОЛО-
ДИМИР АБРАМОВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУР-
СІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ(57) Спосіб одержання подвійного піродіортофос-
фату натрію-нікелю (II), що включає використання
розплаву механічної суміші полікристалічних ре-
човин, який **відрізняється** тим, що механічну су-
міш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, з відповідним мольним

співвідношенням для досягнення пропорції 1,0 моль Na_2O - 1,2 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 натрію NaF (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 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 піродіортофосфату $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$ червоного кольору відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного піродіортофосфату натрію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$.

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$, одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю (II) в розплав системі $\text{Ma}20\text{-P}305\text{-N}0$ 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, 176с.].

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

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний безводний піродіортофосфату натрію-нікелю (II), що

відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та ортофосфатного аніонів.

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного піродіортофосфату натрію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш Na_2O та P_2O_5 з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1 моль Na_2O - 1,2 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 натрію NaF (2,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 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 піродіортофосфату $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$ відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний піродіортофосфату натрію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою дифосфатного та ортофосфатного аніонів, загальної формули $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$, забезпечено кристалізацією розплаву $\text{Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-NiO-NaF}$.

(19) UA (11) 53157 (13) U

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, (взяті для досягнення пропорції 1 моль Na_2O - 1,2 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850°C , розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2,0 г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 г), витримують 2 години при температурі 900°C , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного піродіортофосфату $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$.

Приклад. Наважки NaPO_3 (7,98 г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (1,78 г) (взяті для досягнення пропорції 1 моль

Na_2O - 1,2 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850°C , розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2,0 г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0 г), витримують 2 години при температурі 900°C , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години. Отримують монокристали подвійного піродіортофосфату $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$.

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	Na_2O		NiO		P_2O_5	
	розр.	Одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$	19,60	20,01	35,50	35,92	44,90	44,07

В одержаній за прикладом сполуці наявність $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніона підтверджено методом ІЧ-спектроскопії (табл. 2.).

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання в ІЧ-спектрі $\text{Na}_4\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$ (cm^{-1})

Віднесення частот	Смуги поглинання
$\nu_s \text{ P-O-P}$	720 с.
$\nu_{as} \text{ PO}_2$	940 с.
$\nu_s \text{ PO}_2$	1080 с.
	1140 с.
	1230 пл.

С.- сильна, ср.- середня, пл.- плече.

Таким чином, на ІЧ-спектрі подвійного піродіортофосфату натрію-нікелю (II) спостерігаються смуги поглинання - коливання характерні $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ аніону і доводять присутність дифосфатної групи в складі синтезованої сполуки.

Результати рентгенофазового аналізу та електронні спектри дифузного відбиття показали

що нікель в складі сполуки має ступінь окислення (II) і відповідає літературним даним. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений.-М.: Мир, 1987].

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічного барвника (пігменту).