



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53163 (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 ТРИМЕТАФОСФАТУ НАТРІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

(21) u201003792

(22) 02.04.2010

(24) 27.09.2010

(46) 27.09.2010, Бюл.№ 18, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, КОР-  
НІЄНКО ЗОЯ ІВАНІВНА, НАГОРНИЙ ПАВЛО ГРИ-  
ГОРОВИЧ, КОПІЛЕВИЧ ВОЛОДИМИР АБРАМО-  
ВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУР-  
СІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ(57) Спосіб одержання подвійного триметафосфа-  
ту натрію-нікелю (II), що включає використання  
розплаву механічної суміші полікристалічних ре-  
човин, який **відрізняється** тим, що механічну су-  
міш  $\text{NaPO}_3$  та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , з відповідним мольним

2

співвідношенням для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Na}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ , розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію  $\text{NaF}$  (1,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1,0 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 триметафосфату  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$  відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного триметафосфату натрію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$ .

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$ , одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю (II) в розплавах системи  $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}$  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, 176с.].

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

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

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного триметафосфату натрію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш  $\text{Na}_2\text{O}$  та  $\text{P}_2\text{O}_5$  з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Na}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) розтирають в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію  $\text{NaF}$  (1,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1,0 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 триметафосфату  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$  відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний триметафосфату натрію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою аніону, загальної формули  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$ , забезпечено кристалізацією розплаву  $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}-\text{NaF}$ .

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки  $\text{NaPO}_3$  та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Na}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), перемішують в агатовій ступці до однорідного ста-

(13) U  
(11) 53163  
(19) UA

ну. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850 °С, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (1,0 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1,0 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години. Отримують зелені монокристали подвійного триметафосфату  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$ .

Приклад. Наважки  $\text{NaPO}_3$  (5,30 г) та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  (5,98 г) (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Na}_2\text{O}$  - 2,0 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), 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 натрію NaF (1 г) та витримують при температурі 850 °С 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (1,0 г), витримують 2 години при температурі 900 °С, перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900 °С до 700 °С за 24 години. Отримують монокристали подвійного триметафосфату  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$ .

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

| Формула сполуки              | $\text{Na}_2\text{O}$ |        | $\text{NiO}$ |        | $\text{P}_2\text{O}_5$ |        |
|------------------------------|-----------------------|--------|--------------|--------|------------------------|--------|
|                              | розр.                 | одерж. | розр.        | одерж. | розр.                  | одерж. |
| $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$ | 9,87                  | 10,06  | 23,88        | 24,12  | 66,25                  | 65,82  |

ІЧ-спектр сполуки  $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$  має характеристичні смуги поглинання  $\nu_{\text{s,as}}$  PO<sub>3</sub>, 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 ( $\text{cm}^{-1}$ )

| Віднесення частот                 | Формула сполуки                                     |
|-----------------------------------|---|
|                                   | $\text{NaNi}(\text{PO}_3)_3$                        |
| $\delta_{\text{s}}$<br>P-O        | 520 ср.<br>535 ел.                                  |
| $\delta_{\text{as}}$<br>+         | 560 ел.   |
| $\nu_{\text{MO}}$                 | 595 ср.   |
| $\nu_{\text{s}}$ P-O-P            | 740 ср.<br>750 ср.<br>770 ср.                       |
| $\nu_{\text{as}}$ P-O-P           | 810 ср.<br>910 ср.<br>940 пл.<br>1030с.<br>1070 ср. |
| $\nu_{\text{as}}$ PO <sub>2</sub> | 1160 о.с.,<br>1265 о.с.                             |

Результати рентгенофазового аналізу та електронні спектри дифузного відбиття синтезованого фосфату показали, що нікель в складі сполуки має ступінь окиснення (II), що відповідає літературним даним. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений.- М.: Мир, 1987].

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