



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53169 (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 ОРТОСФАТУ НАТРІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u201003798

(22) 02.04.2010

(24) 27.09.2010

(46) 27.09.2010, Бюл.№ 18, 2010 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, НАГОРНИЙ ПАВЛО ГРИГОРОВИЧ, КОПІЛЕВИЧ ВОЛОДИМИР АБРАМОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання подвійного ортофосфату натрію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, з відповідним мольним спів-

відношенням для досягнення пропорції 1,0 моль Na_2O - 1,6 моль P_2O_5 , розтирають 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 (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0г), витримують 2 години при температурі 900°C , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години, одержані монокристали подвійного ортофосфату NaNiPO_4 відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Корисна модель відноситься до хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійного безводного ортофосфату натрію-нікелю (II) у твердому монокристалічному стані загальної формули NaNiPO_4 .

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є NaNiPO_4 , одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю (II) в розплавах системи $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}$ при температурі $700-900^\circ\text{C}$. [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 4мм) подвійного безводного ортофосфату 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 ортофосфат натрію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою аніону.

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

ортофосфату 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 1,0 моль Na_2O - 1,6 моль P_2O_5) розтирають 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 (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0г), витримують 2 години при температурі 900°C , перемішують і кристалізують розплав шляхом пониження температури з 900°C до 700°C за 24 години, одержані монокристали подвійного ортофосфату NaNiPO_4 відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

Одержаний твердий полікристалічний подвійний ортофосфат натрію-нікелю (II), що відноситься до координаційних солей за будовою ортофосфатного аніону, загальної формули NaNiPO_4 , забезпечено кристалізацією розплаву $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{NiO}-\text{NaF}$.

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки NaPO_3 та NH_4PO_4 (взяті для досягнення пропорції 1,0 моль Na_2O - 1,6 моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в плати-

(19) UA (11) 53169 (13) U

новому тиглі 1 годину при температурі 850°C, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2,0г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0г), 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 ортофосфату NaNiPO_4 .

Приклад. Наважки NaPO_3 (6,39г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (4,29г) (взяті для досягнення пропорції 1,0моль Na_2O - 1,6моль P_2O_5), перемішують в агатовій сту-

пці до однорідного стану. Одержану механічну суміш прожарюють в платиновому тиглі 1 годину при температурі 850°C, розплав насичують при перемішуванні фторидом натрію NaF (2г) та витримують при температурі 850°C 1 годину, далі насичують оксидом нікелю (II) (2,0г), 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 ортофосфату NaNiPO_4 .

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.
NaNiPO_4	17,51	17,22	42,37	42,43	40,12	40,35

ІЧ-спектр сполуки NaNiPO_4 має характеристичні смуги поглинання $\nu_{s,as}$ POP та $\nu_{s,as}$ 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	NaNiPO_4
τ (PO_3) колив. ґратки	470ср.
δ_s P-O	515ср.
δ_{as}	550пл.
+ ν_{MO}	580ср.
ν_s P-O-P	645ср.
ν_{as} P-O-P	
ν_s PO_4	970пл.
ν_{as} PO_4	1055с.
ν_{as} PO_2	1105пл.
ν_{as} PO_2	1150пл.

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.