



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53173 (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 ЛІТІЮ-НІКЕЛЮ (II)

1

2

(21) u201003802

(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 піродіортофос-  
фату літію-нікелю (II), що включає використання  
розплаву механічної суміші полікристалічних ре-  
човин, який **відрізняється** тим, що механічну су-  
міш  $\text{LiPO}_3$  та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , з відповідним мольним

співвідношенням для досягнення пропорції 1,0 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 1,1 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 літію  $\text{LiF}$  (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 750 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного піродіортофосфату  $\text{Li}_2\text{Ni}_4(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$  відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

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

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є  $\text{Li}_2\text{Ni}_4(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$ , одержаний шляхом взаємодії оксиду нікелю (II) в розплавах системи  $\text{B}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Na}_2\text{O}$  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 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 двох аніонів.

Корисною моделлю ставиться завдання одержати у монокристалічному стані подвійний безводний піродіортофосфату літію-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 літію-нікелю (II), що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно корисної моделі механічну суміш  $\text{Li}_2\text{O}$  та  $\text{P}_2\text{O}_5$  з відповідним мольним співвідношенням (для досягнення пропорції 1 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 1,1 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 літію  $\text{LiF}$  (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 750 °С за 24 години, одержані монокристали подвійного піродіортофосфату  $\text{Li}_2\text{Ni}_4(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$  відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

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

Синтез виконують в наступному порядку. Наважки  $\text{LiPO}_3$  та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , (взяті для досягнення пропорції 1 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 1,1 моль  $\text{P}_2\text{O}_5$ ), перемішу-

(19) UA (11) 53173 (13) U

ють 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 (2,0 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 750 °С за 24 години. Отримують монокристали подвійного піродиортофосфату  $\text{Li}_2\text{Ni}_4(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$ .

Приклад. Наважки  $\text{LiPO}_3$  (7,38 г) та  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  (0,98 г) (взяті для досягнення пропорції 1 моль  $\text{Li}_2\text{O}$  - 1,1 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 літію LiF (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 750 °С за 24 години. Отримують монокристали подвійного піродиортофосфату  $\text{Li}_2\text{Ni}_4(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$ .

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

Таблиця 1

Дані кількісного хімічного аналізу отриманої сполуки (% мас.)

Формула сполуки	$\text{Li}_2\text{O}$		$\text{NiO}$		$\text{P}_2\text{O}_5$	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{Li}_2\text{Ni}_4(\text{PO}_4)_2(\text{P}_2\text{O}_7)$	4,90	4,57	48,85	48,31	46,25	46,11

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

Таблиця 2

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

$\tau(\text{PO}_3)$ колив. решітки	445 ел.
$\delta_s \text{ P-O}$ $\delta_{as}$ $+ \nu \text{ MO}$	510сл., 555пл., 630пл.
$\nu_s \text{ P-O-P}$	715 ел., 740с.
$\nu_{as} \text{ P-O-P}$	940 ел. 960 ср.
$\nu_s \text{ PO}_4$ $\nu_{as} \text{ PO}_4$	1020 ел., 1040 с. 1090 пл., 1110 ел.
$\nu_{as} \text{ PO}_2$	* 1290 ср.

С.- сильна, ср.- середня, пл.- плече.

Таким чином, на ІЧ-спектрі подвійного піродиортофосфату літію-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 окиснення (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 термостійкого матеріалу, так як плавиться при температурі 1365 °С