



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38923 (13) U

(51) МПК

C01B 25/42 (2008.01)

C01B 25/45 (2008.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОДВІЙНОГО ТРИМЕТАФОСФАТУ НАТРІЮ-МАНГАНУ(II)

1

2

(21) u200810317

(22) 12.08.2008

(24) 26.01.2009

(46) 26.01.2009, Бюл.№ 2, 2009 р.

(72) ЛАВРИК РУСЛАН ВОЛОДИМИРОВИЧ, UA

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ АГРАРНИЙ УНІВЕРСИТЕТ,
UA(57) Спосіб одержання подвійного триметафосфату натрію-мангану(II), що включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, який відрізняється тим, що механічну суміш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції

1,0моль NaSO - 2моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють 1,5 години в платиновому тиглі при температурі $750-850^\circ\text{C}$, розплав насичують оксидом мангану(III) 10-15% мас., і при перемішуванні, гомогенізують розплав 2-3 години в інтервалі температур $800-920^\circ\text{C}$, потім протягом 24 годин кристалізують отриманий розплав $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Mn}_2\text{O}_3$ шляхом пониження температури від 920°C до 750°C , одержані монокристали $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном та висушують при кімнатній температурі.

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

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що передбачається, є полікристалічний $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$, одержаний шляхом взаємодії оксиду мангану (IV) в розплаві поліфосфорних кислот та солей лужного металу в інтервалі температур $400-500^\circ\text{C}$. [Чудінова Н.Н., Мурашова Е.В., Захарова Б.С. Новые конденсированные фосфаты марганца и некоторых других металлов //Журн. неорг. химии.- 1998.- Т.43, №6- С.885-889].

Недоліком найближчого аналогу стосовно об'єкту, що заявляється, є неможливість одержання монокристалів подвійного безводного триметафосфату натрію-мангану (II) за вказаною процедурою внаслідок ряду причин: наявність у складі речовини домішок у вигляді вихідних речовин, недостатні умови для одержання чистих великих за розмірами монокристалів індивідуальної сполуки, яка відноситься до фосфатів - неорганічних сполук з координаційною будовою.

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

Поставлене корисною моделлю завдання досягається тим, що у способі одержання подвійного триметафосфату натрію-мангану (II), який включає використання розплаву механічної суміші монокристалічних речовин, згідно корисній моделі, механічну суміш NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції 1,0моль Na_2O - 2моль P_2O_5), перемішують в агатовій ступці до однорідного стану, одержану механічну суміш прожарюють 1,5 години в платиновому тиглі при температурі $750-850^\circ\text{C}$, розплав насичують оксидом мангану (III) 10-15% мас., і при перемішуванні гомогенізують розплав 2-3 години в інтервалі температур $800-920^\circ\text{C}$, потім протягом 24 годин кристалізують отриманий розплав $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Mn}_2\text{O}_3$ шляхом пониження температури від 920°C до 750°C , одержані монокристали $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном, та висушують при кімнатній температурі.

Суть способу полягає у використанні розплаву $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5$, взятих з відповідним вихідним співвідношенням (для досягнення пропорції 1моль Na_2O - 2моль P_2O_5), та подальшим його насиченням Mn_2O_3 і кристалізацією.

Одержаний монокристалічний подвійний триметафосфат натрію-мангану (II), який відноситься до координаційних солей за будовою поліфосфатного іону, загальною формулою $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$, забезпечено при кристалізації розплаву $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Mn}_2\text{O}_3$.

(13) U

(11) 38923

(19) UA

Синтез виконують в наступному порядку. Наважку NaPO_3 та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ прожарюють в платиновому тиглі при 850°C 1 годину. Одержаний розплав насичують оксидом мангану (III), витримують і кристалізують. Отримують монокристали $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$ - речовину рожевого кольору.

Приклад.

Наважку NaPO_3 (5,3г) та $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (5,98г) (для досягнення мольного співвідношення $1\text{Na}_2\text{O}-2\text{P}_2\text{O}_5$ розтирають в агатовій ступці та висипають в платиновий тигель об'ємом 50мл і гомогенізують протягом 1-2 години. Одержаний розплав насичують

оксидом мангану (III) (10-15% масових) - 1,2г і гомогенізують розплав 2-3 години при перемішуванні в інтервалі температур $800-920^\circ\text{C}$. Протягом 24 годин кристалізують отриманий розплав шляхом пониження температури від 920°C до 750°C . Одержані монокристали $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$ відмивають розведеною соляною кислотою, промивають водою, ацетоном, та висушують при кімнатній температурі.

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

Таблиця 1

Визначення хімічної формули подвійного триметафосфату натрію-мангану (II)

Формула сполуки	Na_2O		MnO		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
$\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$	9,84	9,91	22,54	22,57	67,62	67,52

В одержаній за прикладом сполуці наявність PO_3^- аніону підтверджено методом ІЧ спектроскопії (табл.2.), що відповідає літературним даним. //Чудинова Н.Н., Мурашова Е.В., Захарова Б.С.

Новые конденсированные фосфаты марганца и некоторых других металлов //Журн. неорг. химии.- 1998.- Т. 43, №6.

Таблиця 2

ІЧ-спектр сполуки (cm^{-1})

Віднесення частот	Формула сполуки
	$\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$
$\tau(\text{PO}_3)$ колив. ґратки	455 ср. 470 ср. 480 ср. 490 ср.
δ_s P-O δ_{as} + νMO	540 пл. 550 сл. 560 ср. 585 ср.
ν_s P-O-P	700 сл. 720 ср. 730 сл. 745 ср. 770 ср. 800 с.
ν_{as} P-O-P	930с. 973 ср.
$\nu_s\text{PO}_4$ $\nu_{as}\text{PO}_4$	
$\nu_s\text{PO}_2$	1045 с. 1095 с.
$\nu_{as}\text{PO}_2$	1138 с. 1166 с. 1260 о.с.

с. - сильне, о.с. - особливо сильне,
сл. - слабке, ср.- середнє, пл.- плече.

Склад та будову синтезованого $\text{NaMn}(\text{PO}_3)_3$ підтверджено методом повного рентгеноструктур-

ного аналізу (PCA): ромбічна сингонія, $\text{P}2_12_12_1$; $a=14,446\text{\AA}$, $b=14,463\text{\AA}$, $c=14,522\text{\AA}$. При цьому

отримані дані дещо відрізняються від літературних. //Чудинова Н.Н., Мурашова Е.В., Захарова Б.С. Новые конденсированные фосфаты марганца и некоторых других металлов //Журн. неорг. химии- 1998- Т. 43, №6- С.885-889.

Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись в якості неорганічної фосфатної матриці для синтезу матеріалів з особливими електрофізичними властивостями (резистивний матеріал).