



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **83160**

(13) **U**

(51) МПК

C01B 25/42 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 03446**

(22) Дата подання заявки: **20.03.2013**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **27.08.2013**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **27.08.2013, Бюл.№ 16**

(72) Винахідник(и):

**Лаврик Руслан Володимирович (UA),
Нагорний Павло Григорович (UA),
Копілевич Володимир Абрамович (UA)**

(73) Власник(и):

**НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
БІОРЕСУРСІВ І
ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ,
вул. Героїв Оборони, 15, м. Київ-41, 03041
(UA)**

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПІРОФОСФАТУ ТИТАНУ (IV)

(57) Реферат:

Спосіб одержання пірофосфату титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули TiP_2O_7 включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин. Механічну суміш $Na_2P_4O_{11}$ розтирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигль (фарфоровий тигль) об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години при температурі 850 °C, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (5 % мас.) і витримують при температурі 900 °C 2 години та кристалізують в інтервалі 900-700 °C протягом 24 годин, відмивають водою одержані монокристали, висушують при кімнатній температурі.

UA 83160 U

Корисна модель належить до хімічних сполук координаційної будови, а саме пірофосфат титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули TiP_2O_7 .

Найбільш близьким аналогом є спосіб одержання пірофосфату титану (IV), одержаного шляхом твердофазного синтезу. [Volenkle H. Wittmann A., Novotny H. Uber Diphosphate vom TiP_2O_7 // Monatsch. Chem.-1963. - Т. 94. - № 5.- р. 956-963].

В основу корисної моделі поставлена задача створити спосіб одержання пірофосфату титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули TiP_2O_7 , що відноситься до координаційних солей за будовою пірофосфатного аніону.

Поставлена задача вирішується тим, що одержання пірофосфату титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули TiP_2O_7 , що включає в себе використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно з корисною моделлю, механічну суміш $\text{Na}_2\text{P}_4\text{O}_{11}$ розтирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигль (фарфоровий тигль) об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години при температурі 850 °С, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (5-7 % мас.) і витримують при температурі 900 °С 2 години та кристалізують в інтервалі 900-700 °С протягом 24 годин, відмивають водою одержані кубічні кристали, висушують при кімнатній температурі.

Синтез виконують в наступному порядку. Готують розплави системи $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{TiO}_2$ (мольні співвідношення $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ від 0,5 до 0,7 моль), концентрація оксиду TiO_2 у вихідних сплавах системи залишалась постійною - 5 %. Розплави гомогенізують при температурі 850 °С 1-2 години і витримують при температурі 900 °С 2 години та кристалізують в інтервалі 900-700 °С протягом 24 годин, відмивають водою одержані фази, висушують при кімнатній температурі.

Приклад. Наважку $\text{Na}_2\text{P}_4\text{O}_{11}$ (9,5 г) розтирають в агатовій ступці. Одержану механічну суміш висипають в платиновий тигль (фарфоровий тигль) об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години при температурі 850 °С, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (5 % мас.) і витримують при температурі 900 °С 2 години та кристалізують в інтервалі 900-700 °С протягом 24 годин, відмивають водою одержані кристали, висушують при кімнатній температурі.

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

Таблиця 1

Визначення хімічної формули пірофосфату титану (IV) TiP_2O_7

Формула сполуки	M_2O		TiO_2		P_2O_5	
	розр.	одерж.	розр.	одерж.	розр.	одерж.
TiP_2O_7	-	-	36,04	36,47	63,96	64,04

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

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання	в ІЧ-спектрі (cm^{-1})
Віднесення частот	TiP_2O_7
$\delta_s(\text{PO}_3)$ колив. ґратки	415 сл.
	440 сл.
	470 сл.
$\delta_s\text{P}-\text{O}$ $\delta_{as}+\nu \text{MO}$	515 ср.
	590 ср.
	610 пл.
$\nu_s \text{PO}_4^{3-}$ $\nu_{as} \text{PO}_4^{3-}$	1035 с.
	1100 пл.
$\nu_s \text{PO}_2$	1160 с.
	1180 пл.
$\nu_{as} \text{PO}_2$	1200 ср.

Для підтвердження наявності титану (IV) у складі виділеного фосфату було проаналізовано електронні спектри дифузного відбиття. Для фосфатів титану (IV) притаманні переходи між розщепленими компонентами $^5\text{E}_g \rightarrow ^5\text{T}_{2g}$ (смуги поглинання в інтервалі 15000-16000 cm^{-1}), а

переходи при більш високих енергіях ($28000-30000\text{ см}^{-1}$) відповідають смугам переносу заряду. Віднесення смуг поглинання в електронних спектрах дифузного відбиття синтезованого фосфату узгоджується з літературними даними. [Ливер Э. Электронная спектроскопия неорганических соединений. - М: Мир, 1987].

- 5 Проведені дослідження показали, що отримана сполука може використовуватись як терморезистивний матеріал.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 10 Спосіб одержання пірофосфату титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули TiP_2O_7 , що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш $\text{Na}_2\text{P}_4\text{O}_{11}$ розтирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигль (фарфоровий тигль) об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години при температурі $850\text{ }^\circ\text{C}$, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (5 % мас.) і витримують при температурі $900\text{ }^\circ\text{C}$ 2 години та кристалізують в інтервалі $900-700\text{ }^\circ\text{C}$ протягом 24 годин, відмивають водою одержані монокристали, висушують при кімнатній температурі.

Комп'ютерна верстка С. Чулій

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601