



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 92887

(13) U

(51) МПК

C01B 25/42 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2014 03205	(72) Винахідник(и): Лаврик Руслан Володимирович (UA), Нагорний Павло Григорович (UA), Копілевич Володимир Абрамович (UA), Петренко Ольга Василівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 31.03.2014	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.09.2014	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.09.2014, Бюл.№ 17	(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ, вул. Героїв Оборони, 15, м. Київ-41, 03041 (UA)

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ТРИОРТОФОСФАТУ НАТРІЮ-ТИТАНУ (IV)

(57) Реферат:

Спосіб одержання подвійного триортофосфату натрію-титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$ включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин. Механічну суміш NaPO_3 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ розтирають в агатовій ступці, висипають у фарфоровий тигель об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години за температури 900 °С. Одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (18 % мас.), витримують 2 години при температурі 950 °С та кристалізують в інтервалі 1000-800 °С протягом 24 годин. Одержані кристали відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.

UA 92887 U

Корисна модель належить до нових хімічних сполук координаційної будови, а саме подвійний триортофосфат натрію-титану (IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$.

Найбільш близьким за хімічною суттю є спосіб одержання подвійного триортофосфат рубідію-титану (IV) $\text{RbTi}_2(\text{PO}_4)_3$, одержаний шляхом твердофазного синтезу. [Bhattacharyya R. The electronic spectra of the quinoline N-oxide adduct of oxovanadium (IV) chloride. // J. Indian Chem. Soc. - 1974. - Т. 51. - № 6. - Р. 625-629].

В основу корисної моделі поставлена задача створити спосіб одержання подвійного триортофосфату натрію-титану (IV) у твердому полікристалічному стані загальної формули $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$, що належить до координаційних солей за будовою триортофосфатного аніону.

Поставлена корисною моделлю задача вирішується тим, що у способі одержання триортофосфату натрію-титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$, що включає в себе використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, згідно з корисною моделлю, механічну суміш NaPO_3 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ розтирають в агатовій ступці, висипають в платиновий тигель (фарфоровий тигель) об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 годин при температурі 900 °С, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (18-20 % мас.) і витримують при температурі 950 °С 2 години та кристалізують в інтервалі 1000-800 °С протягом 24 годин, відмивають водою одержані 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 1,2 до 1,66 моль), концентрація оксиду TiO_2 у вихідних сплавах системи залишалась постійною - 18 %. Розплави гомогенізують при температурі 900 °С 1-2 години і витримують при температурі 950 °С 2 години та кристалізують в інтервалі 1000-800 °С протягом 24 годин, відмивають водою одержані фази, висушують при кімнатній температурі.

Приклад. Наважку NaPO_3 (6,53 г) та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (2,75 г) розтирають в агатовій ступці. Одержану механічну суміш висипають в платиновий тигель (фарфоровий тигель) об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години при температурі 900 °С, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (18 % мас.) і витримують при температурі 950 °С 2 години та кристалізують в інтервалі 1000-800 °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 подвійного триортофосфату натрію-титану (IV) $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$.

Формула сполуки	M_2O		TiO_2		P_2O_5	
	розн.	одерж.	розн.	одерж.	розн.	одерж.
$\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$	11,20	11,35	40,71	39,77	48,09	48,41

В одержаній за прикладом сполуці наявність PO_4^{3-} аніону підтверджено шляхом ІЧ-спектроскопії (табл.2.).

Таблиця 2

Віднесення смуг поглинання в ІЧ-спектрі (cm^{-1})

Віднесення частот	$\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$
$\bar{\delta}_s (\text{PO}_3)$ коливан. ґратки	410сл.
	440сл.
	475сл.
$\bar{\delta}_s \text{ P-O}$ $\bar{\delta}_{as} + \nu \text{MO}$	515ср.
	590ср.
	615пл.
$\nu_{as} \text{ PO}_4^{3-}$	1035с.
$\nu_{as} \text{ PO}_4^{3-}$	1105пл.

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 подвійного триортофосфату натрію-титану (IV) у твердому монокристалічному стані загальної формули $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$, що включає використання розплаву механічної суміші полікристалічних речовин, який **відрізняється** тим, що механічну суміш NaPO_3 та $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ розтирають в агатовій ступці, висипають у фарфоровий тигель об'ємом 100 мл і гомогенізують протягом 1-2 години за температури $900\text{ }^\circ\text{C}$, одержаний розплав насичують - додають TiO_2 (18 % мас.), витримують 2 години при температурі $950\text{ }^\circ\text{C}$ та кристалізують в інтервалі $1000-800\text{ }^\circ\text{C}$ протягом 24 годин, одержані кристали відмивають водою та висушують при кімнатній температурі.
- 15

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

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