

1987 р. Перепелиця О. П., Ищенко В.М., Фоменко В.В.

1987 г. Перепелица А. П., Ищенко В.Н., Фоменко В.В.

1987 у. Perepelitsya A. P., Ischenko V.M., Fomenko V.V.

Авт. св. СРСР № 1327454 на „Спосіб одержання молибдатів (Мо (IV)) літію і р.з.е.“, опубл. 01.04.1987 р. (не підлягає опублікуванню у відкритому друці)

Авт. св. СССР №1327454 на „Способ получения молибдатов (Мо (IV)) лития и р.з.э.“, опубл. 01.04.1987 г. (не подлежит опубликованию в открытой печати)

Aut. sert. USSR №1327454 for “Method of preparation of molibdates (Mo (IV)) of lithium and r.e.e.”, publ. 01.04.1987 (no publishing in open press)

Ключові слова: спосіб, одержання, молибдати (Мо (IV)), літій, РЗЕ.

Ключевые слова: способ, получение, молибдаты (Мо (IV)), литий, РЗЭ.

Keywords: method, preparation, molibdates (Mo (IV)), lithium, r.e.e..

Описание изобретения к авторскому к авторскому свидетельству

Способ получения молибдатов (IV) лития и редкоземельных элементов

Изобретение относится к способам получения каталитически активных оксидных материалов, которые могут быть использованы в процессе изготовления анодов топливных элементов, полупроводников и т.п.

Известен способ получения таких материалов на основе оксидов металлов третьей группы и оксидов молибдена и вольфрама низших степеней

окисления путем восстановления кислородсодержащих соединений металлов и молибдена (вольфрама) металлическим восстановителем, например, мелкодисперсным порошком металла второй и третьей групп путем спекания исходной смеси первоначально при 450-620 °С, а затем при 700-1200 °С в атмосфере аргона [1].

Основными недостатками известного способа являются высокие температуры синтеза и низкая однородность получаемых материалов, а также длительность процесса.

Цель изобретения – упрощение процесса.

Отличительными признаками способа является то, что в качестве исходных веществ применяют смесь двойного молибдата лития и р.з.э молибденовой кислоты берут в мольном соотношении $[\text{LiR}(\text{MoO}_4)_2] : [\text{H}_2\text{MoO}_4] = 1:1$, а в качестве восстановителя водород, а процесс ведут постадийно – сначала при 400 °С в течение 2-х часов, затем при 550-600 °С – в течение 3-х часов и при 750-850 °С в течение 3-х часов. После этого печь вместе с кварцевой трубкой, где проводилось восстановление исходной оксидной смеси водородом охлаждают в токе водорода до температуры 50-80 °С. Из печи извлекают кварцевую трубку, а из нее – никелевые лодочки с полученным материалом.

Пример 1. На аналитических весах берут навески 4,841 г $\text{LiGd}(\text{MoO}_4)_2$, который получен в лаборатории из реактивов марки «Х4» по известному твердофазному методу, и 1,62 г H_2MoO_4 , полученной из парамolibдата аммония марки «Х4», смесь тщательно гомогенизируют в агатовой ступке и насыпают в никелевую лодочку, которую помещают в кварцевую трубку внутренним диаметром 50 мм. Трубку закрывают герметично пробками с входной подающей водород и выходной выпускающей водород стеклянными трубками. К трубке из которой выходит водород присоединен резиновый шланг, наконечник которого опущен в воду. Таки образом система изолируется от воздуха и достигается визуальный контроль за интенсивностью подачи водорода. Систему промывают сухим, очищенным

на специальной установке водородом в течение 2-х часов. Затем включают печь нагревают ее до 400 °С в течение 2-х часов, после этого печь нагревают до 550-600 °С и ведут процесс восстановления в течение 3-х часов, третий этап восстановления проводят при 750-850 °С в течении 3-х часов. После этого печь охлаждается в токе водорода до температуры 50-80 °С в течение 10 часов. Тогда открывают кварцевую трубку и извлекают из нее лодочку с полученным продуктом. Он имеет темно-синий цвет. Выход составляет 95,2 %. Полученное соединение имеет состав $\text{LiGdMo}_3\text{O}_8$, а его индивидуальность подтверждена рентгенофазовым анализом, по его данным соединение относится к гексагональной сингонии с параметрами $a = 5,79 \text{ \AA}$ и $c = 5,21 \text{ \AA}$, что мало отличается от литературных данных.

Соединения аналогичного состава получены для редкоземельных элементов – Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, а также иттрия. Все они имеют темно-синий цвет, кристаллизуются в гексагональной сингонии, в при нагревании на воздухе окисляются за счет перехода Mo^{IV} в Mo^{VI} . Прибавка массы в этом случае подтверждает, что это вызвано именно таким переходом.

Формула изобретения

1. Способ получения двойных молибдатов (IV) и лития путем восстановления оксидных соединений р.з.э. и молибдена при нагревании отличающийся тем, что с целью упрощения процесса в качестве восстановителя используют водород, в качестве оксидных соединений р.з.э. и молибдена берут смесь двойного молибдата лития и р.з.э. молибденовой кислоты в мольном соотношении 1:1.
2. Способ по п. 1 отличается тем, что процесс первоначально ведут при 400 °С в течение 2-х часов, затем при 550-600 °С – в течение 3-х часов и при 750-850 °С – в течение 3-х часов.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе: Авт. св. СССР №561369, опубл. 15.02.1977

Редактор Е. Лушникова

Корректор Л.

Пилипенко

Заказ 2137

Тираж 10

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

По делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Надійшло: ____ вересень 2013 р.

Перепелица А. П., Ищенко В.Н., Фоменко В.В. Авт. св. СССР №1327454 на „Способ получения молибдатов (Mo (IV)) лития и р.з.э.“, опубл. 01.04.1987 г. (не подлежит опубликованию в открытой печати)