



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **741**
(51) **МПК C01 B6/23**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

2

(21) 1500914

(22) 29.01.2015

(46) Бюл. 112, 2015

(71) Агентство по ядерной и радиационной безопасности Академии Наук Республики Таджикистан (TJ).

(72) Мирсаидов У.М.(TJ); Гафуров Б.А. (TJ); Бадалов А.(TJ); Насруллоев Х.(TJ); Хакёров И.З.(TJ).

(73) Агентство по ядерной и радиационной безопасности Академии Наук Республики Таджикистан (TJ).

(54) СПОСОБ ДЕСОЛЬВАТАЦИИ БОРОГИДРИДОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ.

(56) 1. Мирсаидов У.М., Курбонбеков А., Хикматов М. Получение и некоторые свойства борогидридов лантана и церия // Журнал неорганической химии, 1982. –Т.2. –№9. –С.2436-2439.

(57) Изобретение относится к десольватации борогидридов редкоземельных металлов (РЗМ), используемых в тонком органическом синтезе и в качестве нанесённых катализаторов.

Предлагается новый способ несольватированных борогидридов РЗМ - $Ln(BH_4)_3$ путём квазистатического нагрева в равновесных условиях на тензиметрической установке с мембранным нуль-манометром. Использование тензиметрической установки с мембранным нуль-манометром позволяет получить непосредственно несольватированные борогидриды РЗМ на мембране и далее изучать их физико-химические свойства или выделять как индивидуальные вещества.

Преимущество предложенного способа по сравнению с известным состоит в том, что несольватированные $Ln(BH_4)_3$ непосредственно получают на мембране, и также исключается применение токсичных растворителей.

Изобретение относится к десольватации борогидридов редкоземельных металлов (РЗМ), используемых в тонком органическом синтезе и в качестве нанесённых катализаторов.

Известен способ десольватации лёгких лантаноидов [1] путём растворения борогидридов РЗМ в бензоле и толуоле с последующим упариванием раствора и получением несольватированных борогидридов РЗМ - $Ln(BH_4)_3$, где Ln -лантаноиды.

Известный способ десольватации трудоёмок и требует применения токсичных растворителей.

Цель изобретения – получение несольватированных борогидридов РЗМ - $Ln(BH_4)_3$ путём растворения борогидридов в тетрагидрофуране и квазистатического нагрева в равновесных условиях на тензиметрической установке с мембранным нуль-манометром при температурах 300-400 К.

Схема нуль-манометра представлена на Фиг. 1. Чувствительная к разности давлений мембрана (1) отделяет мембранную камеру (2) от компенсационного объёма (3). К верхней части мембраны припаян подвижной шток (4), являющийся частью механической системы, служащей для наблюдения за положением мембраны. Другой частью этой системы является дополнительный шток (5), припаянный к боковой поверхности мембранной трубки и обеспечивающий большой угол отклонения основному штоку (3). Для определения нулевого положения иглы имеется неподвижный шток (7), прикрепленный к куполу наружного чехла компенсационного объёма мембраны.

При наличии разности давлений по обе стороны от мембраны игла (6) смещается от положения равновесия, что фиксируется визуально по отклонению иглы от неизменного положения штока (7).

Отростки (8-10) служат для заполнения мембраной камеры исследуемым веществом, ее герметизации и забора на исследование состава образующихся при разложении промежуточных и конечных продуктов. Через отросток (11) мембрана присоединяется к компенсационно-измерительной системе.

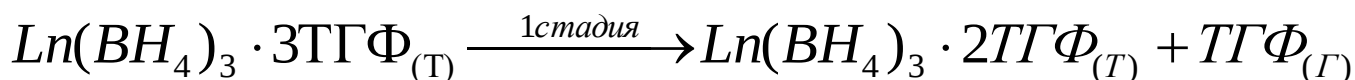
Чувствительность нуль-манометра определяется толщиной штоков, качеством мембраны и способом наблюдения за положением иглы и ука-

зателя. Для повышения чувствительности при наблюдении используется простая система оптических линз, с помощью которой изображение иглы и указателя проектируется на экран с точностью до 0,5 мм на каждом мм. Это позволяет измерить давление с точностью до ± 1 мм. рт. ст. С учетом нестабильности в чувствительности всей системы мембраны, погрешность в измерении не превышает ± 2 мм. рт. ст.

Схема тензиметрической установки, которая используется для компенсации и измерений давлений, приведена на Фиг. 2. Мембрана (1) помещается в печи (2) ТЭП-1. Подводимое к печи напряжение регулируется автотрансформатором РНО - 250-5 и измеряется вольтметром. Поддержание постоянной температуры обеспечивается авторегулятором типа КСП-2У. При исследовании низкотемпературных процессов, протекающих до 300 К, температура в печи поддерживается с помощью терморегулятора ТРК-2У. Измерение температуры и контроль за ее изменением производится при низких температурах с помощью термометра (4), чувствительностью $\pm 0,1^\circ\text{C}$ и термопар (две-три хромель-алюмелевые термопары в различных зонах для контроля за отсутствием температурного градиента), при высоких (выше 700 К) - только с помощью термопар. Погрешность измерения при использовании потенциометра типа ПП-63 составляет $\pm 5 \cdot 10^{-5}$ В, что соответствует точности порядка $0,3^\circ\text{C}$. Результирующая точность измерения температуры не превышает $0,5^\circ\text{C}$.

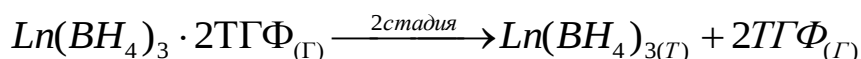
Измерения давления в системе производили ртутным манометром, размер которого позволяет измерить давления до 2 атмосфер с точностью до 1 мм. рт. ст. при давлениях, превышающих 1000 мм. рт. ст. Вакуумная система с использованием форвакуумного насоса РВН-20 позволяет создавать в нуль-манометре вакуум порядка 10^{-3} мм рт. ст. и плавно регулировать давление от 1 мм рт. ст. до 100 мм. рт. ст. При давлениях, превышающий 1000 мм рт. ст., для компенсации давления в компенсационный объём нуль-манометра подается воздух из баллона, где он находится под давлением.

Первая стадия процесса десольватации борогидридов лантаноидов ($Ln(BH_4)_3 \cdot 3TGF$) протекает с выделением одной моли растворителя- тетрагидрофурана (ТГФ) по схеме



где (Т)-твердое и (Г)-газовое состояние.

Вторая стадия процесса протекает при более высоких температурах с отщеплением двух молей растворителя- ТГФ по схеме



Пример 1.

Берём 20 г борогидрида лантана состава $La(BH_4)_3 \cdot 3THF$ и медленно нагреваем квазистатически до $T=350$ К в равновесных условиях в течение 90 часов. При нагреве этого количества соединения образуется 8,61 г $La(BH_4)_3$.

Пример 2.

Медленно нагреваем 20г борогидрида гадолиния состава $Ga(BH_4)_3 \cdot 3THF$ в интервале температур до 400 К в равновесных условиях в течение 90 часов. При нагреве этого количества

полученного вещества образуется 9,1 г $Ga(BH_4)_3$.

Использование тензиметрической установки с мембранным нуль-манометром позволяет получить непосредственно несольватированные борогидриды РЗМ на мембране и далее изучать их физико-химические свойства или выделять как индивидуальные вещества.

Преимущество предложенного способа по сравнению с известным состоит в том, что несольватированные $Ln(BH_4)_3$ получают непосредственно на мембране, и также исключается применение токсичных растворителей.

Формула изобретения

1. Способ десольватации борогидридов редкоземельных металлов, включающий растворение сольвата с последующим упариванием раствора, **отличающийся тем**, что десольватацию проводят путём квазистатического нагрева в равновесных

условиях на тензиметрической установке с мембранным нуль-манометром при температуре 300-400 К в течение 90 часов, и процесс протекает в две стадии.

Компьютерный набор: Фатхуллаева М.С.

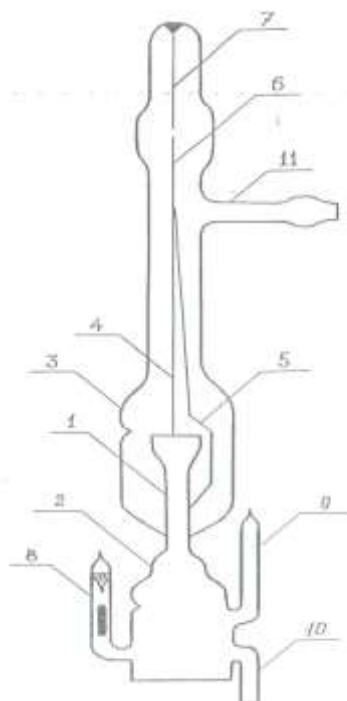
Заказ

Тираж

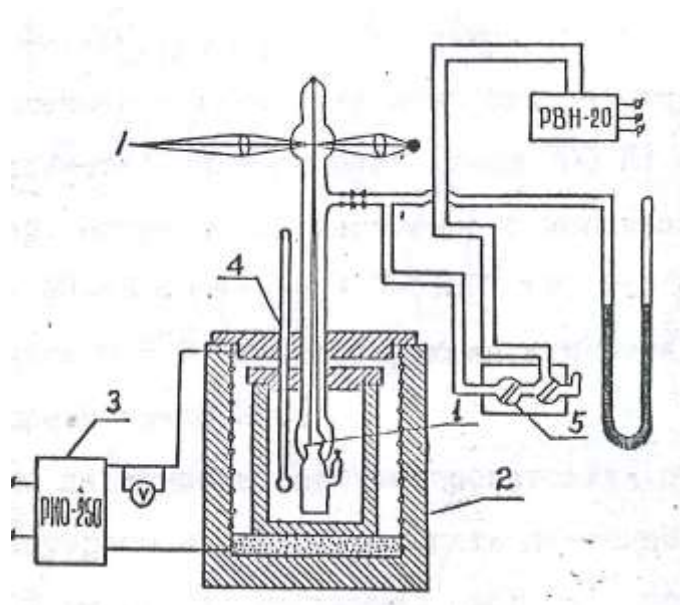
Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ



Фиг. 1



Фиг. 2