

Изобретение относится к способам получения материалов для электронной техники, в частности, метаниобата или метатанталата цинка для керамических конденсаторов.

Известен способ получения метаниобата цинка путем смешения оксидов цинка и ниобия в стехиометрическом соотношении, перетирания с изоамиловым спиртом, сушки, просеивания и прокалики при температуре около 1100°C [1].

В качестве прототипа выбран способ получения метаниобата или метатанталата цинка смешением оксидов ниобия или тантала с оксидом цинка путем помола в этиловом спирте и прокаливании смеси при температурах (1000-1100°C) для ниобия и (1200-1300°C) для тантала с промежуточным перетиранием продукта [2].

Недостатками способа являются:

- длительность процессов смешения и прокалки смеси;
- высокие температуры прокалки, при которых возможно частичное улетучивание свободного оксида цинка.

Задачей настоящего изобретения является создание такого способа получения метаниобата или метатанталата цинка, а котором путем сочетания определенных операций, режимов и соотношения компонентов достигается получение однофазного продукта при сокращении длительности процесса и его упрощении.

Поставленная задача решается таким образом: смешивают оксид цинка с оксидом ниобия или тантала в воде при соотношении Т:Ж = 1:(3-5) и скорости перемешивания не менее 1500 об/мин, отделяют твердую фазу фильтрацией и прокаливает.

Пример 1. Для получения 100 г метаниобата цинка  $ZnNb_2O_6$  берут 23,7 г оксида цинка (содержание основного вещества - 99,7%), 76,9 г пентоксида ниобия (содержание основного вещества - 99,8%), засыпают в раствор и репульпируют в водной среде ( $300 \text{ см}^3 \text{ H}_2\text{O}$ ) (Т:Ж - 1:3) при скорости перемешивания 1500 об/мин в течение 3 ч. Полученную суспензию отфильтровывают и подвергают термообработке при (900-950)°C в течение 1 ч.

Готовый продукт по данным рентгенофазового анализа, представляет собой однофазный  $ZnNb_2O_6$  со структурой колумбита и имеет удельную поверхность 0,52 м<sup>2</sup>/г.

Состав готового продукта в оксидах (масс.доля, %): ZnO 24,0; Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 76,9; ZnO своб. Не более 0,5.

Пример 1а. Для получения 100 г метатанталата цинка  $ZnTa_2O_6$  берут 15,6 г оксида цинка и 84,6 г пентоксида тантала (содержание основного вещества составляет 99,7% и 99,8% соответственно), засыпают в реактор и репульпируют в водной среде ( $300 \text{ см}^3 \text{ H}_2\text{O}$ ) (Т:Ж = 1:3) при скорости перемешивания 1500 об/мин в течение 3 ч. Полученную суспензию отфильтровывают и подвергают термообработке при (1100-1150)°C в течение 1 ч.

Готовый продукт, по данным рентгенофазового анализа, представляет собой однофазный  $ZnTa_2O_6$  тетрагональной структуры и имеет удельную поверхность 0,51 м<sup>2</sup>/г.

Состав готового продукта в оксидах (масс.доля, %): ZnO 15,1; Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 85,0; ZnO своб. не более 0,4.

В таблице приведены результаты, полученные при осуществлении способа в предлагаемых условиях, а также с учетом выхода за предлагаемые пределы параметров (соотношения Т:Ж и скорости перемешивания).

Приготовление водной суспензии оксидов цинка и ниобия (или тантала) при Т:Ж = 1:(3-5) и скорости перемешивания не менее 1500 об/мин обеспечивает равномерное смешение оксидов, их частичную гидратацию и активацию, что приводит к началу взаимодействия уже на стадии смешения (пр. 1.2.6). Это способствует получению после прокалки однофазного мелкодисперсного метаниобата (или метатанталата) цинка имеющего без помола удельную поверхность 0,5 м<sup>2</sup>/г.

При отклонении соотношения Т:Ж за указанные пределы не обеспечивается однофазность продукта после прокалки. Это связано с тем, что при меньшем количестве воды (Т:Ж = 1:2) суспензия плохо перемешивается и компоненты распределяются неравномерно (пр.4). При слишком большом количестве воды (Т:Ж = 1:6) частицы твердых фаз не имеют достаточного контакта друг с другом и взаимодействие на стадии смешения не начинается (пр. 3). При скорости перемешивания меньшей, чем 1500 об/мин, происходит расслоение суспензии по удельной массе и конечный продукт получается неоднородный (пр.6). Увеличение скорости перемешивания не ухудшает качества продукта, но оно нецелесообразно, так как ведет к росту энергозатрат (пр.7).

Таким образом, предлагаемый способ отличается простотой и безотходностью и позволяет получить однофазный продукт - метаниобат или метатанталат цинка - при значительном сокращении времени проведения процесса.

#### Результаты термообработки шихт для синтеза $ZnNb_2O_6$ и $ZnTa_2O_6$ , полученных в различных условиях.

№№ приме- ра	Условия приготовления суспензии		Данные рентгенофазного анализа для	
	Т:Ж	скорость пе- ремешива- ния, об/мин	$ZnNb_2O_6$ (температура прокалки 900-950°C)	$ZnTa_2O_6$ (температура прокалки 1100-1150°C)
1	1:3	1500	однофазный $ZnNb_2O_6$	однофазный $ZnTa_2O_6$
2	1:5	—	—	—
3	1:6	—	$ZnNb_2O_6 + ZnO + Nb_2O_5$	$ZnTa_2O_6 + ZnO + Ta_2O_5$
4	1:2	—	—	—
5	1:4	1300	—	—
6	1:4	1500	однофазный $ZnNb_2O_6$	однофазный $ZnTa_2O_6$
7	1:4	2000	—	—