



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

для служебного пользования экз. № 132

(19) **SU** (11) **1102190** **A**

5(51) C 01 G 23/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3370658/23-26

(22) 23.12.81

(71) Л. А. Квичко, Л. А. Коток, Л. А. Литвинов и Р. Ф. Рамакаева

(53) 661 882(088.8)

(56) 1 Авторское свидетельство СССР
№ 634331, кл. C 01 G 23/00, 1977

2. Патент США № 3896212, кл. 423-598,
1975.

3. Горина Ю. И. и Максимова Г. В.
Сб. «Рост кристаллов», т. 3, М., АН СССР,
1961, с. 460—461 (прототип)

(54) (57) 1 СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНАТА СТРОНЦИЯ, включающий смешивание углекислого стронция и двуокиси титана, помол полученной смеси в жидкой среде, удаление влаги, обжиг продукта и его измельчение, отличающийся тем, что, с целью повышения фазовой однородности конечного продукта, перед смешиванием углекислый стронций прокалывают при температуре 550—600°C, а двуокись титана — при температуре 750—800°C и образующуюся после помола суспензию перед обжигом фильтруют

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что помол ведут при весовом соотношении твердой и жидкой фаз, равном 1:0,55—0,9

РПФ-К

(19) **SU** (11) **1102190** **A**

Изобретение относится к способам получения титаната стронция, который может быть использован, в частности, в технологии производства сегнетоэлектрических материалов.

Известен способ получения титаната стронция путем обработки щавелевой кислотой раствора, содержащего тетрахлорид титана и хлорид стронция, осаждения, отделения, прокаливания полученного осадка титанилоксалата стронция с последующей выдержкой порошка титаната стронция в течение 2,5—3 ч в псевдооживленном слое [1].

Недостатки способа состоят в сложности процесса и низком выходе продукта, пригодного для выращивания монокристаллов.

Известен способ получения титанатов щелочно-земельных металлов путем сушки при 400—800°C пастообразной смеси углекислого бария, двуокиси титана, поливинилового спирта и воды с последующим обжигом полученных гранул при 1150—1200°C.

Полученный по этому способу титанат стронция не пригоден для выращивания монокристаллов.

Наиболее близким по технической сущности и получаемому результату является способ получения титаната стронция, заключающийся в том, что смесь углекислого стронция и двуокиси титана, взятых в стехиометрическом соотношении, подвергают мокрому помолу в жидкой среде, жидкую фазу удаляют выпариванием и проводят спекание полученного порошка при температуре 1400°C в течение двух часов.

Конечный продукт содержит 0,8% свободной окиси стронция.

Цель изобретения состоит в повышении фазовой однородности конечного продукта.

Это достигается благодаря тому, что углекислый стронций и двуокись титана прокаливают соответственно при температурах 550—600°C и 750—800°C, после чего их смешивают, полученную смесь подвергают помолу в жидкой среде, суспензию фильтруют и полученный продукт обжигают и измельчают.

Отличительная особенность описываемого изобретения состоит в том, что перед смешиванием углекислый стронций прокаливают при температуре 550—600°C, а двуокись титана — при температуре 700—800°C и образующуюся после помола суспензию фильтруют.

Целесообразно при этом вести помол при соотношении твердой и жидкой фаз, равном 1:0,55—0,9.

Прокалка исходных компонентов при температурах ниже 550°C для углекислого стронция и 750°C для двуокиси титана загрязняет конечный продукт примесями и приводит к фазовой неоднородности.

Прокалка углекислого стронция при температуре выше 600°C приводит к потере его активности и, как следствие, к повышению фазовой неоднородности.

Прокалка двуокиси титана выше 800°C не приводит к дальнейшему повышению фазовой однородности продукта и поэтому экономически нецелесообразна.

Проведение процесса фильтрации вместо упаривания позволяет избежать расслоения суспензии, что приводит к получению однородного по фазовому составу продукта и позволяет проводить процесс твердофазного взаимодействия при более низкой температуре.

При соотношении твердой и жидкой фаз при помоле менее 1:0,55 суспензия получается слишком густой, что снижает интенсивность помола, при соотношении более 1:0,5 происходит расслоение суспензии.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. В мельницу из оргстекла загружают 435,33 г прокаленной при 800° в течение 3 ч двуокиси титана и 804,62 г прокаленного при 600° в течение 4 ч углекислого стронция, добавляют 0,8 л дистиллированной воды, закрывают и перемешивают на валках в течение 5 ч. Суспензию фильтруют на пучк-фильтре. Осадок подсушивают в сушильном шкафу, помещают в печь и прокаливают при 1200°C в течение 3 ч. Полученный после обжига конечный продукт измельчают в течение 15—20 мин.

Выход продукта составил 84,5%. Стехиометрический состав, %: $\text{SrO}_{\text{общ}}$ 56,6; TiO_2 43,4; $\text{SrO}_{\text{своб}}$ 0,07. Содержание микропримесей, %: $\text{Al} < 1 \cdot 10^{-3}$; $\text{Fe} < 5 \cdot 10^{-4}$; $\text{Si} < 3 \cdot 10^{-3}$; $\text{Mg} < 5 \cdot 10^{-4}$; $\text{Pb} < 5 \cdot 10^{-4}$. Из партии продукта выращены 3 бесцветных монокристалла с минимумом просечек.

Пример 2. В мельницу из органического стекла загружают 870,74 г прокаленной при 750° в течение 4 ч двуокиси титана ОСЧ и 1608,88 г прокаленного при 600° в течение 5 ч углекислого стронция ОСЧ, добавляют 1,5 л воды и перемешивают на валках в течение 7 ч.

Суспензию фильтруют через воронку Бюхнера, высушивают в сушильном шкафу, прокаливают в печи при 1300°C в течение 5 ч. Затем измельчают 15 мин. Выход продукта составляет 95%. Стехиометрический состав, %: $\text{SrO}_{\text{общ}}$ 56,4; TiO_2 43,5; $\text{SrO}_{\text{своб}}$ 0,04. Содержание микропримесей как в примере 1.

Таким образом, по предлагаемому способу повышается фазовая однородность конечного продукта за счет снижения содержания свободного стронция с 0,8 до 0,04—0,07% и тем самым улучшается качество выращенных монокристаллов.

Кроме того, температура обжига снижается с 1400 до 1200—1300°C.