



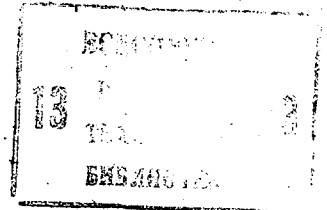
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1101413 A

3 (5D) C 01 G 33/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3397853/23-26

(22) 24.02.82

(46) 07.07.84. Бюл. № 25

(72) Е.П.Туревская, М.И.Яновская,
Н.Я.Турова, А.В.Новоселова
и Ю.Н.Веневцев

(71) МГУ им.М.В.Ломоносова и Ордена
Трудового Красного Знамени научно-
исследовательский физико-химический
институт им.Л.Я.Карпова

(53) 546.34'882'21(088.8)

(56) 1. Шапиро Э.И., Трунов В.К.,
Шишов В.В. Методы получения ниобатов
щелочных металлов. М., НИИТЭХИМ, 1978.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 567671, кл. С 01 G 33/00, 1975.

3. Патент США № 4108970,
кл. 423/595, 1978 (прототип).

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИОБАТА
ЛИТИЯ, включающий смешение спиртовых
растворов алкоголятов ниобия и лития,
обработку полученного раствора концен-
трированным раствором аммиака, отде-
ление растворителя от осадка с после-
дующей сушкой и прокалкой его, о т -
л и ч а ю щ и й с я тем, что, с це-
лью снижения температуры прокалива-
ния и ускорения процесса, отделение
растворителя от осадка проводят упя-
риванием.

(19) SU (11) 1101413 A

Изобретение относится к способам получения ниобата лития, который может быть использован в качестве рабочего вещества пьезоэлектрических, пьезоэлектрических и электрооптических элементов.

Известен способ получения ниобата лития путем спекания углекислого лития с пятиокисью ниобия при температуре более 1000°C [1].

Однако продукт, получаемый по этому способу, имеет повышенную загрязненность и отклонение от стехиометрического состава.

Известен также способ получения ниобатов щелочных металлов путем взаимодействия в водном растворе оксалата ниобия с карбонатом щелочного металла с последующим упариванием раствора и прокаливанием при $700-900^{\circ}\text{C}$ образующегося осадка [2].

Недостаток такого способа состоит в загрязненности конечного продукта примесью углерода.

Наиболее близким по технической сущности и получаемому результату к предлагаемому изобретению является способ получения ниобата лития, заключающийся в смешении спиртовых растворов алкоголятов ниобия и лития, обработки полученного раствора концентрированным раствором аммиака, отделении осадка от раствора фильтрацией с последующей сушкой и прокаливанием осадка при $500-800^{\circ}\text{C}$ [3].

Цель изобретения состоит в снижении температуры прокаливания и ускорении процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения ниобата лития, включающему смешение спиртовых растворов алкоголятов ниобия и лития, обработку полученного раствора концентрированным раствором аммиака, отделение растворителя от осадка, сушку и прокалку, отделение растворителя от осадка проводят упариванием.

Пример 1. Смешивают 75 г 29%-ного раствора этилата ниобия и

Составитель В. Нечипоренко

Редактор Н. Рогоulich Техред О. Неце

Корректор А. Ильин

Заказ 4714/12

Тираж 464

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

84,5 г 4,2 г этилата лития. К полученному спиртовому раствору с концентрацией $\text{LiNb}(\text{OEt})_6$, равной 16%, при перемешивании из капельной воронки добавляют 30 мл концентрированного раствора аммиака. При этом выпадает осадок. Реакционную смесь переносят в фарфоровую чашку и упаривают на кипящей водяной бане досуха. Полученный порошок в течение нескольких часов высушивают при 100°C . Анализ полученного порошка: Li, %: найдено 4,6, вычислено 4,7. Nb, %: найдено 62,7, вычислено 62,8. Рентгенографически порошок аморфен. Электрографил порошка свидетельствует об образовании LiNbO_3 . Полученный порошок прокаливают при $350-400^{\circ}\text{C}$ в течение 2 ч. Рентгенограмма этого порошка соответствует LiNbO_3 с параметрами гексагональной решетки $a=5,149 \text{ \AA}$, $c=13,860 \text{ \AA}$. Величина частиц по данным электронно-микроскопических исследований составляет 0,2-5 мкм.

Пример 2. Процесс ведут так же, как в примере 1, используя раствор $\text{LiNb}(\text{OEt})_6$ в абсолютном этиловом спирте с концентрацией 25%, однако стадию упаривания проводят в вакууме водоструйного насоса (15 мм рт.ст.) при 50°C . Характеристика порошка та же, что в примере 1.

Пример 3. Процесс ведут так же, как в примере 1, используя в качестве исходного раствор $\text{LiNb}(\text{OEt})_6$ в абсолютном пропиловом спирте с концентрацией 20%. Характеристика порошка та же, что и в примере 1.

Пример 4. Процесс ведут так же, как в примере 1, используя в качестве исходного 20%-ный раствор $\text{LiNb}(\text{OEt})_6$ в нормальном бутиловом спирте. Характеристика порошка та же, что в примере 1.

Таким образом, осуществление изобретения позволяет снизить температуру прокаливания с $500-800$ до $350-400^{\circ}\text{C}$ и ускорить процесс за счет более высокопроизводительной операции упаривания вместо фильтрации.