

BADANIA NAD OTRZYMYWANIEM TYTANIANÓW METALI DWUWARTOŚCIOWYCH W POSTACI PROSZKÓW CERAMICZNYCH O WYSOKIEJ CZYSTOŚCI I DYSPERSJI

Z. Puff, K. Kufel

POLITECHNIKA WARSZAWSKA

Wydział Chemii

Przeprowadzono badania nad otrzymywaniem $MgTiO_3$, $CaTiO_3$, $SrTiO_3$ i $BaTiO_3$ o wysokiej czystości i dyspersji przez reakcję w fazie stałej mieszanin strąconych MgC_2O_4 , CaC_2O_4 , SrC_2O_4 i BaC_2O_4 w obecności TiO_2 (rutyl). Badania uzupełniono analizą termogravimetryczną, analizą rentgenowską fazową oraz analizą uziarniania i pomiarami powierzchni właściwej otrzymanych proszków tytanianów.

1. Wprowadzenie

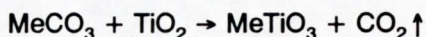
Do powszechnie znanych ceramicznych spieków o dielektrycznych własnościach należą spieki otrzymywane z tytanianów metali dwuwartościowych lub ich mieszanin. Są to tytaniany magnezu, wapnia, strontu i baru, które na dużą skalę wykorzystuje się w produkcji miniaturowych kondensatorów o dużej pojemności, przekaźników wysokiej częstotliwości, urządzeń sensorowych itp.

Technologia wytwarzania tych spieków napotyka na szereg trudności, z uwagi na to, że ich własności zależą, między innymi od właściwego składu chemicznego i rodzaju występujących faz, odpowiedniej dyspersji proszku, ściśle potem związanej z jednorodnością wyprasek i tekstury ziarnowej produkowanych spieków.

Do niedawna tytaniany głównie były otrzymywane metodą bezpośredniej, wysokotemperaturowej reakcji w fazie stałej - przez kalcynację, praktycznie w zakresie od $1100^\circ C$ do $1300^\circ C$ pomiędzy TiO_2 a odpowiednim węglanem lub tlenkiem. Jest to tzw. metoda ceramiczna (sucha), przez stosowanie której uzyskuje się proszki ceramiczne w małym stopniu o odpowiednich własnościach fizycznych.

Wynika to z tego, że przebieg reakcji w fazie stałej jest uzależniony od szybkości dyfuzji substratów przez warstwy powstającego produktu, która zwiększa się znacznie ze wzrostem temperatury. Na kinetykę reakcji również mają wpływ: wielkość ziaren, stosunek molowy substratów oraz sposób ich mieszania i sprasowania.

Reakcję syntezy tytanianów w fazie stałej można przedstawić równaniem



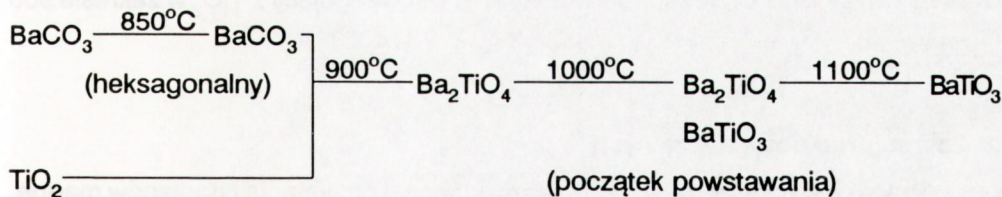
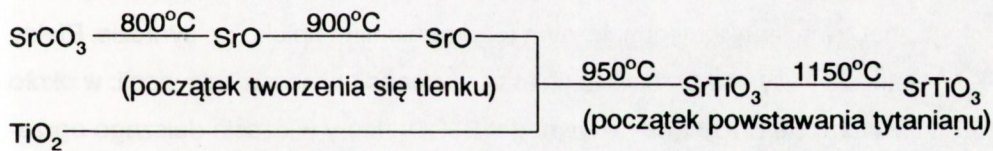
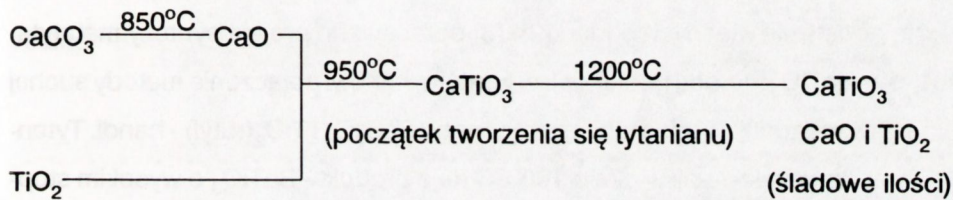
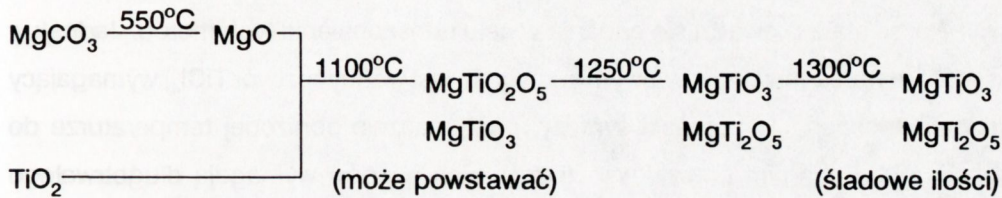
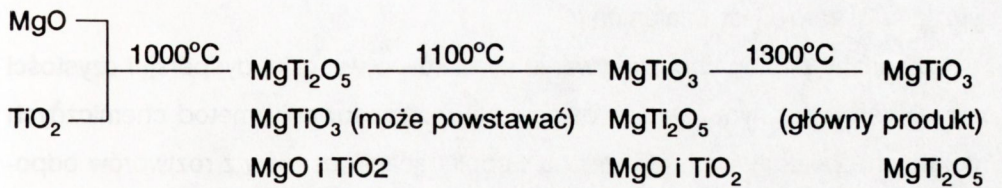
które oddaje tylko ostateczny wynik procesu, ponieważ sam mechanizm jest bardziej skomplikowany.

Badaniami nad syntezą tytanianów metodą ceramiczną zajmowali się między innymi Bojs, Gindin, Michajlewo [1]. Wyniki badań przedstawiono na schemacie - rys. 1 oraz w tabeli 1.

Tabela 1. Temperatury tworzenia się tytanianów otrzymywanych z węglanów w reakcji z TiO_2 (rutyl) - wg [1].

Związek użyty do syntezy	Temperatura rozkładu		Temperatura początku tworzenia się tytanianów °C	Pierwszy produkt	Końcowy produkt	Między takimi substancjami zachodzi synteza
	początek °C	koniec °C				
1	2	3	4	5	6	7
MgCO_3	450	550	1050 - 1100	MgTi_2O_5	MgTiO_3	$\text{MgO} + \text{TiO}_2$
CaCO_3	650	750	900 - 950	CaTiO_3	CaTiO_3	$\text{CaO} + \text{TiO}_2$
SrO_3	850	900	900 - 950	SrTiO_3	SrTiO_3	$\text{SrO} + \text{TiO}_2$
BaCO_3	-	-	850 - 900	Ba_2TiO_4	BaTiO_3	$\text{BaCO}_3 + \text{TiO}_2$

Z obu zestawień wynika, że temperatura początku syntezy tytanianów metali dwuwartościowych rośnie w miarę zmniejszania się masy atomowej kationów odpowiednich węglanów, czyli BaCO_3 do MgCO_3 .



Rys. 1. Reakcje tworzenia się tytanianów magnezu, wapnia, strontu i baru z odpowiedniego węglanu (tlenku) tych metali z TiO₂ (rutył) wg. [1].

Tworzenie się BaTiO₃ i MgTiO₃ towarzyszy powstawanie tytanianów pośrednich takich jak Ba₂TiO₄ oraz MgTi₂O₅, których istnienie łączy się z jednokierunkową dyfuzją MgO do TiO₂ do BaCO₃, jak wskazuje na to nadmiar lub niedobór jednego

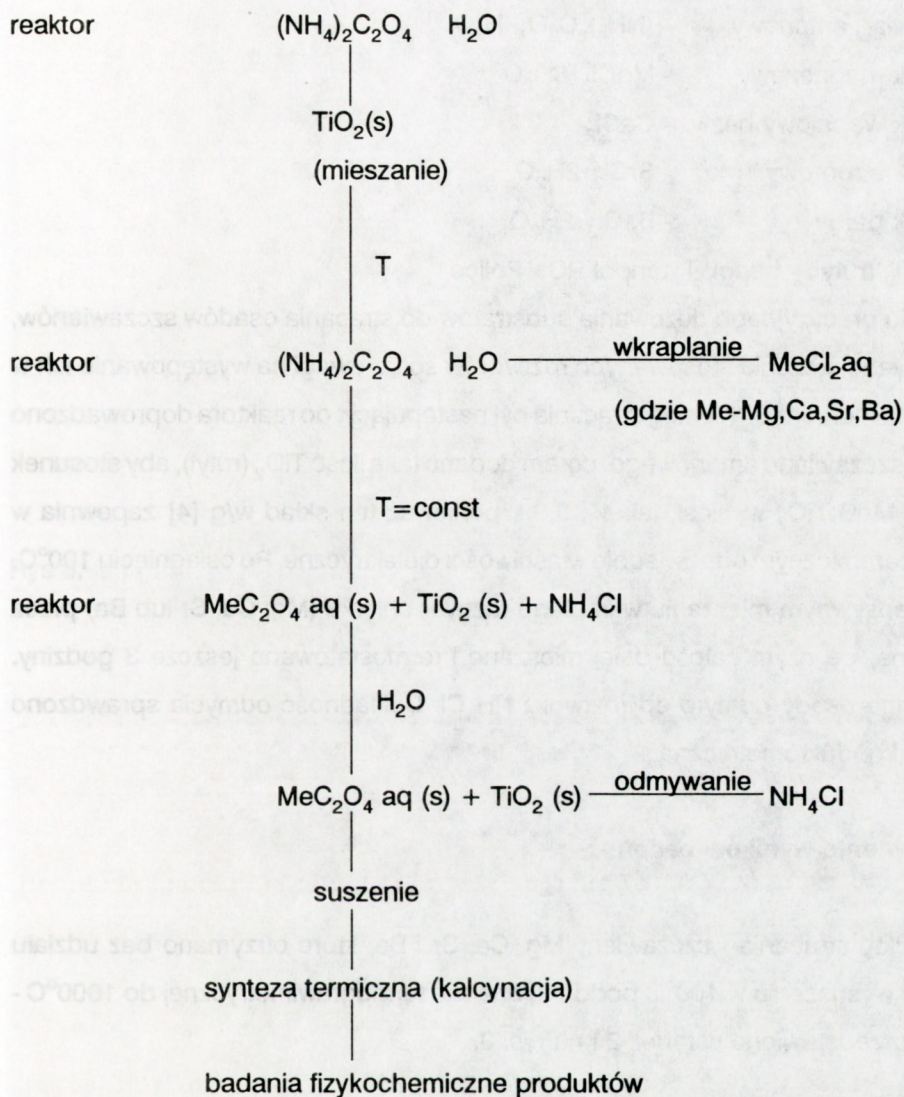
ze składników we wzorze związków przejściowych, zaś bezpośrednim wynikiem reakcji CaCO_3 i SrCO_3 i TiO_2 są meta tytaniany, co sugeruje, że w tym przypadku dyfuzja substratów jest wzajemna.

Znaczny postęp w otrzymywaniu proszków o wysokiej dyspersji i czystości oraz ściśle określonym składzie osiągnięto w zastosowaniu metod chemicznych (molowych), polegających głównie na współstrącaniu osadów z roztworów odpowiednich soli w około 100°C . Literatura na ten temat jest bardzo obszerna, z której wynika, że stale prowadzi się badania w celu udoskonalenia tych metod. Jednak w syntezie tytanianów podstawowym surowcem jest wodny roztwór TiCl_4 , wymagający pełnej stabilności w procesie syntezy, przy znacznie obniżonej temperaturze do około 5°C . Poza tym proszki współstrąconych osadów wymagają długotrwałego odmywania od roztworów macierzystych, jak również dalszej kalcynacji.

Na podstawie własnych badań [2], [3] opracowano projekt syntezy metatytanianu baru - BaTiO_3 metodą półceramiczną, która stanowi połączenie metody suchej z mokrą. Stwierdzono, że mieszanina strąconego BaC_2O_4 i TiO_2 (rutył) - handl. Tytan-pol RC, poddana kalcynacji w około 1000°C daje produkt - BaTiO_3 o wysokim stopniu przereagowania substratów i dyspersji proszku, bez dodatkowej operacji technologicznej, związanej z mechanicznym rozdrabnianiem spieku po syntezie. Efekty te uzyskuje się w wyniku przebiegu (in statu nascendi) procesu kalcynacji: w około 500°C rozkłada się BaC_2O_4 do "aktywnego" BaCO_3 , który w czasie dalszego ogrzewania, powyżej 800°C przechodzi w "aktywny" BaO reagujący z TiO_2 w zakresie $900 - 1000^\circ\text{C}$.

2. Zakres prac doświadczalnych

Prace doświadczalne przeprowadzono w celu otrzymania tytanianów magnezu, wapnia, strontu i baru w/g metody półceramicznej z mieszanin strąconych szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba w obecności TiO_2 (rutył). Następnie wykonano badania półproduktów reakcji przez analizę termogravimetryczną (DTA) i rentgenowską fazą, analizę powierzchni właściwej cząstek osadów i produktów kalcynacji oraz obserwacje w mikroskopie elektronowym osadów strąconych szczawianów.



Rys. 2. Schemat otrzymywania tytanianów magnezu, wapnia strontu i baru wg metody półceramicznej.

Na rys. 2 przedstawiono schemat syntezy, które przeprowadzono w odpowiednim reaktorze z możliwością dokładnego mieszania i termostatowania. Jako surowców użyto wodnych roztworów o stężeniu 1M następujących soli:

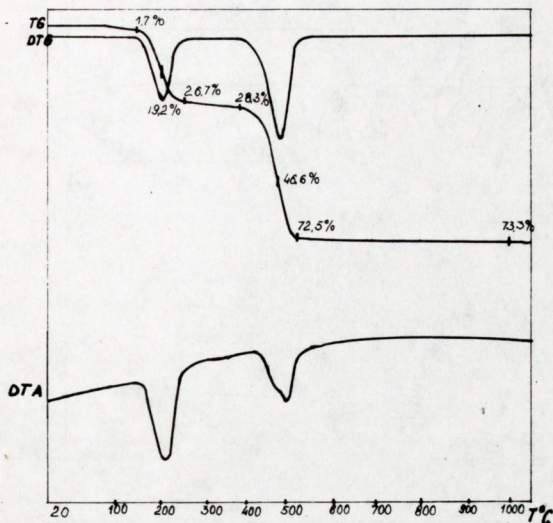
- szczawian amonowy - $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- chlorek magnezowy - $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- chlorek wapniowy bezw. - CaCl_2
- chlorek strontowy - $\text{SrCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- chlorek barowy - $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

oraz TiO_2 (rutyl) - handl. Tytanpol RC - Police

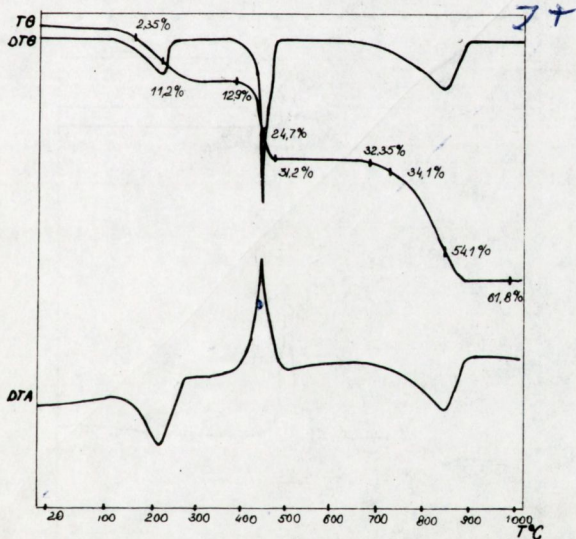
W celu precyzyjnego dozowania substratów do strącania osadów szczawianów, analizowano stężenie stosowanych roztworów soli, z uwagi na występowanie ich w postaci uwodnionej. Przebieg strącania był następujący: do reaktora doprowadzono roztwór szczawianu amonowego, potem dodano taką ilość TiO_2 (rutyl), aby stosunek molowy $\text{MeO}:\text{TiO}_2$ wyniósł, jak 1 : 0,99, ponieważ ten skład w/g [4] zapewnia w spieku ceramicznym odpowiednie właściwości dielektryczne. Po osiągnięciu 100°C , przy intensywnym mieszaniu wkraplało roztwór chlorku (Mg, Ca, Sr lub Ba) przez 1 godzinę, po czym całość dalej mieszano i termostatowano jeszcze 3 godziny. Otrzymane osady odmyto od roztworu NH_4Cl . Dokładność odmycia sprawdzono metodą konduktometryczną.

3. Omówienie wyników badań

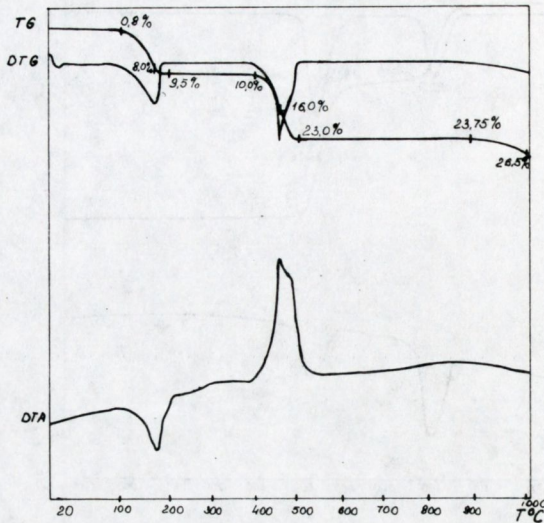
Produkty strącania - szczawiany Mg, Ca, Sr i Ba, które otrzymano bez udziału TiO_2 , po wysuszeniu w 100°C poddano analizie termogravimetrycznej do 1000°C - wyniki przedstawiono w tabeli 2 i na rys. 3.



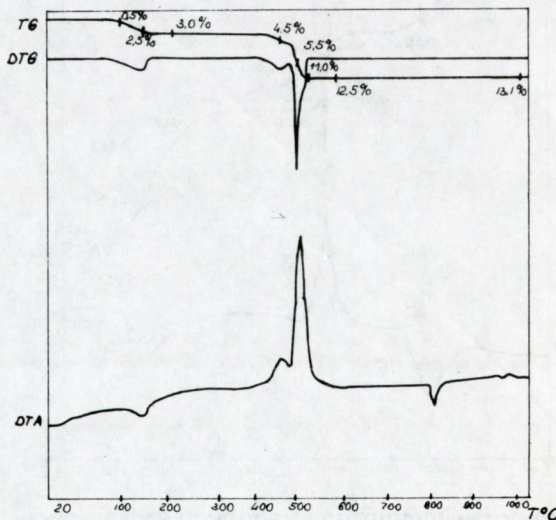
Rys.3. a Analiza termograwimetryczna strąconych szczawianów magnezu
 warunki pomiaru: $T=1000^{\circ}\text{C}$, $V_g=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $m=270\text{ mg}$,
 $T_g=200\text{ mg}$, $\text{DTA}=500\ \mu\text{V}$, $\text{DTG}=1\text{ mV}$.



Rys.3. b Analiza termograwimetryczna strąconych szczawianów wapnia
 warunki pomiaru: $T=1000^{\circ}\text{C}$, $V_g=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $m=330\text{ mg}$,
 $T_g=200\text{ mg}$, $\text{DTA}=500\ \mu\text{V}$, $\text{DTG}=1\text{ mV}$.



Rys.3. c Analiza termogravimetryczna strąconych szczawianów strontu
 warunki pomiaru: $T=1000^{\circ}\text{C}$, $V_g=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $m=290\text{ mg}$,
 $T_g=200\text{ mg}$, $DTA=500\ \mu\text{V}$, $DTG=1\text{ mV}$.



Rys.3. d Analiza termogravimetryczna strąconych szczawianów baru
 warunki pomiaru: $T=1000^{\circ}\text{C}$, $V_g=10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $m=260\text{ mg}$,
 $T_g=200\text{ mg}$, $DTA=500\ \mu\text{V}$, $DTG=1\text{ mV}$.

Tabela 2. Wyniki analizy termogravimetrycznej wykonanej do 1000°C strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru.

Badany związek	Strata wody				Rozkład termiczny szczawianów				Przemiany polimorficzne		Rozkład węglanu [°C]	Strata masy [%]
	Pierwsze max.		Drugie max.		Pierwsze max.		Drugie max.		Pierwsza [°C]	Druga [°C]		
	temp. [°C]	Δm [%]	temp. [°C]	Δm [%]	temp. [°C]	Δm [%]	temp. [°C]	Δm [%]				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
MgC ₂ O ₄	215	13,0	-	-	485	59,5	-	-	-	-	-	76,2
CaC ₂ O ₄	230	11,4	-	-	455	23,9	485	33,3	-	-	880	63,6
SrC ₂ O ₄	110	7,2	170	12,4	480	26,7	-	-	930	-	-	34,5
BaC ₂ O ₄	160	2,5	-	-	470	4,5	515	-	810	965	-	12,5

Na termogramach występują następujące efekty:

- efekty endotermiczne w 110° - 230°C powstałe w wyniku rozkładu uwodnionych soli. W przypadku SrC₂O₄ podwójny efekt: w 110°C związany z ubytkiem wilgoci, a drugi w 230°C wody chemicznie związanej,
- efekty egzotermiczne w 470° - 515°C, powstałe w wyniku dysocjacji termicznej szczawianów; wyjątkiem jest szczawian magnezu, gdzie efekt jest endotermiczny, ponieważ powstaje tlenek, a nie węglan. Powstająca duża ilość CO₂ blokuje reakcję utleniania CO do CO₂, która jest odpowiedzialna za efekt egzotermiczny,
- endotermiczne efekty przemian polimorficznych SrCO₃ (930°C) i BaCO₃ (810° i 985°C),
- endotermiczny efekt rozkładu CaCO₃ do CaO (880°C).

W celu dokładnego zidentyfikowania produktów rozkładu termicznego strąconych szczawianów, prażono próbki do temperatury odpowiadającej ich dysocjacji, a następnie przez schłodzenie efekt ten zamrożono, po czym wykonano analizę rentgenowską fazową na próbkach proszkowych w dyfraktometrze rentgenowskim URS 50 IM. Stosowano promieniowania charakterystyczne CuK . Skład określono na podstawie obliczonych odległości międzypłaszczyznowych d_{hkl} .

korzystając z kartoteki ASTM. Wyniki zamieszczono w tabeli 3.

Tabela 3. Wyniki analizy rentgenowskiej fazowej strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru po rozkładzie w temperaturze dysocjacji. Promieniowanie charakterystyczne $\text{CuK}\alpha$.

d_{hkl}	I/I_0				Faza
	I	II	III	IV	
1	2	3	4	5	6
4.5248				15.3	BaCO_3
4.2692				11.7	BaCO_3
3.8300		8.9			CaCO_3
3.6996				100	BaCO_3
3.5216			100		SrCO_3
3.4470			46.6		SrCO_3
3.2290				53.7	BaCO_3
3.0260		100			CaCO_3
3.0075				9.3	BaCO_3
2.9955		11.3			SrCO_3
2.8203			10.2		SrCO_3
2.6180				27.6	BaCO_3
2.5818				23.7	BaCO_3
2.5319			12.7		SrCO_3
2.4835		13.2			CaCO_3
2.4774				24.2	BaCO_3
2.4450			36.1		SrCO_3
2.2749		19.8			CaCO_3
2.2720				9.3	BaCO_3
2.1800				13.2	BaCO_3
2.1692			8.1		SrCO_3
2.1421				25.3	BaCO_3
2.1007	100				MgO
2.0967				13.5	BaCO_3
2.0875		16.8			CaCO_3
2.0422				12.6	BaCO_3
2.0409		34.8			SrCO_3

2.0137				17.6	BaCO ₃
1.9766			13		SrCO ₃
1.9390				15.3	BaCO ₃
1.9382		10.8			SrCO ₃
1.9085		17.4			CaCO ₃
1.8975			21.1		SrCO ₃
1.8709		20.0			CaCO ₃
1.8178			20.1		SrCO ₃
1.6845				24.6	BaCO ₃
1.6010		7.1			CaCO ₃
1.4873	43.8				MgO

Stwierdzono, że z rozkładu MgC₂O₄ głównym i jedynym produktem jest MgO, natomiast z pozostałych szczawianów powstaje odpowiedni węglan.

Metodą BET zmierzono powierzchnię wł. strąconych osadów szczawianów oraz wykonano obserwacje replik powierzchni cząstek w mikroskopie elektronowym. Wyniki w tabeli 4 i na rys. 4.

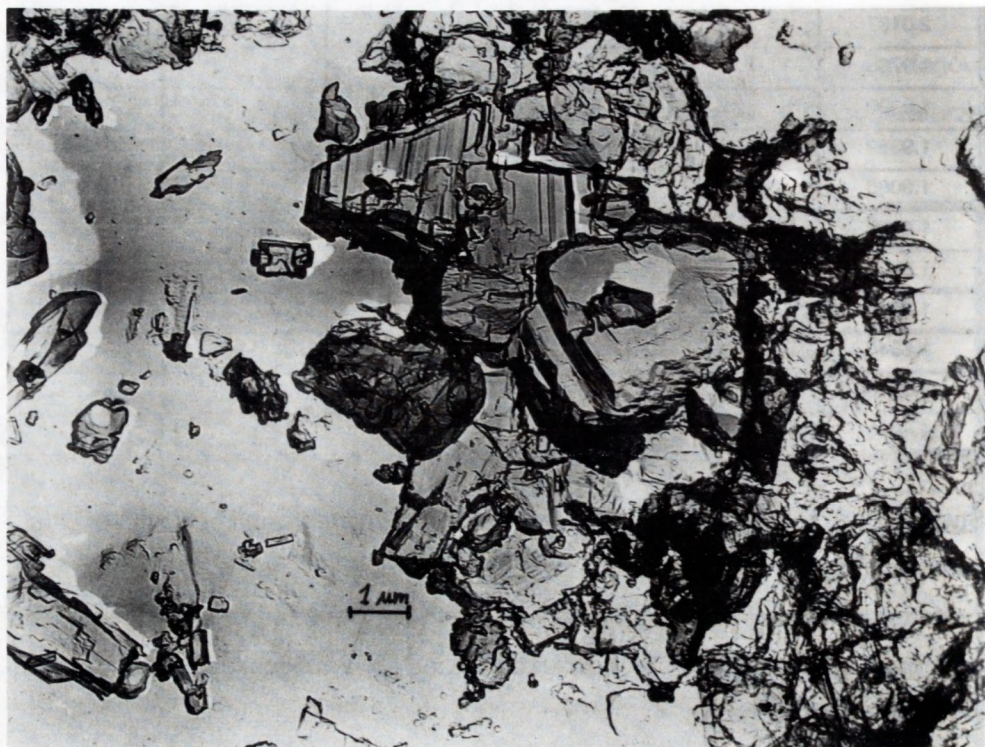
Tabela 4. Wyniki pomiarów powierzchni wł. strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru.

Rodzaj szczawianu	Powierzchnia wł. m ² /g
1	2
MgC ₂ O ₄	0,88
CaC ₂ O ₄	8,97
SrC ₂ O ₄	1,25
BaC ₂ O ₄	1,07

Analizując je można zauważyć, że szczególnym wyjątkiem są kryształy MgC₂O₄ - o najmniejszej powierzchni wł. równej 0,88 m²/g i największym wymiarze.

Nadmierny ich wzrost przypuszczalnie wynika z utworzenia rozpuszczalnego kompleksu amonowo-magnezowego, wskutek dużego nadmiaru szczawia-

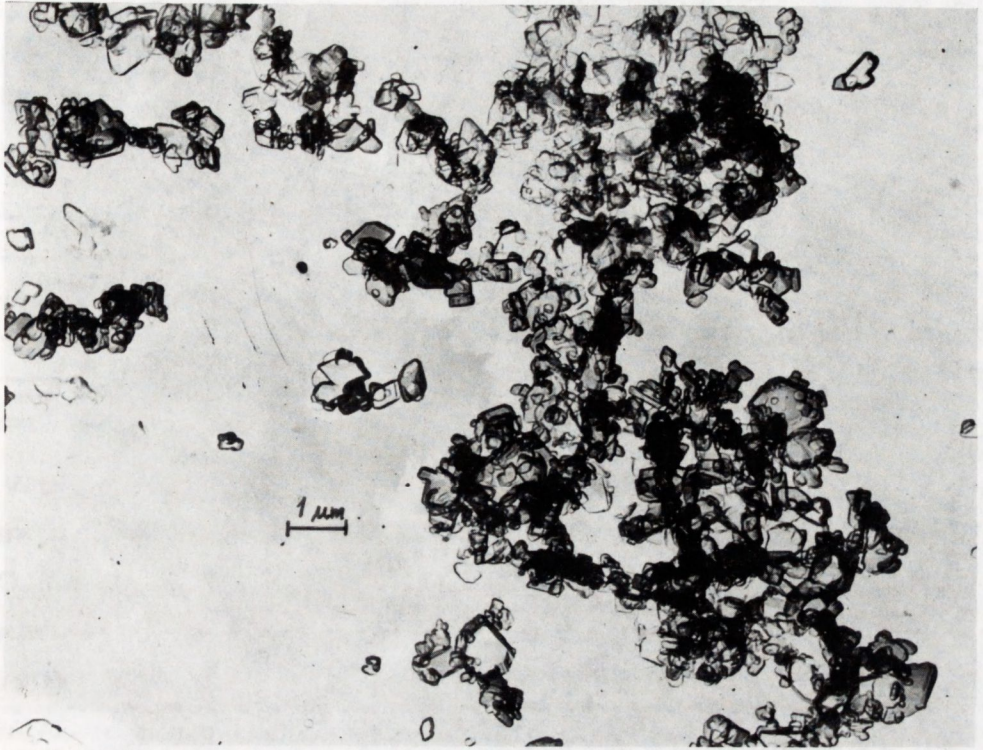
nu amonowego (stężenie roztworów równe 1M); taka sytuacja tworzy warunki sprzyjające rozrastaniu kryształów przy odpowiednio niższym stężeniu rzeczywistym, kontrolowanym przez równowagę rozpadu kompleksu [5]. Najdrobniejszym osadem jest osad CaC₂O₄ o powierzchni właściwej równej 6,00m²/g.



Rys.4.

Obserwacje w mikroskopie elektronowym replik powierzchni kryształów strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru (powiększenie 10.000x)

- a szczawian magnezu,
- b szczawian wapnia,
- c szczawian strontu,
- d szczawian baru.



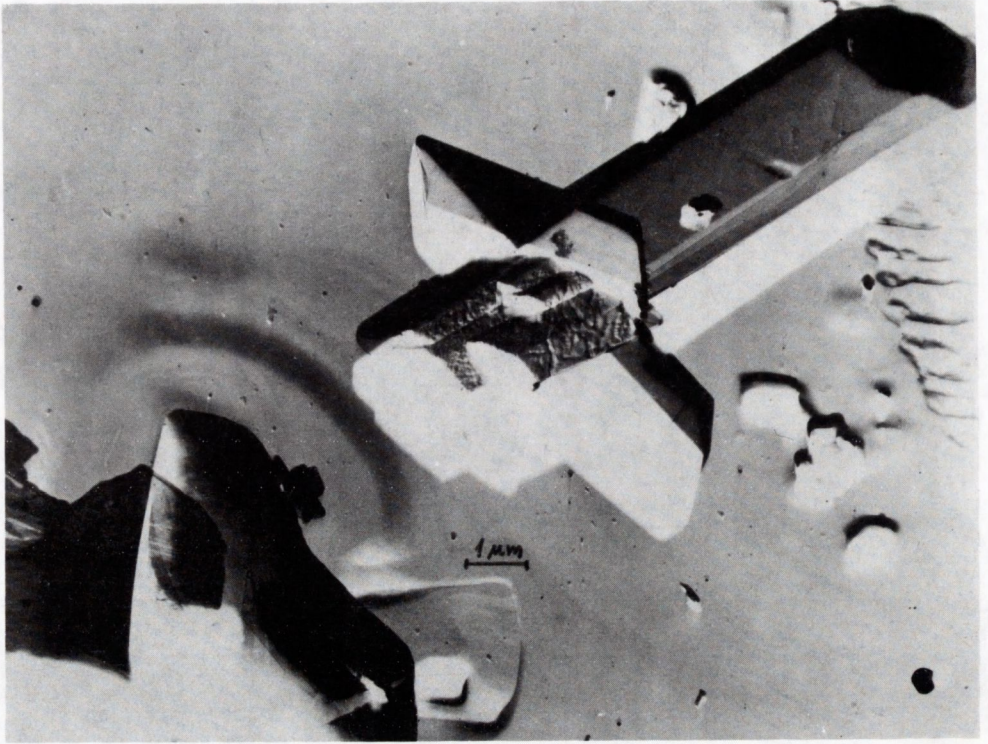


Tabela 5. Wyniki analizy termogravimetrycznej wykonanej do 1000°C mieszanin strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru w obecności TiO₂ (rutyl).

Rodzaj mieszaniny	Temperatura dysocjacji °C	Temperatura pocz. syntezy °C	Straty masy po kalcynacji %
1	2	3	4
MgC ₂ O ₄ + TiO ₂	540	brak efektu	47,1
CaC ₂ O ₄ + TiO ₂	520	885	39,9
SrC ₂ O ₄ + TiO ₂	540	970	28,5
BaC ₂ O ₄ + TiO ₂	520	985	31,8

W tabeli 5 i na rys. 5 przedstawiono wyniki analiz termogravimetrycznych wykonanych do 1000°C mieszanin strąconych szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba w obecności TiO₂ (rutyl) oraz strat masy po ich kalcynacji w 1000°C przez 1 godz. Uzupelnienie badań skalcynowanych mieszanin stanowią: analiza rentgenowska fazowa (tabela 6), pomiary powierzchni wł. (tabela 7), analiza uziarnienia wykonana w komputerowym analizatorze firmy Shimadzu o zakresie wielkości mierzonych cząstek: 0,1 - 150 μm (rys. 6).

Tabela 6. Wyniki analizy rentgenowskiej fazowej mieszanin strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru w obecności TiO₂ (rutyl) po kalcynacji w 1000°C przez 1 godz.

Promieniowanie charakterystyczne CuKα.

d _{hkl}	I/I ₀				Faza
	I	II	III	IV	
1	2	3	4	5	6
3.990				15	BaTiO ₃
3.900			5		SrTiO ₃
3.770		5			CaTiO ₃
3.690	13				MgTiO ₃
3.239	22				TiO ₂
3.130				5	BaTiO ₃
2.830				93	BaTiO ₃

2.750			69		SrTiO ₃
2.720	31				MgTiO ₃
2.690		22			CaTiO ₃
2.520	17				MgTiO ₃
2.480	10				TiO ₂
2.310				43	BaTiO ₃
2.249			16		MgTi ₂ O ₅
2.220	21				SrTiO ₃
2.190	6				MgTi ₂ O ₅
2.087	25				MgTiO ₃
2.060	5				MgO
2.050	5				MgO
2.010				12	BaTiO ₃
1.990				24	BaTiO ₃
1.950			25		SrTiO ₃
1.909		12			CaTiO ₃
1.840	13				MgTiO ₃
1.810				6	BaTiO ₃
1.795	8				MgO
1.706	17				MgTi ₂ O ₅
1.680	12				TiO ₂
1.630				25	BaTiO ₃
1.600			19		SrTiO ₃
1.560		5			CaTiO ₃
1.556		6			CaTiO ₃
1.490	12				MgO
1.488	13				MgO
1.380			12		SrTiO ₃
1.235			8		SrTiO ₃

Termogramy kalcynowanych mieszanin wskazują, że synteza tytanianów strontu i baru rozpoczyna się odpowiednio w 970° i 985°C, tytanianu wapnia poniżej 900°C tj. w 885°C, a temperatura początku syntezy tytanianu magnezu (w obszarze do 1000°C) jest trudna do wyznaczenia - brak efektów termicznych na termogramie.

Z kolei rentgenogram dla tego tytanianu wskazuje obecność niewielkiej ilości $MgTiO_3$, $MgTi_2O_5$ jak również nieprzereagowanego TiO_2 . Znaczna ilość TiO_2 może wynikać z wyfukiwania się szczawianu magnezu w czasie odmywania mieszaniny przed kalcynacją. Pozostałe kalcynowane mieszaniny dały jako jedyny produkt, tytanian odpowiedniego kationu.

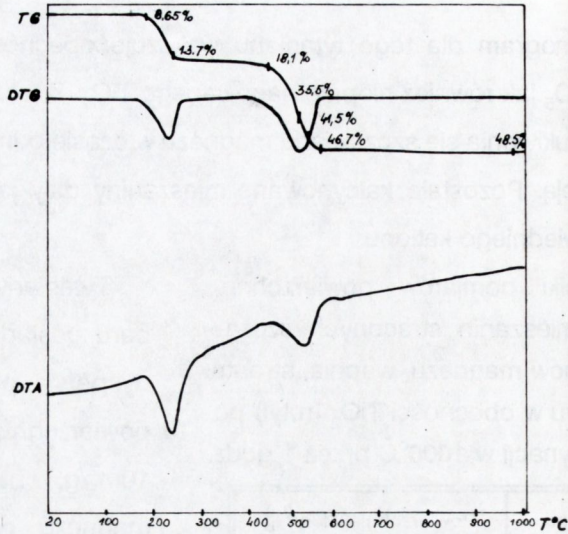
Tabela 7. Wyniki pomiarów powierzchni wł. mieszanin strąconych szczawianów magnezu, wapnia, strontu i baru w obecności TiO_2 (rutył) po kalcynacji w $1000^\circ C$ przez 1 godz.

Rodzaj tytanianu	Powierzchnia wł. m^2/g
1	2
$MgTiO_3$	5,8
$CaTiO_3$	17,2
$SrTiO_3$	16,8
$BaTiO_3$	10,1

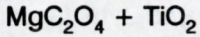
Tytaniany wapnia, strontu i baru posiadają bardzo wysoką dyspersję proszku o wielkości powierzchni wł. rzędu $17-10m^2/g$, natomiast tytanianu magnezu ok. $7m^2/g$. Z kolei analizując uziarnienie otrzymanych tytanianów należy stwierdzić, że największą zawartość frakcji poniżej $1\mu m$ posiadają kolejno: $SrTiO_3$, $CaTiO_3$ i $BaTiO_3$ tj. 94%, 62% i 52%, a $MgTiO_3$ zawiera zróżnicowane w wiel-

kości frakcje - od 20 do $0,4\mu m$, spowodowane brakiem całkowitego przereagowania substratów.

Dotychczasowe badania wskazują na to, że metodę półceramiczną można wykorzystać bez większych modyfikacji do syntezy tytanianów magnezu, wapnia, strontu i baru, przez kalcynację mieszanin strąconych szczawianów w obecności TiO_2 (rutył). W wyniku jej stosowania otrzymuje się w znacznie obniżonej temperaturze syntezy w porównaniu z metodą ceramiczną (por. rys. 1) proszki o wysokiej czystości fazowej i dyspersji.

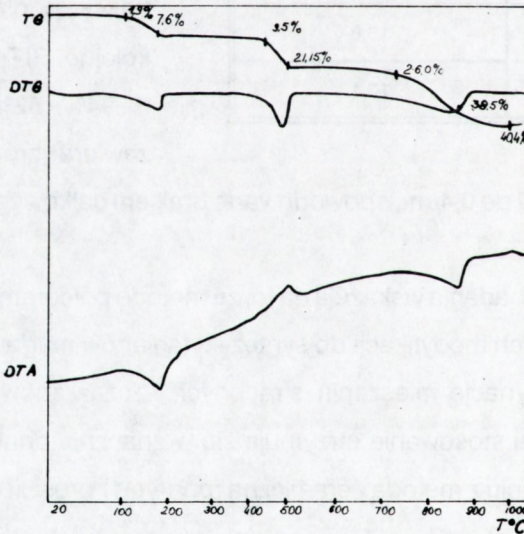


Rys.5. a Analiza termogravimetryczna mieszanin strąconych szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba w obecności TiO_2 (rutyl)

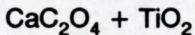


warunki pomiaru $T = 1000^{\circ}\text{C}$,
 $T_g = 500 \text{ mg}$,

$V_g = 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $m = 295 \text{ mg}$,
 $\text{DTA} = 500 \mu\text{V}$, $\text{DTG} = 1 \text{ mV}$.

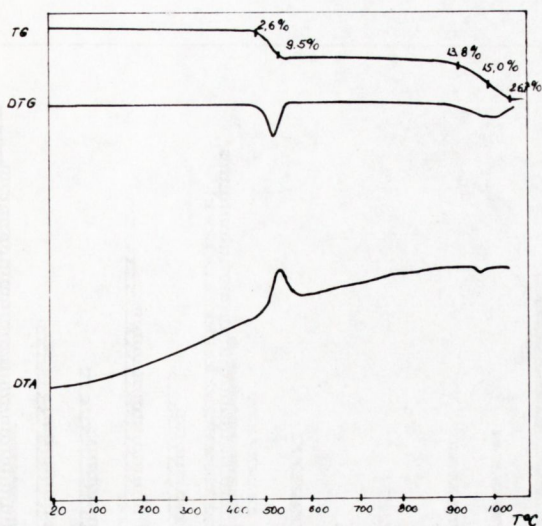


Rys.5. b Analiza termogravimetryczna mieszanin strąconych szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba w obecności TiO_2 (rutyl)

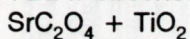


warunki pomiaru $T = 1000^{\circ}\text{C}$,
 $T_g = 500 \text{ mg}$,

$V_g = 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $m = 260 \text{ mg}$,
 $\text{DTA} = 500 \mu\text{V}$, $\text{DTG} = 1 \text{ mV}$.

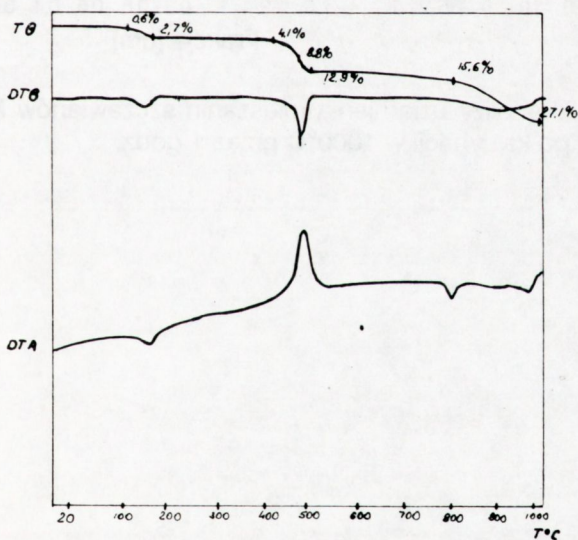


Rys.5. c Analiza termograwimetryczna mieszanin strąconych szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba w obecności TiO_2 (rutył)

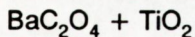


warunki pomiaru $T = 1000^\circ\text{C}$,
 $T_g = 500 \text{ mg}$,

$V_g = 10^\circ\text{C}/\text{min}$, $m = 290 \text{ mg}$,
 $\text{DTA} = 500 \mu\text{V}$, $\text{DTG} = 1 \text{ mV}$.

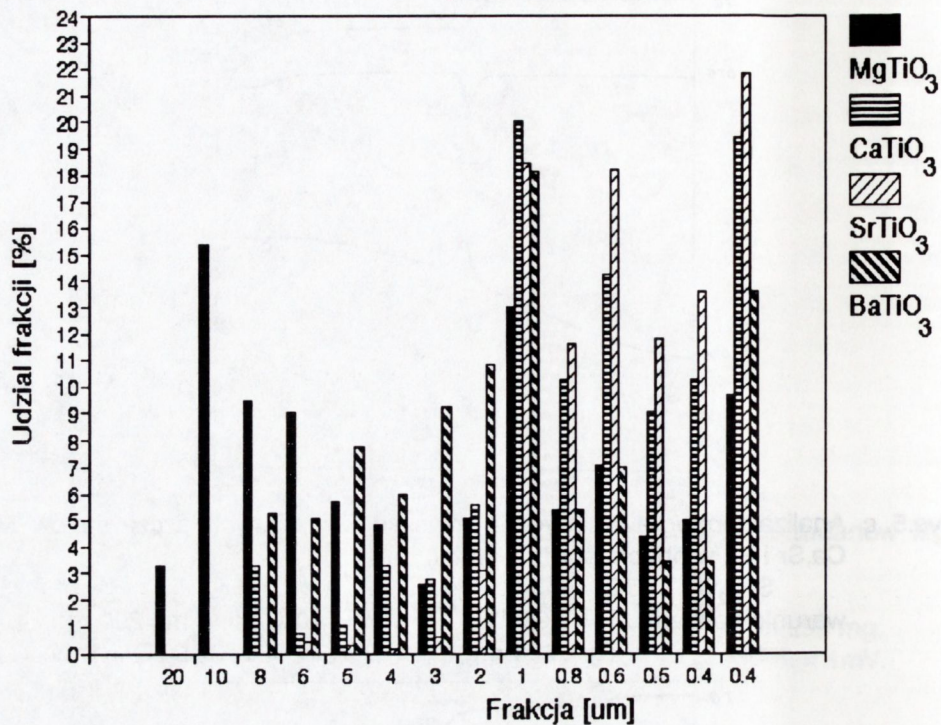


Rys.5. d Analiza termograwimetryczna mieszanin strąconych szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba w obecności TiO_2 (rutył)



warunki pomiaru $T = 1000^\circ\text{C}$,
 $T_g = 500 \text{ mg}$,

$V_g = 10^\circ\text{C}/\text{min}$, $m = 320 \text{ mg}$,
 $\text{DTA} = 500 \mu\text{V}$, $\text{DTG} = 1 \text{ mV}$.



Rys.6. Wyniki analizy uziarnienia mieszanin szczawianów Mg, Ca, Sr i Ba z TiO₂ po kalcynacji w 1000°C przez 1 godz.

4. Wnioski

1. Proces kalcynacji mieszanin strąconych szczawianów wapnia, strontu i baru z TiO_2 może być prowadzony w 1000°C przez 1 godz. z wyjątkiem mieszaniny ze szczawianem magnezu, której temperaturę należy podwyższyć co najmniej o 100°C .
2. Największe rozdrobnienie i wysoką jednorodność posiadają proszki tytanianów strontu i wapnia, a następnie tytanianu baru.

Bibliografia

- [1] Bojs G.V., Gindin E.J., Michajlevo N.A: Zaimodeistvie karbonator scelognozemych metalov s druokiju titana. *Ž.Prikl.Chim.* 1975,1,19
- [2] Puff Z., Starczewski M: Badania nad syntezą BaTiO_3 . *Zeszyty Nauk. Politechniki Śląskiej s.Chemia* 1988 z. 119
- [3] Puff Z., Milewski J: Badania nad synteżą BaTiO_3 cz. II. *Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej s.Chemia* 1989 z. 121
- [4] Dielektryki ceramiczne *Praca Zbiorowa.* Warszawa: PWN 1967
- [5] Marczenko Z., Minczewski J: *Chemia analityczna.* Warszawa: PWN 1976