

УДК 661.888.2

## Получение высокочистого оксида ниобия (V) при разложении ортониобата лития во фторидно-сернокислотной среде

С.М. Маслобоева, Л.Г. Арутюнян

*Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева КНЦ РАН*

**Аннотация.** Проведены лабораторные исследования и испытания фторидно-сернокислотной технологии переработки ортониобата лития с целью выделения высокочистого оксида ниобия (V) и последующего его использования в производстве монокристаллов ниобата лития. Определены оптимальные условия разложения  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$ , обеспечивающие максимальный перевод ниобия и лития в раствор. Изучен экстракционный процесс извлечения ниобия смесью экстрагентов (диметиламида карбоновых кислот фракции  $\text{C}_{10}\text{-C}_{13}$  в разбавителе Эскайд и октанол-1). В ходе испытаний получено 10 кг  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , который по содержанию регламентированных примесей отвечает технологическим нормам, позволяющим применять его в производстве  $\text{LiNbO}_3$ .

**Abstract.** The work presents the findings of laboratory investigation and testing of fluoride-sulphuric acid technology, whereby lithium orthoniobate was processed to obtain a high-purity niobium (V) oxide subsequently used in the production of lithium niobate single crystals. The optimal conditions for  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$  decomposition providing the highest possible level of niobium and lithium transition to solution have been determined. The solvent extraction process of niobium extraction by a mixture of extragents (carboxylic acid dimethylamides of the  $\text{C}_{10}\text{-C}_{13}$  fraction with Eskeide and octanol-1 as diluents) has been discussed. In the course of experiments, we obtained 10 kg of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  satisfying the requirements for the production of  $\text{LiNbO}_3$ .

**Ключевые слова:** ниобат лития, ортониобат лития, разложение, фторидно-сернокислые растворы, экстракция, диметиламида карбоновых кислот, октанол, промывка, реэкстракция, реэкстракт, оксид ниобия (V)

**Key words:** lithium niobate, lithium orthoniobate, decomposition, fluoride-sulphuric acid solutions, solvent extraction, dimethylamides of carboxylic acids, octanol, scrubbing, re-extraction, re-extract, niobium (V) oxide

### 1. Введение

В современной электронной технике наблюдается резкое возрастание роли диэлектрических материалов, в первую очередь пьезо- и сегнетоэлектриков. Применение этих материалов отвечает современным требованиям повышения экономичности, быстродействия и эксплуатационной надежности элементов электроники. Диэлектрики, в частности, сегнетоэлектрическая керамика, формируют многие новейшие направления электроники, акустоэлектроники, систем связи и автоматики, медицинской техники. К числу диэлектрических материалов, которые находят широкое применение в указанных областях, относится метаниобат лития, отходы производства которого достаточно велики. В связи с этим весьма актуальным остается поиск наиболее эффективных методов переработки отходов с целью регенерации лития и ниобия.

В Институте химии и технологии редких элементов и минерального сырья КНЦ РАН на протяжении многих лет разработаны различные способы разложения отходов метаниобата лития (Маслобоева и др., 2003), основанные на отделении лития от ниобия на стадии разложения отходов с возможно более полным переводом одного из них в раствор или в осадок. Известны также способы переработки отходов  $\text{LiNbO}_3$  спеканием с незначительным избытком  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  при температуре 700-725°C с получением  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$  и последующим выщелачиванием плава 20-30-процентными кислотами ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ) (Кулифеев и др., 1996; 1999а; 1999б). Анализ всех известных методов разложения отходов  $\text{LiNbO}_3$  показал, что все они имеют ряд существенных недостатков. Наиболее эффективным является способ, основанный на переводе ниобата лития в ортониобат с последующим выщелачиванием лития и ниобия в раствор смесью фтористоводородной и соляной кислот (Маслобоева и др., 2004). Однако, как показывают результаты исследований, снижение в пентаоксидах ниобия содержания примесей, таких, как, например, железо, до уровня, меньшего  $10^{-3}$  мас.%, является в этих системах весьма затруднительным.

Целью работы являлось изучение условий фторидно-сернокислотного разложения ортониобата лития и экстракционного выделения высокочистого оксида ниобия (V) из полученных растворов.

## 2. Методы исследований

Ортониобат лития получали спеканием отходов ниобата лития с 5-10%-ным избытком  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  при температуре 900-1000°C в течение 1-2 часов (Маслобоева и др., 2005). Образующийся спек ортониобата лития измельчали (размер частиц составлял менее 50 мкм) и направляли на вскрытие с целью перевода всех ценных компонентов в раствор.

Разложение проводили во фторопластовом стакане с крышкой и мешалкой, в него заливали кислоты ( $\text{HF}$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) и помещали в термостат для поддержания необходимой температуры в опыте. Пробу ортониобата лития вносили в стакан небольшими порциями при постоянном перемешивании. Смесь выдерживали заданное время, охлаждали и отфильтровывали. Осадок на фильтре промывали дистиллированной водой, сушили и прокаливали в муфельной печи при 800°C в течение 1 часа. По полученному остатку рассчитывали степень вскрытия ортониобата лития. В фильтратах и промывных водах определяли содержание ниобия, лития, фтора и примесей (Fe, Ti и др.), используя различные методы: экстракционно-фотометрический (Ta), спектрофотометрический (Nb, Ti), плазменную атомно-эмиссионную спектрометрию (Li), плазменную атомно-абсорбционную спектрометрию (Cu, Ni, Co и др.), потенциометрический (F).

Содержание катионных примесей (Mn, Mg, Pb, Fe, Cu, Ni, Cr, Co, V, Ti, Mo, Ca, Si, Al, Zn, Bi, Sn, Sb, Ta, Nb, Zr) в  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  устанавливали с помощью атомно-эмиссионного спектрографического анализа на приборе ДФС-13 по специальной методике, разработанной в ИХТРЭМС КНИЦ РАН, а также методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой на приборе ELAN 9000 DRC-e.

Рентгенофазовый анализ (РФА) продуктов проводили на дифрактометре ДРОН-2, излучение  $\text{CuK}\alpha$ .

## 3. Результаты и их обсуждение

### Разложение ортониобата лития

Предварительно нами были проведены опыты по разложению ортониобата лития 20%-ной  $\text{H}_2\text{SO}_4$  при температурах  $20\pm 60^\circ\text{C}$  и отношении твердой и жидкой фаз  $T:V_{\text{ж}}=1:10$  в течение 3-6 часов. При этом Nb переходил в осадок, а Li оставался в растворе. Содержание Nb в фильтрате не превышало 0.01 г/л. Осадок промывали несколько раз водой, а затем подсушивали и прокаливали при температуре 1000°C. Из рентгенограммы, приведенной на рис. 1, видно, что полученный продукт ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) не является однофазным и включает  $\text{LiNbO}_3$ , а также другие соединения лития и ниобия. В связи с этим мы пришли к выводу, что этот способ не может быть использован для переработки отходов метаниобата лития, т.к. приготавливаемая из  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  и  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  шихта не соответствует нормам, предъявляемым к ней, для последующего использования ее для выращивания монокристаллов.

Разложение  $\text{LiNbO}_3$  вели в смеси 45 %  $\text{HF}$  и 27÷40 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . В опытах варьировали: соотношение твердой и жидкой фазы ( $T:V_{\text{ж}}=1:3\div 7$ ); температуру вскрытия ортониобата лития ( $t=20\div 40^\circ\text{C}$ ), время проведения опыта ( $\tau=15\div 60$  мин).

Фтористоводородную кислоту вводили в количестве, достаточном для образования фторидных комплексов ниобия (V), при этом обеспечивался минимальный расход  $\text{HF}$ . Мольное отношение  $\mu = \text{Nb}/\text{F} = 1:6\div 7$  является оптимальным для последующей экстракции, т.к. именно комплексы  $\text{NbF}_6^-$ ,  $\text{NbF}_7^{2-}$  наилучшим образом экстрагируются из раствора.

Результаты опытов представлены в табл. 1, из которых видно, что наибольшая степень вскрытия (94.6 %) наблюдается при 40 % концентрации  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и соотношении  $T:V_{\text{ж}}=1:5$  (опыт 5). При одном и том

Рис. 1.  
Рентгенограмма  
прокаленного  
при 1000°C  
осадка,  
полученного  
при разложении  
ортониобата  
лития 20%-ной  
 $\text{H}_2\text{SO}_4$

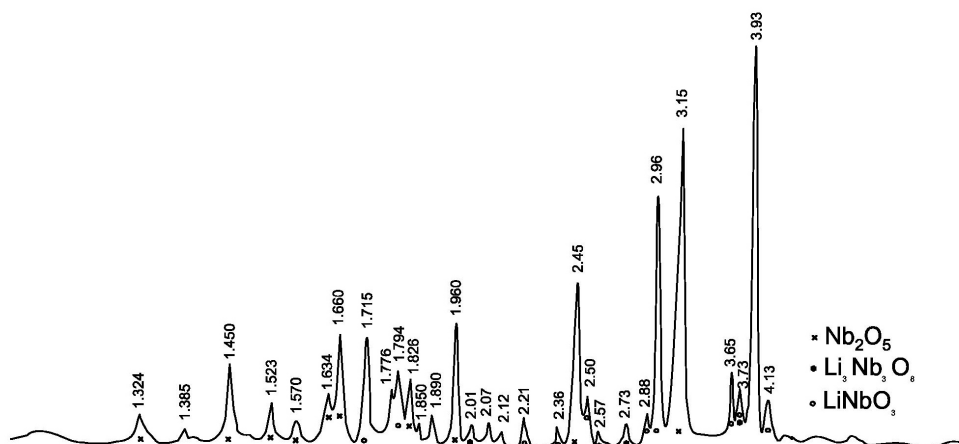


Таблица 1. Условия и степень разложения ортониобата лития (навеска  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$  – 10 г,  $\mu=1:6$ , 45%-ная HF,  $t=20^\circ\text{C}$ ,  $\tau=30$  мин)

№ опыта	T:V <sub>ж</sub>	Концентрация H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , %	Вес остатка, г	Степень вскрытия R <sup>**</sup> , %
1*	1:3	27	0.922	92.2
2*	1:5	27	0.916	91.6
3*	1:7	27	0.904	90.4
4	1:3	40	0.939	93.9
5	1:5	40	0.946	94.6
6	1:7	40	0.923	92.3

\* – в фильтрах наблюдается со временем выпадение осадка;

\*\* – степень вскрытия определена по остатку, в котором содержится до 70-78 % ниобия.

Таблица 2. Распределение ниобия и лития в процессе разложения ортониобата лития (навеска  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$  – 10 г, 45%-ная HF,  $\mu=1:6$ , T:V<sub>ж</sub>=1:5,  $t=20^\circ\text{C}$ ,  $\tau=30$  мин)

Температура, °C	Концентрация H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , %	Объем фильтрата, мл	Объем промывных вод, мл	Содержание компонентов после разложения $\text{Li}_3\text{NbO}_4$ , г/л			
				Фильтрат		Промывная вода	
				Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Li <sub>2</sub> O	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Li <sub>2</sub> O
20	27	47	35	125.3	45.8	14.5	1.5
20	40	46	34	135.6	46.7	16.1	1.9
40	40	44	35	141.5	48.9	15.8	2.1

же соотношении T:V<sub>ж</sub>, но при увеличении концентрации серной кислоты (от 27 до 40 %), степень вскрытия возрастает незначительно. Установлено, что при выщелачивании ортониобата лития 40%-ной H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> при комнатной температуре и отношении T:V<sub>ж</sub>=1:5 получаются устойчивые растворы, в то время как в фильтрах, полученных при разложении ортониобата лития менее концентрированной серной кислотой, выпадают осадки. На распределение лития концентрация серной кислоты не оказывает влияния (табл. 2), он переходит в раствор в виде растворимой соли сернокислого лития Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Повышение температуры до 40°C не изменяет выход ниобия и лития в раствор. По данным РФА, нерастворимый остаток содержит LiNbO<sub>3</sub> и Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

В условиях опыта 5 (табл. 1) изучена кинетика вскрытия  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$ . Полученные данные, приведенные в табл. 3, показывают, что в выбранных условиях разложение ортониобата лития заканчивается уже через 15 минут после загрузки пробы, о чем свидетельствует постоянное значение концентраций Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и Li<sub>2</sub>O в пульпе.

На основании полученных результатов рекомендованы следующие оптимальные условия вскрытия ортониобата лития: концентрация H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – 40 %, мольное отношение  $\mu=\text{Nb:F}=1:6\div 7$ , T:V<sub>ж</sub>=1:5, температура 20°C, продолжительность проведения процесса после равномерной загрузки пробы – 15 минут. В этих условиях степень разложения ортониобата лития составляет ~95 %. Химическая реакция является экзотермической, протекает с большим выделением тепла и может быть описана уравнением:

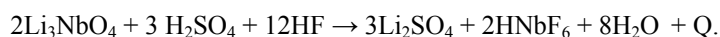


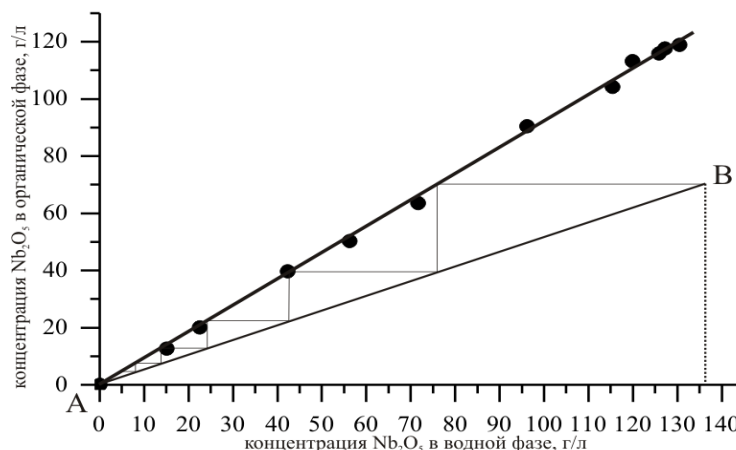
Таблица 3. Кинетика разложения ортониобата лития (навеска  $\text{Li}_3\text{NbO}_4$  – 10 г, 40%-ная H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 45%-ная HF,  $\mu=1:6$ , T:V<sub>ж</sub>=1:5,  $t=20^\circ\text{C}$ )

Время вскрытия, мин.	Содержание в фильтрате, г/л	
	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Li <sub>2</sub> O
15	135.4	46.5
30	135.6	46.6
45	135.9	46.5
60	135.7	46.7

### Экстракция ниобия из фторидно-сернокислых растворов

Развитие и совершенствование экстракционной технологии получения высокочистых соединений ниобия связано с поиском новых эффективных экстрагентов. Представляло интерес изучить экстракционные свойства смеси, состоящей из диметиламидов карбоновых кислот (ДМАКК) фракции C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>, октанола-1 (ОКЛ) и разбавителя Эскайд (Эс). Экстрагент содержал 35 % ДМАКК, 30 % ОКЛ, 35 % Эс. В качестве исходных растворов использовали фильтраты, полученные после вскрытия ортониобата лития смесью фтористоводородной и серной кислот в оптимальном режиме. Состав растворов был следующий, г/л: Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>~136, Li<sub>2</sub>O~46, F~150.

Рис. 2. Изотерма экстракции ниобия смесью 35 % ДМАКК, 30 % ОКЛ, 35 % Эс из фторидно-сернокислых растворов и графическое определение числа ступеней экстракции (АВ – рабочая линия процесса экстракции)



На рис. 2 приведена изотерма экстракции, для построения которой был использован метод насыщения путем последовательного контактирования органической фазы со свежими порциями исходного раствора при постоянном отношении  $O:B = 0,5, 1, 2$ . В области равновесных концентраций водной фазы от 0 до 140 г/л  $Nb_2O_5$  изотерма носит линейный характер, при этом очевидно, что экстракция ниобия выбранной смесью экстрагентов происходит достаточно полно, и возможна реэкстракция водой. Как следует из рис. 2, экстракцию ниобия можно осуществить на 6 противоточных ступенях при соотношении  $O:B=1,8:1$  и получить экстракт с содержанием  $Nb_2O_5 \sim 75$  г/л.

Для снижения концентрации примесей в реэкстрактах изучена промывка ниобиевого экстракта растворами, содержащими 200 г/л  $H_2SO_4$  и 0÷50 г/л  $HF$  при соотношениях органической и водной фаз  $O:B=6÷10$ . Установлено, что оптимальными условиями промывки, обеспечивающими, с одной стороны, получение растворов с низким содержанием лимитирующих примесей, а с другой стороны, способствующими улучшению гидродинамических характеристик работы экстракционного каскада типа смеситель-отстойник, являются: состав промывного раствора 200 г/л  $H_2SO_4$  и соотношение  $O:B=6:1$ . Потери ниобия за одну ступень в этом случае составляют 16,7 %, содержание железа в экстракте снижается до 0,002 г/л. Однако при осуществлении непрерывного процесса с учетом подсоединения промывных вод к исходному раствору, поступающему на экстракцию, потери ниобия с промывными водами практически отсутствуют. Кроме того, выбранный состав промывного раствора позволяет снизить содержание фтора в экстракционной системе и затраты на  $HF$ .

Реэкстракцию ниобия из промывного экстракта осуществляли водой, при этом степень реэкстракции за одну ступень при соотношении  $O:B = 1:1$  составила 88,6 %. По данным масс-спектрометрического анализа содержание примесей (Fe, Mg, Al, Ti и др.) в реэкстрактах было на уровне  $1÷2 \cdot 10^{-4}$  г/л и менее.

### Укрупненные лабораторные испытания по переработке ортониобата лития

Для проведения укрупненных лабораторных испытаний было взято 17 кг ортониобата лития, полученного спеканием отходов  $LiNbO_3$  с  $Li_2CO_3$  (Маслобоева и др., 2005).  $Li_3NbO_4$  был размолот на вибрационной мельнице и растворен в смеси  $HF$  и  $H_2SO_4$  с целью перевода всех ценных компонентов в раствор. Выщелачивание проводили при температуре  $18^\circ C$ , соотношении  $T:V_{ж} = 1:5$ , мольном отношении  $Nb:F = 1:7$ , концентрации  $H_2SO_4 - 40$  %, продолжительности проведения процесса 15 минут. Остаток после вскрытия (850 г) представлял собой, по данным РФА и химического анализа,  $Nb_2O_5$  (66 %) и  $LiNbO_3$  (34 %). Таким образом, в этих условиях степень разложения ортониобата лития составила ~98 %.

Для дальнейшей экстракционной переработки было получено ~80 л раствора, который содержал, г/л:  $Nb_2O_5 \sim 140$ ,  $Li_2O \sim 46$ ,  $F \sim 145$ ,  $Fe \sim 0,05$ ,  $SO_4^{2-} \sim 400$ . В качестве экстрагента использовали смесь 35% ДМАКК, 30% ОКЛ, 35% Eskeid. Испытания проводили на 16-ступенчатом экстракционном каскаде непрерывного действия типа смеситель-отстойник (рис. 3). Экстрактор из полипропилена был сконструирован и изготовлен в ИХТРЭМС КНЦ РАН.

Принципиальная схема экстракционной установки представлена на рис. 4.

Исходный раствор подавали в 6 камеру каскада, в 1 камеру – оборотный экстрагент, в 10 камеру – промывной раствор, в 16 камеру – реэкстрагент. Рафинат, образующийся в 1 камере, собирали в приемную емкость для дальнейшей переработки, промывной раствор, выходящий из 7 камеры, подсоединяли к исходному раствору в 6 камеру. Слив ниобиевого реэкстракта, используемого для выделения пентаоксида ниобия, осуществляли из 11 камеры. Экстрагент, двигающийся противотоком к

Рис. 3. Лабораторная экстракционная установка непрерывного действия

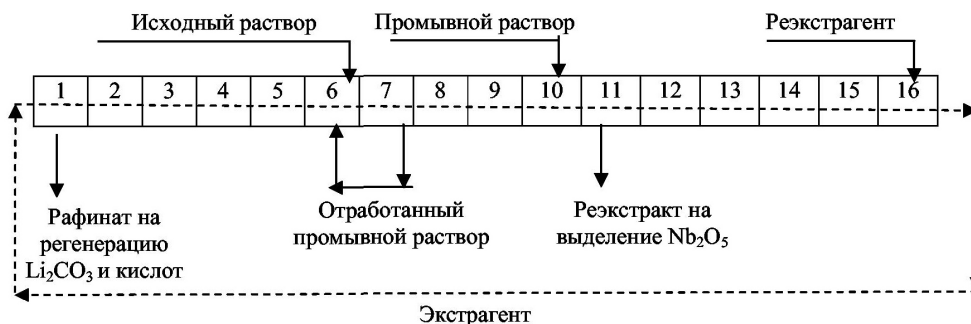
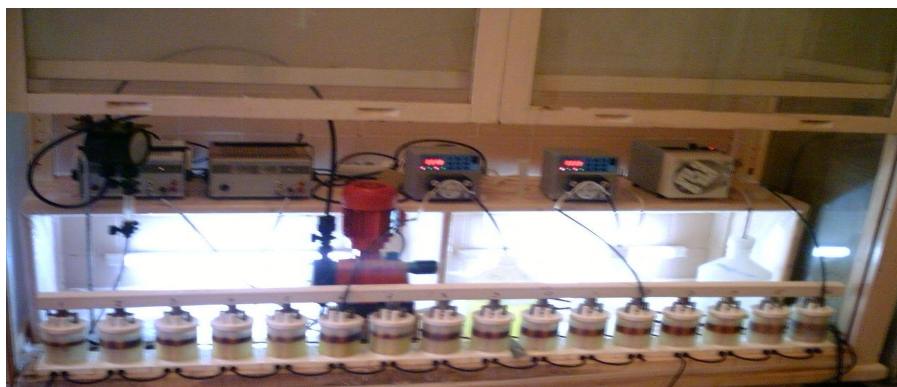


Рис. 4. Принципиальная схема противоточного экстракционного каскада  
1-6 – камеры экстракции; 7-10 – промывные камеры; 11-16 – камеры резкстракции

исходному раствору, после экстракции, промывки и резкстракции возвращали в цикл. Расходы поступающих в камеры рабочих жидкостей устанавливали с помощью дозирующих насосов. Они соответствовали следующим значениям, л/час: экстрагента – 0.75 л/ч, исходного раствора – 0.27 л/ч, промывного раствора 0.13 л/ч, резкстрагента – 0.32 л/ч.

Изучено изменение плотности органической и водной фаз, а также распределение ниобия в водной фазе по камерам экстракционного каскада в условиях равновесия (табл. 4). Анализ полученных экспериментальных данных показывает, что процесс экстракции идет эффективно на 3 ступенях, дальнейшее увеличение числа ступеней практически не влияет на извлечение ниобия в экстракт. Для стадии резкстракции достаточно 4 ступеней.

Таблица 4. Плотности равновесных водной и органической фаз и содержание Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в водной фазе по камерам экстракционного каскада

№ камеры	Плотность органической фазы, кг/м <sup>3</sup>	Плотность водной фазы, кг/м <sup>3</sup>	Равновесная концентрация Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> в водной фазе, г/л
1	857	1234	<0.05
2	865	1235	<0.1
3	867	1235	<1.0
4	878	1235	3.7
5	919	1246	31.6
6	945	1257	83.1
7	940	1249	98.0
8	934	1245	100.4
9	923	1237	91.7
10	913	1221	75.5
11	862	1081	60.4
12	858	1028	12.2
13	855	1017	3.8
14	855	1014	2.7
15	855	1012	1.0
16	853	1012	<1.0

Плотность насыщенного экстрагента (экстракта) составляла  $940 \div 945 \text{ кг/м}^3$ , обратного экстрагента –  $849 \div 852 \text{ кг/м}^3$ , реэкстракта –  $1080 \div 1090 \text{ кг/м}^3$ . Рафинат содержал, г/л: Nb <0.05, Li~17, F<sup>-</sup>~15, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>~315; а реэкстракт – Nb~70÷85, F<sup>-</sup>~100÷120. Таким образом было достигнуто практически 100%-ное извлечение ниобия из фторидно-серноокислых растворов.

На экстракционной установке было получено ~90 л ниобиевого реэкстракта, из которого раствором аммиака (25%-ным) была осаждена гидроокись ниобия при pH=8÷9. Ее промывали репульпацией 3 раза деионизованной водой при соотношении T:V<sub>ж</sub>=1:5÷8, сушили при t=200°C в течение 4÷6 часов и прокаливали при t=900÷1000°C течение 2 часов. Полученный пентаоксид ниобия анализировали методом спектрального анализа (табл. 5). По содержанию регламентированных примесей его можно отнести к марке "высокочистый".

Таблица 5. Содержание примесей ( $1 \cdot 10^{-4}$  мас. %) в Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Продукт	Mn	Mg	Si	Fe	Cr	Ni	Mo	Ca	Cu	Pb	Sn	Co	V	Zr	Ti	Al
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	<1	<2	<10	<3	<1	<1	<5	<10	<1	<3	<1	<5	<1	<5	<5	<5

#### 4. Заключение

Проведены исследования по разложению ортониобата лития в смеси фтористоводородной и серной кислот. Определены оптимальные условия, при которых степень вскрытия составляет 95 %.

Изучена экстракция ниобия из фторидно-серноокислых растворов смесью диметиламидов карбоновых кислот фракции C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub> (35 %), октанолом-1 (30 %) и разбавителем Эскайд (35 %). Выбраны оптимальные условия для проведения процесса на стадиях экстракции, промывки и реэкстракции.

Проведены укрупненные лабораторные испытания по разложению ортониобата лития и экстракционной переработке полученных растворов, в ходе которых отработаны режимы технологической схемы.

Из высокочистого ниобиевого реэкстракта получено около 10 кг пентаоксида ниобия, который по содержанию основного вещества и примесных элементов удовлетворяет техническим требованиям и может быть использован в производстве монокристаллов ниобата лития.

#### Литература

- Кулифеев В.К., Мякишева Л.В.** Разработка комплексной технологии утилизации ниобия и лития из отходов и брака производства монокристаллов ниобата лития. *Проблемы комплексного использования руд. Тез. докл. 2-го Междунар. симпоз. Санкт-Петербург*, с.337-338, 1996.
- Кулифеев В.К., Мякишева Л.В., Дервянко А.Д.** К вопросу об устойчивости ортониобата лития. *Изв. вузов. Цветная металлургия*, № 4, с.25-28, 1999а.
- Кулифеев В.К., Мякишева Л.В., Дервянко А.Д.** Исследование процессов утилизации отходов производства монокристаллов вольфрамата кадмия и ниобата лития. *Кристаллы: рост, свойства, реальная структура, применение. Тр. IV Междунар. конф. М., Александров ВНИИСИМС*, т.1, с.297-307, 1999б.
- Маслобоева С.М., Балабанов Ю.И., Дубошин Г.Н.** Оценка различных методов переработки отходов производства монокристаллов метатанталата (метаниобата) лития. *Переработка природного и техногенного сырья, содержащего редкие, благородные и цветные металлы. Сб. науч. тр. Апатиты, КНЦ РАН*, с.51-54, 2003.
- Маслобоева С.М., Маслобоев В.А., Арутюнян Л.Г., Балабанов Ю.И.** Способ разложения отходов производства монокристаллов соединений тугоплавких металлов с литием. *Пат. № 2221746 РФ, МПК<sup>7</sup> C 01 D 15/00, C 01 G 33/00 35/00. Бюл.изобр.*, № 2, 2004.
- Маслобоева С.М., Тихомирова Е.Л., Маслобоев В.А., Арутюнян Л.Г.** Взаимодействие танталата (ниобата) лития с карбонатом лития. *ЖЛХ*, т.78, № 1, с.22-24, 2005.