СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1148832 A

4(51) C 01 B 17/00, 19/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ВСЕСОЮЗНАЯ
13
БИБЛИОТЕКА

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3564729/23-26
(22) 17.03.84
(46) 07.04.85. Бюл. № 13
(72) П.И.Антипов, М.Н.Владыко, Е.Е.Гринберг, В.И.Дерновский и А.А.Мовум-Заде
(71) Институт физики твердого тела АН СССР
(53) 661.847.582(088.8)
(56) 1. Авторское свидетельство СССР № 212238, кл. С 01 В 17/20, 1968.
2. Патент Великобритании № 1006980, кл. С 1 А, 1965.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА СЕЛЕНИДА ЦИНКА взаимодействием газообразного селеноводорода с парами элементарного цинка при высокой температуре, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью получения тонкодисперсного продукта, взаимодействию с селеноводородом подвергают пары элементарного цинка, полученные путем барботирования инертного газа через расплав цинка с последующей фильтрацией их, а процесс взаимодействия осуществляют при 550-700°С и давлении 760-1140 мм рт.ст.

(19) SU (11) 1148832 A

Изобретение относится к способам синтеза порошка селенида цинка, используемого в качестве исходного материала для производства оптической и люминофорной керамики, применяемой в оптике и оптоэлектронике.

Известен способ получения селенида цинка путем синтеза в паровой фазе из элементов в вертикальном реакторе, заключающийся в том, что исходную загрузку помещают в нижнюю часть сообщающегося с атмосферой реактора и нагревают выше температуры кипения трудолетучего элемента, а в верхней части реактора поддерживают температуру ниже температуры кипения, но выше температуры затвердевания легколетучего компонента [1].

Недостатком данного способа является то, что все примеси и окислы из исходного продукта переходят в целевой продукт, что существенно снижает его качество и не позволяет использовать керамические материалы из него в ряже приборов.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения селенида цинка путем контактирования газообразного селеноводорода с парами металла при температуре до 1000°С [2].

Недостатком известного способа является образование порошка различной дисперсности ( ~ 50 мкм) в зависимости от условий проведения процесса, в то время как для производства оптической керамики необходим особо чистый порошок селенида цинка определенной дисперсности.

Цель изобретения - получение тонкодисперсного порошка селенида цинка.

Поставленная цель достигается тем, что взаимодействию с селеноводородом подвергают пары элементарного цинка, полученные путем барботирования инертного газа через расплав цинка с последующей фильтрацией их, а процесс взаимодействия осуществляют при 550-700°С и давлении 760-1140 мм рт.ст.

Проведение процесса без барботирования и фильтрации способствует образованию грубодисперсных продуктов размером 50±0,5 мкм. При температурах выше 700°С образуется грубодисперсный продукт (20 мкм и более). Снижение температуры менее 550°С нецелесообразно, так как дисперсность продукта не снижается. Увеличение давления выше 1140 мм рт.ст. приводит к резкому увеличению дисперсности продукта (более 50 мкм). Снижение давления менее 760 мм рт.ст. нецелесообразно, так как дисперсность продукта не снижается.

Пример. Вертикальный кварцевый реактор помещают в двухзонную печь, размещают барботер с цинком в одну из температурных зон, вторая зона (после барботера) - реакционная зона. Через барботер пропускают очищенный аргон, на выходе из барботера устанавливают специальный фильтр для отделения окиси цинка от газовой смеси (пары Zn и Ar). В реакционную зону подают селеноводород.

Полученные результаты представлены в таблице.

Как следует из таблицы, предлагаемый способ позволяет получить селенид цинка дисперсностью 5-10 мкм.

| Давление, мм рт.ст. | Температура, °С | Дисперсность порошка, мкм | Примечание |
|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 750 | 640 | 5,0±0,5 | Содержание кислорода в целевом продукте $1 \cdot 10^{-3}$ |
| 760 | 640 | 5,5±0,5 | $1 \cdot 10^{-5}$ |
| 1000 | 640 | 7,0±0,5 | $1 \cdot 10^{-5}$ |
| 1140 | 640 | 9,0±0,5 | $1 \cdot 10^{-5}$ |
| 1150 | 640 | 50 | $1 \cdot 10^{-5}$ |

Продолжение таблицы

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| 912 | 540 | 4,0±0,5 | Содержание цинка нестехиометрического в целевом продукте $1 \cdot 10^{-1}$ за счет его конденсации в реакционной зоне |
| 912 | 550 | 5,0±0,5 | |
| 912 | 640 | 6,0±0,5 | |
| 912 | 700 | 8,0±0,5 | |
| 912 | 710 | 20±0,5 | |
| 912 | 640 | 50±0,5 | Без барботирования и фильтрации |

Составитель А.Волков
Редактор А.Шандор Техред О.Ващишина Корректор А.Зимикосов

Заказ 1813/13 Тираж 462 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

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