



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

199 800

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 10 04 79
(21) PV 2447-79

(51) Int. Cl. C 01 G 15/00

(40) Zveřejněno 31 10 79

(45) Vydáno 01 11 82

(75) Autor vynálezu ČÁSENSKÝ BOHUSLAV ing.CSc., PRAHA, MACHÁČEK JIŘÍ ing.CSc., KRALUPY NAD
VLTAVOU a KRÍŽ OTOMAR ing.CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby tetraamidogallitanu sodného

Vynález se týká způsobu výroby tetraamidogallitanu sodného ze sodíku, gallia a amoniaku.

Tetraamidogallitan sodný byl připraven v malém množství v prostředí kapalného amoniaku ze sodíku, gallia a amoniaku. Reakce byla provedena v zatavených skleněných zkumavkách ve tvaru T a reakční doba byla několik dnů (Guarino R., Rouxel J. : C.R.Acad.Sci. Ser.C 264 (17) 1488 (1967); Molinie P. a kol. : Acta Crystallogr. Sect.B 29 (5) 925 (1973)). Malá reakční rychlost a způsob provedení reakce neumožňují provedení přípravy tetraamidogallitanu sodného ve větším měřítku.

Uvedené nedostatky odstraňuje vynález způsobu výroby tetraamidogallitanu sodného ze sodíku, gallia v přebytku a kapalného amoniaku, podle kterého minimální množství amoniaku na předložený sodík je molárně 10 : 1 a reakce se provede za přítomnosti iontu přechodového kovu, například v přítomnosti chloridu železitého.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že se reakční doba přípravy tetraamidogallitanu sodného zkrátí na několik hodin. Reakční teplota se udržuje v rozmezí 50 až 60 °C. Množství iontu přechodového kovu se pohybuje v rozmezí 0,01 až 0,6 g na 1 mol tetraamidogallitanu sodného. Iont přechodového kovu se přidává nejvýhodněji ve formě halogenidu nebo esteru.

Takto získaný tetraamidogallitan sodný lze využít jako surovinu pro přípravu sloučenin pro elektronické účely.

188 888

Dále je popsáno několik příkladů provedení způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

Do 200 ml třepacího autoklávu obsahujícího 3 ocelové míchací koule o průměru 1,2 cm bylo předloženo 2,3 g Na (0,1 mol), 10,5 g gallia (0,15 mol) a 0,06 g chloridu železitého. Autokláv byl po uzavření připojen kapilárou k tlakové ampuli s odváženým množstvím bezvodého amoniaku (45 g, tj. 2,6 mol), který byl přetlačen rozdílem tlaku k reakční směsi. Teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 50 až 60 °C. Tlak v autoklávu byl odečítán v intervalech 20 minut a reakce byla ukončena po získání tří stejných hodnot tlaku při konstantní teplotě. Konečný tlak v autoklávu po 9 hodinách dosáhl hodnoty 7,1 MPa. Po ukončení reakce byl vypuštěn uvolněný vodík společně s amoniakem a po odpaření veškerého amoniaku byl autokláv otevřen a ztuhlá reakční směs byla rozdrcena a přesypána do skleněného extraktoru. Extrakcí amoniakem bylo získáno 14,1 g bílé krystalické látky o analýze 15,11 % Na, 44,10 % Ga a 34,83 % N; poměr Na : Ga : N = 1,04 : 1 : 3,93. Výtěžek reakce na předložený sodík byl 92,6 %.

Příklad 2

Do 200 ml třepacího autoklávu obsahujícího 3 ocelové míchací koule o průměru 1,2 cm bylo předloženo 2,3 g Na (0,1 mol), 10,5 g gallia (0,15 mol) a 0,06 g isopropoxidu titaničitého. Autokláv byl po uzavření připojen kapilárou k tlakové ampuli s odváženým množstvím bezvodého amoniaku (49 g, tj. 2,9 mol), který byl přetlačen rozdílem tlaku k reakční směsi. Teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 55 až 60 °C. Reakce byla ukončena po získání tří stejných hodnot tlaku při konstantní teplotě. Tlak v autoklávu byl odečítán v intervalu 20 minut a po 8,3 hodinách dosáhl hodnoty 7,2 MPa. Po ukončení reakce byl vypuštěn uvolněný vodík společně s amoniakem a po odpaření veškerého amoniaku byl autokláv otevřen a ztuhlá reakční směs byla rozdrcena a přesypána do skleněného extraktoru. Extrakcí amoniakem bylo získáno 13,9 g bílé krystalické látky o analýze 15,20 % Na, 44,22 % Ga a 35,11 % N; poměr Na : Ga : N = 1,04 : 1 : 3,95. Výtěžek reakce na předložený sodík byl 91,8 %.

Příklad 3

Do 200 ml třepacího autoklávu obsahujícího 3 ocelové míchací koule o průměru 1,2 cm bylo předloženo 2,3 g Na (0,1 mol), 10,5 g gallia (0,15 mol) a 0,06 g chloridu vanadičitého. Autokláv byl po uzavření připojen kapilárou k tlakové ampuli s odváženým množstvím bezvodého amoniaku (42 g, tj. 2,5 mol), který byl přetlačen rozdílem tlaku k reakční směsi. Teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 55 až 60 °C. Reakce byla ukončena po získání tří stejných hodnot tlaku při konstantní teplotě. Konečný tlak po 10 hodinách dosáhl hodnoty 6,9 MPa. Po ukončení reakce byl vypuštěn uvolněný vodík společně s amoniakem a po odpaření veškerého amoniaku byl autokláv otevřen a ztuhlá reakční směs byla rozdrcena a přesypána do skleněného extraktoru. Extrakcí amoniakem bylo získáno 13,5 g bílé krystalické látky o analýze 15,41 % Na, 44,17 % Ga a 35,46 g N; poměr Na : Ga : N = 1,06 : 1 : 3,99. Výtěžek reakce na předložený sodík byl 90,4 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby tetraamidogallitanu sodného ze sodíku, gallia v přebytku a kapalného amoniaku, vyznačený tím, že minimální množství amoniaku na předložený sodík je molárně 10 : 1 a reakce se provede za přítomnosti iontu přechodového kovu, například v přítomnosti chloridu železitého.