

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62515

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 m, 17/00

Zgłoszono: 19.X.1967 (P 123 103)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 01 f, 17/00

Opublikowano: 20.III.1971

UKD 661.863/.868

Współtwórcy wynalazku: Tadeusz Niemyski, Swietłana Appenheimer,
Janusz CinakWłaściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Technologii Elektro-
nowej), Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania sześcioborku lantanu

¹
Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania sześcioborku lantanu LaB_6 , który jest materiałem o doskonałych właściwościach termoelektrycznych, stosowanym przede wszystkim do wytwarzania katod lamp elektronowych. Ze względu na trudności w uzyskiwaniu wspomnianego związku w postaci krystalicznej znajduje on zastosowanie w formie proszków spiekanych.

Według dotychczasowych znanych sposobów sześcioborek lantanu otrzymuje się jako produkt bezpośredniej reakcji syntezy lantanu z borem albo przez elektrolizę mieszaniny boranów metali alkalicznych z tlenkiem lantanu lub też przez redukcję mieszaniny tlenku lantanu i tlenku borowego węglem. Można też otrzymać sześcioborek lantanu w wyniku reakcji pomiędzy tlenkiem lantanu i węglikiem boru, a także przez redukcję tlenku lantanu borem.

Niedogodnością wymienionych sposobów jest możliwość otrzymywania jedynie proszkowego produktu, który następnie poddaje się spiekaniu.

W przeciwieństwie do tego sposób według wynalazku umożliwia uzyskiwanie sześcioborku lantanu w postaci monokryształów. Sposób ten, w którym wykorzystano proces krystalizacji LaB_6 z fazy gazowej za pomocą reakcji chemicznych transportu polega na przepuszczaniu mieszaniny gazowej tróchlorku boru z wodorem nad powierzchnią tlenku lantanu, utrzymywanego w

²
temperaturze 500–800°C najkorzystniej w 600–700°C i następnie przez strefę o temperaturze wyższej niż 800°C, najkorzystniej 1000–1200°C.

Według wynalazku przepuszcza się mieszaninę gazowego tróchlorku boru z wodorem nad powierzchnią tlenku lantanu, znajdującego się we wkładce grafitowej, umieszczonej w reaktorze kwarcowym. Wkładkę ogrzewa się w taki sposób, że otrzymuje się w niej dwa obszary temperatury. W pierwszym obszarze, gdzie znajduje się tlenek lantanu utrzymywana jest temperatura 500–800°C, korzystnie 600–700°C, w drugim zaś temperatura wynosi więcej niż 800°C, korzystnie 1000–1200°C.

W wyniku powyższego postępowania w pierwszym obszarze wkładki grafitowej zachodzi reakcja wodoru z tlenkiem lantanu, której rezultatem jest utworzenie się lotnych związków lantanu.

Związki te, przechodząc do drugiego obszaru o wyższej temperaturze reagują z tróchlorkiem boru co prowadzi do powstawania sześcioborku lantanu w postaci krystalicznej.

²⁵
Przykład. Pary tróchlorku boru, zmieszane z wodorem w stosunku molowym 1:5 doprowadza się do reaktora kwarcowego, w którym jest umieszczona wkładka grafitowa, ogrzewana w ten sposób, że utrzymuje się w niej dwa obszary temperatury. Tlenek lantanu w postaci prosz-

³⁰

ku w ilości 10 g wprowadza się do strefy pierwszej tygla, który ogrzewa się indukcyjnie. Strefa pierwsza a więc ta, w której znajduje się proszek La_2O_3 posiada temperaturę około 700°C . Powstające w wyniku procesu gazowe produkty reakcji przechodzą do strefy drugiej o temperaturze około 1000°C . Po około 4-ch godzinach prowadzenia procesu na ściankach tygla, w strefie drugiej, osadzają się kryształy sześcioborku lantanu o wielkości 3—4 mm. Wydajność procesu wynosi około 10%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania sześcioborku lantanu, **znamienny tym**, że mieszaninę gazowego tróchlorku boru z wodorem przepuszcza się najpierw nad powierzchnią utrzymywanego w temperaturze $500\text{—}800^\circ\text{C}$ tlenku lantanu, a następnie utworzone gazowe produkty zachodzącej w tej strefie reakcji przeprowadza się przez drugą strefę o temperaturze wyższej niż 800°C , najkorzystniej $1000\text{—}1200^\circ\text{C}$.

Dokonano jednej poprawki

