

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

54

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12 i, 25/08

Zgłoszono: 21.IV.1966 (P 114 163)

Pierwszeństwo:

MKP C 01 b

25/08

Opublikowano: 20.I.1968

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr Tadeusz Niemyjski, mgr Swietłana Appenheimer, mgr Julian Majewski

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Fizyki), Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania krystalicznego fosforu boru

1

Fosforek boru BP jest związkiem półprzewodnikowym typu AIII BV. Fizyczne i elektryczne właściwości jego są dotychczas mało zbadane ze względu na istniejące trudności w uzyskaniu kryształów.

Znane sposoby otrzymywania fosforu boru polegają na krystalizacji BP ze stopionych metali lub za pomocą chemicznych reakcji transportu np. według opisu patentowego NRF nr 1191794.

Powyższe sposoby nie zapewniają jednak otrzymywania bardzo czystych kryształów BP o składzie stechiometrycznym ze względu na duże różnice prężności par boru i fosforu.

Wady tej pozbawiony jest sposób według wynalazku, według którego krystalizację BP prowadzi się z roztworu ciekłego fosforu, pod wysokim ciśnieniem, nie mniejszym niż 10.000 kg/cm² i w temperaturze nie niższej niż 1100°C.

Podane warunki ciśnienia i temperatury zapewniają stan ciekły czarnego fosforu. Proces krystalizacji przebiega w cieczy, w następstwie czego stworzone są dobre warunki wzrostu kryształów, przy czym korzystnie jest stosować mieszaninę reakcyjną, w której zawartość boru nie przekracza 20% wagowych.

Przykład. Przygotowuje się mieszaninę boru o czystości 99,999 i fosforu czerwonego o czystości

2

99,999. Mieszaninę, zawierającą 0,4 g boru i 3,6 g fosforu, wkłada się do komory wysokiego ciśnienia, gdzie tygiel grafitowy służy jednocześnie jako grzejnik i poddaje się działaniu ciśnienia 15.000 kg/cm² i temperatury 1200°C. Proces prowadzi się przez 6 godzin. W tym czasie zachodzi przemiana fazowa fosforu czerwonego w fosfor czarny, po czym czarny fosfor topi się i następuje krystalizacja BP w cieczy.

Po wyłączeniu ogrzewania i ciśnienia, wyjmuje się wkład i kryształy BP oddziela się od czarnego fosforu przez rozpuszczanie tego ostatniego w kwasie solnym lub innym.

W wyżej podanych warunkach otrzymano przezroczyste, czerwone kryształy BP o zawartości zanieczyszczeń poniżej 10⁻³ wagowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania krystalicznego fosforu boru przez poddanie reakcji syntezy boru z fosforem i krystalizację produktu w wysokiej temperaturze **znamienny tym**, że reakcję syntezy i krystalizację fosforu boru prowadzi się z roztworu ciekłego fosforu, pod ciśnieniem nie mniejszym niż 10.000 kG/cm² i w temperaturze nie niższej niż 1100°C.