

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

63472

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 n, 11/00

Zgłoszono: 04. VII. 1968 (P 127 891)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 01 g, 11/00

Opublikowano: 25. X. 1971

UKD

Wpółtwórcy wynalazku: Władysław Ptak, Feliks Bratasz

Właściciel patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania tlenochloru kadmowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania tlenochloru kadmowego, który znajduje zastosowanie w przemyśle elektronicznym na przykład do produkcji termistorów.

Dotychczas tlenochlorek kadmowy otrzymuje się przez stopienie chlorku kadmu z tlenkiem kadmu, przy czym uzyskany produkt nie stanowi chemicznie czystego tlenochloru kadmowego, ze względu na dużą agresywność chemiczną stopu, działającego korodująco na naczynie, w którym przeprowadza się reakcję oraz z powodu hydrolizy chlorku kadmu, zachodzącej w podwyższonych temperaturach.

Stwierdzono, że przy zachowaniu określonych warunków w czasie procesu, można otrzymać krystaliczny produkt o wysokiej czystości.

Sposobem według wynalazku, chlorek kadmu, o wysokim stopniu czystości, przed stopieniem z tlenkiem kadmu, poddaje się wstępnej obróbce, polegającej na jego odwodnieniu, prowadzonemu w warunkach, zabezpieczających go przed hydrolizą. Odwodnienie chlorku kadmowego odbywa się za pomocą gazowego suchego chlorowodoru, w naczyniu, chemicznie i termicznie odpornym, na przykład kwarcowym, w temperaturze około 650°C.

Następnie w próżnioszczelnym naczyniu, również termicznie i chemicznie odpornym, na przykład kwarcowym, przeprowadza się syntezę tlenochloru kadmu, dodając do odwodnionego uprzednio chlorku kadmu, suchy tlenek kadmu o wysokiej

2

czystości w stosunku wagowym $\text{CdCl}_2 : \text{CdO}$ nie większym niż 1:1,3. Po kilkakrotnym przepłukiwaniu naczynia spektralnie czystym gazem obojętnym, topi się jego zawartość w temperaturze około 650°C.

W wyniku reakcji pomiędzy chlorkiem kadmu i tlenkiem kadmu powstaje tlenochlorek kadmowy o wzorze $\text{Cd}_3\text{O}_2\text{Cl}_2$. Otrzymany tlenochlorek kadmowy, w postaci krystalicznego osadu, oddziela się od pozostałego, nieprzereagowanego chlorku kadmowego, który rozpuszcza się na gorąco w rozcieńczonym kwasie solnym.

Tlenochlorek kadmowy, otrzymany sposobem według wynalazku odznacza się wysokim stopniem czystości, gdyż jak wykazały przeprowadzone liczne analizy chemiczne, zawartość zanieczyszczeń wynosi poniżej 0,1% wagowych. Otrzymany tlenochlorek charakteryzuje się również wysoką odpornością termiczną, mianowicie w temperaturze około 1200°C jego budowa krystaliczna nie ulega zmianie, w przeciwieństwie do znacznie mniej trwałych substancji wyjściowych to jest chlorku i tlenku kadmowego. Ponadto tlenochlorek kadmowy jest odporny na działanie odczynników chemicznych, szczególnie kwasów, podczas gdy inne związki kadmu tej odporności nie wykazują. Tlenochlorek kadmowy, otrzymany sposobem według wynalazku, zwłaszcza dzięki swej wysokiej czystości, może być wykorzystany w przemyśle elektronicznym.

Przykład. 100 g chlorku kadmu, o wysokiej czystości, wyższej niż mają odczynniki chemiczne „cz. d. a” — czyste do analizy, ogrzewa się wstępnie w temperaturze około 130°C przez 12 godzin, po czym odwadnia gazowym suchym chlorowodem. Odwodnienie to prowadzi się w temperaturze około 650°C, to jest powyżej temperatury topnienia chlorku kadmu, przez 1½ godziny. Następnie odwodniony chlorek kadmu oziębia się, rozdrabnia i przenosi do próżnioszczelnego naczynia kwarcowego, do którego dodaje się 130 g suchego tlenku kadmu, o wysokiej czystości.

Po zamknięciu naczynia, mieszaninę poddaje się działaniu próżni przez okres 40 godzin, celem usunięcia chlorowodoru i przepłukuje kilkakrotnie argonem, o spektralnej czystości. Szczelnie zamknięte naczynie przenosi się do pieca, w którym topi się mieszaninę w temperaturze około 650°C przez 15 godzin.

W wyniku reakcji powstaje krystaliczny osad tlenochlorku kadmu, na który po ostudzeniu działa się na gorąco rozcieńczonym kwasem solnym, celem rozpuszczenia powstałego nieprzereagowanego chlorku kadmu. Po kilkakrotnym przemyciu osadu kwasem a następnie wodą, wypraża się go w temperaturze około 650°C do stałej wagi, uzyskując produkt o wysokiej czystości, w którym ilość zanieczyszczeń jest mniejsza od 0,1% wagowo. Otrzy-

many tlenochlorek, o wzorze $\text{Cd}_3\text{O}_2\text{Cl}_2$, odznacza się wysoką odpornością termiczną, nie ulegając rozkładowi w temperaturze około 1200°C. Wykazuje on także dużą odporność na działanie kwasów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania tlenochlorku kadmowego przez stopienie chlorku kadmu i tlenku kadmu, **znamienny tym**, że chlorek kadmu, o wysokim stopniu czystości odwadnia się za pomocą gazowego, suchego chlorowodoru w naczyniu chemicznie i termicznie odpornym, na przykład kwarcowym, w temperaturze około 650°C, po czym miesza się z suchym tlenkiem kadmu, o wysokiej czystości, w stosunku wagowym $\text{CdCl}_2 : \text{CdO}$ nie większym niż 1 : 1,3, w próżnioszczelnym naczyniu, chemicznie i termicznie odpornym, na przykład kwarcowym i po kilkakrotnym przepłukaniu spektralnie czystym gazem obojętnym, topi się mieszaninę w temperaturze około 650°C, a następnie powstały tlenochlorek kadmu, o wzorze $\text{Cd}_3\text{O}_2\text{Cl}_2$, w postaci krystalicznego osadu, oddziela się od pozostałego, nieprzereagowanego chlorku kadmowego, który rozpuszcza się na gorąco w rozcieńczonym kwasie solnym.