



Patent dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

Kl. 12g,17/00

Zgłoszono: 27.03.1971 (P. 147163)

Pierwszeństwo: 17.08.1970 Związek Socjalis-  
tycznych Republik  
Radzieckich

MKP B01j 17/00

Zgłoszenie ogłoszono: 31.03.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1975

**Twórcy wynalazku:** Mihail Andrejewicz Warcanow, Wladimir Aleksiejewicz Rybakow, Wiktor Grigorjewicz Kondakow, Wiktor Wasiliewicz Digonski, Nina Evgieniewna Filonenko-Borodicz, Leon Izailiewicz Feldgun, Valentin Aleksiejewicz Ponomarenko, Walery Mihailowicz Dawidenko, Władysław Sergiejewicz Łysakow, Michail Grigorjewicz Efros, Valery Borisowicz Łozinin

**Uprawniony z patentu:** Vsiesojuzny Nauczno-Issledowatelski Institut Abraziwow i Szlifowania, Leningrad (Związek Socjalistycznych Republik Radzieckich)

### Sposób wytwarzania pojedynczych kryształów regularnego azotku boru

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pojedynczych kryształów regularnego azotku boru, stosowanego zwłaszcza w przemyśle szlifierskim do otrzymywania przyrządów, charakteryzujących się wysoką odpornością przy szlifowaniu.

Znane są sposoby otrzymywania regularnego azotku boru. Polegają one na tym, że mieszaninę reakcyjną, zawierającą źródło boru i źródło azotu, zwłaszcza heksagonalny azotek boru, poddaje się działaniu temperatury powyżej 1000°C i ciśnieniu powyżej 40 kilobarów w obecności katalizatora, zwłaszcza metalu z grupy metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych. Katalizatory te pozwalają uzyskać regularny azotek boru z heksagonalnego azotku boru.

Wadą otrzymanego znanym sposobem regularnego azotku boru jest to, że składa się z polikrystalicznych zrostów i niewielkiej liczby oddzielnych kryształów, które nie posiadają prawidłowej formy krystalograficznej. Dlatego otrzymane, z wytworzonego znanym sposobem regularnego azotku boru, ziarno ściernie, nie posiada wystarczająco wysokiej odporności mechanicznej, jak również stosunkowo łatwo rozpada się podczas przechowywania w wilgotnym środowisku, z powodu wewnątrz krystalicznych wrostków substancji, umożliwiających syntezę regularnego azotku boru.

W obecnej terminologii, substancje umożliwiające tworzenie się regularnego azotku boru, nazywa się katalizatorami. Jednakże, w końcowym

2

produkcie, to jest w regularnym azotku boru, substancje — katalizatory nie znajdują się w postaci czystej. Dlatego w opisie, substancje, umożliwiające tworzenie regularnego azotku boru, nazywa się inicjatorami.

Celem niniejszego wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania regularnego azotku boru, który zapewniłby otrzymanie regularnego azotku boru, o prawidłowej formie krystalicznej i praktycznie idealnym szlifie.

Sposobem według wynalazku monokryształy regularnego azotku boru otrzymuje się, poddając mieszaninę reakcyjną, heksagonalny azotek boru i inicjator, działaniu temperatury powyżej 1000°C i wysokiego ciśnienia w obecności wodoru. Obecność wodoru powoduje tworzenie złożonych, przejściowych, ruchomych kompleksów, wiążących składniki wyjściowe i sprzyjających krystalizacji regularnego azotku boru w postaci monokryształów o prawidłowej formie krystalograficznej.

W celu otrzymania wolnego wodoru stosuje się związki zdolne do wydzielania wodoru w temperaturze powyżej 1000°C. Jako odpowiednie związki stosuje się wodorki metali lub sole amonu, które wprowadza się w ilości od około 2 do około 12% w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej.

Podane poniżej przykłady wyjaśniają szczegółowo sposób wytwarzania monokryształów regularnego azotku boru według wynalazku.

Przykład I. W celu otrzymania mieszaniny reakcyjnej 85% wagowych heksagonalnego azotku boru miesza się z 15% wagowymi magnezu. Po dodaniu 7% wodoru tytanu, w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej, miesza się ją ponownie. Następnie otrzymany wsad umieszcza się w kamerze urządzenia o dowolnej konstrukcji, pozwalającej na uzyskanie wysokiego ciśnienia i wysokiej temperatury, a następnie poddaje się działaniu ciśnienia wynoszącego 45 kilobarów i ogrzewa do temperatury 1500°C w ciągu 2 minut. Wymieniona temperatura oraz czas jest wystarczający dla wydzielania odpowiedniej ilości wodoru, zapewniającej tworzenie się kryształów regularnego azotku boru o rozmiarze do 600 mikrometrów i prawidłowej formie krystalograficznej.

Przykład II. Postępuje się w sposób analogiczny do opisanego w przykładzie I, z tą różnicą, że stosuje się wodorek cyrkonu w ilości 2% w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej.

Przykład III. Postępuje się w sposób analogiczny do opisanego w przykładzie I z tą różnicą, że zamiast wodoru tytanu stosuje się wodorek niklu w ilości 12% w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej. Stosując ciśnienie 50 kilobarów i temperaturę 1550°C, z mieszaniny reakcyjnej otrzymuje się idealne monokryształy azotku boru o rozmiarze do 550 mikrometrów.

Przykład IV. W celu otrzymania mieszaniny reakcyjnej 90% heksagonalnego azotku boru miesza się z 10% magnezu. Następnie dodaje się 2%, w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej, molibdenianu amonowego. Otrzymaną mieszaninę poddaje się działaniu ciśnienia wynoszącego 47,5 kilobarów i ogrzewa do temperatury 1500°C w ciągu 1,5 minuty. Wymieniona temperatura i czas wystarczają dla wydzielania z molibdenianu amonowego odpowiedniej ilości wodoru, zapewniającej tworzenie się monokryształów regularnego azotku boru, o rozmiarze do 500 mikrometrów i o prawidłowej formie krystalograficznej.

Przykład V. Postępuje się w sposób analogiczny do opisanego w przykładzie IV, z tą różnicą, że zamiast molibdenianu amonowego stosuje się metawanadan amonowy w ilości 6%, w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej.

Przykład VI. Postępuje się w sposób analogiczny do opisanego w przykładzie IV, z tą różnicą, że zamiast molibdenianu amonowego stosuje się fosforan amonowy w ilości 12%, w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej. Następnie mieszaninę poddaje się działaniu ciśnienia wynoszącego 45,0 kilobarów i ogrzewa do temperatury 1500°C, w ciągu 2,5 minut. Otrzymuje się monokryształy regularnego azotku boru o rozmiarze do 600 mikrometrów.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania monokryształów regularnego azotku boru, polegający na tym, że mieszaninę reakcyjną, zawierającą heksagonalny azotek boru i inicjator, umożliwiający tworzenie regularnego azotku boru, poddaje się działaniu temperatury powyżej 1000°C i działaniu ciśnienia, wystarczającego dla wytworzenia regularnego azotku boru, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w obecności wodoru.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wolny wodór wytwarza się, dodając do mieszaniny reakcyjnej związki, zdolne do wydzielania w określonych powyżej temperaturach i pod określonym powyżej ciśnieniu wolnego wodoru.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że jako związki, zdolne do wydzielania wolnego wodoru, stosuje się wodorki metali w ilości od około 2% do około 12% w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej.

4. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że jako związki, wydzielające wolny wodór, stosuje się sole amonowe w ilości od około 2% do około 12% w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej.