



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI0611607-8 A2**

(22) Data de Depósito: 14/06/2006
(43) Data da Publicação: 22/02/2011
(RPI 2094)



(51) *Int.Cl.:*
C01B 35/04
C01B 35/00

(54) Título: **PROCESSO PARA PREPARAÇÃO DE COMPOSTOS DE LANTANÍDEO/BORO NANOPARTICULADOS**

(30) Prioridade Unionista: 17/06/2005 DE 102005028463.9

(73) Titular(es): BASF AKTIENGESELLSCHAFT

(72) Inventor(es): ALEXANDER BENÖHR, GERO NORDMANN, JULIAN PRÖLSS, KIRILL BRAMNIK, MARKUS HAMMERMANN, NORBERT WAGNER

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006063235 de 14/06/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/134141 de 21/12/2006

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSTOS DE LANTANÍDEO/BORO NANOPARTICULADOS. A presente invenção diz respeito a um método para produzir, em essência, compostos de lantanídeos! boro nanoparticulados isoméricos ou misturas de substância sólida contendo, em essência, compostos de lantanídeos! boro nanoparticulados isoméricos.

“PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSTOS DE LANTANÍDEO/BORO NANOPARTICULADOS”

A presente invenção diz respeito a um processo para a preparação de compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados ou misturas sólidas que compreendem compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados, que compreendem

a) misturar i) um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos de lantanídeos, hidretos de lantanídeos, calcogenetos de lantanídeos, haletos de lantanídeos, boratos de lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos misturados,

b) ii) um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo, carbetos de boro, hidretos de boro e haletos de boro e

iii) se apropriado um ou mais agentes de redução selecionados do grupo que consiste de hidrogênio, carbono, compostos orgânicos, metais alcalinos terrosos e hidretos de metais alcalinos terrosos dispersados em um gás carreador de entrada com um outro,

c) reagir a mistura dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) no solvente inerte por meio de por meio de tratamento térmico dentro de uma zona de reação,

d) submeter o produto de reação obtido por meio de tratamento térmico na etapa b) para o esfriamento rápido e

e) separar subsequente o produto de reação que foi esfriado na etapa c),

com as condições de esfriamento na etapa c) sendo selecionadas de modo que o produto de reação consista de compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados ou compreende compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos

nanoparticulados.

Os compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados, em particular, nanopartículas de hexaboreto de lantânio, apresenta excelente absorção de radiação infravermelho por toda parte. Conseqüentemente, existe
5 uma variedade de processos para a preparação de tais compostos, em particular, hexaboreto de lantânio, em grande parte, o composto de boro/lantanídeo mais usado.

Enquanto mais métodos de preparação são fundamentados em reação de alta temperatura convencionais de lantanídeo adequado e
10 compostos precursores de boro e trituração de produtos primários grosseiros, compostos que dão, diretamente, os compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados também são conhecidos.

Desta maneira, de acordo com o JP-B 06-039326, boreto metálico não particulado é obtido pela vaporização do boreto de um metal do
15 grupo Ia, IIa, IIIa, IVa, Va ou VIa da Tabela Periódica ou pela vaporização de uma mistura do metal correspondente com boro em um hidrogênio ou plasma de hidrogênio/gás inerte e condensação subsequente.

A preparação de boreto metálico não particulados pela reação do pó metálico e/ou pó de boreto metálico com pó de boro no plasma de um
20 gás inerte é descrito por JP-A 2003-261323.

Ambos estes processos de plasma iniciam dos metais ou boretos metálicos correspondentes que são, por si só usualmente obteníveis apenas por meio de processos complicados e desta maneira, no geral intensivos em energia e caros. Desta maneira, por exemplo, os metais
25 lantanídeos são usualmente preparados pelos haletos de lantanídeos por meio de eletrólise de fusão, visto que o formador apresenta comportamento altamente eletropositivo.

Desta maneira é um objetivo da invenção fornecer um método de preparar compostos de boro/lantanídeos que torna possível iniciar

diretamente a partir de compostos de lantanídeos baratos.

Conseqüentemente observamos o processo descrito no início.

No processo da invenção, é possível usar um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos lantanídeos, hidretos de lantanídeos, calcogenetos de lantanídeos, haletos de lantanídeos, boratos de lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos misturados como o componente i). Os hidróxidos lantanídeos adequados são, em particular, os hidróxidos dos lantanídeos trivalentes $\text{Ln}(\text{OH})_3$ (de acordo com uso de linguagem de costume, um elemento lantanídeo que ainda não está especificado ou ítrio, será abreviado a seguir como "Ln"), hidretos de lantanídeos adequados são os compostos LnH_2 e LnH_3 , calcogenetos de lantanídeos adequados são os compostos LnS , LnSe e LnTe , em particular, os compostos Ln_2O_3 e Ln_2S_3 , haletos de lantanídeos adequados são, em particular, LnF_3 , LnCl_3 , LnBr_3 e LnI_3 e boratos de lantanídeos adequados são, em particular, LnBO_3 , Ln_3BO_6 e $\text{Ln}(\text{BO}_2)_3$. Além disso, os compostos mistos adequados são $\text{LnO}(\text{OH})$, LnOF , LnOCl , LnOBr , LnSF , LnSCl , LnSBr e $\text{Ln}_2\text{O}_2\text{S}$.

Preferência é dada ao uso de um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos lantanídeos, calcogenetos de lantanídeos, haletos de lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos misturados, particularmente preferível um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos lantanídeos, óxidos lantanídeos, cloretos lantanídeos, brometos lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos misturados, como o componente i) no processo da invenção. Os compostos de lantanídeos particularmente preferidos são, em particular, os compostos mencionados acima dos lantanídeos trivalentes $\text{Ln}(\text{OH})_3$, Ln_2O_3 , LnCl_3 , LnBr_3 , $\text{LnO}(\text{OH})$, LnOCl e LnOBr .

Preferência muito particular é dada ao uso de um ou mais

compostos de lantânio como o componente i) no processo da invenção, com as preferências acima também aplicando-se aos compostos de lantânio. Os compostos de lantânio especialmente adequados são $\text{La}(\text{OH})_3$, La_2O_3 , LaCl_3 , LaBr_3 , $\text{LaO}(\text{OH})$, LaOCl e LaOBr .

5 Como o componente ii) no processo da invenção, é possível usar um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo, carbetos de boro, hidretos de boro e haletos de boro. Entre os carbetos de boro, pode ser feita menção particular de B_4C ; entre os hidretos de boro, pode ser feita menção particular de B_2H_6 e entre os haletos
10 de boro, pode ser feita menção particular de trifluoreto de boro, tricloreto de boro e tribrometo de boro.

 No processo da invenção e suas formas de realização preferidas, preferência é dada ao uso de um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo e haletos de boro,
15 particularmente preferível um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo, tricloreto de boro e tribrometo de boro, como o componente ii).

 Como o componente iii) no processo da invenção, é possível usar, se apropriado, um ou mais agentes de redução selecionados do grupo
20 que consiste de hidrogênio, carbono, compostos orgânicos, metais alcalinos terrosos e hidretos de metais alcalinos terrosos.

 Os compostos orgânicos como os agentes de redução são, por exemplo, hidrocarbonetos gasosos ou líquidos. Aqui, menção pode ser feita de compostos alifáticos tendo de uma a, tipicamente, cerca de 20 átomos de
25 carbono, por exemplo, alcanos tal como metano, etano, propano, butano, isobutano, octano e isooctano, alquenos e alcadienos, por exemplo, etileno, propileno, buteno, isobuteno e butadieno e alquinas, tais como acetileno e propina, compostos cicloalifáticos tendo de três a, tipicamente, 20 átomos de carbono, por exemplo cicloalcanos, tais como ciclopropano, ciclobutano,

ciclopentano, ciclo-hexano, cicloeptano e ciclooctano, cicloalquenos e cicloalcadienos, por exemplo, ciclopropeno, ciclobuteno, ciclopenteno, cicloexeno, cicloepteno, cicloocteno e ciclooctadieno e também hidrocarbonetos aromáticos, opcionalmente mais altamente fundidos tendo de 6 a tipicamente 20 átomos de carbono, por exemplo benzeno, naftaleno e antraceno. Ambos os compostos cicloalifáticos e os hidrocarbonetos aromáticos também podem ser substituídos por um ou mais radicais alifáticos ou serem fundidos com os compostos cicloalifáticos. Por exemplo, agentes de redução adequados que podem ser mencionados aqui são tolueno, xileno, etilbenzeno, tetralina, decalina e dimetilnaftaleno. Além disso, misturas dos compostos alifáticos, cicloalifáticos e aromáticos mencionados acima também podem ser usados como possíveis agentes de redução. Os exemplos que podem ser mencionados aqui são produtos de óleo mineral, tais como éter de petróleo, gasolina leve, gasolina média, nafta solvente, querosene, óleo diesel e óleo de aquecimento.

Outros agentes de redução que podem ser usados são líquidos orgânicos, por exemplo, álcoois, tais como metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, sec-butanol, pentanol, isopentanol, neopentanol e hexanol, glicóis, tais como 1,2-etileno glicol, 1,2- e 1,3-propileno glicol, 1,2-, 2,3- e 1,4-butileno glicol, dietileno e trietileno glicol e dipropileno e tripropileno glicol, éteres, tais como éter dimetílico, , éter dietílico e éter metil terc-butílico, éter monometílico e dimetílico de 1,2-etileno glicol, éter monometílico e dietílico de 1,2-etileno glicol, 3-metoxipropanol, 3-isopropoxipropanol, tetraidrofurano e dioxano, cetonas, tais como acetona, metil etil cetona e álcool de diacetona, ésteres, tais como acetato de metila, acetato de etila, acetato de propila ou acetato de butila e também óleos naturais, tais como óleo de oliva, óleo de soja e óleo de girassol.

Com respeito à dispersão dos componentes i), ii) e, se

apropriado, iii) no gás carreador inerte, seu estado físico é de importância.

No caso de sólidos, a dispersão dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) pode ser realizada por meio de mecanismos conhecidos por aqueles habilitados na técnica, por exemplo, por meio de alimentadores de escova ou alimentadores de rosca e subsequente transporte na forma em suspensão em uma corrente de gás. Os sólidos, então formam preferivelmente aerossóis no gás carreador, em que os tamanhos de partículas dos sólidos podem estar na mesma faixa como os compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados obteníveis pelo processo da invenção. O tamanho de agregado médio dos componentes sólidos é de tipicamente 0,1 a 500 μm , preferivelmente de 0,1 a 50 μm , particularmente preferível de 0,5 a 5 μm . quando os tamanhos de agregados médios são maiores, existe um risco de conversão incompleta na fase gasosa, de modo que tais partículas maiores estejam indisponíveis ou apenas incompletamente disponíveis para a reação.

Uma reação de superfície em partículas incompletamente vaporizadas também pode levá-las a tornarem-se passivas.

No caso de líquidos, a dispersão pode ser realizada na forma de vapor ou gotículas de líquido, também com o auxílio de mecanismos apropriados conhecidos por aqueles habilitados na técnica. Estes são, por exemplo, por exemplo, evaporadores, tais como evaporadores de película fina ou evaporadores cintilantes, uma combinação de evaporadores de corrente de atomização e de gás, a vaporização na presença de uma reação exotérmica (chama fria), etc. A reação incompleta do material líquido atomizado, no geral, não deve ser temida, contanto que as gotículas líquidas tenham as dimensões de partícula menores do que 50 μm que são típicas de aerossóis.

Os vários componentes i), ii) e, se apropriado, iii) podem estar presentes na forma mista no gás carreador, mas estes também podem ser introduzidos nas correntes de gás separadoras que são vantajosamente misturadas antes destas entrarem na zona de reação.

Além disso, os componentes sólidos i), ii) e/ou, se apropriado, iii) podem ser transferidos na fase gasosa na presença do gás carreador antes deste entrar na zona de reação. Isto pode ser realizado, por exemplo, pelos mesmos métodos que são usados na etapa b) do processo da para o tratamento térmico da mistura dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) na zona de reação. Desta maneira, os componentes i), ii) e, se apropriado, iii) podem ser vaporizados, preferivelmente, de maneira individual e introduzidos no gás carreador por meio de, em particular, plasma de microonda, plasma de arco elétrico, aquecimento por radiação convecção ou condições de reação auto-térmicas.

Como gás carreador inerte, é usual usar um gás nobre, tal como hélio ou argônio ou uma mistura de gás nobre, por exemplo, de hélio ou argônio. Em casos específicos, também é possível usar nitrogênio, se apropriado em mistura com os gases nobres mencionados acima, como o gás carreador, mas neste caso, em temperaturas mais altas e, dependendo da natureza dos componentes i), ii) e/ou, se apropriado, iii), a formação de nitretos deve ser considerada.

Se os componentes sólidos i), ii) e, se apropriado, iii) forem usados e forem transportados separadamente pelo gás carreador na zona de reação, o carregamento do gás carreador é, usualmente, em cada caso de 0,01 a 5,0 g/l, preferivelmente de 0,05 a 1 g/l. Se os componentes sólidos i), ii) e, se apropriado, iii) forem usados e forem transportados as uma mistura na zona de reação pelo gás carreador, a carga total do gás carreador com os componentes sólidos i), ii) e, se apropriado, iii) é, usualmente, de 0,01 a 2,0 g/l, preferivelmente de 0,05 a 0,5 g/l.

No caso de componentes líquidos e gasosos i), ii) e, se apropriado, iii), cargas mais altas do que aquelas mencionadas acima são, no geral, possíveis. Os carregamentos adequados para as condições de processo respectivas, usualmente, podem ser determinados facilmente por meio de

experimentos preliminares apropriados.

A taxa de componente i) para componente ii) no geral depende essencialmente da estequiometria do composto lantanídeo / boro desejado. Visto que o hexaboreto lantanídeo é, no geral, formado como uma fase estável ou deve ser obtido como o produto de reação, o um ou mais compostos de lantanídeos do componente i) e o um ou mais compostos de boro do componente ii) são usados em uma razão molar de Ln:B de cerca de 1:6. Se a presença de um sub-produto que consiste de um dos reagentes (isto é, componente i) ou componente ii)) ou um composto formado a partir do reagente no produto de reação deve ser reduzido ou evitado, pode ser vantajoso usar um o contra-reagente (isto é, componente ii) ou componente i), respectivamente) em um excesso apropriado.

Os componentes i), ii) e, se apropriado, iii) introduzidos na zona de reação e são reagidos com um outro na etapa c) do processo da invenção por meio de tratamento térmico, isto é, aquecendo até temperaturas altas, usando-se, em particular, plasma de microondas, plasma de arco elétrico, aquecimento por convecção/radiação, condições de reação auto-térmicas ou uma combinação dos métodos mencionados acima.

Os procedimentos e condições de processo apropriados para realizar o aquecimento dos componentes na zona de reação por meio de plasma de microondas, plasma de arco elétrico, aquecimento por convecção/radiação, condições de reação auto-térmicas ou uma combinação dos métodos mencionados acima são adequadamente conhecidos por aqueles habilitados na técnica.

Para obter compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados essencialmente isoméricos, isto é, essencialmente uniforme em termos de seu tamanho e morfologia ou mistura sólidas correspondentes que compreendem os compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados, isto é, como é, no geral conhecidos por aqueles habilitados

na técnica, vantajosos para estabilizar as condições na zona de reação tanto por espaço quanto por tempo. Isto garante que os componentes i), ii) e, se apropriado, iii) são submetidos a condições virtualmente idênticas durante a reação e desta maneira reagem para formar partículas de produto uniforme.

5 O tempo de residência da mistura dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) na zona de reação é, usualmente, de 0,002 s a 2 s, tipicamente de 0,005 s a 0,2 s.

10 Quando a reação é realizada auto-termicamente, as misturas de hidrogênio e gás halogênio, em particular, gás cloro, são preferivelmente usados para a produção da chama. Além disso, a chama também pode ser produzida usando-se misturas de metano, etano, propano, butanos, etileno ou acetileno ou misturas dos gases mencionados acima com gás oxigênio, com o último sendo preferivelmente usado em uma quantidade subestequiométrica a fim de obter a redução das condições na zona de reação da chama auto-
15 térmica.

Em uma forma de realização preferida, o tratamento térmico é realizado por meio de plasma de microondas.

20 Como gás ou mistura de gás para a produção do plasma de microondas, é usual usar um gás nobre, tal como hélio ou argônio ou uma mistura de gás nobre, por exemplo, de hélio e argônio.

25 Além disso, no geral, uso é feito de um gás protetor que forma uma camada de gás entre a parede do reator usado para a produção do plasma de microondas e a zona de reação, com o último essencialmente correspondente à região em que o plasma de microondas está presente no reator.

O pó introduzido no plasma de microondas está, no geral, na faixa de alguns kW a diversos de 100 kW. Fontes de plasma de microondas de energia mais alta também podem, em princípio, ser usados para a síntese. Além disso, uma pessoa habilitada na técnica estará familiarizada com o

procedimento para a produção de uma chama de plasma de estado estável, em particular, em respeito da energia de microondas introduzida, pressão de gás, quantidades de gás de plasma e gás protetor.

Após a nucleação, as partículas primárias nanoparticuladas são primeiramente formadas durante a reação na etapa b) e estes no geral sofrem desenvolvimento de partícula adicional por meio de processos de coagulação e coalescência. A formação de partícula e o desenvolvimento de partícula tipicamente ocorrem na zona de reação toda e também pode continuar após deixar a zona de reação até o esfriamento rápido. Se produtos sólidos fossem formados durante a reação na adição aos compostos de lantanídeo/boro desejados, as partículas primárias diferentes formadas também podem se aglomerar com uma outra, formando-se misturas sólidas nanoparticuladas. Se a formação de uma pluralidade de sólidos diferentes ocorrer em tempos diferentes durante a reação, os produtos incluídos em que as partículas primárias de um produto formado primeiro são circundados elas camadas de um ou mais outros produtos também podem ser formados. Estes processos de aglomeração podem ser controlados, por exemplo, por meio da natureza química dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) no gás carreador, o carregamento do gás carreador com os componentes, a presença de mais do que um dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) na mesma corrente de gás carreador e sua taxa de mistura neste, as condições do tratamento térmico na zona de reação e também o tipo e o ponto no tempo do esfriamento do produto de reação que ocorre na etapa c).

O esfriamento na etapa c) pode ser realizado por meio de esfriamento direto (extinção), esfriamento indireto, esfriamento de expansão (expansão adiabática) ou uma combinação destes métodos de esfriamento. No esfriamento direto, um refrigerante é colocado em contato direto com o produto de reação quente a fim de esfriar o último. No caso de esfriamento indireto, a energia do calor é retirada do produto de reação sem colocar em

contato direto com o refrigerante. O esfriamento indireto, no geral, torna possível que a energia de calor seja transferida ao refrigerante para ser utilizado eficazmente. Para este propósito, o produto de reação pode ser colocada em contato com a mudança de superfícies de um trocador de calor adequado. O refrigerante aquecido pode, por exemplo, ser usado para aquece/pré-aquecer ou vaporizar os componentes sólidos, líquidos ou gasosos i), ii) e, se apropriado, iii).

As condições de esfriamento na etapa c) são selecionadas de modo que o produto de reação consista de compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados ou compreende compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados. Em particular, cuidado deve ser tomado para garantir que nenhuma partícula primária possa se depositar em superfícies quentes do reator usado e são, desta maneira, submetidos, em particular, às condições térmicas que promovem desenvolvimento direto adicional destas partículas primárias.

O processo da invenção é preferivelmente realizado de uma tal maneira que o produto de reação obtido seja esfriado a uma temperatura na faixa de 1800° C a 20° C na etapa c).

Para separar o produto de reação obtido na etapa c), este é submetido a pelo menos uma etapa de separação e/ou purificação na etapa d). Aqui, os compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados formados são isolados dos constituintes remanescentes do produto de reação. os mecanismos de separação de costume conhecidos por aqueles habilitados na técnica, por exemplo filtros, ciclones, precipitadores eletrostáticos secos ou úmidos ou esfregões de Venturi, podem ser usados para este propósito. Se apropriado, os compostos nanoparticulados formados podem ser fracionados durante a separação, por exemplo, pela precipitação fracional. Em princípio é desejável obter os compostos de lantanídeos/ boro sem sub-produtos ou pelo menos com apenas proporções pequenas de sub-produtos por meio de

condições de processo apropriadas, em particular, pela seleção de materiais de partida adequados.

5 O tamanho de partícula dos compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados preparados pelo processo da invenção está, usualmente, na faixa de 1 a 500 nm, em particular, na faixa de 2 a 150 nm. Os compostos de boro/lantanídeos nanoparticulados preparados pelo processo da invenção têm uma distribuição de tamanho de partícula e é menor do que 1,5. Se um sub-
10 produto sólido for formado, uma distribuição bimodal pode ocorrer, com o desvio padrão dos compostos de lantanídeos/ boros σ repetidamente sendo menor do que 1,5.

O processo da invenção pode ser realizado em qualquer pressão. Isto é preferivelmente realizado em pressões na faixa de 10 hPa a 5.000 hPa. Em particular, o processo da invenção também pode ser realizado em pressão atmosférica.

15 O processo da invenção é adequado para a preparação contínua de compostos essencialmente isoméricos de boro/lantanídeos nanoparticulados sob condições essencialmente em estado de repouso. Os requerimentos importantes neste processo são entrada de energia rápida em um nível de temperatura alto, no geral, os tempos de residência uniformes dos
20 materiais de partida e o produto de reação sob as condições na zona de reação e esfriamento rápido (“esfriamento por choque”) do produto de reação a fim de evitar a aglomeração e, em particular, desenvolvimento direcionado das partículas primárias nanoparticuladas formadas.

Exemplo 1:

25 Uma mistura finamente dividida de 40 % em peso de boro amorfo e 60 % em peso de La_2O_3 (razão molar de La:B = 1:10) é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3,6 m³/h padrão de uma mistura de gás de 75 % em volume de Ar, 10 % em volume de

hidrogênio e 15 % em volume de He é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. Uma mistura compreende predominantemente B_2O_3 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 30 nm e LaB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 100 nm e tendo uma distribuição de tamanho de partícula bimodal é obtido como o produto de reação.

Exemplo 2:

Uma mistura finamente dividida de 39 % em peso de boro amorfo e 61 % em peso de CeO_2 é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3,6 m³/h padrão de uma mistura de gás de 75 % em volume de Ar, 10 % em volume de hidrogênio e 15 % em volume de He é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. Uma mistura compreende predominantemente B_2O_3 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 30 nm e CeB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 100 nm e tendo uma distribuição de tamanho de partícula bimodal é obtido como o produto de reação.

Exemplo 3:

Uma mistura finamente dividida de 36 % em peso de boro amorfo e 64 % em peso de CeF_3 é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3,6 m³/h padrão de uma mistura de gás de 75 % em volume de Ar, 10 % em volume de hidrogênio e 15 % em volume de He é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. CeB_6 tendo um tamanho

médio de partícula de cerca de 100 nm é obtido como o produto de reação.

Exemplo 4:

Uma mistura finamente dividida de 39 % em peso de boro amorfo e 61 % em peso de Nd_2O_3 é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3.6 m³/h padrão de uma mistura de gás de 75 % em volume de Ar, 10 % em volume de hidrogênio e 15 % em volume de He é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. Uma mistura compreende predominantemente B_2O_3 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 30 nm e NdB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 100 nm e tendo uma distribuição de tamanho de partícula bimodal é obtido como o produto de reação.

Exemplo 5:

Uma mistura finamente dividida de 35 % em peso de boro amorfo e 65 % em peso de NdF_3 é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3,6 m³/h padrão de uma mistura de gás de 75 % em volume de Ar, 10 % em volume de hidrogênio e 15 % em volume de He é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. NdB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 100 nm é obtido como o produto de reação.

Exemplo 6:

Uma mistura finamente dividida de 49 % em peso de boro amorfo e 51 % em peso de Y_2O_3 é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3,6 Nm³/h padrão de uma mistura de gás de 75

plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. Uma mistura compreende predominantemente B_2O_3 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 30 nm e YB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 100 nm e tendo uma distribuição de tamanho de partícula bimodal é obtido como o produto de reação.

Exemplo 7:

Uma mistura finamente dividida de 36 % em peso de boro amorfo e 64 % em peso de YCl_3 é alimentada em uma razão de 20 g/h em uma corrente de gás carreador de Ar (180 l/h) em um plasma de microondas. Além disso, uma corrente de 3,6 m³/h padrão de uma mistura de gás de 75 % em volume de Ar, 10 % em volume de hidrogênio e 15 % em volume de He é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 30 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. YB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 100 nm é obtido como o produto de reação.

Exemplo 8:

$LaCl_3$ finamente dividido junto com 45 g/h de uma corrente de B_2H_6 (razão molar de La:B = 1:10) é alimentada em uma razão de 80 g/h em uma corrente de gás de carreador de Ar/H₂ (640 l/h, razão molar de Ar:H₂ = 10:1) em um plasma de arco elétrico. Além disso, uma corrente de Ar de 12 m³/h padrão é introduzido no plasma. O plasma é gerado por uma entrada de energia de 70 kW. Após a reação, o gás de reação é extinto muito rapidamente e as partículas formadas são retiradas por separação. Uma mistura compreende predominantemente B_2O_3 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 20 nm e LaB_6 tendo um tamanho médio de partícula de cerca de 70 nm e tendo uma distribuição de tamanho de partícula bimodal é obtido como o produto de reação.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de compostos de lantanídeo/boro nanoparticulados essencialmente isoméricos ou misturas sólidas que compreendem compostos de lantanídeo/boro nanoparticulados essencialmente isoméricos, caracterizado pelo fato de que compreende:

a) misturar i) um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos lantanídeos, hidretos de lantanídeos, calcogenetos de lantanídeos, haletos de lantanídeos, boratos de lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos mencionados,

ii) um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo, carbetos de boro, hidretos de boro e haletos de boro

e

iii) se apropriado um ou mais agentes de redução selecionados do grupo que consiste de hidrogênio, carbono, compostos orgânicos, metais alcalinos terrosos e hidretos de metais alcalinos terrosos dispersados em um gás carreador inerte com um outro,

b) reagir a mistura dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) no solvente inerte por meio de por meio de tratamento térmico dentro de uma zona de reação,

c) submeter o produto de reação obtido por meio de tratamento térmico na etapa b) para o esfriamento rápido e

d) separar subsequente o produto de reação que foi esfriado na etapa c),

com as condições de esfriamento na etapa c) sendo selecionadas de modo que o produto de reação consista de compostos de lantanídeo/boro nanoparticulados essencialmente isoméricos ou compreende compostos de lantanídeo/boro nanoparticulados essencialmente isoméricos.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado

pelo fato de que o tratamento térmico da mistura dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) no gás carreador inerte é realizado por meio de plasma de microondas, plasma de arco elétrico, aquecimento por convecção/radiação, condições de reação auto-térmicas ou uma combinação dos métodos mencionados acima na etapa b).

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o tratamento térmico da mistura dos componentes i), ii) e, se apropriado, iii) no gás carreador inerte é realizado por meio de plasma de microondas na etapa b).

4. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o produto de reação obtido é esfriado a uma temperatura na faixa de 1800° C a 20° C na etapa c).

5. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos lantanídeos, calcogenetos de lantanídeos, haletos de lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos mencionados são usados como o componente i).

6. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que um ou mais compostos de lantanídeos selecionados do grupo que consiste de hidróxidos lantanídeos, óxidos lantanídeos, cloretos lantanídeos, brometos lantanídeos e compostos mistos dos compostos de lantanídeos mencionados são usados como o componente i).

7. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 6, caracterizado pelo fato de que um ou mais compostos de lantânio são usados como o componente i).

8. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 7, caracterizado pelo fato de que um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo e haletos de boro são

usados como o componente ii).

5 9. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 7, caracterizado pelo fato de que um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste de boro cristalino, boro amorfo, tricloreto de boro e tribrometo de boro são usados como o componente ii).

 10. Processo de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 9, caracterizado pelo fato de que é realizado em uma faixa de pressão de 500 hPa a 2000 hPa.

RESUMO**“PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSTOS DE LANTANÍDEO/BORO NANOPARTICULADOS”**

5 A presente invenção diz respeito a um método para produzir, em essência, compostos de lantanídeos/ boro nanoparticulados isoméricos ou misturas de substância sólida contendo, em essência, compostos de lantanídeos/ boro nanoparticulados isoméricos.