

Opublikowano dnia 30 kwietnia 1963 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46819

126,35/00
Kl. 12.1.40
Kl. internat. C 01 b

Tadeusz Niemyski
Warszawa, Polska

Zofia Olempska
Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania boru o wysokiej czystości

Patent trwa od dnia 11 grudnia 1961 r.

W patencie nr 46818 opisany jest sposób, w którym bor o wysokiej czystości otrzymuje się z czystego tróchlorku boru, który w temperaturze 1000° — 1250°C redukuje się oczyszczonym wodorem w rurze kwarcowej ogrzewanej z zewnątrz, przy czym bor osadza się w rurze kwarcowej częściowo w postaci polikrystalicznej o czystości 99,99%, częściowo zaś jako bezpostaciowy o czystości 99,9999%. W sposobie tym czysty tróchlorkek boru otrzymuje się z kwasu borowego, który miesza się z węglem i wstępnie spieka w temperaturze około 1000°C a następnie poddaje działaniu gazowego chloru. Otrzymany tróchlorkek boru wykrapla i oczyszcza przez frakcjonowaną destylację, prowadzoną pod normalnym ciśnieniem, w temperaturze otoczenia poniżej 0°C .

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymy-

wania pierwiastkowego boru o jeszcze wyższej spektralnej czystości.

Sposób według wynalazku polega na redukcji otrzymanego najkorzystniej jak w patencie nr 46818 czystego tróchlorku boru za pomocą oczyszczonego wodoru i osadzaniu pierwiastkowego boru na pręcie z boru o wysokiej czystości, ogrzanym prądem o wysokiej częstotliwości do temperatury ponad 1000°C i poniżej temperatury topnienia boru. Dzięki stosowaniu pręta z pierwiastkowego boru unika się zanieczyszczeń innymi pierwiastkami, jak np. w znanej metodzie redukcji boru na prętach oporowych z molibdenu, wafra, tytanu itp.

W sposobie według wynalazku pręt z pierwiastkowego boru o wysokiej czystości umieszcza się centrycznie w rurze reakcyjnej np.

kwarcowej i ogrzewa następnie w atmosferze wodoru do temperatury około 1000°C za pomocą indukcyjnie ogrzewanego uchwytu z blachy np. molibdenowej, wolframowej itp., po czym pręt z boru sprzęga się z polem wysokiej częstotliwości, co umożliwia uzyskanie wysokiej temperatury pręta. Cewkę indukcyjną znajdującą się na zewnątrz rury reakcyjnej chłodzi się wodą. Po ogrzaniu pręta borowego do około 1200°C lub wyżej uchwyt wraz z prętem borowym wysuwa się o tyle, aby sam uchwyt nie znajdował się w polu cewki indukcyjnej. Następnie przez rurę reakcyjną przepuszcza się mieszaninę czystego tróchlorku boru z wodorem, przy czym następuje redukcja chlorku boru i osadzenie się pierwiastkowego boru na pręcie borowym.

Ilość osadzonego na pręcie boru uzależniona jest od wewnętrznego przekroju rury reakcyjnej. W sposobie według wynalazku wydajność reakcji wynosi około 80%.

Czystość otrzymywanego w ten sposób boru jest tak wysoka, że oznaczenie zawartości za-

nieczyszczeń metodą spektralną staje się niemożliwe ze względu na zawartość śladowych zanieczyszczeń w elektrodach stosowanych w analizie spektralnej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania pierwiastkowego boru o wysokiej czystości przez redukcję tróchlorku borowego wodorem, znamienny tym, że do reakcji stosuje się mieszaninę oczyszczonego wodoru i czystego tróchlorku boru otrzymanego najkorzystniej jak w patencie nr 46818 przy czym pierwiastkowy bor osadza się na pręcie z boru o wysokiej czystości, ogrzanym prądem wysokiej częstotliwości do temperatury ponad 1000°C i poniżej temperatury topnienia boru.

Tadeusz Niemyski
Zofia Olempska

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy