

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49780

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 27.III.1964 (P 104 144)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.VIII.1965

Kl. 12 i, 31/36

MKP

C 01 b
31/36

UKD 661.665.1

Współtwórcy wynalazku: Swietłana Mierzejewska, Tadeusz Niemyski

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

BIBLIOTEK

u oświatowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób otrzymywania węgla bora

1

Węgiel bora znajduje zastosowanie w technice wysokich temperatur i w technice reaktorowej. Ze względu na swą twardość kryształy węgla bora w wielu przypadkach skutecznie zastępują diamenty. Ostatnio węgiel bora znajduje zastosowanie w technologii półprzewodników. W wielu przypadkach problemem o zasadniczym znaczeniu jest uzyskanie węgla bora o wysokiej czystości i określonej postaci krystalicznej.

Znane sposoby otrzymywania węgla bora polegają na redukcji tlenków bora w obecności węgla na drucie wolframowym. Powyższe sposoby nie zapewniają możliwości uzyskania większych pojedynczych kryształów o wysokiej czystości.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie węgla bora w postaci krystalicznej o wysokiej czystości. Polega on na redukcji tróchlorku bora i czterochloru węgla wodorem na przecie grafitowym lub borowym w wysokiej temperaturze, według następującej reakcji $4\text{BCl}_3 + \text{CCl}_4 + 8\text{H}_2 = \text{B}_4\text{C} + 16\text{HCl}$.

Tróchlorok bora i czterochlorek węgla oczyszcza się wstępnie na drodze destylacji frakcjonowanej. Mieszaninę par tych składników, najlepiej w stosunku stechiometrycznym, doprowadza się razem z nadmiarem oczyszczonego wodoru do rury kwarcowej, w której znajduje się pręt lub rura z czystego grafitu albo z czystego bora. Pręt lub rura ogrzewane są indukcyjnie prądami wysokiej

2

częstotliwości lub oporowo do temperatury 1200—2300°C. W zależności od temperatury pręta lub rury powstaje na ich powierzchni węgiel bora krystaliczny lub mikrokryształiczny. Kryształy węgla bora wielkości rzędu 1—3 mm powstają przy temperaturach od 1500—1700°C.

Nadmiar wodoru, w stosunku do ilości stechiometrycznej, stosować można 2—20-krotny. 10—12-krotny nadmiar wodoru sprzyja powstaniu dużych kryształów z dobrą wydajnością.

Przykład. Tróchlorok bora i czterochlorek węgla, po oczyszczeniu przez frakcjonowaną destylację, wlewa się do kolb, znajdujących się w termostatach, w których ustala się temperatury zapewniające otrzymanie par BCl_3 i CCl_4 w stosunku stechiometrycznym. Pary te, wraz z wodorem przepuszczonym przez oczyszczalnik, doprowadza się do rury kwarcowej o średnicy 40 mm. W rurze wzdłuż jej osi umieszczony jest pręt grafitowy ogrzewany indukcyjnie cewką generatora, znajdującą się na zewnątrz rury.

Szybkość przepływu wodoru ustalono na 2,5 l/min, mieszaniny par BCl_3 i CCl_4 — na 1 g/min, przy temperaturze pręta grafitowego utrzymywanej w granicach $2000 \pm 20^\circ\text{C}$. Po 8 godzinach otrzymano na przecie grafitowym węgiel bora w postaci pojedynczych kryształów o wymiarach około 1 mm, które łatwo dało się oddzielić mechanicznie. Wydajność reakcji około 45%. Analiza spektralna

wykazała następujące zanieczyszczenia otrzymanych kryształów: Mg — $10^{-50}\%$ i Si — $10^{-40}\%$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania węgliku boru o wysokiej czystości, **znamienny tym**, że pary, oczyszczone na drodze frakcjonowanej destylacji, czterochlor-

ku węgla i trójtlenku boru najlepiej w stosunku stechiometrycznym przepuszcza się wraz z 2-20-krotnym nadmiarem wodoru przez rurę kwarcową, w której znajduje się pręt lub rura grafitowa albo borowa ogrzewana indukcyjnie lub oporowo do temperatury 1200 — 2300°C, przy czym węgiel boru w postaci krystalicznej gromadzi się na powierzchni rury lub pręta.