

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 96798

PATENTU TYMCZASOWEGO

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.02.76 (P. 187626)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.01.77

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1978

MKP C22b 9/08
C22b 41/00

Int. Cl.² C22B 9/08
C22B 41/00

Twórcy wynalazku: Feliks Bratasz, Janusz Cieślík

Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania metalicznego germanu wysokiej czystości

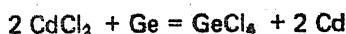
Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania metalicznego germanu o wysokiej czystości, znajdujący zastosowanie w elektronice.

Znany sposób otrzymywania metalicznego germanu o wysokiej czystości polega na tym, że na german, umieszczony w naczyniu kwarcowym działa się chlorem gazowym w podwyższonej temperaturze. Powstający w wyniku reakcji chlorek germanu w postaci pary, kondensuje się za pomocą chłodnicy wodnej, otrzymując ciekły chlorek germanu. Z kolei ciekły chlorek germanu poddaje się hydrolizie, po czym otrzymany w wyniku hydrolizy tlenek germanu redukuje się do czystego metalicznego germanu.

Znany sposób otrzymywania metalicznego germanu nie pozwala na regenerację i ponowne stosowanie chloru gazowego, co podwyższa koszt prowadzonego procesu. Ponadto stosowanie chloru gazowego, będącego substancją silnie toksyczną stanowi zagrożenie dla bezpieczeństwa i zdrowia otoczenia, zwłaszcza, że proces wymaga stosowania chloru pod wysokim ciśnieniem.

Celem wynalazku jest otrzymywanie germanu wysokiej czystości, w sposób znacznie bardziej bezpieczny i skuteczny od dotychczasowego sposobu.

Istota wynalazku polega na tym, że german rozpuszcza się w stopionym chlorku kadmu, zgodnie z podstawową reakcją:



przy czym reakcja przebiega bardzo szybko, z dużą wydajnością — powyżej 90%, zaraz po stopieniu chlorku kadmu w temperaturze około 570°C, z maksimum wydajności w temperaturze około 830°C. Tworzący się w tych temperaturach GeCl_4 jest w stanie pary, o wysokiej prężności wskutek czego równowaga reakcji jest nieomal całkowicie przesunięta w prawo, w związku z czym każda ilość dodanego germanu do stopionego chlorku kadmu ulega przereagowaniu. Otrzymany w wyniku reakcji chlorek germanu poddaje się następnie w znany sposób hydrolizie i redukcji.

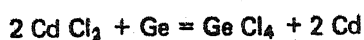
Dzięki zastosowaniu do rozpuszczania germanu chlorku kadmu, odznaczającego się wysokimi własnościami rozpuszczającymi, sposób według wynalazku, zapewnia otrzymywanie metalicznego germanu o znacznie wyższej

czystości, w porównaniu z germanem otrzymywanym dotychczasowym sposobem. Ponadto powstający w wyniku reakcji kadm metaliczny może być łatwo wyodrębniony z przestrzeni reakcyjnej i przerobiony bądź ponownie na chlorek kadmu, bądź też użyty w postaci metalicznej.

Przykład. Chlorek kadmu w ilości 80 g miesza się z 16 g germanu metalicznego o czystości około 95% Ge. Reakcję prowadzi się w naczyniu kwarcowym w atmosferze gazu obojętnego, w temperaturze $650 \pm 10^\circ \text{C}$. W wyniku reakcji otrzymuje się 39,8 g chlorku germanu, po hydrolizie i redukcji otrzymuje się german o wysokiej czystości zawierający 99,998% Ge. Wydajność reakcji wynosi zatem 93,5%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania metalicznego germanu wysokiej czystości, znamienny tym, że german rozpuszcza się w stopionym chlorku kadmu zgodnie z podstawową reakcją:



a następnie otrzymany w wyniku reakcji chlorek germanu poddaje się w znany sposób hydrolizie i redukcji.