



УКРАЇНА

(19) W/[^]V (11) ____

<5i>s C 01 B 35/12

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВО

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ТЕТРАБОРАТУ ЛІТІУ

(20)94240431,21.05.93

(21)4892231/26 (22)19 11

90, SU (46)28 12 94 Бюл.

№7-1

(56) 1. Авторское свидетельство ЧССР
Ns 161626, кл. C 01 B 35/00, 1975.

2. Kutomi Y Takeuchi N. Thermoluminescence
In lithium tetraborate doped with activators // I
Mater. Sci. Lett, 1986, 5. p 51-53 (прототип).

(71) Київський державний університет
Ім Т Г Шевченка

(72) Сич Альберт Маркович. Тітов Юрій Олек
сандрович. Пополітов Владіслав Іванович
(73) Київський університет ім. Т.Г.Шевчен
ка

(57) Способ получения тетрабората лития,
легированного ионами редкоземельных эле
ментов и/или ионами переходных металлов,
включающий смешивание бор и литий со
держащих компонентов с метанольным рас
твором легирующей добавки, о т л и ч а ю -

щ и й с я тем, что метанольный раствор
легирующей добавки смешивают с 8,0-
11,2%-ным водным раствором гидроксида
лития, содержащим борную кислоту в коли
честве, обеспечивающем мольное соотно
шение ее к гидроксиду лития и легирующей
добавке, равное (2,0-2,1) (1,0-1,05).{0,00005-
0,015} соответственно, а объемное содержа
ние метанола в смеси рассчитывают по
уравнению:

$$V_{CH_3OH} = 14,3 C_{SiOH} \pm 43,75 (C_{SiOH} - C^{\circ}LiOH).$$

где $U_{снзон}$ - объем метанола в см на 100
см водного раствора,

C_{SiOH} ~ концентрация гидроксида лития
в водном растворе, мас.%;

$C^{\circ}LiOH$ - наименьшая допустимая кон
центрация гидроксида лития в водном рас
творе (8,0 мас.%).

О

Изобретение относится к способу пол
учения легированного тетрабората лития и
может быть использовано в пьезо- и пиро
технике, а также при получении термолюми
нофоров и материалов акустоэлектронных
устройств

Известен способ получения тетрабората
лития взаимодействием гидроксида лития с
борной кислотой при 60-75°C. с последую
щим доупариванием раствора, кристаллиза
цией, промывкой, сушкой и прокаливанием
продукта (1)

Недостатком этого способа являются
длительность процесса получения (наличие
стадии кристаллизации),[^] также невозмож

ность получения легированного тетрабората
лития вследствие используемой в этом спо
собе водной реакционной среды, из которой
происходит раздельное осаждение тетрабо
рата лития и легирующей добавки и получа
ется неоднородный продукт.

Наиболее близким техническим реше
нием к предлагаемому способу (прототип)
является прием легирования тетрабората
лития перемешиванием предварительно
полученного порошка тетрабората лития с
метанольным раствором легирующих доба
вок с последующей сушкой полученной ме
ханической смеси (250°C 1 час), ее
плавлении (950°C 2 часа) в платиновом тигле

Д.

ЩПЕ

иатенгної

інформації

P-

и термообработке полученного таким образом стекла при 450 и 910°C (2).

Недостатками этого способа являются сложность и многоступенчатость технологического процесса, в том числе необходимость плавления реакционных компонентов для получения их однородной смеси, а также необходимость применения дорогостоящей платиновой посуды.

Кроме того, имеющиеся в источнике 10 данные указывают, что получаемые по такому способу образцы термолуминофоров ("стеклокерамика") содержат достаточно большое количество аморфной стеклофазы, а сведения о фазовом составе кристаллической фазы 15 "стеклокерамики" отсутствуют, хотя известно, что процессы кристаллизации боратных стекол достаточно сложны и не всегда приводят к кристаллизации однофазного продукта, а то время как термолуминесцентными свойствами 20 обладают все типы мета-, орто-, тетра-) легированных боратов лития.

Таким образом, указанный способ не позволяет получить однофазный легированный тетраборат лития в полностью кристаллическом состоянии. 25

Задачей изобретения является упрощение процесса, снижение энергозатрат обеспечение возможности получения однофазного продукта. Поставленная задача 30 решается тем, что в известном способе получения тетрабората лития, легированного ионами редкоземельных элементов и/или ионами переходных металлов, включающем смешивание бор и литий содержащих компонентов с метанольным раствором легирующей добавки, метанольный раствор легирующей добавки смешивают с 8,0- 11,2 35 мае % водным раствором гидроксида лития, содержащим борную кислоту в количестве, обеспечивающем мольное соотношение ее к гидроксиду лития и легирующей добавке равное (2.0-2,1):(1.0-1.05).(0.00005-0.015) соответственно, а объемное содержание метанола в смеси выбирают из уравнения: 45

$$V_{\text{CH}_3\text{OH}} = 14,3 \text{ Сион} \pm 43,75(C_{\text{LiOH}} - \text{Сион}^\circ).$$

где $V_{\text{CH}_3\text{OH}}$ - объем метанола в см на 100 см водного раствора. TM

Сион - концентрация гидроксида лития в водном растворе, мас. %.

Сион⁰ ~ наименьшая допустимая концентрация гидроксида лития в водном растворе (8.0 мас. %). рас₅₅

Способ осуществляют следующим образом.

В стеклянную или емкость из нержавеющей стали с мешалкой вводят определен-

ные количества твердых борной кислоты и гидроксида лития при их мольном соотношении 2:1, а также воду в количестве, достаточном для достижения концентрации гидроксида лития в образующемся растворе н.б. 3.0-7,1 мас. %

Смесь перемешивают при слабом нагревании до полного растворения твердой фазы. Полученный раствор выпаривают до достижения заданной (8,0-11,2 мас. %) концентрации гидроксида лития. В водную фазу вводят рассчитанный объем метанола, содержащего определенное количество солей РЗЭ и/или солей переходных металлов в двух или трехвалентном состоянии из группы: Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Си, V.

Образовавшийся в результате реакции осадок легированного тетрабората лития отфильтровывают, сушат при 150°C и прокалывают при 600-700°C, 1 ч.

Процесс получения легированного Li2B4O7 · nMe⁺ происходит по следующей схеме: - растворение исходных твердых компонентов LiOH, H3BO3 в водном растворе, доведение содержания воды и твердой фазы до нужного состояния, введение легирующей добавки в виде метанольного раствора, синтез легированного Li2B4O7 · nMe и его выделение из водно-спиртовой системы в твердом виде за счет определенного соотношения воды и метанола.

Экспериментально установлено, что оптимальное содержание гидроксида лития в водной фазе, при котором происходит образование достаточного количества тетрабората лития для его выделения в твердом виде из водно-спиртовой системы составляет 8,0-11,2 мас. %.

При этих концентрациях и заданном мольном соотношении компонентов, в т.ч. легирующей добавки, а также необходимом объемном содержании метанола, происходит образование и последующее выделение легированного тетрабората лития Li2B4O7 · nMe в твердом виде из водно-спиртовой системы.

При концентрациях LiOH в водной фазе Сион < 8,0 мас. % процесс синтеза Li2B4O7 · nMe⁺ протекает медленно, а его выделение в твердом виде незначительно, ввиду малого содержания последнего по отношению к объему водно-спиртовой фазы. Указанные Факторы лимитируют выход Li2B4O7 · nMe. Так, при концентрациях LiOH 7,5-7,9 мас. % выход Li2B4O7 · nMe⁺ составляет н.б. 15-40 мас. % от возможного. При концентрациях Сион > 11,2 мас. % значительное содержание Li2B4O7 приводит к нестабильности водной фазы и преждевременному выделению

LJ2B4O7 в твердом виде до введения легирующей добавки. В результате чего происходит самопроизвольное образование осадка нелегированного U2B4O7, что резко снижает выход легированных кристаллов Li2B4O7 x 5 nMe.

При подборе спиртовой фазы и, особенно, ее объемного соотношения с водной фазой исходили из следующих условий: необходимость наличия хорошей (достаточной) растворимости в спирте исходных солей легирующих добавок и плохой растворимости образовавшегося легированного тетрабората лития в конечной водно-спиртовой системе.

Этим условиям удовлетворяет спирт метиловый CH3OH (метанол). Действительно, в метаноле хорошо растворяются нитраты, хлориды, ацетаты и др. соли РЗЭ и переходных металлов (хрома, марганца, железа, кобальта, никеля, меди т.д.), что позволяет использовать их метанольные растворимые в широком диапазоне концентраций и тем самым обеспечивает получение U2B4O7 с содержанием легирующей добавки до 3-5 25 моль.%.¹⁵

Такое содержание добавок практически превышает их предельно допустимые значения в твердых растворах на основе U2B4O7. Объемное содержание метанола в водно-спиртовой системе было подобрано экспериментально. При этом установлено, что объем метанола, обеспечивающий оптимальный выход легированного LJ2B4O7, зависит от концентрации гидроксида лития в 35 водной фазе (Сион).

С другой стороны, интервал значений содержания метанола в системе определяется разностью между Сион и наименьшей заявляемой концентрацией LiOH в водной фазе (Сион⁰), равной 8,0 мас.% LiOH.

Если концентрация LiOH' выражена в мае.%, то объем метанола, приходящийся на 100 см³ водной фазы равняется:

$$V_{CH_3OH} = 14.3 \text{ Сион} \pm 43,75 (\text{Сион} - \text{Сион}^0).$$

где Сион⁰ - 8,0 мас.%.⁴⁵

В целом, объем метанола приходящегося на 100 см водной фазы для заявляемого 50 диапазона концентраций LiOH (8,0-11,2 мас.%) может меняться в пределах от 20 до 300 см³. Установлено, что как верхнее (300 см³), так и нижнее (300 см³), так и нижнее значение 20 см³ интервала количества ме- 55 танола соответствуют концентрации Сион - 11,2 мас.%, т.е. верхнему значению заявляемого диапазона концентраций LiOH в водной фазе.

С уменьшением концентрации LiOH в водной фазе, интервал значений объемов метанола сужается и при нижнем значении заявляемого диапазона концентрации Сион⁰ = 8,0 мас.%, объем спиртовой фазы приближается к объему водной фазы (VCH3OH = 115 см³).

В случае, если VCH3OH > 300 см³ возрастание содержания метанола в системе приводит к затруднению переноса легирующей добавки в реакционную зону вследствие сольватированного эффекта спирта и изменения растворимости соли легирующей добавки. При этом конечный продукт представляет собой смесь легированного и чистого Li2B4O7 с неопределенным содержанием первого.

При VCH3OH < 20 см³ (при Сион = 11,2 мас.%) относительно большое содержание воды в системе существенно повышает растворимость легированного Li2B4O7 в водно-спиртовой системе и тем самым приводит к резкому снижению выхода LJ2B4O7 • nMe^z (до 5-30%).

Мольное отношение исходных компонентов H3BO3 и LiOH, а также легирующие добавки Me(NO3)z(MeClz) в пределах 2,0-2,1:1,0-1,05:0,00005-0,015 является существенным для синтеза легированного Li2B4O7 nMe+z без образования побочных фаз и соединений.

Если, например, изменить указанный интервал соотношений в сторону увеличения количества H3BO3 и уменьшения содержания LiOH, то в процессе синтеза, кроме тетрабората лития, будут образовываться также полибораты лития.

При уменьшении содержания H3BO3 и, соответственно, увеличении количества LiOH в системе образуются орто- и метабораты лития.

Изменении мольного соотношения легирующей добавки Me(NO3)z(MeClz) в сторону ее увеличения приводит к образованию в процессе синтеза побочных фаз оксидов этих металлов.

Нижний предел легирующей добавки лимитируется только практическими потребностями, т.к. при более низких содержаниях легирующих добавок (< 0,00005) их влияние на электрофизические, оптические и др. свойства Li2B4O7 может не проявляться, хотя их введение в количествах менее нижнего предела заявляемым способом возможно.

Предложенный способ позволяет синтезировать легированный ионами РЗЭ и/или ионами переходных металлов тетраборат лития с выходом 50-92% от теоретического и содержанием легирующей добавки Me⁺⁷ до 3,0 мас.%.¹

Ниже приведены примеры реализации способа

Пример 1. В стеклянную емкость с мешалкой объемом 3000 см помещают 194,7 г H_3BO_3 и 95,8 г LiOH , взятых в мольном отношении 2:1. В емкость заливают 956 см³ воды, достаточной для обеспечения концентрации гидроксида лития в образующемся растворе равной 6,2 мас.%. Полученную смесь нагревают (60-70°C) при перемешивании до полного растворения твердой фазы. Раствор выпаривают до содержания гидроксида лития в растворе равном 8,0 мас.%. При этом упаривается 356 см воды. К полученному водному раствору добавляют определенное количество метанола (115 см³, содержащего 4,74 г, хлорида меди ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), что соответствует мольному отношению борная кислота : гидроксид лития : хлорид меди в системе 2; 1:0,005.

Выпавший осадок легированного $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ отфильтровывают, сушат при 150°C и прокаливают при 700°C 1 час.

Выход легированного $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ составляет 50% от теоретически возможного. Состав легированного тетрабората лития соответствует $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,02\text{Cu}^{2+}$.

Пример 2. В стеклянную емкость объемом 3000 см помещают 742,0 г H_3BO_3 и 143,7 г LiOH , взятых в мольном соотношении 2:1 и заливают 1432 см воды, необходимой для создания концентрации гидроксида лития в системе 6,2 мас.%. Полученную смесь перемешивают при слабом нагревании до полного растворения твердой фазы. Раствор выпаривают до концентрации LiOH в водной фазе равной 11,2 мас.%. При этом упаривается 1035 см³. К полученному раствору добавляют заданное количество метанола (200 см³), содержащего 3,29 г нитрата неодима ($\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Мольное отношение компонентов B:L:Nd составляет 2:1,0:0,00125.

Выпавший осадок отфильтровывают, сушат и прокаливают при 700°C в течение 1,5 часа.

Выход конечного продукта составляет 50%. Состав легированного неодимом тетрабората лития соответствует формуле $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,005\text{Nd}^{3+}$.

Пример 3. Готовят водный раствор исходных компонентов в количестве и с концентрацией LiOH как указано в примере 2. К полученному водному раствору добавляют определенное количество метанола (3000 см³, который содержит 9,51 г хлорида хрома (CeCl_3). Мольное отношение борная кислота : гидроксид лития : хлорид хрома составляет 2:1 0,01. Выпавший осадок легированного

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ отфильтровывают, сушат и прокаливают 1 час при температуре 700°C.

Выход продукта составляет 65%. Состав легированного хромом тетрабората лития соответствует формуле $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,03\text{Cr}^{3+}$.

Пример 4. В стеклянную емкость объемом 3000 см³ вносят 618,3 г H_3BO_3 и 119,7 г LiOH с мольным отношением 2,1:1,05 и заливают водой в количестве 1194 см³, необходимой для достижения концентрации LiOH в растворе 6,2 мас.%. Полученную смесь нагревают при перемешивании до полного растворения твердой фазы. Раствор выпаривают до концентрации LiOH 9,7 мас.%. При этом упаривают 700 см воды. К полученному водному раствору добавляют определенное количество метанола (1315 см³, содержащего 0,452 г хлорида меди ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Мольное отношение при этом в системе борная кислота * гидроксид лития : хлорид меди составляет 2,1:1,05:0,00056.

Выпавший осадок образовавшегося легированного тетрабората лития отфильтровывают, сушат и прокаливают при 700°C 1,5 часа.

Выход легированного медью тетрабората лития при этом составляет 70% от теоретического. Состав продукта соответствует формуле $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,0015\text{Cu}^{2+}$.

Пример 5. Готовят водный раствор с концентрацией гидроксида лития 9,7 мас.% с соотношением компонентов и их количествах, как указано в примере 4.

К полученному водному раствору добавляют необходимое количество (1315 см³) метанола, содержащего 0,452 г $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и 0,159 г TbCl_3 . Мольное соотношение исходных компонентов - борная кислота : гидроксид лития : хлорид меди : хлорид тербия при этом в системе составляет 2,1:1,05:0,00056:0,000126.

Образовавшийся осадок легированного тетрабората лития сушат, прокаливают при 700°C 1 ч. Выход легированного тетрабората лития состава $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 0,0015\text{Cu}^{2+}$ и $0,00034\text{Tb}^{3+}$ составляет 70%.

Пример 6. Готовят водный раствор с содержанием LiOH равным 11,2 мас.% и количествах исходных компонентов как указано в примере 2. После чего к водному раствору добавляют строго определенное количество метанола (1600 см³, содержащего 0,10 г нитрата неодима ($\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Мольное отношение компонентов борная кислота : гидроксид лития : нитрат неодима в водно-спиртовой системе составляет 2:1:0,00005. Выпавший в результате реакции осадок легированного тетрабората лития отфильтровывают

ют, сушат и прокаливают при 700°C 1 час. Выход продукта составляет 75% от возможного. Состав легированного неодимом тетрабората лития соответствует $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x \text{Nd}^{3+}$ 0,0001

5

Пример 7 (вне заявляемого диапазона).

В стеклянную емкость объемом 3000 см вносят 470 г борной кислоты и 91 г гидроксида лития, взятых в мольных отношениях 2:1, 10 а также 905 см³ воды, взятом в количестве необходимой для достижения в образовавшемся растворе концентрации LiOH , равной 6,2 мае. %. Смесь нагревают до полного растворения твердой фазы, после чего раствор 15 выпаривают до концентрации равной 7,7 мас. %.

При этом выпаривается 285 см воды. К полученному водному раствору добавляют рассчитанное количество метанола (1100 20 см³), содержащего 3.47 г хлорида меди ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), что соответствует мольному соотношению $\text{H}_3\text{BO}_3 : \text{LiOH} : \text{CuCl}_2$ в системе равному 2:1:0,0053.

В указанных условиях компоненты реагируют в водно-спиртовой системе с образованием тетрабората лития, часть которого выделяется в твердом виде. Выход легированного тетрабората лития $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x \text{Nd}^{3+}$ 30% от возможного.

Пример 8 (вне заявляемых условий).

В стеклянную емкость объемом 3000 см добавляют 767 г H_3BO_3 и 148.2 г LiOH , взятых в мольном соотношении 2.1, а также 1475 см воды, в количестве обеспечивающей концентрацию LiOH в образующемся растворе равную 6,2 мае %. Смесь нагревают до растворения твердой фазы. После чего раствор выпаривают до концентрации равной 11,4 мас. %. Образовавшийся водный 40 раствор нестабилен и при охлаждении до комнатной температуры возможно выпадение осадка в виде тетрабората лития. К полученной водной фазе добавляют определенное количество метанола (180 см³), 45 содержащего 0,107 г $\text{NaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Мольное отношение компонентов при этом в системе составляет борная кислота : гидроксид лития хлорид неодима = 2 : 1 : 0.00004. В указанных условиях эксперимента, кроме легированного тетрабората лития в осадок выделяется также некоторая часть чистого $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$. а само количество твердой фазы невелико.

Выпавший осадок фильтруют, сушат и 55 прокаливают 1 час при 700°C. Образовавшийся продукт представляет собой смесь $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ и $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{Nd}^{3+}$. Выход твердой фазы 20% от массы исходных компонентов.

Пример 9 (вне заявленных условий).

Готовят водную фазу, содержащую 11,4 мае % LiOH в количествах и по методу, указанному в примере 7. К полученной водной фазе добавляют рассчитанное количество метанола (3120 см³), содержащего 34 435 г $\text{NaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (мольное отношение $\text{B} : \text{Li} : \text{Nd} = 2.1:0,016$).

В указанных условиях эксперимента в твердую фазу выделяется чистый $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, а также частично гидроксид неодима, снижающие выход легированного тетрабората лития. Образовавшийся осадок фильтруют, сушат и прокаливают при 700°C 1 час. Образовавшийся продукт представляет собой смесь $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ и $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{Nd}^{3+}$ с примесью

Основные технологические данные по получению легированного тетрабората лития $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ представлены в таблице (опыты 1, 10 и 11 вне заявляемых условий).

Полученный легированный тетраборат лития $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{Nd}^{3+}$ представляет собой белый или окрашенный в тот или иной цвет, в зависимости от типа легирующей добавки, мелкокристаллический порошок. Поданным рентгенографическим анализа $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x \text{Nd}^{3+}$ кристаллизуется в тетрагональной сингонии и относится к полярной группе симметрии, пр. гр. 14₁с₂ = С_{4v}, которая совпадает пространственной группой симметрии чистого $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$. Параметры элементарной ячейки легированного $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{Nd}^{3+}$ лежат в пределах а - 9.46 -

9,48 Å. с = 10,26-10,28 Å. Число формульных единиц $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{Nd}^{3+}$ в элементарной ячейке Z = 8, плотность рентгенографическая $\rho = 2,44$ г/см³, что близко к кристаллографическим характеристикам чистого

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ а = 9,46 Å. с = 10,26 Å; z = 8, $\rho = 2,44$ г/см³.

Рентгенографические данные, таким образом, указывают на принадлежность легированных кристаллов $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{Nd}^{3+}$ к структуре $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, т.е. подтверждают образование твердых растворов на основе матрицы $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$.

Принадлежность легированного $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x \text{Nd}^{3+}$ к фазам типа твердых растворов замещения подтверждается также плавным и линейным изменением параметров элементарной ячейки и, соответственно отсутствием скачка в их значениях в зависимости от содержания легирующей добавки. В случае отсутствия образования твердых растворов параметры элементарной ячейки $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ оставались бы без изменений не зависимо от количества вводимой добавки.

Возможность количественно изменять содержание легирующей добавки в тетраборате лития представляет несомненный практический интерес для создания новых термолюминофоров, материалов акустоэлектронных устройств, а также для регулирования в т ч повышения, пьезо- и пьезоэлектрических характеристик а функциональных материалах на основе U2B4O7

Таким образом, использование предлагаемого способа получения легированного d- и f-металлами тетрабората лития L12B4O7 ■ nMe^{+z} обеспечивает по сравнению с известными способами следующие ,преимущества.

- получение легированного тетрабората лития с различным и регулируемым содержанием добавки;
- возможность введения в матрицу 5 U2B4O7 практически любой легирующей добавки из классов переходных и редкоземельных металлов их сочетания;
- отсутствие в конечных образцах при 10 месей других боратов и побочных фаз;
- упрощение технологического процесса получения.

Предлагаемый способ эффективен, т.е. позволяет получать легированный U2B4O7 х nM^{+z} (где Me^{+r} = d- и/или f-элементы) в 15 количествах, лимитируемых только емкостью рабочей аппаратуры.

Технологические параметры получение легированного тетрабората лития воднометанольными растворами

Г* fin	Концентрация LiOH в водной фазе мас %	Объем водной фазы см	Объем спиртовой фазы см	Тип легирующей добавки	Соотношение HiBCh LiOH Me ⁺	Выход УгВЮт nMe ⁺ %
1	77	990	1100	СиCl2 2HiQ	2 1 0 0053	30
2	60	1100	1150	CuCli 2HrO	2 1 0 0005	50
3	80	1000	1060	TbCl3 5M3O	2 1 0 0006	50
4	97	1020	1315	CuCli 2HrO	1 1 1 05 0 00056	70
5	97	1000	600	CrCl3	2 1 1 05 0 015	60
6	97	1020	1355	Соci: гнзозтьсїї	2 1 1 05 0 00056 0 000126	70
7	112	1000	200	Nd(NO3)3 6H2O	2 1 0 00125	50
8	112	1030	1600	Nt(NO3)3 6H2O	2 1 0 00005	75
9	112	1000	3000	CrCl3	2 1 0 01	65
10	112	990	180	NdCl3 6H3O	г i o oooo4	продукт двухфазен
11	114	1000	3120	NdCl3 6H3O	2 1 0016	

Упорядник Л Темирова

Техред М.Моргентал

Коректор М Ткач

Замовлення 595

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655. ГСП, КиГв-53, Львівська пл , 8

Виробничо-видавничий комбінат "Патент", м. Ужгород, вул Гагаріна, 101