



P.- 23.822
Docket 10.485

283761

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

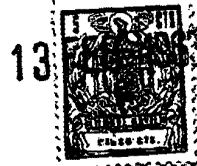
por VEINTE años

a nombre de INTERNATIONAL BUSINESS MACHINES CORPORATION,
entidad norteamericana, establecida en 590 Madison Ave-
nue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América.

por:

" EL PROCEDIMIENTO DE CONTROLAR UNA
REACCION DE PIROSINTESIS "

La presente invención se refiere a un proce-
dimiento para controlar la preparación de compuestos bi-
narios de punto de fusión más alto que el de los elemen-
tos que lo constituyen, de punto de fusión inferior. Más
5 concretamente, ésta invención se refiere a un procedi-
miento para la pirosíntesis controlada, directamente de
los elementos, de compuestos binarios que poseen propie-
dades fotoconductoras, en el que dichos compuestos fun-
den a mayor temperatura que los elementos de los cuales
10 estan hechos.



De ordinario, el preparar un compuesto de un punto de fusión superior partiendo de componentes elementales de punto de fusión inferior, cabría esperar la posibilidad de tomar estos componentes de punto de fusión inferior y reunirlos a una temperatura superior a sus puntos de fusión respectivos hasta que reaccionaran. Sin embargo, para los compuestos binarios de punto de fusión superior que se preparan a partir de los elementos de los grupos IIB, IIIB, VB y VIB de La Tabla periódica (registrada por H.D.Hubbard) y que aquí se describen, la reacción no se produce a temperaturas ligeramente superiores a los puntos de fusión de los componentes constitutivos elementales, aún después de varias semanas de estar puestos en reacción. La reacción, en cambio, se produce a una temperatura cuatro o cinco veces mayor que el punto de fusión de los componentes constitutivos elementales, y más concretamente a varios centenares de grados por encima de la temperatura de fusión del compuesto deseado. Tales reacciones son usualmente exotérmicas, y por consiguiente peligrosas debido a que la gran cantidad de calor liberada por la reacción exotérmica expande los gases presentes, esto es, los derivados de la volatilización de los componentes elementales sin reaccionar, lo que muchas veces da lugar a una detonación o explosión. Este problema es particularmente penoso al controlar la preparación de compuestos binarios reproducibles dotados de propiedades fotoconductoras, que casi todos son compuestos de temperatura de fusión elevada constituidos por elementos de un punto de fusión inferior.

Es objeto de la invención un método para controlar la preparación de compuestos binarios de punto de fu-

13



sión superior constituidos por elementos de punto de fusión inferior.

Es asimismo objeto de la invención un método para controlar la preparación de compuestos binarios de punto de fusión superior constituidos por elementos de punto de fusión inferior, cuando dichos compuestos binarios son insolubles en masas en fusión que comprenden los elementos constitutivos de punto de fusión inferior.

Otro objeto de la invención consiste en un método de controlar una reacción de pirosíntesis que implica la formación de un compuesto binario por combinación directa de elementos de reacción exotérmica.

Otro objeto de la invención consiste en un procedimiento para la pirosíntesis controlada de un compuesto binario que tiene una temperatura de fusión apreciablemente mayor que los elementos de los cuales se compone por combinación directa de los elementos a una temperatura inferior al punto de fusión del compuesto.

Otro objeto de la invención consiste en un procedimiento para la pirosíntesis controlada de un compuesto binario que posee propiedades fotoconductoras reproducibles, y que tiene una temperatura de fusión superior a los puntos de fusión de los elementos formantes de cationes y formantes de aniones, de los cuales se compone. Los elementos formantes de cationes se eligen de entre los elementos del grupo IIB (Zn, Cd, Hg) y del grupo IIIB (Ga, In, Tl) de la Tabla periódica. Los elementos formantes de aniones se escogen de entre los que componen el grupo VB (P, As, Sb) y el grupo VIB (S, Se, Te) de la Tabla periódica. Otro objeto más de la invención consiste en un



13
procedimiento de controlar la preparación del seleniuro de cadmio, útil en la preparación de fotoconductores.

Los precedentes y otros objetos, características y ventajas de la invención, se irán desprendiendo de la descripción que sigue, más particular, de algunas formas preferidas de realización del invento, ilustradas en los dibujos adjuntos.

Aún cuando la invención tiende en general a un procedimiento para la pirosíntesis controlada de compuestos binarios, se explica mejor estudiando una forma concreta y específica de realización de la misma. Esta forma específica se refiere al procedimiento para controlar la preparación del seleniuro de cadmio (que tiene un punto de fusión de $12392 \pm 52C$) por síntesis directa a partir de los componentes constitutivos elementales, cadmio y selenio, de punto de fusión inferior. El seleniuro de cadmio es un semiconductor que tiene aplicación y utilidad en mecanismos calculadores, como material para dispositivos fotoconductores. Por ser para este uso, el seleniuro de cadmio debe tener necesariamente una gran pureza y uniformidad reproducible.

De ordinario, en la preparación de compuestos binarios como el seleniuro de cadmio, por síntesis directa a partir de los elementos (cadmio y selenio), los elementos se caldean entre sí hasta reaccionar. Por lo tanto, cuando el cadmio metálico y el selenio se colocan en una cámara de reacción y se caldean a una temperatura poco superior (de 102 a $152C$) al punto de fusión más alto de los dos elementos (en este caso, el cadmio funde a $3202 \pm 52C$ y el selenio a $2152 \pm 52C$), cabría esperar la forma-



ción de CdSe. Ahora bien, se observa que apenas se forma seleniuro de cadmio, aun al cabo de largos períodos de, por ejemplo, una o dos semanas. A temperaturas 100°C más altas que la del punto de fusión del elemento que lo tiene más alto, se observó el mismo resultado. Empleando una temperatura de aproximadamente 900° a 1000°C se formó el seleniuro de cadmio, pero acompañado de tan violenta reacción que se produjo una detonación fuerte. Muchas veces, esta detonación no puede ser contenida, y entonces se produce la destrucción del recipiente de reacción y la consiguiente pérdida de la preparación. La detonación se debía al hecho de que el cadmio y el selenio fundidos reaccionaban espontáneamente desprendiendo cantidades prodigiosas de calor, por ser la reacción exotérmica. A 1000°C, las presiones de vapor, tanto del Cd como del Se, son elevadas, y al ser liberada por la reacción esta tremenda cantidad de calor, los gases presentes a dicha temperatura se expanden súbitamente. De ese modo, se produce una detonación.

A la temperatura inferior entre el punto de fusión del selenio y del cadmio (esto es, en torno a la temperatura de fusión del cadmio) se forma sobre la superficie del cadmio elemental, en torno a toda la masa del cadmio metálico, una capa pasiva o inhibidora de la reacción, de seleniuro de cadmio después de una reacción inicial en superficie. Esta capa pasiva o inhibidora de la reacción no sólo restringe el contacto del cadmio metálico con el selenio fundido, sino que restringe asimismo, y mucho, la volatilización del cadmio, impidiendo así que prosiga la reacción en la fase de vapor de encima de las



fases líquidas en fusión. Al bloquear así el contacto del cadmio metálico con el selenio fundido, la capa inhibidora de la reacción limita por consiguiente la reacción directa del cadmio y el selenio en la fase de vapor, al igual que en la fase líquida. Así, la reacción se inmoviliza hasta llegar a una temperatura de más de 900°C o 1000°C. La razón para que la reacción prosiga entonces a esta temperatura se explica mejor con el auxilio del diagrama de fases del cadmio y el selenio.

10 Un diagrama de fases es una descripción gráfica de la solubilidad de los diversos componentes constitutivos de un compuesto, unos en otros, en función de las proporciones relativas en que entran estos componentes, y de la temperatura. Obsérvese que el diagrama de fases del cadmio y el selenio es bidimensional, y tiene un eje de composición y un eje de temperaturas. La composición se refiere a porcentaje molar de cadmio y porcentaje molar de selenio en una muestra dada cualquiera. (Porcentaje molar es el número de moléculas del elemento, dividido por el número total de moléculas presentes y multiplicado por 100). Por tanto, representa en realidad una fracción molecular de la composición de una muestra. El peso de la muestra no afectará al porcentaje molar. El porcentaje molar de los elementos varía de 0% a 100%. El eje de porcentajes molares viene dado por partes o unidades de 10% molar. El eje de temperaturas viene expresado o graduado por unidades de 100°C.

25 Nótese que el diagrama de fases del cadmio y el selenio se divide en varias regiones definidas, de características físicas claramente distintas. En el dia-

30



13

grama de fases no figura fase de vapor alguna, aun cuando hay siempre una presente. El diagrama de fases define la composición de las fases coexistentes, en función de la temperatura. Las diversas regiones definidas que se representan en el diagrama de fases se componen bien de una sola fase, la de encima de las curvas más altas, de una fase sólida en equilibrio con un líquido (designadas como curvas de solubilidad o líquidas (temperatura a la que comienza la solidificación de dos fases líquidas simultáneamente coexistentes (definida como región de inmiscibilidad de los líquidos) o de dos fases sólidas en equilibrio (por bajo de las líneas horizontales marcadas 317° y 213°).

Las curvas más altas definen la solubilidad, ya sea del Cd, del Se o del CdSe en una solución que consta de Cd o Se. Leyendo de izquierda a derecha, obsérvese que una curva une el punto 320°C del eje de temperaturas de la izquierda con un punto marcado 1239°. Esta curva muestra la variación de solubilidad del CdSe en las masas en fusión compuestas de Cd y Se que contienen más de un 50% molar de Cd. A una temperatura cualquiera, la línea horizontal que se extiende entre esta curva y el eje de temperaturas a un 50% molar de Se (el eje de composición del CdSe) revela la composición de una solución en equilibrio con el CdSe cristalino. Por ejemplo, una línea trazada entre esta curva y el eje marcado CdSe a 500° revela que la solución en equilibrio con el CdSe cristalino tiene una composición de aproximadamente 0,5% molar de Se (por consiguiente, 99,5% molar de Cd). Al crecer la temperatura, la curva se eleva casi verticalmente hasta alrededor de los 900°C, punto en que asciende con menos pendiente. Alternativamen-



te, puede decirse que en el intervalo de 320°C a 900°C, la solubilidad del CdSe en Se es relativamente constante y pequeña. Por encima de esta temperatura, una línea horizontal entre la curva de solubilidad y el eje del CdSe revela que la solución es más rica en Cd como, por ejemplo, a 1100°C, la composición de la solución es aproximadamente de 20% molar de Se, o bien alternativamente es más rica en CdSe, lo que significa que hay disuelta mayor proporción de éste último. Por bajo de los 317°C, en el margen de composición de 0 a 50% molar de Se, coexisten a todas las temperaturas dos fases, ambas sólidas. Estas fases presentan las estructuras del Cd metálico y del CdSe. Según se va haciendo variar la composición del sistema total en el margen de 0 a 50% molar de Se, la naturaleza de las fases coexistentes sigue siendo la misma, y sólo varían las proporciones relativas de estas fases. Así, en la región de líquido y cristales de CdSe, el movimiento hacia la derecha en dirección al eje CdSe, para cualquier temperatura, sólo implica un aumento en la cantidad de fase sólida cristalina, pero no una variación de la composición de dicha fase. De igual modo, en la región en la cual coexisten las fases de estructura sólida de Cd y de estructura sólida de CdSe, al moverse a la derecha se aumenta la cantidad, pero no varía la composición de la fase de estructura de CdSe.

En la región de la derecha del eje CdSe predomina un grupo de condiciones análogo, salvo en que por bajo de 213°C la fase de estructura CdSe coexiste con la fase de estructura Se. Asimismo, por encima de 1001°C hay una región en la que coexisten dos fases líquidas, como si fueran una mezcla de agua y aceite. Estas fases líquidas

283761



coexistentes están compuestas de dos líquidos, uno más rico en Se que el otro.

Es evidente que el CdSe exhibe una limitadísima solubilidad en cada región del diagrama definida por los ejes Cd-CdSe y CdSe-Se, hasta que se alcanzan temperaturas muy superiores a los puntos de fusión del Cd o del Se. Nótese asimismo que el punto de fusión del CdSe es apreciablemente mayor que el del Cd o el del Se, y que el punto de fusión del Cd es más alto que el del Se.

De este diagrama de fases del sistema Cd-Se o, alternativamente de los sistemas Cd-CdSe y Se-CdSe, se deduce que la solubilidad del CdSe, que funde a una temperatura superior a los puntos de fusión de uno u otro de los elementos constitutivos Cd y Se, en soluciones compuestas por Cd y Se en proporciones variables, es baja hasta llegar a una temperatura de 900° a 1000°C. Así, pues, la solubilidad del CdSe en una solución rica en Cd es baja hasta que se llega a los 900-1000°C, y en una solución rica en Se es baja hasta los 1000°C. Además, esta baja solubilidad del CdSe combinada con la conocida baja presión de vapor del CdSe por bajo de los 900°C da lugar a una situación tal que si el Cd y el Se se ponen en reacción a aproximadamente el punto de fusión del Cd, se produce una reacción inicial en la superficie del cadmio formándose en torno a cada una de las partículas de Cd una capa inhibidora de la reacción. Cada una de estas partículas constituirá entonces por separado un sistema rico en Cd y deficiente en CdSe. Este sistema deficiente en CdSe presentará poca solubilidad en CdSe hasta los 900° o 1000°C, y, por consiguiente, permanecerá intacta la capa de CdSe, inhibidora de la reacción, que

283761

13 FEB



se ha formado. Al fenómeno contribuye el hecho de que las partículas de Cd en fusión abarcadas por la capa de CdSe inhibidora de la reacción quedan simultáneamente envueltas en una matriz de Se fundido, en la cual es asimismo insoluble el CdSe hasta los 1000°C. Así, la capa inhibidora de la reacción no será disuelta por ninguna de las fases de Cd ni de Se en fusión. Se ha observado asimismo que la capa de CdSe inhibidora de la reacción es esencialmente impermeable a los vapores tanto de Cd como de Se, lo que contribuye a impedir la posibilidad de que se produzca la reacción por mecanismos de difusión o de vapores.

Cuando la temperatura se eleva lo suficiente, la capa inhibidora de la reacción se hace más soluble y, al propio tiempo, se logra una mayor presión de vapor, con lo cual aquella se deteriora lo bastante, para no poder ya contener el cadmio fundido, que entretanto ha adquirido también una elevada presión de vapor. El cadmio metálico en fusión así liberado queda entonces libre para reaccionar con el Se en fusión, y así lo hace, espontáneamente y de modo exotérmico, liberando copiosas cantidades de calor. El CdSe producido en tal reacción es entonces soluble en las fases líquidas presentes, dejando de pasivar o inhibir la reacción. La consecuencia neta de tal reacción espontánea es una expansión adiabática de los gases, acumulándose grandes presiones. Tan grandes presiones pueden llegar a romper el recipiente herméticamente cerrado en el cual se llevan a cabo las reacciones, y producir una detonación.

Se ha determinado por medio de experimentos que es sobre el Cd metálico sobre quien se forma esta capa

283761



13

de CdSe inhibidora de la reacción, ya que el Se está completamente fundido antes de que sobre la superficie del Cd se produzca la reacción inicial que conduce a la formación de la capa de CdSe inhibidora de la reacción.

5

Así, pues, como fácilmente se desprende del estudio del diagrama de fases que acaba de hacerse, la falta de solubilidad del seleniuro de cadmio en las fases ricas en selenio o en las fases ricas en cadmio, más la conocida baja presión de vapor del seleniuro de cadmio, impiden la reacción del cadmio con el selenio a las bajas temperaturas (esto es, alrededor del punto de fusión del Cd), por formarse una capa de seleniuro de cadmio, inhibidora de la reacción, después de una reacción superficial inicial por toda la superficie del cadmio metálico, abarcándolo.

10

15

Así, toda continuación de la reacción entre el cadmio y el selenio cesa hasta alcanzarse una temperatura que rompe esta capa de seleniuro de cadmio inhibidora de la reacción.

20

25

En el procedimiento de la presente invención se hace uso del conocimiento de la formación de la capa de CdSe inhibidora de la reacción en torno al cadmio elemental (el elemento de más alto punto de fusión, de los dos que constituyen el compuesto binario, CdSe) durante la reacción, utilizando cadmio desmenuzado a un tamaño de partículas suficientemente pequeño, de modo que el tamaño de partículas del cadmio sea menor que el espesor de la capa de CdSe, inhibidora de la reacción, que tiende a formarse sobre aquél. Por consiguiente, aun cuando se forma la capa de CdSe inhibidora de la reacción, dicha capa consume la totalidad del cadmio antes de alcanzar su espesor de inhibición de la reacción (o espesor de pasivación) y, por lo

30

283761



tanto, la reacción de síntesis se lleva a cabo hasta su terminación.

El procedimiento de la invención es esencialmente el mismo, sea cual fuere la composición relativa de los materiales de partida. Los materiales de partida adquieren su importancia según lo que se desee obtener una vez terminado el proceso.- Así, pues, si no importa que el seleniuro de cadmio a formar sea estequiométrico o no, dentro de ciertos límites prefijados únicamente por una balanza analítica u otros medios de proporcionamiento de las composiciones convenientes, puede emplearse en el procedimiento cadmio metálico de diversa pureza. El cadmio metálico que lleva un recubrimiento de óxido (por ejemplo, tal que pueda ser equivalente hasta a 4% o 5% de óxido de cadmio) puede emplearse como si consistiera solamente en cadmio metálico. Cuando este cadmio metálico con el recubrimiento de óxido se pone en reacción con selenio en el método indicado, se forma un producto que puede tener, respecto a la estequiometría, una variación en las proporciones de selenio a cadmio de hasta 3 partes por millar, y puede, por lo tanto, contener ciertas impurezas.

Por otra parte, si se quisiera obtener un CdSe del llamado estequiométrico, esto es, estequiométrico dentro de las posibilidades de proporcionamiento de la adecuada composición de Cd y Se (o sea de 2 partes en 50.000 cuando se prepara una partida de 50 g utilizando una balanza analítica), es preciso utilizar un Cd metálico especialmente preparado.

El cadmio en polvo se halla generalmente recubierto de óxido en cierto grado. Este óxido antes



de usar el cadmio, se elimina, de una u otra de dos maneras. Se quita ya sea por tratamiento en una solución concentrada de hidróxido amónico, se lava con agua pura y luego se seca al aire o al vacío, a unos 100°C; o bien es reducido en hidrógeno puro a 200°C durante cinco horas. Así se obtiene cadmio en polvo exento de óxido.

El cadmio utilizado en la pirosíntesis debe ser de un tamaño de partículas menor que el espesor de la capa de CdSe, inhibidora de la reacción, que tiende a formarse durante la reacción en torno al cadmio. De lo contrario, la capa inhibidora de reacción alcanza un grosor, en torno al cadmio, que impide que la síntesis llegue a terminarse. Según se ha visto, con un tamaño de partículas no mayor, y de preferencia menor, de 44 micras, la reacción llega a terminarse en las condiciones arriba bosquejadas. Una partícula de 44 micras pasará por un tamiz de malla 325 (Serie normal de tamices U.S., 1940). El cadmio en trozos más grandes podrá ser desmenuzado hasta este tamaño de partículas, o bien podrá ser obtenido comercialmente en este tamaño de partículas. Existe una correlación entre el tamaño de partículas y la terminación de la reacción a una velocidad dada.

El tamaño de las partículas de selenio no es crítico, porque la reacción no se produce antes de llegar al punto de fusión del Cd (punto de fusión del cadmio = 320°C) y, teniendo en cuenta que el punto de fusión del selenio es inferior al del cadmio, el selenio se fundirá independientemente de que se haya partido de él a base de fino polvo o de grandes trozos. Puede estar presente en forma de granalla de unos 3 mm (tamiz de malla 6) o bien en partículas

33761



5
10
15
20
25
30

del mismo tamaño que las de cadmio (tamiz de malla 325).
Ahora bien, al mezclar las sustancias reactivas es más
fácil de obtener una mezcla más homogénea por medio de
un molino de bolas, o en otro dispositivo de mezclar pol-
vos. Así, se prefiere que las partículas de Cd y de Se
sean de 44 micras, o menos.

Si se empleara granalla de Se, es necesario
muchas veces moler o triturar el producto obtenido des-
pués de la reacción inicial, y repetir todo el proceso de
reacción sabiendo la temperatura por incrementos a un in-
cremento de temperatura de 0,12 a 50C por minuto o más.
La parte crítica del procedimiento, por lo que hace a los
materiales, es el tamaño de partículas del cadmio (que es
el elemento de punto de fusión más alto del compuesto binario
CdSe).

A continuación se mezclan el cadmio y el se-
lenio. Estos elementos pueden mezclarse en proporciones
diversas para lograr cualquier margen estequiométrico com-
prendido dentro de los límites de solubilidad del cadmio en
el seleniuro de cadmio (por ejemplo, de 0,25 a 0,5% molar
en exceso de cadmio con respecto al diagrama de fases) o
del selenio en el seleniuro de cadmio, o con la estequio-
metría adecuada para dar exactamente seleniuro de cadmio
dentro de los límites de pesada, o en proporciones adecua-
das para obtener un producto final que tenga presente una
segunda fase como, por ejemplo, CdSe más una fase rica en
Cd, o CdSe más una fase rica en Se. Se han ensayado rela-
ciones o proporciones diversas, demostrándose que sin salir-
se de la estequiometría se puede tener una variación de 2
partes en 50.000, y fuera de ella hasta de 2% de exceso de



cadmio o 1% de exceso de selenio, a base de mol por mol de Cd a Se en las mezclas.

La mezcla de cadmio y selenio se coloca a continuación en una ampolla que haya sido escrupulosamente limpiada, y cuya relación de fase de vapor a fase condensada (relación de fases gaseosa a sólida) sea muy pequeña, de modo que la presión de vapor en que se pudiera convertir por vaporización el seleniuro de cadmio p una parte de mayor o menor estequiometría no modifique apreciablemente la composición de la fase condensada. La ampolla se hace de cuarzo o pyrex para darle adecuada robustez. A continuación se hace el vacío en la ampolla y se cierra ésta herméticamente. La reacción debe conducirse forzosamente en ampollas herméticamente cerradas, porque de no ser así el selenio se volatilizará mucho antes de haber tenido lugar la reacción, ya que el Se tiene una elevada presión de vapor a temperaturas elevadas y no se halla encerrado o encapsulado por una capa pasiva. Si así conviene, en lugar de la ampolla de vacío puede utilizarse una ampolla que contenga un gas inerte (por ejemplo, argón, neón, criptón, xenón, etc.). A continuación, las ampollas se colocan en un horno cuya temperatura y cuya velocidad de elevación de la misma puedan ser controladas. Se colocan cuatro, cinco o más ampollas simultáneamente en el horno, en unos agujeros o huecos practicados en los ladrillos para acomodarlas. Los ladrillos se colocan de modo que las ampollas quedan en posición generalmente horizontal o con una ligera inclinación.

La temperatura del horno y, por tanto, de las ampollas se va elevando a una velocidad próxima a los 0.2C por minuto, pero por consideraciones prácticas, esto es, entre otras, por trabajar con tiempos prudenciales, la sín-



tesis se realiza a mayores velocidades. La velocidad de caldeo es variable. Para la preparación de un seleniuro de cadmio en el cual no se detecten luego ninguno de los elementos de partida sin reaccionar, puede emplearse una
5 velocidad comprendida entre 0,1°C y 2°C por minuto hasta llegar a los 450°C-500°C. De preferencia, la velocidad es de 0,5°C a 1°C por minuto hasta 500°C. No se necesita prolongar el caldeo a la temperatura máxima para llegar al equilibrio.

10 La muestra es enfriada a continuación lentamente desde los 450°C o 500°C, o bien rápidamente al aire, hasta la temperatura ambiente. La velocidad de enfriamiento de la muestra no parece tener efecto sobre el seleniuro de cadmio resultante.

15 El seleniuro de cadmio preparado conforme al procedimiento de la presente invención puede a continuación ser molido para su empleo en aplicaciones fotoconductoras, como, por ejemplo, en la preparación de dispositivos de capa sinterizada de un solo o varios elementos, monocristales
20 fotoconductores o delgadas películas fotoconductoras. El dispositivo de capa sinterizada de uno solo o varios elementos, según como se desee, puede ser empleado en circuitos lógicos en las máquinas calculadoras de velocidades más lentas. Estos dispositivos pueden asimismo ponerse en un uso
25 cualquiera para el que antes se hayan empleado fotoconductores; por ejemplo, en aparatos de medida perceptores de luz como los "ojos eléctricos" o células fotoeléctricas.

Los ejemplos específicos que a continuación se exponen ilustran la preparación del seleniuro de cadmio
30 mediante el procedimiento de la presente invención.

283761



EJEMPLO I

El cadmio metálico, del cual se ha quitado el óxido, es desmenuzado a un tamaño de partículas tal que todas ellas pasen por un tamiz de malla 325 (de la serie normalizada U.S., 1940), esto es, tal que ninguna de las partículas es mayor de 44 micras. Este cadmio desmenuzado en polvo (29,3682 g de peso) se mezcla con granalla de selenio (20,6318 g) de unos 3 mm, que pase por un tamiz de malla 6. Esta mezcla se coloca entonces en una ampolla de cuarzo, cuya relación de fase de vapor a fase condensada es pequeña. La ampolla, después de hecho en ella el vacío, se cierra herméticamente y se coloca en un horno a la temperatura ambiente, elevando luego la temperatura a la velocidad de 0,5°C por minuto, hasta 500°C. No hubo detonación alguna. El ciclo de caldeo se repite nuevamente, después de molida la muestra a un tamaño de partículas menor de 44 micras. Se obtuvo como producto seleniuro de cadmio (aproximadamente 50 gramos, menos las pérdidas mecánicas). La reacción se considera terminada, ya que no pudo detectarse ninguno de los elementos componentes por diversos procedimientos analíticos, tales como los de análisis por rayos X y análisis diferencial térmico.

EJEMPLO 2

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, con la salvedad de que tanto el cadmio (29,3682 g) como el selenio (20,6318 g) se habían desmenuzado a un tamaño de partículas tal que todas ellas pasaban por un tamiz de malla 325 (44 micras), y la temperatura se fué subiendo a 1°C por minuto hasta los 500°C. Se repitió todo el proceso del pre-



5
 sente ejemplo, con la diferencia de que la velocidad de caldeo fué de 0,5°C/min hasta los 500°C. En ningún caso se observó detonación alguna. Se obtuvo seleniuro de cadmio, y la reacción había llegado a su terminación.

EJEMPLO 3

10
 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, excepto en que fué empleada granalla de cadmio (29,3682 g) de unos 3 mm, que pasaba por un tamiz de malla 6. A temperaturas de unos 500°C, la reacción no había llegado a su término. En la ampolla había cadmio y selenio elementales. A temperaturas superiores a 1000°C hubo una detonación que rompió la ampolla de cuarzo.

EJEMPLO 4

15
 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, utilizando los distintos tamaños de partícula y las diferentes velocidades de caldeo que a continuación se relacionan, con los resultados indicados:

20

<u>Cd</u>	<u>Se</u>	<u>Velocidad</u>	<u>Resultado</u>
Tamiz malla 325 (29,3682 g)	Tamiz malla 6 (20,6318 g)	0,1°C/min hasta 500°C	Terminó la reacción sin detonación (50 g)
Tamiz malla 325 (29,3682 g)	Tamiz malla 325 (20,6318 g)	1,5°C/min hasta 500°C	Terminó la reacción sin detonación (50 g)
Tamiz malla 325 (29,3682 g)	Tamiz malla 6 (20,6318 g)	2,0°C/min hasta 500°C	Terminó la reacción* sin detonación (50 g)
Tamiz malla 325 (29,3682 g)	Tamiz malla 325 (20,6318 g)	2,0°C/min hasta 500°C	Terminó la reacción sin detonación (50 g)
Tamiz malla 325 (29,3682 g)	Tamiz malla 6 (20,6318 g)	1,5°C/min hasta 500°C	Terminó la reacción sin detonación (50 g)
Tamiz malla 325 (29,3682 g)	Tamiz malla 325 (20,6318 g)	0,1°C/min hasta 500°C	Terminó la reacción sin detonación (50 g)

* La reacción no terminó hasta después de una moltura-

283761

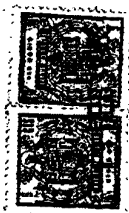


ción intermedia a un tamaño de partículas inferior a 44 micras y repetición del ciclo de temperatura.

5 Los ejemplos concretos que siguen, espuestos en la Tabla I, ilustran la práctica de la invención respecto a la formación de diversos compuestos binarios distintos del seleniuro de cadmio.

10 El procedimiento seguido en estos ejemplos es el que a continuación se indica: El elemento de punto de fusión más alto se desmenuza al tamaño de partículas indicado y luego se mezcla con el elemento de punto de fusión inferior, éste en el tamaño de partículas indicado. A continuación se pone la mezcla en una ampolla de cuarzo y se caldea a la velocidad indicada hasta llegar a la temperatura que se dice, después de lo cual se enfría la ampolla
15 rápidamente al aire. Si la reacción se considera o no como terminada en la formación del compuesto deseado, ello figura en la columna encabezada "Estado de la reacción". Así, por ejemplo, la reacción se considera terminada y completa cuando los elementos reactivos se consumen enteramente. Las
20 reacciones incompletas se terminan o completan subiendo la temperatura de reacción por encima del punto de fusión del compuesto que se está formando. A esta temperatura, la capa inhibidora de reacción, formada en torno al elemento de mayor punto de fusión, se funde y deteriora, por ser esta
25 capa el compuesto que se está formando. De ese modo queda libre para reaccionar el elemento en fusión liberado. Con frecuencia se produce una detonación, debido a la naturaleza exotérmica de la reacción.

283761



T.A.B.L.A.---I

Ejemplar	Compues- to a for- plo na mar	Elemento de punto de fusión más alto, y tamaño de partículas	Elemento de punto de fusión interior, y tamaño de partículas	Velocidad de caldeo	Estado de la reacción
5	Zn ₃ P ₂	P - Tamiz malla 325 (44 μ) (12,0011 g)	Zn - Tamiz malla 7 (2830 μ) (37,9989 g)	1,50C/min hasta 6000C	Completa (50 g)
		P - Tamiz malla 6 (12,0011 g)	Zn - Tamiz malla 7 (37,9989 g)	1,50C/min hasta 6000C	Incompleta (50 g)
6	Zn ₃ As ₂	As- Tamiz malla 400 (37 μ) (21,6527 g)	Zn - Tamiz malla 400 (28,3473 g)	50C/min hasta 8500C	Completa (50 g)
		As- Tamiz malla 400 (21,6527 g)	Zn - Tamiz malla 400 (28,3473 g)	0,10C/min hasta 8500C	Completa (50 g)
7	Zn ₃ Sb ₂	Sb- Tamiz malla 400 (37 μ) (27,6943 g)	Zn - Tamiz malla 400 (22,3057 g)	50C/min hasta 6500C	Completa (50 g)
8	ZnS	Zn- Tamiz malla 325 (44 μ) (33,5419 g)	S - Tamiz malla 7 (2830 μ) (16,4581 g)	30C/min hasta 5000C	Completa (50 g)
		Zn - Tamiz malla 6 (33,5419 g)	S - Tamiz malla 7 (16,4581 g)	30C/min hasta 5000C	Incompleta (50 g)
9	ZnSe	Zn - Tamiz malla 325 (44 μ) (22,6476 g)	Se- Tamiz malla 7 (27,3524 g)	30C/min hasta 6000C	Completa (50 g)
		Zn - Tamiz malla 325 (44 μ) (22,6476 g)	Se- Tamiz malla 325 (27,3524 g)	0,10C/min hasta 3000C	Completa (50 g)
		Zn - Tamiz malla 6 (22,6476 g)	Se- Tamiz malla 7 (27,3524 g)	30C/min hasta 7500C	Incompleta (50 g)
10	ZnTe	Zn - Tamiz malla 325 (16,9387 g)	Te- Tamiz malla 325 (33,0612 g)	30C/min hasta 5000C	Completa (50 g)
11	Cd ₃ P ₂	P - Tamiz malla 400 (7,7608 g)	Cd- Tamiz malla 400 (42,2392 g)	0,50C/min hasta 6500C	Completa (50 g)
		P - Tamiz malla 325 (7,7608 g)	Cd- Tamiz malla 325 (42,2392 g)	2,50C/min hasta 7000C	Completa (50 g)
		P - Tamiz malla 325 (7,7608 g)	Cd- Tamiz malla 7 (42,2392 g)	2,50C/min hasta 7000C	Completa (50 g)

283761



(TABLA I - Continuación)

Ejemplar	Compu- Elemento de punto de fusión más alto, y tamaño de partículas	Elemento de punto de fusión interior, y tamaño de partículas	Velocidad de caldeo	Estado de la reacción
12	CdS Cd - Tamiz malla 325 (38,9017 g) Cd - Tamiz malla 400 (38,9017 g) Cd - Tamiz malla 325 (38,9017 g) Cd - Tamiz malla 7 (38,9017 g) Te - Tamiz malla 325 (26,5837 g) Te - Tamiz malla 7 (26,5837 g)	S - Tamiz malla 325 (11,0983 g) S - Tamiz malla 400 (11,0983 g) S - Tamiz malla 7 (11,0983 g) S - Tamiz malla 7 (11,0983 g) Cd - Tamiz malla 7 (23,4163 g) Cd - Tamiz malla 7 (23,4163 g)	30C/min hasta 5000C 0,50C/min hasta 4500C 0,10C/min hasta 4500C 0,10C/min hasta 5000C 30C/min hasta 5000C 1,50C/min hasta 5000C	Completa (50 g) Completa (50 g) Completa (50 g) Incompleta (50 g) Completa (50 g) Incompleta (50 g)
13	CdTe Te - Tamiz malla 325 (26,5837 g) Te - Tamiz malla 7 (26,5837 g)	Cd - Tamiz malla 7 (23,4163 g) Cd - Tamiz malla 7 (23,4163 g)	30C/min hasta 5000C 1,50C/min hasta 5000C	Completa (50 g) Incompleta (50 g)
14	GaP P - Tamiz malla 325 (15,3826 g) P - Tamiz malla 325 (15,3826 g)	Cd - Tamiz malla 325 (23,4163 g) Ga - Tamiz malla 7 (34,6174 g) Ga - Tamiz malla 325 (34,6174 g)	1,50C/min hasta 5000C 2,50C/min hasta 8000C 2,50C/min hasta 8000C	Completa (50 g) Completa (50 g) Completa (50 g)
15	GaAs As - Tamiz malla 325 (25,8971 g) As - Tamiz malla 400 (25,8971 g)	Ga - Tamiz malla 7 (24,1029 g) Ga - Tamiz malla 400 (24,1029 g)	10C/min hasta 9500C 10C/min hasta 9500C	Completa (50 g) Completa (50 g)

283761



13

En resumen, esta invención es aplicable a la pirosíntesis de compuestos binarios que poseen una temperatura de fusión superior a la de los elementos de los cuales se componen, por la combinación directa de los elementos a una temperatura inferior al punto de fusión del compuesto cuando el compuesto es relativamente insoluble en soluciones de los elementos en las proximidades de la temperatura de fusión de éstos, definidas por el diagrama de fases de los citados elementos. Los compuestos binarios que pueden ser preparados con arreglo al procedimiento de esta invención están constituidos por elementos formantes de aniones y elementos formantes de cationes. Los elementos formantes de cationes pueden elegirse de entre el grupo IIB (Zn, Cd, Hg) y el grupo IIIB (Ga, In, Tl) de los elementos de la Tabla periódica. Los elementos formantes de aniones pueden elegirse de entre el grupo VB (P, As, Sb) y el grupo VIB (S, Se, Te) de la Tabla periódica.

Para el método de control del procedimiento de la invención se hace uso del conocimiento de la formación de la capa inhibidora de la reacción, que es en sí misma el compuesto deseado, durante la reacción y en torno al elemento de punto de fusión más alto, de los dos elementos que constituyen el compuesto binario; recurriéndose a desmenuzar el elemento de punto de fusión más alto a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas del elemento de punto de fusión más alto sean de un tamaño menor que el espesor de la capa inhibidora de la reacción que tiende a formarse sobre ellas. Así, aun cuando se forma la capa inhibidora de la reacción, esta capa consume la totalidad del elemento de mayor punto de fusión

283761



antes de que la citada capa alcance su espesor de inhibición de la reacción y, por consiguiente, la reacción de pirosíntesis se realiza por completo.

5 El elemento, de cada par, que tiene el punto de fusión más alto, se desmenuza a un tamaño de partículas no mayor de 44 micras (esto es, tal que la partícula pase totalmente por un tamiz de malla 325), y luego se mezcla con el segundo elemento. (El elemento segundo, o de punto de fusión inferior de los dos, puede asimismo haberse desmenuzado al mismo tamaño de partículas que el primer elemento, de punto de fusión más alto). Esta mezcla es encerrada en una cápsula o ampolla (usualmente de cuarzo) herméticamente cerrada, en la que se ha hecho el vacío, y cal-
10 deada a una velocidad lo bastante lenta para que la reacción llegue a completarse y realizarse sin detonación, a una temperatura en torno al punto de fusión del elemento de punto de fusión más alto. Esta velocidad de caldeo se halla usualmente comprendida entre 0,12 y 52C por minuto, y la muestra se lleva a una temperatura superior a la del
15 punto de fusión de aquel de los componentes que lo tiene más alto, y a la cual se observa que la reacción queda completa, determinada por la experimentación. Esto ocurre en general en un punto cualquiera situado entre 52C y 100C por encima de la temperatura de fusión del elemento com-
20 ponente que tiene el punto de fusión más alto, y ello según la velocidad de caldeo y la masa inicial de reacción. El compuesto es luego enfriado, bien lentamente o bien rápidamente al aire. Son típicos entre los compuestos binarios que pueden hacerse por el procedimiento de la inven-
25 ción el Zn_3P_2 , Zn_3As_2 , Zn_3Sb_2 , ZnS_7 , $ZnSe$, $ZnTe$, Cd_3P_2 , CdS ,
30

283761



CdSe, CdTe, GaP, GaAs, etc.

Si bien la invención se ha descrito e ilustrado en particular con referencia a unas formas preferidas de ejecución de la misma, se sobrentiende que las personas entendidas en la materia podrán realizar en ellas diversos cambios de forma y detalles sin por eso apartarse del espíritu ni salirse del ámbito de la invención.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en E.U.A, el 29 de Diciembre de 1961, bajo el número 163.223, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de ésta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

- 1.- El procedimiento de controlar una reacción de pirosíntesis que trae consigo la formación de un compuesto binario por combinación directa de elementos de reacción exotérmica a una temperatura inferior al punto de fusión del compuesto, teniendo dicho compuesto una temperatura de fusión apreciablemente mayor que la de los elementos de los cuales se compone y siendo dicho compuesto relativamente insoluble en soluciones de dichos elementos

30

283761



263

tal como lo define un diagrama de fases de estos elementos, en torno a las temperaturas de fusión de los elementos; procedimiento que comprende la etapa de desmenuzar el elemento constitutivo de mayor punto de fusión que el otro, de los dos que forman el compuesto, a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas del elemento de mayor punto de fusión se consuman por completo al formar una capa inhibidora de la reacción, capa que en sí misma es del compuesto deseado, antes de que dicha capa alcance en torno a las partículas del elemento de mayor punto de fusión un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; y a continuación la etapa de calentar una mezcla de los elementos a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del elemento de punto de fusión más alto.

2.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada, por combinación directa de elementos a una temperatura inferior al punto de fusión del compuesto, de un compuesto binario que tiene una temperatura de fusión superior a la de los elementos que lo constituyen, siendo dicho compuesto relativamente insoluble en soluciones de los elementos componentes, tal como lo define un diagrama de fases de estos elementos, en torno a las temperaturas de fusión de los elementos; procedimiento que comprende las etapas de: seleccionar de entre los elementos a combinar el que tiene un punto de fusión más alto; desmenuzar este elemento de punto de fusión más alto, a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas del elemento de mayor punto de fusión se consuman por completo al formar una capa inhibidora de la reacción, capa que en sí misma es del compues-

283761



to deseado, antes de alcanzar dicha capa en torno al elemento de mayor punto de fusión un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el elemento de mayor punto de fusión así desmenuzado con el elemento que tiene un punto de fusión inferior; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del elemento de punto de fusión más alto; y a continuación enfriar.

10 3.- El procedimiento conforme a la reivindicación 2, en el cual el elemento de mayor punto de fusión es desmenuzado a un tamaño de partículas no superior a 44 micras, y la velocidad de caldeo está comprendida entre 0,1°C por minuto y 5°C por minuto.

15 4.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada, por combinación directa de elementos a una temperatura inferior al punto de fusión del compuesto, de un compuesto binario que tiene una temperatura de fusión superior a la de los elementos que lo constituyen, siendo dicho compuesto relativamente insoluble en soluciones de los
20 elementos componentes, tal como lo define un diagrama de fases de dichos elementos, en torno a las temperaturas de fusión de los elementos; procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar los elementos a combinar a un tamaño de
25 partículas lo bastante pequeño para que las partículas del elemento de mayor punto de fusión se consuman por completo al formar una capa inhibidora de la reacción, capa que en sí misma es del compuesto deseado, antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas del elemento de mayor punto
30 de fusión un espesor tal que inhiba la continuación de la

283761

13 FEB



reaccion; mezclar dichos elementos desmenuzados; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del elemento de punto de fusión más alto; y a continuación enfriar.

5
10
5.- El procedimiento conforme a la reivindicación 4, en el que los elementos a combinar son desmenuzados a un tamaño de partículas no mayor de 44 micras, y la velocidad de caldeo está comprendida entre 0,12C por minuto y 52C por minuto.

15
20
6.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del seleniuro de cadmio, por combinación directa de cadmio y selenio a una temperatura inferior al punto de fusión del seleniuro de cadmio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el cadmio a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de cadmio se consuman por completo al formar una capa de seleniuro de cadmio inhibidora de la reacción, antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de cadmio un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el cadmio desmenuzado con selenio finamente dividido; caldear la mezcla a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del cadmio.

25
7.- El procedimiento conforme a la reivindicación 6, en el cual el cadmio se desmenuza a un tamaño de partículas no superior a 44 micras, y la velocidad de caldeo está comprendida entre 0,12C por minuto y 22C por minuto.

30
8.- Un procedimiento para la pirosíntesis

283761



controlada del seleniuro de cadmio, por combinación directa de cadmio y selenio a una temperatura inferior al punto de fusión del seleniuro de cadmio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar tanto el cadmio como el selenio a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de cadmio se consuman por completo al formar una capa de seleniuro de cadmio inhibidora de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de cadmio un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el cadmio y el selenio así desmenuzados; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del cadmio.

9.- El procedimiento conforme a la reivindicación 8, en el cual el cadmio y el selenio son desmenuzados a un tamaño de partículas no superior a 44 micras, y la velocidad de caldeo está comprendida entre 0,12C por minuto y 22C por minuto.

10.- El procedimiento para la pirosíntesis controlada del telururo de cinc, por combinación directa de cinc y telururo a una temperatura inferior al punto de fusión del telururo de cinc, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar tanto el cinc como el telururo a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de telururo se consuman por completo al formar una capa de telururo de cinc inhibidora de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de telururo un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el cinc y el telururo desmenuzados; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por

283761



completo en torno a la temperatura de fusión del telurio.

5
10
15
11.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del arseniuro de galio, por combinación directa de galio y arsénico a una temperatura inferior al punto de fusión del arseniuro de galio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el arsénico a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de arsénico se consuman por completo al formar una capa de arseniuro de galio inhibitoria de la reacción, antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de arsénico un espesor que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el arsénico desmenuzado con galio finamente dividido; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la

20
25
30
12.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del fosfuro de galio, por combinación directa de galio y fósforo a una temperatura inferior al punto de fusión del fosfuro de galio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el fósforo a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de fósforo se consuman por completo al formar una capa de fosfuro de galio inhibitoria de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de fósforo un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el fósforo desmenuzado con galio finamente dividido; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del fósforo.

13.- Un procedimiento para la pirosíntesis



controlada del sulfuro de cadmio, por combinación directa de cadmio y azufre a una temperatura inferior al punto de fusión del sulfuro de cadmio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el cadmio a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de cadmio se consuman por completo al formar una capa de sulfuro de cadmio inhibidora de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de cadmio un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el cadmio desmenuzado con azufre finamente dividido; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del cadmio.

14.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del sulfuro de cinc, por combinación directa de cinc y azufre a una temperatura inferior al punto de fusión del sulfuro de cinc, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el cinc a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de cinc se consuman por completo al formar una capa de sulfuro de cinc inhibidora de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de cinc un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el cinc desmenuzado con azufre finamente dividido, caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del cinc.

15.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del seleniuro de cinc, por combinación directa de cinc y selenio a una temperatura inferior al punto de fusión del seleniuro de cinc, procedimiento que comprende



13

5

10

15

20

25

30

las etapas de: desmenuzar el cinc a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de cinc se consuman por completo al formar una capa de seleniuro de cinc inhibitoria de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de cinc un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el cinc desmenuzado con selenio finamente dividido; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del cinc.

16.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del fosforo de cadmio, por combinación directa de cadmio y fósforo a una temperatura inferior al punto de fusión del fosforo de cadmio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el fósforo a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de fósforo se consuman por completo al formar una capa de fosforo de cadmio inhibitoria de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de fósforo un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el fósforo desmenuzado con cadmio finamente dividido caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del fósforo.

17.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del fosforo de cinc, por combinación directa de cinc y fósforo a una temperatura inferior al punto de fusión del fosforo de cinc, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el fósforo a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de fósforo se

283761



5
10
15
20
consuman por completo al formar una capa de fosforo de cinc inhibidora de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de fósforo un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el fósforo desmenuzado con cinc finamente dividido; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del fósforo.

10
15
20
18.- Un procedimiento para la pirosíntesis controlada del telururo de cadmio, por combinación directa de cadmio y telururo a una temperatura inferior al punto de fusión del telururo de cadmio, procedimiento que comprende las etapas de: desmenuzar el telururo a un tamaño de partículas lo bastante pequeño para que las partículas de telururo se consuman por completo al formar una capa de telururo de cadmio inhibidora de la reacción antes de alcanzar dicha capa en torno a las partículas de telururo un espesor tal que inhiba la continuación de la reacción; mezclar el telururo desmenuzado con cadmio finamente dividido; caldear la mezcla resultante, a velocidad lo bastante lenta para que la reacción se termine por completo en torno a la temperatura de fusión del telururo.

25
19.- EL PROCEDIMIENTO DE CONTROLAR UNA REACCIÓN DE PIROSÍNTESIS.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que

283761



13 FEB

antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y tres hojas escritas por una sola de sus caras.

Madrid,

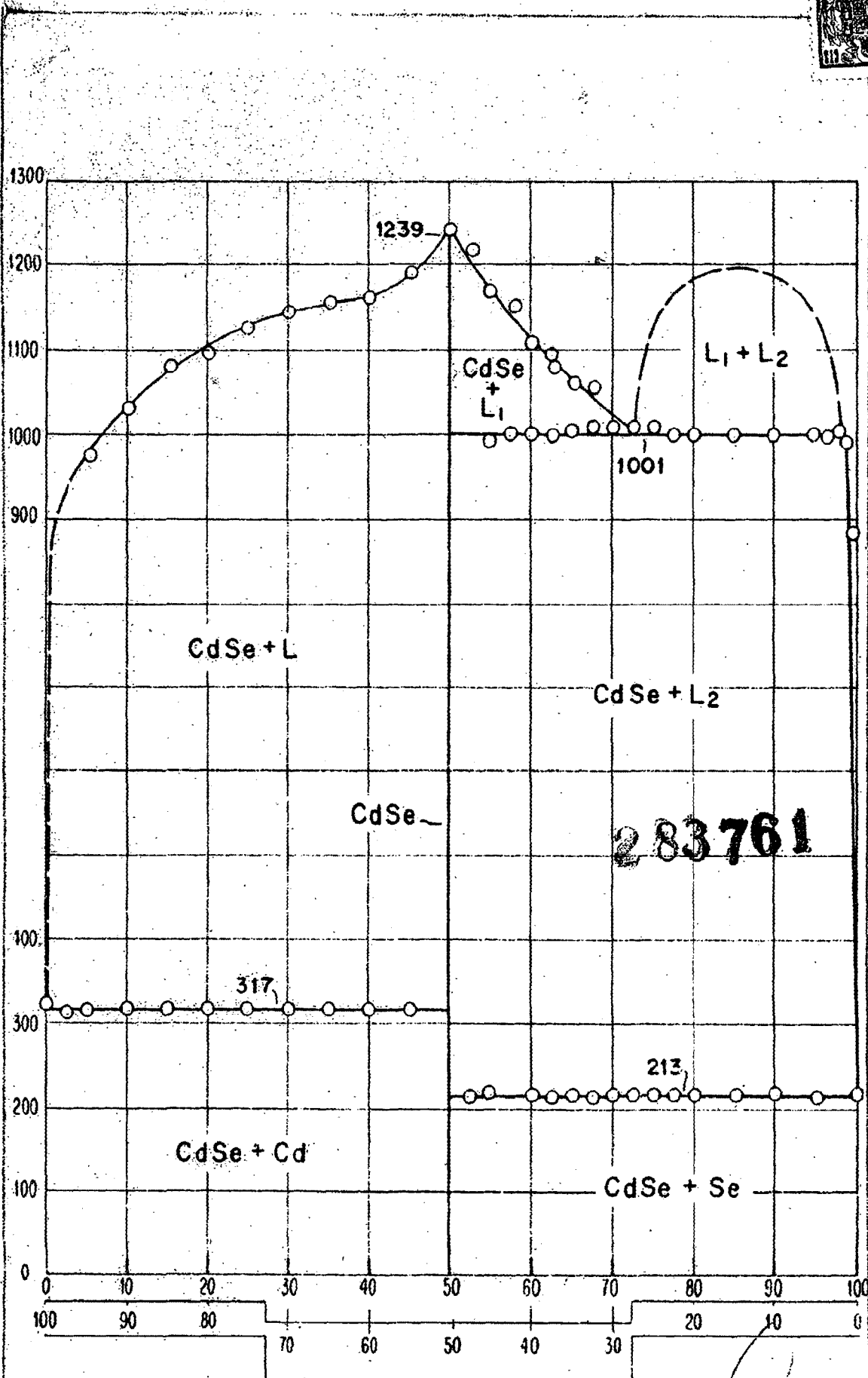
13 FEB. 1968

P. A.

Alberto de Elizalde
Alberto de Elizalde
P. A.

283761

E. P. G. *AG*



Handwritten signature or initials