

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>6</sup>

C22C 19/03

C22C 1/02

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98104695.9

[43]公开日 1999年8月25日

[11]公开号 CN 1226607A

[22]申请日 98.2.19 [21]申请号 98104695.9

[71]申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号

[72]发明人 赵敏寿 梁金 马贤锋 唐金魁  
闫学伟 赵伟 孙长英

[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所

代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 镧镍拉维斯相金属间化合物的合成方法

[57]摘要

以 La 金属和 Ni 金属为原料,按照  $\text{LaNi}_2$  化学计量配比,考虑挥发损失,在电弧炉中真空熔炼,每次熔炼的合金击碎后再熔炼,如此反复 3~5 次,把真空熔炼的样品在 4~5.5GPa 压力、1100~1250℃ 温度范围内、持续 15~60 分钟,对真空熔炼的样品进行高压处理后,得到纯相的立方结构的 Laves 相  $\text{LaNi}_2$  金属间化合物。对组份中 A 元素较 B 元素具有更大压缩性、原子半径比大于理论值  $r_A/r_B = 1.225$ 、在常压下不能合成的单一立方结构的 Laves 相  $\text{AB}_2$  型化合物,具有普遍适用性。

ISSN 1000-8427

专利文献出版社出版

## 权 利 要 求 书

---

一种纯的镧镍拉维斯相金属间化合物的合成方法，其特征在于以La金属和Ni金属为原料，按照LaNi<sub>2</sub>化学计量配比，考虑挥发损失，在电弧炉中真空熔炼，每次熔炼的合金击碎后再熔炼，如此反复3~5次，把真空熔炼的样品在4~5.5GPa压力、1100~1250℃温度范围内、持续15~60分钟，对真空熔炼的样品进行高压处理后，得到纯相的立方结构的Laves相LaNi<sub>2</sub>金属间化合物。

## 说 明 书

### 镧镍拉维斯相金属间化合物的合成方法

本发明属于镧镍拉维斯相金属间化合物的合成方法。

镧-镍Laves相金属间化合物性质及相图研究在学术上有重要的意义，它还具有很高的吸氢性能，许多国家的科学家都对它表示了极大的兴趣。美国Ames实验室A.V.KlimYenko, K.A.Gschneidner, jr ( J.Less-common Metals, 144(1988),133 ) 以及 Pittsburgh 大学的 Nassau 等 ( J.Phys.Chem.Solid. ,16(1960),123 ) 企图用真空熔炼金属La和Ni制备单一相LaNi<sub>2</sub>化合物均没有成功; Mansey ( J.less-comm Met.,14(1968),329 ) 等虽然声称他们得到了C15型的LaNi<sub>2</sub>, 但他们工作的X射线谱图上观察到另外的线, 表明他们的样品是两相化合物; Aoki ( Scr.Metall.,21,(1987),27 ) 等把LaNi<sub>2</sub>组分的化合物由熔融状态“淬火”, 但样品仍然不是单一相C15结构的化合物. 不论是早期还是近期的相图研究工作者, 如Vogel等 ( Z.Metallnd.,38,(1947), 97 ) 还是Buschow and van Mal ( J. Less-comm Met., 29(1973), 20 ) 和Ivanchen等 ( Dopov.Akad,Nauk,ukr. RSR,Ser.A.,1 (1982),80 ) 虽然给出了立方LaNi<sub>2</sub>的晶胞参数, 但他们没有给出实验条件和金相研究去证实所谓LaNi<sub>2</sub>组份化合物是单一立方相化合物。美国Ames实验室的Deyuan Zhang, JinkeTang和K.A.Gschneidner, jr ( J.Less-common Metals , 169(1991),45 ) 等对La-Ni相图的再测试证实: 用真空熔炼不能得到单相LaNi<sub>2</sub>化合物, 修改了Buschow and van Mal (J.Less-comm Met.,29(1972),203)制作的相图。以上事实说明: 除了本发明外, 迄今国际上没有能制备出单一立方Laves相LaNi<sub>2</sub>化合物。

本发明的目的是提供一种以3N纯度La金属和4N纯度Ni金属为原料, 按照LaNi<sub>2</sub>化学计量比, 考虑到挥发损失, 先采用真空熔炼3~5次, 然后在高温高压下合成单一Laves相LaNi<sub>2</sub>金属间化合物的方法。

AB<sub>2</sub>型具有C15结构的Laves相化合物, 按理论计算, 形成Laves相的金属间化合物, 其组份的原子半径比 $r_A/r_B=1.225$ 。而 $r_{La}/r_{Ni}=1.506$ 远大于理论值. 因此, 在常压高温下, 不可能形成完全单一立方结构的LaNi<sub>2</sub>金属间化合物。而在高温高压下, 则完全有可能使因原子半径大不能很好进入立方晶格的原子进入格位, 形成单一立方结构的Laves相化合物LaNi<sub>2</sub>。

本发明以La金属和Ni金属为原料, 按照LaNi<sub>2</sub>化学计量配比, 考虑挥发损失, 在电弧炉中真空熔炼, 每次熔炼的合金击碎后再熔炼, 如此反复3~5

次，把真空熔炼的样品在4~5.5GPa压力、1100~1250℃温度范围内、持续15~60分钟，对真空熔炼的样品进行高压处理后，得到纯相的立方结构的Laves相LaNi<sub>2</sub>金属间化合物。其粉末X射线衍射峰的d值依次为4.271, 2.616, 2.229, 2.133, 1.846, 1.692, 1.509, 1.422, 1.306, 用CELL程序指标化该化合物结果为：其晶胞参数a=0.73906nm 空间群S.G=Fd3m, 可信度R=100%。该化合物的金相照片也证实为单一相LaNi<sub>2</sub>。

本发明可以合成单一的Laves相化合物；可以使具有正交和四方结构的化合物部分转变为具有Laves相的化合物。立方相在高温高压下是稳定的；高温高压下合成，对组份中A元素较B元素具有更大压缩性、原子半径比大于理论值 $r_A/r_B=1.225$ 、在常压下不能合成的单一立方结构的Laves相化合物，具有普遍适用性。

本发明提供的实施例如下：

实施例1、以3N纯度La金属和4N纯度Ni金属为原料，按照LaNi<sub>2</sub>化学计量比，考虑挥发损失分别为0.015% wt和0.01% wt，在真空度达 $1 \times 10^{-3}$ Pa后充入经脱水脱氧处理的4N纯度氩气至0.8大气压，真空熔炼3次的合金，在4GPa, 1100℃, 15分钟高压处理后，样品经XRD分析和金相证明为纯的单一立方LaNi<sub>2</sub>，具有C15结构的Laves相金属间化合物。

实施例2.和1相同的原料真空熔炼4次的合金，经4.5GPa, 1200℃, 30分钟高压处理后，样品经XRD分析和金相证明为纯的单一立方LaNi<sub>2</sub>，具有C15结构的Laves相金属间化合物。

实施例3.和1相同的原料真空熔炼5次的合金，经5GPa, 1200℃, 60分钟高压处理后，样品经XRD分析和金相证明为纯的单一立方LaNi<sub>2</sub>，具有C15结构的Laves相金属间化合物。