



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253 693

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 04 86
(21) PV 3104-86.D

(51) Int. Cl.⁴

C 30 B 33/00,
C 03 C 25/06

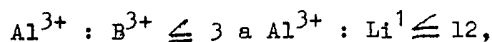
(40) Zveřejněno 12 03 87
(45) Vydáno 14.6.1989

(75)
Autor vynálezu

SÚLOVSKÝ JURAJ ing.,
KVAPIL JIŘÍ ing. DrSc., TURNOV

(54) Způsob leptání pevné látky, obsahující
hlinité ionty

Způsob leptání pevné látky, ve vodě nerozpustné, obsahující ionty hliníku, postupem, který vylučuje tvorbu nerozpustných zplodin leptání, ulpívajících na povrchu látky, jímž lze snadno čistit tyto povrchy, přičemž volbou teploty a koncentrace leptacího roztoku lze docílit buďto vysoké chemické čistoty a/nebo optické propustnosti leptaného povrchu, vhodný například pro čištění výrobků z monokrystalů korundu nebo fosfátových fotoluminiscenčních skel a to tím, že povrch se leptá v roztoku připraveném z 60 až 99 hmot. % kyseliny fosforečné H_3PO_4 a/nebo sírové H_2SO_4 a 1 až 40 hmot. % vody s takovým přídavkem sloučenin boru a lithia, aby v roztoku během leptání byl hmotnostní poměr iontů hliníku, boru a lithia



případně bez tohoto přípravku, kdy složení leptané látky odpovídá shora uvedenému hmotnostnímu poměru iontů hliníku, boru a lithia.

Vynález se týká způsobu leptání pevné látky, nerozpustné ve vodě, obsahující hlinité ionty postupem, který vylučuje tvorbu nerozpustných zplodin leptání, ulpívajících na povrchu látky.

Oxid hlinitý se využívá jako výchozí látka pro řadu výrobků, například monokrystalů, keramiky, skel a podobně. V průběhu vlastní přípravy nebo při opracování těchto materiálů dochází k znečištění jejich povrchu, kdy nečistoty jsou tak silně vázány, že využití prostých fyzikálních procesů k domonalému čištění povrchů nestačí. Tím se zhoršují nejen užité vlastnosti příslušných výrobků, ale v řadě případů nelze rozměrově nebo jinak neupotřebitelné části využít ani jako surovinu pro přípravu nové šarže. Z toho důvodu je nutné povrch látek ve vodě nerozpustných, obsahujících hlinité ionty leptat. Jako leptací lázeň lze s výhodou použít kyseliny sírové a v případě chemicky zvlášť odolných látek kyseliny fosforečné, zejména na zvýšené teploty. Pokud však leptací lázeň a/nebo leptaná látka obsahuje fosforečnanové ionty ve větších koncentracích, tvoří se zpravidla na povrchu leptané látky pevně ulpívající ostrůvky nebo tenké, ale souvislé povlaky fosforečnanu hlinitého, což je na závalu jak z hlediska dosažení čistoty průhledného povrchu, ale i z hlediska chemické čistoty, protože vzniklý reakční produkt zabráňuje odleptání povrchové vrstvy.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob leptání pevné látky obsahující hlinité ionty podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že tyto povrchy se leptají v roztoku sestávajícím z 60 až 99 hmot.% kyseliny fosforečné H_3PO_4 a/nebo síro-

vé a 1 až 40 hmot.% vody a takové množství sloučenin bóru a lithia, aby v roztoku během leptání byl hmotnostní poměr iontů $\text{Al}^{3+} : \text{B}^{3+} \leq 3$ a $\text{Al}^{3+} : \text{Li}^+ \leq 12$.

Ionty B^{3+} a Li^+ mají iontový poměr menší než ionty Al^{3+} , takže snadno vstupují do vrážky fosforečnanu hlinitého, který pak obsahuje defekty, což se v praxi projeví jeho nepatrnou přilnavostí na povrchu leptané látky proti čistému fosforečnanu hlinitému. Příměs iontů B^{3+} například ve formě kyseliny borité a iontů Li^+ například ve formě uhličitanu lithného není zapotřebí do leptacího roztoku přidávat tehdy, kdy bor nebo lith um je přítomno v leptané látce v takovém množství, že hmotnostní poměry $\text{Al}^{3+} : \text{B}^{3+} \leq 3$ a $\text{Al}^{3+} : \text{Li}^+ \leq 12$, platí i pro ni.

Leptáním se potom do roztoku uvolňují ionty Al^{3+} , B^{3+} a Li^+ ve stejném poměru a ionty B^{3+} , respektive boritanů a Li^+ zabráňují tvorbě celistvého fosforečnanu hlinitého na povrchu leptané látky a leptání pak může probíhat vysokými rychlostmi.

Způsobem podle vynálezu lze jednoduše čistit povrchy látek, obsahujících hlinité ionty, přičemž volbou teploty a koncentrace leptacího roztoku lze docílit buď vysoké chemické čistoty a/nebo optické propustnosti leptaného povrchu.

Příklad 1

Monokrystaly pěstované Verneuilovou metodou tvořené safírem měly neprůhledný povrch, což bylo způsobeno přilnutím částic výchozího práškovitého oxidu hlinitého na krystaly během pěstování. Z toho důvodu nebylo možno v monokrystalech určovat obsah vnitřních vad a to ani použitím imersí. Proto byly monokrystaly čištěny leptáním ve směsi sestávající z 10 hmot.% kyseliny sírové H_2SO_4 98% a 90 hmot.% kyseliny fosforečné H_3PO_4 85%. Leptání bylo prováděno zahříváním monokrystalů v uvedené směsi kyselin na teplotu 250°C , které bylo dosaženo za 1 h a výdrž na této teplotě byla 1/4 h. Po ochlazení byly monokrystaly opláchnuty vodou a jejich povrch byl sice většinou dobře průhledný, ale vykazoval četne pevně lpící ostrůvky cizí fáze, jejichž rentgenografický rozbor ukázal, že se jedná o fosforečnan hlinitý AlPO_4 .

Použitá leptací směs byla prakticky čirá. Jestliže však před leptáním bylo podle vynálezu na 1000 ml směsi kyselin přidáno 8g kyseliny borité $1,4\text{gB}^{3+}$ a 2 g uhličitanu lithného, což odpovídá $0,375\text{ g Li}^+$, byl po leptání povrch monokrystalů zcela čistý. Analýza leptací směsi po provedeném leptání ukázala, že v 1000 ml obsahuje $4,2\text{ g Al}^{3+}$, což odpovídá hmotnostnímu poměru $\text{Al}^{3+} : \text{B}^{3+} = 3$ a $\text{Al}^{3+} : \text{Li}^+ = 11,2$. Teprve při vyšším obsahu hlinitých iontů se na povrchu monokrystalu objevily úsady.

Příklad 2

Fotoluminiscenční sklo o složení 50 hmot.% fosforečnanu hlinitého $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$, 25 hmot.% fosforečnanu draselného KPO_3 , 25 hmot.% fosforečnanu barnatého $\text{Ba}(\text{PO}_3)_2$ a 5 hmot.% fosforečnanu stříbrného AgPO_3 bylo povrchově čištěno od zbytků brusiva po řezání a broušení leptáním v kyselině fosforečné 60 % při teplotě $75\text{ až }85\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 60 min. Aby se zabránilo slepování jednotlivých kusů skla, byly uloženy odděleně na teflonové mřížce. Ke kyselině fosforečné byla přidána kyselina boritá H_3BO_4 v množství $10\text{g}/1000\text{ ml}$, t.j. $1,75\text{ g B}^{3+}/1000\text{ ml}$, a uhličitan lithný v množství $3,2\text{ g}/1000\text{ ml}$, t.j. $0,6\text{ g Li}^+/1000\text{ ml}$. Leptání probíhalo i při opakovaném použití téže leptací lázně bez závad až do koncentrace hlinitých iontů na přibližně $5,3\text{ g Al}^{3+}/1000\text{ ml}$, což odpovídá hmotnostnímu poměru $\text{Al}^{3+} : \text{B}^{3+} = 3$ a $\text{Al}^{3+} : \text{Li}^+ = 8,8$. Při zvýšení koncentrace hlinitých iontů nad uvedenou mez se začaly na povrchu skla tvořit nerozpustné povlaky složené převážně z fáze fosforečnanu hlinitého AlPO_4 již při jejím prvním použití a to i v případě, že obsah fosforečnanu hlinitého ve skle byl až o $1/3$ nižší. Naprotitomu skla, kde obsah fosforečnanu draselného KPO_3 byl snížen o 10 % a tento úbytek byl z 10 % celkového množství nahrazen oxidem boritým a z 5 % fosforečnanem lithným, měla po leptání s ohledem na obsah iontů boritých a lithných, ropouštějících se spolu s ionty hlinitými, zcela čistý povrch bez jakýchkoli částic cizí fáze, protože hmotnostní poměr $\text{Al}^{3+} : \text{B}^{3+}$ a $\text{Al}^{3+} : \text{Li}^+$ byl $1,63 : 1$, respektive $5,57 : 1$. Stejných výsledků bylo také dosaženo u skla, kde bylo použito oxidu boritého, nahrazujícího fosforečnan barnatý a fos-

forečnanu lithného, nahrazujícího fosforečnan draselný.

Místo shora uvedeného krátkodobého zahřívání na teplotu 75 až 85 °C bylo možno s obdobnými výsledky použít 24 až 36 h trvajícího leptání při teplotě 20 °C.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob leptání pevné látky, obsahující hlinité ionty, vyznačený tím, že její povrch se leptá v roztoku obsahujícím 60 až 99 hmot.% kyseliny fosforečné H_3PO_4 a/nebo sírové H_2SO_4 a 1 až 40 hmot.% vody a také množství sloučenin boru a lithia, aby v roztoku během leptání byl hmotnostní poměr iontů hliníku, boru a lithia

$$\text{Al}^{3+} : \text{B}^{3+} \leq 3 \text{ a } \text{Al}^{3+} : \text{Li}^+ \leq 12.$$