



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

229 199

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 03 83
(21) PV 2051-83

(51) Int. Cl.³
C 30 B 29/14

(40) Zveřejněno 15 09 83
(45) Vydáno 01 01 86

(75)
Autor vynálezu

ZIKMUND JAN ing., TURNOV

(54)

Způsob přípravy surovin nebo/a pěstovacích
roztoků pro pěstování monokrystalů dihydro-
genfosforečnanu nebo dideuterofosforečnanu
draselného

Vynález se týká způsobu přípravy suroviny nebo/a pěstovacích roztoků pro pěstování tetragonálních monokrystalů dihydrogenfosforečnanu nebo dideuterofosforečnanu draselného.

Pro pěstování dokonalých opticky jakostních monokrystalů dihydrogenfosforečnanu nebo dideuterofosforečnanu draselného je jedním z hlavních předpokladů použití surovin vysokého stupně čistoty, v nichž obsah trojmocných iontů, v přepočtu na ionty železité, chromité, hlinité nepřevyšuje několik jednotek ppm, obsah ostatních iontů, například alkalických kovů a zemin může být maximálně 15 až 20 ppm. Vliv trojmocných iontů se totiž projevuje jejich absorpcí na povrchu prismatických ploch rostoucího monokrystalu a blokováním jejich růstu. Důsledkem je pak takzvané "vykliňování" krystalů, které se projevuje tím, že prismatické plochy, které jsou u dokonalých krystalů rovnoběžné, svírají v tomto případě určitý úhel, který je tím větší, čím je vyšší obsah nečistot. Při znečištění již několika desítkami ppm výše uvedených iontů, nabývá tento úhel hodnot, blížících se hodnotám úhlu, které svírají pyramidální plochy krystalu, čímž je vzájemně potlačován pravidelný vývoj obou druhů těchto omezujících ploch a růst monokrystalu se prakticky zastavuje. Zvýšením přesycení pěstovacího roztoku, nutným pro další růst dochází samovolně k tvorbě parazitních krystalů. "Vyklíněné" krystaly nejsou opticky homogenní a vykazují zvýšenou absorpci v používaném rozsahu vlnových délek, zejména

v blízkosti prismatických ploch, což ztěžuje výběr dokonalých partií krystalů pro zpracování na optické elementy.

Nadepsané obtíže odstraňuje způsob přípravy surovin nebo/a pěstovacích roztoků pro pěstování monokrystalů dihydrogenfosforečnanu nebo dideuterofosforečnanu draselného podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že roztok výchozího uhličitanu draselného se neutralizuje jen částí potřebné kyseliny fosforečné v molárním poměru

$K_2CO_3 : H_3PO_4$ nebo $D_3PO_4 = 1 : 0,2$ až $0,7$, načež se roztok filtruje ultrafiltrační membránou o velikosti pórů $0,23$ až $0,3 \mu m$ a poté se dokončí neutralizace zbývajícím množstvím kyseliny fosforečné pro dosažení stechiometrického poměru $K_2CO_3 : H_3PO_4$ nebo $D_3PO_4 = 1 : 2$ až $2,8$, přičemž koncentrace výchozího roztoku uhličitanu draselného je 30 až 35% hmotnostních a koncentrace výchozí kyseliny fosforečné je 40 až 70% hmotnostních.

Pokud je proces zaměřen na získání krystalické suroviny, je nutné použít koncentrovanějších roztoků a neutralizaci ukončit při hodnotách $pH = 4,3$ až $4,4$, kdy je rozpustnost dihydrogen- resp. dideuterofosforečnanů nejnižší, naopak, pro přípravu přímo pěstovacích roztoků je nutné použít zředěnějších výchozích roztoků, jejichž koncentrace se stanoví výpočtem z rozpustnostních křivek a neutralizaci vést až k hodnotám $pH = 2,0$ až $2,2$, které jsou pro pěstování monokrystalů nejvhodnější.

Příklad 1

Postupem podle vynálezu byla připravena krystalická surovina dihydrogenfosforečnanu draselného tak, že do roztoku $1000 g$ uhličitanu draselného čistoty p.a. v $2000 ml$ redestilované vody bylo postupně přidáno za míchání $250g$ 70% ní kyseliny fosforečné. Roztok byl po $24 h$ stání filtrován ultrafiltrační membránou o velikosti pórů $0,23 \mu m$ za laboratorní teploty. Čirý filtrát byl za míchání neutralizován dále 70% ní kyselinou fosforečnou až do hodnoty $pH = 4,4$. Krystalický produkt vysoké čistoty se vylučoval již během neutralizace, po ochlazení činil celkový výtěžek $600 g$ suroviny.

Monokrystaly vypěstované z takto připravené suroviny byly prosty jakéhokoli "vyklínění", byly opticky homogenní a vhodné pro výrobu optických prvků.

Příklad 2

Postupem podle vynálezu byl připraven pěstovací roztok pro pěstování monokrystalů dideuterofosforečnanu draselného rozpuštěním 1000 g uhlišitanu draselného čistoty p.a. v 2000 g těžké vody a poté neutralizováno 400 g kyseliny deuterofosforečné D_3PO_4 o koncentraci 50 %. Po filtraci ultrafiltrační membránou byl filtrát dále neutralizován 2000 g 50 %ní kyseliny deuterofosforečné a získaný roztok převeden do krystalizátoru, v němž vypěstované monokrystaly byly tvarově dokonalé a opticky homogenní.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

229 199

Způsob přípravy surovin nebo/a pěstovacích roztoků pro pěstování monokrystalů dihydrogenfosforečnanu nebo dideutero-fosforečnanu draselného, vyznačený tím, že roztok výchozího uhličitanu draselného se neutralizuje jen částí potřebné kyseliny fosforečné v molárním poměru $K_2CO_3 : H_3PO_4$ nebo $D_3PO_4 = 1 : 0,2$ až $0,7$, načež se filtruje ultrafiltrační membránou o velikosti pórů $0,23$ až $0,3 \mu m$ a poté dokončí neutralizace pro dosažení stechiometrického poměru $K_2CO_3 : H_3PO_4$ nebo $D_3PO_4 = 1 : 2$ až $2,8$, přičemž koncentrace výchozího roztoku uhličitanu draselného je 30 až 35% hmotnostních a koncentrace výchozí kyseliny fosforečné je 40 až 70% hmotnostních.