

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

110 456

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.12.76 (P. 194760)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.11.77

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1981

Int. Cl.² H01S 3/20

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
P. 41 (Zgłoszenie) (L. 100)

Twórcy wynalazku: Zbigniew Mazurak, Krystyna Bukietyńska, Bogusława Jeżowska-Trzebiatowska,
Maria Jabłońska-Giszter, Barbara Radomska

Uprawniony z patentu tymczasowego: Wojskowa Akademia Techniczna
im. Jarosława Dąbrowskiego, Warszawa,
Instytut Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego im. B. Bieruta,
Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania cieczy laserowej opartej na nieorganicznym roztworze jonów Nd^{+3}

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania cieczy laserowej, opartej na nieorganicznym roztworze jonów Nd^{+3} .

Spośród cieczy nieorganicznych dających efekt laserowy znane są roztwory jonów Nd^{+3} w POCl_3 z dodatkiem kwasów Lewisa jak np. SnCl_4 lub ZrCl_4 . Wprowadzanie do układu kwasu Lewisa ma przy tym na celu zwiększenie rozpuszczalności Nd_2O_3 w słabo polarnym rozpuszczalniku POCl_3 , gdyż przy zbyt niskim stężeniu jonów Nd^{+3} w roztworze niemożliwe byłoby uzyskanie efektu laserowego.

Wiadomo również, że rozpuszczalność Nd_2O_3 można polepszyć przez wprowadzenie do wspomnianych układów dodatku wody. Obecność wody w cieczach laserowych jest jednak nie wskazana i to nawet w ilościach śladowych, gdyż jony hydroksylowe powodują wygaszanie fluorescencji jonów neodymu. W celu wyeliminowania tego niekorzystnego wpływu, znane jest wprowadzanie do cieczy laserowych wody ciężkiej (D_2O) zamiast H_2O . Sposób ten jakkolwiek bardzo korzystny, nie zapewnia jednak ilościowego usunięcia wody z układu (która w ilościach śladowych zostaje wprowadzona do roztworu wraz z substratami). Tak np. wychodząc z układu $\text{Nd}_2\text{O}_3 \cdot (\text{ZrCl}_4 \cdot (\text{POCl}_3) \text{D}_2\text{O})$ otrzymuje się ciecz laserową o bardzo krótkim czasie życia poziomu wzbudzonego $^4\text{F}_{3/2}$ jonu Nd^{+3} , bo trwającym poniżej 30 μsek . Fakt ten spowodowany jest obecnością w układzie zanieczyszczeń protonowych, które powodują w tym przypadku nieprzydatność cieczy jako cieczy laserowej.

Stwierdzono, że niedogodności powyższych można uniknąć jeżeli do układu $\text{Nd}_2\text{O}_3 \cdot (\text{ZrCl}_4) \text{POCl}_3 / \text{D}_2\text{O}$ wprowadzi się dodatkowo SOCl_2 . SOCl_2 reaguje z wodą z utworzeniem wyłącznie produktów gazowych (SO_2 i HCl), które zostają usuwane ze środowiska reakcji w trakcie trwania procesu.

Oczywiste jest przy tym, że również skład ilościowy roztworu musi być tak dobrany, aby gwarantował otrzymanie cieczy stabilnej i dającej efekt laserowy.

W sposobie według wynalazku ilości substratów dobiera się tak, aby molowy stosunek układu Nd^{+3} (ZrCl_4) D_2O do mieszaniny rozpuszczalników składającej się z 90% objętościowych POCl_3 i 10% objętościowych SOCl_2 wynosił 35–40, a wzajemne stosunki molowe w układzie Nd^{+3} (ZrCl_4) D_2O odpowiadały wartościom 1:1,5:1,3–1,6

Dalszym warunkiem otrzymania cieczy o pożądanych własnościach, jest przestrzeganie określonego reżimu technologicznego, podczas jej wytwarzania. Kolejność mieszania składników parametry temperaturowe jak też czas trwania kolejnych operacji wpływają w istotnym stopniu na jakość produktu końcowego.

W sposobie według wynalazku do mieszaniny rozpuszczalników POCl_3 i SOCl_2 wprowadza się D_2O , a po upływie kilku do kilkunastu minut (czas potrzebny do zhydrolizowania POCl_3 i SOCl_2), dodaje się obliczone ilości Nd_2O_3 i ZrCl_4 . Substraty ogrzewa się następnie i utrzymuje w temperaturze wrzenia przez 6–10 godzin, po czym odstawia na okres 6 do 12 godzin, a następnie sączy. Klarowny przesącz zagęszcza się przez odparowanie części rozpuszczalnika w temperaturze pokojowej i pod próżnią, do uzyskania w roztworze stężenia jonów Nd^{+3} w granicach 0,2–0,36 m/l,

Substraty stosowane w sposobie według wynalazku muszą być możliwie dokładnie odwodnione jak też wykazywać możliwie wysoki stopień czystości. Obecność domieszek jonów innych metali np. Fe^{+3} powoduje bowiem wygaszenie luminescencji.

Ciecz lasera otrzymywana sposobem według wynalazku wykazuje czasy życia poziomu wzbudzonego $^4\text{F}_{3/2}$ jonu Nd^{+3} w granicach 150–220 μsek oraz jest trwała przez okres kilkumiesięczny.

Jak wynika z powyższego wprowadzenie do układu dodatku SOCl_2 , jak też odpowiedni dobór ilościowy składników, umożliwia uzyskanie cieczy laserowej o polepszonych parametrach w stosunku do dotychczas otrzymywanych.

Przykład. Ciecz laserową otrzymuje się w aparaturze przedstawionej na rysunku i składającej się z kolby reakcyjnej 1, chłodnicy zwrotnej 2, z wtopionym u góry sączkiem 3 ze spieku szklanego i zakończonej kolbą odbieralnika 4. Kolba odbieralnika 4 zaopatrzona jest w dwa zawory, przy czym poprzez zawór 5 układ łączy się z próżnią a przez zawór 6 odprowadza się gotowy produkt.

Do kolby 1 wprowadza się przez otwór ze szlifem 7 200 ml rozpuszczalnika składającego się z 90% objętościowych POCl_3 i 10% objętościowych SOCl_2 , pozostawiając otwarty zawór 5 a zamknięty zawór 6. Następnie do rozpuszczalnika dodaje się 0,088 mola D_2O i po upływie około 10 minut wprowadza się 0,03 mola Nd_2O_3 i 0,09 mola ZrCl_4 . Substraty ogrzewa się i utrzymuje w temperaturze wrzenia w ciągu 8 godzin. Następnie wyłącza się ogrzewanie i odstawia roztwór w kolbie 1 na okres 12 godzin. Po tym czasie zestaw aparaturowy przy zamkniętych zaworach 5 i 6 obraca się o 180° i sączy roztwór przez sączek 3 do kolby odbieralnika 4. W otrzymanym klarownym roztworze stężenie jonów $\text{Nd}^{+3} \cong 0,1$ m/l. Następnie przy otwartym zaworze 5 odparowuje się z roztworu część rozpuszczalnika w temperaturze pokojowej i pod próżnią do uzyskania w roztworze stężenia jonów $\text{Nd}^{+3} \cong 0,3$ m/l.

Otrzymana ciecz jest klarowna i stabilna przez okres 6 miesięcy, a czas życia poziomu wzbudzonego $^4\text{F}_{3/2}$ jonu Nd^{+3} wynosi 200 μsek .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania cieczy laserowej opartej na nieorganicznym roztworze jonów Nd^{+3} , przez rozpuszczenie Nd_2O_3 w układzie rozpuszczalników zawierających POCl_3 , ZrCl_4 i D_2O i następne oddestylowanie części rozpuszczalnika, z n a m i e n n y t y m, że Nd_2O_3 rozpuszcza się w układzie rozpuszczalników z dodatkiem SOCl_2 , przy czym ilości substratów dobiera się tak, aby stosunek molowy układu $\text{Nd}^{+3}(\text{ZrCl}_4)\text{D}_2\text{O}$ do mieszaniny rozpuszczalników, składającej się z 90% objętościowych POCl_3 i 10% objętościowych SOCl_2 wynosił 35–40, a wzajemne stosunki molowe w układzie $\text{Nd}^{+3}(\text{ZrCl}_4)\text{D}_2\text{O}$ odpowiadały wartościom 1 : 1,5 : 1,3 – 1,6, po czym po uzyskaniu klarownego roztworu odparowuje się z niego taką część rozpuszczalnika, ażeby stężenie jonów Nd^{+3} w roztworze wynosiło 0,2–0,36 m/l.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że do mieszaniny rozpuszczalników POCl_3 i SOCl_2 wprowadza się D_2O , a następnie po upływie kilku do kilkunastu minut dodaje się Nd_2O_3 i ZrCl_4 , po czym całość ogrzewa się i utrzymuje w temperaturze wrzenia przez 6–10 godzin, odstawia się na 6 do 12 godzin i sączy, a z klarownego przesączu odparowuje się w temperaturze pokojowej i pod próżnią taką część rozpuszczalnika, ażeby w produkcie końcowym stężenie jonów Nd^{+3} osiągnęło pożądaną wartość 0,2–0,36 m/l.

110 456

