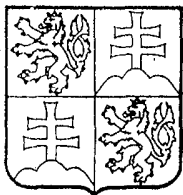


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 091

(21) PV 6639-88.T
(22) Přihlášeno 05 10 88

(40) Zveřejněno 13 10 89
(45) Vydáno 27 02 91

(11)

(13) 81

(51) Int. Cl.⁴
C 30 B 29/12

(75) Autor vynálezu BARTA ČESTMÍR ing.,
BARTA ČESTMÍR ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy čistých nebo směsných
monokrystalů chloridu, bromidu, jodidu
rtuťného nebo jodidu rtuťnatého

(57) Řešení se týká způsobu pěstování mono-
krystalů halogenidů rtuti s vyšší efektiv-
ností. Monokrystal halogenidu rtuti se pěst-
tuje v prostředí plynu, který kromě par sub-
limovaného halogenidu obsahuje vzácný plyn
nebo dusík a to jednotlivě nebo ve směsi a
jehož tlak při 20 °C činí $1 \cdot 10^{-5}$ až 2 MPa.

Vynález se týká způsobu přípravy čistých nebo směsných monokrystalů chloridu, bromidu, jodidu rtuťného nebo jodidu rtuťnatého a řeší problém efektivnější výroby těchto monokrystalů.

Monokrystaly halogenidů rtuti se staly předmětem technického zájmu pro svoji optickou propustnost v široké spektrální oblasti od viditelné do infračervené /přes 20 μm /, neobyčejně vysoký optický dvojlom, pro své unikátní akusto-optické vlastnosti a pro citlivost na záření γ gama.

Základní postup výroby monokrystalů halogenidů jednomocné rtuti dostatečně velkých pro technické použití popsal prvý Č. Barta, například v patentu G.B. č. 1310432. Podle tohoto vynálezu je monokrystal halogenidu jednomocné rtuti připravován sublimací v prostoru, ve kterém vnitřní tlak je vyvozen pouze tlakem par vlastního halogenidu. Další zlepšení základního postupu přípravy monokrystalů halogenidů jednomocné rtuti, popsané například v čs. autorských osvědčeních č. 155 872, 184 601, 259 697, popisují pěstování monokrystalů v zařízeních a postupy, při kterých je tlak vytvořen pouze tlakem par sublimovaného halogenidu. V čs. autorském osvědčení č. 154 706 je popsán způsob přípravy halogenidů jednomocné rtuti sublimací v prostoru, který kromě pěstovaného monokrystalu obsahuje látku chemicky reagující s nečistotami v halogenidu jednomocné rtuti.

Společným nedostatkem všech dosavadních postupů je, že pěstování halogenidu rtuti vyžaduje delší doby a/nebo vyšší pracovní teploty.

Bylo nalezeno, že výroba čistého nebo směsného monokrystalu chloridu, bromidu, jodidu rtuťného nebo jodidu rtuťnatého lze zefektivnit postupem podle vynálezu, jehož podstatou spočívá v tom, že se monokrystal pěstuje v prostředí plynu, který kromě par sublimovaného halogenidu obsahuje vzácný plyn nebo dusík, a to jednotlivě nebo ve směsi a jehož tlak při 20 °C činí $1 \cdot 10^{-5}$ až 2 MPa.

Přednost postupu podle vynálezu spočívá v tom, že růst monokrystalu halogenidu rtuti lze použitím pomocného transportního plynu zrychlit bez snížení jakosti monokrystalu. Přítomnost pomocného inertního plynu v pěstovacím prostoru má kladný vliv na rychlost růstu monokrystalu a současně na jeho jakost, vyjádřenou souborem ukazatelů, mezi které patří počet šlírů a vnitřních prasklin, nehomogenita indexu lomu, stupeň rozpřily procházejícího světelného svazku aj. Hlavní předností postupu podle vynálezu je možnost pěstování při nižších pracovních teplotách, které vedou k nižšímu vnitřnímu pnutí a vyšším shora již uvedeným ukazatelům lepší jakosti. Ze stejných důvodů je podle vynálezu možno pěstovat jakostní monokrystaly větších objemů. Postup je zvláště výhodný v případě jodidů rtuti, jejichž parciální tlak je při teplotě pěstování nízký a omezuje silně rychlost monokrystalického růstu.

Způsob podle vynálezu je demonstrován dále uvedenými příklady provedení.

Příklad 1.

Do skleněné ampule opatřené vnitřním povlakem pyrolitického grafitu byl do jednoho konce vložen čistý resublimovaný kalomel Hg_2Cl_2 , potom ampule byla evakuována a potom naplněna argonem s obsahem dusíku na tlak 16 Pa. Zatavená ampule s upraveným druhým koncem, kterým je zajištěn orientovaný růst monokrystalu kalomelu odchýlený od krystalografického směru $[001]$ o úhel 65°, byla vodorovně umístěna v krystalizátoru, který udržoval v sublimační části ampule teplotu 400 °C a v růstové části teplotu 370 °C a ampuli posunoval rychlostí 9,5 mm/den. Pěstování monokrystalu kalomelu bylo ukončeno, když monokrystal dosáhl délky 128 mm, potom byla ampule postupně temperována na pokojovou teplotu a po jejím dosažení byla ampule otevřena a monokrystal kalomelu vyjmut. Připravený monolitický polarizátor z tohoto monokrystalu vykazoval vyšší technické parametry, než tytéž polarizátory, připravené z monokrystalů kalomelu vyrobených způsobem uvedenými v dosavadním stavu techniky.

Příklad 2.

Do křemenné trubice byl do jedné části vložen čistý bromid rtuťný a do druhé zárodek monokrystalu bromidu rtuťného, odchýlený v krystalografické rovině /110/ od směru $[001]$ o úhel 15° . Evakuovaná trubice byla naplněna dusíkem na tlak 1,9 MPa a svisle umístěna do krystalizátoru, který v prostoru, ve kterém probíhala sublimace, udržoval teplotu 300°C a v prostoru, kde probíhal růst monokrystalu, teplotu 295°C . Trubice byla posunována rychlostí 0,2 mm/den. Jakmile monokrystal dosáhl délky 11 mm, pěstování bylo přerušeno a trubice vytemperována na teplotu okolí a monokrystal byl vyjmut. Optická kvalita monokrystalu byla vyšší proti monokrystalům, vyrobeným známými postupy.

Příklad 3.

Do grafitové ampule byl na jednu stranu vložen čistý jodid rtuťný a na druhou zárodek monokrystalu jodidu rtuťného orientovaný tak, aby monokrystal rostl v krystalografickém směru /100/, ampule byla evakuována a potom naplněna směsí inertních plynů, ve které převládá xenon a argon. Po vložení do krystalizátoru byla v sublimačním prostoru udržována teplota 220°C a v pěstovacím prostoru teplota 190°C . Ampule byla posunována rychlostí 0,4 mm/den a krystalizace byla ukončena po 28 dnech. Získaný monokrystal měl vyšší optickou jakost vůči monokrystalům připraveným podle dosud známých postupů.

Příklad 4.

Ampule obsahující na jedné straně jodid rtuťnatý a na druhé orientovaný zárodek monokrystalu jodidu rtuťnatého, naplněná po evakuaci směsí inertních plynů, ve kterých převládá argon, na atmosférický tlak, se udržovala v krystalizátoru na teplotě 120°C v části s probíhající sublimací a na teplotě 115°C v části pěstovací. Vypěstovaný monokrystal jodidu rtuťnatého byl použit k přípravě detektoru ionizujícího záření γ gama a vykazoval reprodukovatelně vyšší technické parametry proti detektorům, připraveným z monokrystalů vyrobených známými postupy nebo z monokrystalů jiného chemického složení.

Příklad 5.

Křemenná ampule o průměru 50 mm, obsahující směs chloridu a bromidu rtuťného ve stechiometrickém poměru 1 : 1, byla po evakuaci naplněna čistým argonem na atmosférický tlak a po zatavení svisle umístěna v krystalizátoru, který v prostoru, ve kterém probíhala sublimace, vykazoval teplotu 350°C a v prostoru, kde probíhal růst monokrystalu, 330°C . Rychlost monokrystalického růstu byla řízena na hodnotě 5 mm/den. Jakmile monokrystal dosáhl délky 100 mm, pěstování bylo přerušeno a po 48 hodinovém temperování byl monokrystal vyjmut. Jeho optická jakost byla vyšší než u monokrystalu téhož složení, vyrobeném dosavadními známými postupy.

Monokrystaly halogenidů jednomocné rtuti, připravené podle vynálezu, jsou určeny k výrobě polarizátorů a akustooptických prvků, monokrystaly jodidu rtuťnatého k výrobě detektorů ionizujícího záření.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy čistých nebo směšených monokrystalů chloridu, bromidu, jodidu rtuťného nebo jodidu rtuťnatého, při kterém vychází halogenid rtuti sublimuje na monokrystal, vyznačující se tím, že monokrystal se pěstuje v prostředí, které mimo par sublimovaného halogenidu obsahuje vzácný plyn nebo dusík, a to jednotlivě nebo ve směsi a jehož tlak při 20°C činí $1 \cdot 10^{-5}$ až 2 MPa.