ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201 956

(11) (B 1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 03 79
(21) PV 1912-79

(51) Int. Cl.[3] C 01 D 15/08

(40) Zveřejněno 29 02 80
(45) Vydáno 31 01 83

(75)
Autor vynálezu ZIKMUND JAN ing. a HORÁK JIŘÍ, TURNOV

(54) Způsob přípravy čistého uhličitanu lithného pro monokrystaly

Vynález se týká způsobu přípravy čistého uhličitanu lithného pro monokrystaly. Pro pěstování monokrystalů, obsahujících lithium, jako jsou například monokrystaly lithium-niobátu, je nezbytný vysoký stupeň čistoty výchozích lithných surovin, obvykle uhličitanu lithného.

Běžné lithné sloučeniny však nedosahují této vysoké potřebné čistoty a známé způsoby jejich čištění, například přesrážení uhličitanem amonným neposkytuje surovinu dostatečné jakosti.

Tyto nedostatky nemá způsob přípravy čistého uhličitanu lithného pro monokrystaly podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že lithná sůl, převedená na dusičnan, se rozpustí v nižším alkoholu nebo ketonu, zatepla se filtruje, filtrát se zahustí ke krystalizaci a vzniklé krystaly, rozpuštěné v redestilované vodě, se sráží uhličitanem amonným.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že se získá produkt vysoké čistoty.

Vynález je založen na poznatku rozpustnosti dusičnanu lithného ve zmíněných nižších alkoholech nebo ketonech, které současně snižují a potlačují rozpustnost řady iontových sloučenin, přítomných jako nečistoty v použité soli. Jako výhodný se ukazuje přídavek kyseliny šťavelové.

V dalším jsou uvedeny příklady, vynález dále osvětlující.

Příklad 1

Roztok dusičnanu lithného, připravený rozpuštěním výchozího uhličitanu nebo hydroxidu lithného čistoty p.a. v kyselině dusičné byl neutralizován amoniakem do slabě zásadité reakce a poté upraven přídavkem 2 % hmot., vztaženo na výchozí surovinu, kyselého fosforečnanu amonného. Vzniklé krystaly dusičnanu lithného byly poté rozpuštěny v ethylalkoholu s přídavkem 1 % hmot. dihydrofosforečnanu amonného za teploty varu rozpouštědla. Zakalený roztok byl filtrován hustým filtrem a filtrát zahuštěn ke krystalizaci. Krystaly byly odsáty, promyty ethylalkoholem a rozpuštěny v redestilované vodě na 15 až 20 %ní roztok. Uhličitanem amonným bylo provedeno srážení, přičemž první podíly vysráženého uhličitanu lithného byly odfiltrovány a vráceny zpět do prvního stupně čištění. Vzniklý uhličitan lithný byl odsát, promyt redestilovanou vodou a po vysušení přežíhán na 500 °C. Takto připravený uhličitan lithný vykazoval vysokou čistotu a monokrystaly lithiumniobátu z něj vypěstované byly bezvadné.

Příklad 2

Výchozí uhličitan lithný byl rozpuštěn ve zředěné kyselině dusičné a pH roztoku bylo upraveno amoniakem do slabě zásadité reakce. Po přídavku 1 % hmot. chelatonu I byl roztok filtrován a odpařen ke krystalizaci. Vzniklé krystaly dusičnanu lithného byly podle vynálezu rozpuštěny v acetonu čistoty p.a. zároveň s přídavkem 1 % hmot. (vztaženo na výchozí surovinu) kyseliny šťavelové p.a. Kalný roztok byl zatepla zfiltrován hustým filtrem, filtrát odpařen ke rystalizaci a dále bylo postupováno jako v příkladu 1. Docílené výsledky, tj. jakost připraveného uhličitanu lithného a z něho vypěstované monokrystaly vykázaly obdobné hodnoty jako v příkladu 1.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy čistého uhličitanu lithného pro monokrystaly, vyznačený tím, že lithná sůl, převedená na dusičnan, se rozpustí v nižším alkoholu nebo ketonu, zatepla se filtruje, filtrát se zahustí ke krystalizaci a vzniklé krystaly, rozpuštěné v redestilované vodě, se srážejí uhličitanem amonným.