



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

252639

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 03 C 3/32

(22) Přihlášeno 14 05 86

(21) PV 3455-86

(40) Zveřejněno 12 02 87

(45) Vydáno 16 05 88

(75)

Autor vynálezu

NOVÁK JOSEF RNDr. CSc., HEJDUK JIŘÍ ing., VYHLÍDKA PAVEL ing., PRAHA

(54) Způsob přípravy vodných roztoků chalkogenidových skel

Způsob přípravy vodných roztoků chalkogenidových skel na bázi selenu, síry a teluru, popřípadě ve spojení s dalšími prvky jako je antimon, arsen nebo germanium, se provádí tak, že jemně práškovité prvkové sklo s elektronovou vodivostí se sline při teplotě 180 až 250 °C s 10 až 25násobným přebytkem peroxidu vodíku, s výhodou v platinovém kelímku, nato se po dobu 5 až 10 minut taví při teplotě 250 až 500 °C, načež se tavenina po vychladnutí vylouží vodou.

Vynález se týká způsobu přípravy vodných roztoků chalkogenidových skel. Přesněji řečeno, předmětem vynálezu je metoda kvantitativního převedení do vodného roztoku prvkového skla s elektronovou vodivostí, jehož základem jsou chalkogenní látky, obvykle ve spojení s dalšími prvky.

Základními chalkogenními prvky jsou v tomto případě síra, selen nebo telur, připojené prvky jsou antimon, arsen, germanium, křemík, měď, stříbro, thalium nebo vizmut, někdy i jod. Příměsemi mohou však být také draslík, fosfor, hliník, galium nebo indium.

Je známo, že chalkogenidová skla v současné době jsou velmi slibná při základním výzkumu, zejména pro své polovodivé vlastnosti, a pro své vlastnosti jsou nadějná i v aplikované optice. V oblasti optické propustnosti mají významnou úlohu mimo kovové příměsi také nekovy jako jsou sloučeniny s křemíkem nebo samotný vázaný kyslík.

Chemické složení je také určujícím faktorem jejich mechanické, chemické i časové stability. Tak je známo, že skla s vysokým obsahem síry se rozesklívají již i na vzduchu při normální teplotě. V oblasti chalkogenidových skel může se jednat o soustavy binární, ternární i vícetvarové, přičemž jednou ze složek může být i halogen, například jod. (Borisova Z. U.: "Chalkogenidové poluprovodnikovyje stěkla" Leningrad (1983) 344).

Jednotlivé složky, které jsou výchozími materiály pro syntézu chalkogenidových skel mohou být převedeny do roztoku různými způsoby. Tak je známo, že výchozí látky se mohou rozpouštět v lučavce královské nebo ve směsi kyseliny dusičné a sírové.

Nevýhodou těchto rozkladů, k nimž dochází za nízkých teplot, jsou ztráty vznikající na jednom nebo více prvcích, zejména na síře nebo selenu, kde mohou dosáhnout až desítky relativních %.

Stejně závady se projevují i v použití vysokoteplotních tavidel. Při práci na bási hydrosíranu nebo disíranu alkalického kovu vytéká prakticky všechny obsažený selen, zatímco arsen a germanium zůstávají v plném rozsahu v tavenině (Doležal J. a kol.: "Rozklady základních anorganických surovin, SNTL Praha (1966) 157 str.).

Nevýhodou těchto tavidel je okolnost, že při práci s nimi vznikne nesnadno rozpustný síran germaničitý. To lze do jisté míry odstranit tím, že jeho rozpustnost se zvýší dalším tavením vzorku s přísadou bezvodého uhličitanu. Specifické strukturní vlastnosti skel lze určit rozpouštěním vzorku v hydroxidu alkalického kovu v inertní atmosféře a na vzduchu (Kosek F. a kol.: "Phil. Mag. B 47 (1983) 627).

Analogicky lze zpracovat chalkogenidové sklo na bási selenu dlouhodobým varem se siřičitanem alkalického kovu (Obolončik V. A. a kol.: "Selenidy i teluridy redkozemelnych metalovi aktinidov" Naukova dumka, Kijev 1966).

Přitom nutno vzít v úvahu, že při použití neoxidujících tavenin jako je uhličitan sodný, látky na bási selenu a teluru jednak těkají, jednak tvoří nestabilní sloučeniny s nedefinovanými valencemi iontů, což při loužení taveniny má například za následek vyloučení selenu z roztoku.

Další nevýhodou dosud známých pracovních metod je zřetelně pozorovatelná koroze platinového kelímku, ke které dochází zejména v rozmezí teplot 250 až 500 °C.

Uvedené nedostatky jsou odstraněny způsobem přípravy vodných roztoků chalkogenidových skel na bási selenu, síry a teluru, popřípadě ve spojení s dalšími prvky, jako je antimon, arsen nebo germanium, podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se jemně práškovité prvkové sklo s elektronovou vodivostí sline při teplotě 180 až 250 °C s 10 až 25násobným přebytkem peroxidu vodíku, s výhodou v platinovém kelímku, nato se po dobu 5 až 10 minut taví při teplotě 250 až 500 °C, načež se tavenina po vychladnutí vylouží vodou.

Způsobem podle vynálezu je možno dosáhnout taveniny dobře rozpustné ve vodě nebo ve zředěných minerálních kyselinách nebo v organických kyselinách a rovněž i připravit vodné roztoky chalkogenidových skel nejrozmanitějších složení, vhodné pro chemické analýzy běžnými způsoby i metodou absorpční spektrometrie.

Výhody tohoto řešení jsou zřejmé z následujících příkladů provedení, které objasňují podstatu vynálezu, aniž by ho jakýmkoliv způsobem omezovaly.

P ř í k l a d 1

Navážka 50 mg rozetřeného vzorku se smísí v platinovém kelímku s 1,5 g peroxidu sodíku, kelímek se zakryje víčkem a zvolna se zahřeje kahanem nebo v peci po dobu 5 až 10 minut, při teplotě 450 °C. Kelímek se po vychladnutí vloží do kádinky, obsah kelímku se vylouží 50 ml vody.

Po vyjmutí a opláchnutí kelímek i víčko se opláchnou vodou, roztok se okyslí 5 ml kyseliny sírové zřed. 1+1 a obsah kádinky se převede do 200 ml odměrné baňky. Kádinka se potom vypláchne vodou, baňka se doplní vodou po značku a promíchá. Roztok se použije pro kvantitativní stanovení složek chalkogenidového skla metodou atomové absorpční spektrometrie.

P ř í k l a d 2

150 mg jemně práškovitého chalkogenidového skla na bázi síry se vytaví s 2 g peroxidu sodíku v platinovém kelímku, tavenina se vylouží vodou a okyslí kyselinou chlorovodíkovou na hodnotu pH = 1. Přidá se 50 ml 0,1 M roztoku chelatonu 3.

Roztok se zahřeje k varu a sráží pomocí 50 ml roztoku 5% chloridu barnatého přidávaného plynulým proudem z pipety za neustálého míchání. Po dvouhodinovém stání se roztok zfiltruje a sraženina na filtru se promyje vodou.

Filtr se sraženinou se spálí ve zváženém platinovém kelímku, sraženina se vyžihá a zváží jako při stanovení síry ve formě BaSO₄. Filtrát se převede do 500 ml odměrné baňky a určí se v něm složky chalkogenidového skla metodou atomové absorpční spektrometrie.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy vodných roztoků chalkogenidových skel na bázi selenu, síry a teluru, popřípadě ve spojení s dalšími prvky, jako je antimon, arsen nebo germanium, vyznačený tím, že jemně práškovité prvkové sklo s elektronovou vodivostí se sline při teplotě 180 až 250 °C a 10 až 25násobným přebytkem peroxidu vodíku, s výhodou v platinovém kelímku, nato se po dobu 5 až 10 minut taví při teplotě 250 až 500 °C, načež se tavenina po vychladnutí vylouží vodou.