



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

252 917

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 06 03 86
(21) PV 1551-86,S

(51) Int. Cl.⁴

C 30 B 29/54

(40) Zveřejněno 12 02 87
(45) Vydáno 1.6.1989

(75)
Autor vynálezu

ZIKMUND JAN ing.,
KVAPIL JOSEF ing. CSc.,
BLAŽEK KAREL ing., TURNOV

(54)

Způsob přípravy suroviny pro pěstování
monokrystalů triglycinsulfátu

Způsob přípravy suroviny pro pěstování monokrystalů triglycinsulfátu, zajišťující pěstování dokonalých monokrystalů s reprodukovatelným habitem a vlastnostmi a to tím, že triglycinsulfát, zbavený anorganických iontů dvojnásobnou rekrystalizací z redestilované vody, se dále čistí krystalizací v paraelektrické fázi nad Curieovou teplotou $T_c = 49^\circ\text{C}$ za přítomnosti etylalkoholu nebo/a isopropylalkoholu.

Vynález se týká způsobu přípravy suroviny vysokého stupně čistoty pro pěstování monokrystalů triglycinsulfátu.

Jedním z rozhodujících faktorů při pěstování monokrystalů triglycinsulfátu je jakost použití pěstovací suroviny, která je syntetizována působením kyseliny sírové na kyselinu aminooctovou - glycin ve vodném prostředí a následnou rekrystalizací vyloučené soli o složení $(\text{CH}_2\text{NH}_2\cdot\text{COOH})_3\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$. V řadě případů však takto připravená surovina nevyhovuje zejména z hlediska reprodukovatelnosti pěstovacích cyklů vzhledem k vysoké citlivosti monokrystalů triglycinsulfátu na stopové nečistoty, především na bázi organických sloučenin. Monokrystal triglycinsulfátu je omezen řadou přirozených růstových ploch, z nichž každá se vyznačuje rozdílným rozdělovacím koeficientem pro jednotlivé nečistoty. Absorpce nečistot na jednotlivých plochách dochází k ovlivňování jejich růstových rychlostí, případně až k blokování jejich růstu. To má za následek změny habitu krystalu, který se ve většině případů liší pro každý pěstovací cyklus. Kromě toho také dochází k nestandardizaci pyroelektrických vlastností. Tyto nahodilé nečistoty, které dotují krystal a tím způsobují výše uvedené komplikace mohou být dvojího druhu. Jednak to jsou anorganické ionty, z nichž pouze paramagnetické kationty silně ovlivňují pyroelektrické vlastnosti. Jde zejména o ionty chromité, železité, manganaté a pod. jednak organické sloučeniny, jejichž vliv na pyroelektrické vlastnosti závisí na velikosti jejich vlastního dipolmomentu a jejich obsahu v materiálu. Rozdělovací koeficient pro organické sloučeniny je v tomto případě dán sterickými vlivy a souvisí se strukturami dopujících látek.

Třetí možností ovlivňování vlastností monokrystalů triglycinsulfátu je kombinace výše uvedených nečistot, která se liší podstatně od případů, kdy krystal je dopován pouze jedním typem nečistot a tento vliv nelze prakticky ani odhadnout. Jestliže koncentrace nečistot v řádech 10^{-2} až 10^{-3} % vyvolávají pozorovatelné změny vlastností krystalů, je prakticky nemožné spolehlivě určit přítomnost organických nečistot a tím méně jejich strukturu.

Co se týče anorganických nečistot, lze na základě neutronové aktivační analýzy předpokládat, že jejich celkový obsah po dvojí rekrytalizaci pěstovací suroviny z redestilované vody nepřesahuje v žádném případě desítky ppm, z toho paramagnetických iontů pouze jednotky ppm. Lze proto jejich vliv prakticky vyloučit.

U organických nečistot, jejichž přítomnost nelze analyticky přesně stanovit a která se však projevuje v nestabilitě habitu vypěstovaných monokrystalů a i jejich vlastnostech, se dosud známými metodami čištění je nepodařilo odstranit.

Tyto nedostatky odstraňuje způsob přípravy suroviny pro pěstování monokrystalů triglycinsulfátu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že triglycinsulfát, zbavený anorganických nečistot dvojnásobnou rekrytalizací z redestilované vody, se dále čistí krystalizací v paraelektrické fázi nad Curieovou teplotou $T_c = 49^\circ\text{C}$ za přítomnosti etylalkoholu nebo/a isopropylalkoholu.

Z takto připravené suroviny lze pěstovat jakostní monokrystaly triglycinsulfátu, jevící silnou růstovou anizotropii v polární ose b . Ve směru (010) jsou silně vyvinuty plochy sfénoidní ($\bar{1}21$) a ($12\bar{1}$), které jsou ve směru ($0\bar{1}0$) pouze minoritní, rovněž i plochy basální jsou minoritní.

Příklad 1

1300 g triglycinsulfátu krystalovaného dvojnásobně z redestilované vody bylo rozpuštěno v 3000 ml redestilované vody za teploty 80°C , filtrováno přes filtr s póry $0,6\ \mu\text{m}$ a při 75°C přidáno najednou 1200 ml etylalkoholu. Teplota

se samovolně zvýšila uvolněným krystalizačním teplem. Po 1 h míchání teplota klesla na 55°C , produkt byl odsát, promyt 30 % alkoholem a poté čistým alkoholem. Výtěžnost činila 1150 g suroviny. Z této suroviny vypěstované monokrystaly měly definovaný reprodukovatelný habitus a reprodukovatelné vlastnosti. Pokud byly monokrystaly pěstovány za jinak stejných podmínek ze suroviny, která byla upravena toliko dvojnásobnou rekrytalizací z redestilované vody, měly různorodý habitus, vyklíňovaly se a i jejich vlastnosti nebyly reprodukovatelné.

Příklad 2

Bylo postupováno obdobně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že bylo vzato do práce 1600 g triglycinsulfátu dvakrátě krystalovaného z redestilované vody a bylo dále použito 1200 ml isopropylalkoholu a ochlazováno na 53°C . Výtěžnost byla 1400 g suroviny a výsledky při pěstování monokrystalů byly obdobné jako v příkladu 1.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

252 917

Způsob přípravy suroviny pro pěstování monokrystalů triglycinsulfátu, vyznačený tím, že triglycinsulfát, zbavený anorganických iontů dvojnásobnou rekrytalizací z redestilované vody se dále čistí krystalizací v paraelektrické fázi nad Curiovou teplotou $T_c = 49^{\circ}\text{C}$ za přítomnosti etylalkoholu nebo/a isopropylalkoholu.