

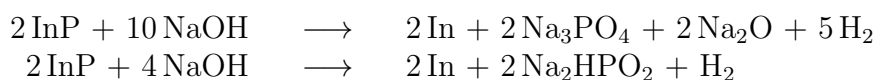
4 Výsledek V003G2: Prototyp: Zařízení pro separaci india z fosfidu india

4.1 Metoda separace

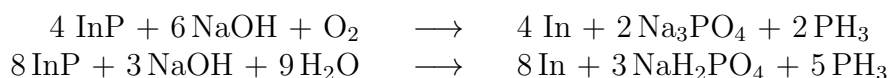
Byla studována separace india z odpadu fosfidu india (InP). Výzkum a výroba polovodičové sloučeniny fosfidu india zaznamenává v posledních letech prudký rozvoj. V masovém měřítku se vyrábějí snímací diody, infračervené diody pro VF techniku, radiálně odolné solární články atd. V ČR se vývojem tohoto materiálu zabývá pracoviště AVČR, v SR probíhá komerční výroba. Odpady tohoto materiálu vznikají především ve vývoji a výrobě, kde vzhledem k obtížnosti příslušných technologií jsou relativně nízké výtěžky součástek, často kolem 50%. V ČR a SR máme zmapováno celkem cca 100 kg tohoto odpadu. Indiumfosfid (InP) jako klasický fosfid těžkého kovu vzniká přímou syntézou složek. Jeho základní vlastnosti jsou následující:

Molární hmotnost	145,79 g mol ⁻¹
Hustota	4,787 g cm ⁻³
Teplota tání	1062 °C

Čistá stechiometrická sloučenina InP obsahuje 78,75 hm.% In. Z chemických vlastností InP je důležitá jeho rozpustnost v kyselinách (např. HCl) za vzniku jedovatého a za určitých okolností samozápalného fosfinu (PH₃). Tento plyn částečně vzniká i pouhou hydrolyzou InP, např. při styku tohoto materiálu s vodou či vzdušnou vlhkostí. Pro separaci india z tohoto materiálu (InP) byla použita a experimentálně ověřena metoda nízkoteplotního rozkladu InP v alkalickém prostředí (bezvodý NaOH) v atmosféře argonu (za nepřístupu vzdušného kyslíku s vyloučením vlhkosti) při teplotě 340 – 400 °C v uzavřeném systému. Za uvedených podmínek probíhají v systému následující reakce:



NaOH je nutno použít v čtyřnásobném přebytku oproti stechiometrii. V případě přístupu O₂ či H₂O do systému by probíhaly alternativně nežádoucí reakce za vzniku fosfinu:



4.2 Prototyp zařízení

Rozklad InP byl prováděn v kelímku z nerez oceli průměru 100 mm, výšky 250 mm s hermetickým uzávěrem s přívodem argonu a odvodem vznikajícího vodíku. Kelímek byl umístěn v elektrické odporové peci s měřením a regulací teploty. Vsázka činila 600 g rozemletého InP smíchaného s cca 2000 g bezvodého NaOH. Po důkladném propláchnutí kelímku suchým argonem byl kelímek zahřát během cca 20 minut na 380 °C a tato teplota byla udržována dalších cca 120 minut. Vznikající vodík byl ze systému odváděn přes pojistnou baňku s vodou (zachycení stržených alkálií). Vznikající indium se hromadí v roztaveném stavu na dně kelímku pod směsí roztaveného NaOH a vznikajících alkalických solí fosforu.

4.3 Výsledky

Za uvedených podmínek takto experimentálně ověřených proběhne rozklad InP kvantitativně s výtěžkem india cca 98,5 %.

Bylo provedeno 8 těchto rozkladů, zpracováno celkem 4800 g InP a získáno 3723 g india. Takto připravené indium obsahuje cca 50 – 100 ppm sodíku a je vhodným výchozím materiálem pro další rafinaci na vysoké čistoty. Výrobní kapacita této aparatury by činila cca 150 kg zpracovaného InP ročně při každodenním provozu. Typická analýza india, získaného popsanou metodou rozkladu InP v alkalickém prostředí je následující:

<i>Prvek</i>	Na	Ca	Mg	Al	Tl	Zn	Ga	Fe
<i>Obsah (ppm)</i>	80	5	5	1	0,5	0,5	0,5	10
<i>Prvek</i>	Cd	Ni	Sn	Pb	Bi	Cu	Ag	
<i>Obsah (ppm)</i>	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	

Vzhledem k tomu, že InP je obvykle syntetizován z vysoce čistého india In (5N5 – 6N) a z vysoce čistého fosforu P (5N – 6N), nízké koncentrace většiny příměsných prvků nejsou překvapující.

Vzniklé indium je ale kontaminováno především sodíkem z alkalického tavení. Vysoký je taktéž obsah železa, patrně pochází z materiálu kelímku. Příměsné prvky Na a Fe jsou však snadno eliminovatelné vzhledem ke svým vlastnostem při dalších technologických krocích (elektrolýza s rozpustnou anodou, vakuové tavení, vakuová destilace).

Řešení bylo vytvořeno ve firmě VÚK – Čisté kovy, s.r.o. a na VŠCHT v Praze.