

ДИСТИЛЛЯЦИЯ С ВЫТЯГИВАНИЕМ ДИСТИЛЛЯТА: НОВЫЙ МЕТОД РАФИНИРОВАНИЯ ВЕЩЕСТВ

А.И. Кравченко

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,
г. Харьков, Украина; E-mail: alex@krawa.net*

Обобщены сведения о дистилляции с вытягиванием дистиллята как новом методе рафинирования веществ: схема устройства, уравнение распределения примеси в дистилляте, рекомендация по применению.

Как известно, развитие электроники основано на применении материалов особой чистой. Для получения высокочистых веществ используются кристаллизационные методы (метод Чохральского, метод Бриджмена, метод зонной плавки), а также дистилляция в различных модификациях [1-4]. Для достижения лучшего результата требуется сочетание различных методов. Это утверждение основано прежде всего на сравнении кристаллизационных и дистилляционных методов. Для конкретной примеси в той или иной системе коэффициент распределения при кристаллизации k может быть больше или меньше коэффициента разделения при дистилляции α [5]. Более детальное сравнение известных методов глубокого рафинирования выявляет достоинства и недостатки каждого из них. Так, основным достоинством метода зонной плавки является возможность проведения процесса без применения контейнера. Это обстоятельство становится всё более важным по мере повышения достигаемой чистоты рафинированного материала и возможностью загрязнения последнего материалом контейнера. С другой стороны, бестигельная зонная плавка предполагает предварительную обработку рафинируемого вещества, часто имеющего вид порошка или скрапа, в контейнере для приготовления заготовки удлиненной формы. Достоинством контейнерных методов рафинирования (метод Чохральского, дистилляция) является их универсальность по отношению к виду исходного вещества, их недостатком является возможное загрязнение рафинированного вещества материалом тигля. Для снижения указанного недостатка рассматривалась возможность совмещения бестигельной зонной плавки с другими методами рафинирования [6]. Актуальной является разработка альтернативных методов рафинирования. в связи с чем представляется целесообразным обобщение сведений о дистилляции с вытягиванием дистиллята как новом методе рафинирования.

Дистилляция может проводиться таким образом, чтобы пар, конденсируясь в твёрдую фазу, образовывал конденсат в форме удлиненного цилиндра. В дистилляционном устройстве с конденсацией пара в температурном градиенте (рисунок [7]) конденсат вытягивается со скоростью, при которой нижняя поверхность конденсата остаётся на уровне температуры преимущественной конденсации основного компонента.

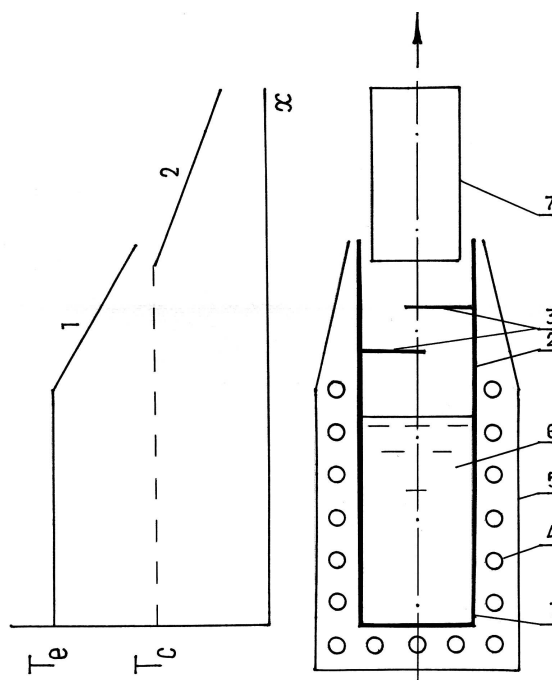


Схема дистилляционного устройства со схемой распределения температуры по высоте:

1 – тигель; 2 – паропровод; 3 – перегородки; 4 – нагреватель; 5 – тепловой экран; 6 – дистиллируемый материал; 7 – конденсат (кривая 1 – распределение температуры по высоте тигля и паропровода; кривая 2 – распределение температуры по высоте дистиллята; T_e – температура испарения, T_c – температура преимущественной конденсации основного компонента)

В дистилляте образуется распределение примеси, которое при малых C_0 и при α , не слишком сильно отличающихся от единицы, описывается уравнением:

$$\frac{C}{C_0} = \alpha \left(1 - \frac{x}{L}\right)^{\alpha-1},$$

где C – концентрация примеси в дистилляте на высоте x от начала; C_0 – начальная концентрация примеси в рафинируемом материале; x – высота конденсата к некоторому моменту времени; L – высота конденсата при полностью испарившемся рафини-

руемом материале (или – начальная высота рафинируемого материала в тигле, если диаметр конденсата равен диаметру тигля); α - коэффициент разделения [8-10]. (Уравнение не учитывает очистку конденсата за счёт реиспарения частиц пара как в паропроводе, так и с поверхности конденсата, вследствие которого очистка отдельных веществ от легколетучих примесей в рассматриваемом устройстве может быть в десятки раз эффективнее, чем при простой перегонке, а от труднолетучих примесей – в 2-10 раз [4]). Отмечается, что после замены α на k (k – коэффициент распределения при кристаллизации) это уравнение превращается в известное уравнение распределения примеси в кристалле, выращенном методом Чохральского [1-3]. Итак, рассмотренный метод рафинирования позволяет выделять из твёрдого дистиллята наиболее чистую часть и получать продукт повышенной чистоты. Метод может быть особенно эффективен применительно к веществам, которые могут быть подвергнуты испарению в режиме сублимации (например, хром, мышьяк), когда температура обработки невысока по сравнению с температурой плавления, вследствие чего снижено взаимодействие обрабатываемого материала с материалом тигля.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г.Г.Девятых, Ю.Е. Еллиев. *Введение в теорию глубокой очистки веществ*. М.: «Наука», 1981, 320 с.
2. Р.Лодиз, Р.Паркер. *Рост монокристаллов*. М.: «Мир», 1974, 540 с.
3. А.Я.Нашельский, В.И.Мевиус. Расчёт распределения примесей по длине кристаллов, выращенных методами направленной кристаллизации // *Высокочистые вещества*. 1994, №1, с. 5-21.
4. А.І.Кравченко. Simple substances refining: efficiency of distillation methods // *Functional Materials*. 2000, v.7, № 2, p. 315-318.
5. Л.А.Нисельсон, А.Г.Ярошевский. *Межфазовые коэффициенты распределения*. М.: «Наука», 1992, 399 с.
6. А.І.Кравченко On combination of floating-zone recrystallization with other purification methods // *Functional Materials*. 2007, v.14, №2, p. 266-268.
7. Патент Украины № 485 (С22В9/00) // Дистилляционное устройство / А.И.Кравченко. *Бюл. № 1*, 2000.
8. А.І. Кравченко. Equation of impurity distribution in a solid distillate // *Functional Materials*. 2006, v.13, №3, p. 432-434.
9. А.И. Кравченко. Уравнение распределения примеси в твёрдом дистилляте // *Неорганические материалы*. 2007, т. 43, № 8, с. 1021-1022.
10. А.І. Kravchenko. Equation of impurity distribution in solidified distillate // *Inorganic materials*. 2007, т.43, №8, p. 916-917.

ДИСТИЛЯЦІЯ З ВИТЯГУВАННЯМ ДИСТИЛЯТУ: НОВИЙ МЕТОД ОЧИСТКИ РЕЧОВИН

О.І. Кравченко

Узагальнені відомості про дистиляцію з витягуванням дистилляту як новим методом очистки речовин: схема пристрою, рівняння розподілу домішки у дистилляті, рекомендація по застосуванню.

DISTILLATION WITH PULING OF DISTILLATE: A NEW METHOD OF PURIFICATION OF MATTERS

A.I. Kravchenko

Data about distillation with puling of distillate as a new method of purification of matters (the scheme of arrangement, the equation of impurity distribution in distillate, the recommendation on using) are summarized.