

УДК 669.054.2

А. И. КОНДРИК, Д. А. СОЛОПИХИН, А. П. ЩЕРБАНЬ

Украина, ННЦ «Харьковский физико-технический институт»

E-mail: kondrik@kipt.kharkov.ua

РАФИНИРОВАНИЕ Cd И Zn ОТ ПРИМЕСЕЙ ВНЕДРЕНИЯ ПРИ ДИСТИЛЛЯЦИИ С ГЕТТЕРНЫМ ФИЛЬТРОМ ZrFe

Проведен анализ поведения примесей внедрения в Cd и Zn с точки зрения термодинамики. Рассмотрены восстановительные реакции оксидов кадмия, цинка и углерода, а также нитрида цинка с материалом геттера из сплава Zr–Fe в зависимости от температуры и величины вакуума. Выработаны оптимальные исходные температурные и вакуумные условия проведения процессов глубокого рафинирования Cd и Zn от примесей внедрения. Экспериментально показано, что предложенный способ рафинирования обеспечивает более эффективную очистку кадмия и цинка от примесей внедрения, чем дистилляция без фильтра: их содержание снижается более чем на порядок по сравнению с концентрацией в исходных металлах.

Ключевые слова: высокочистые металлы, примеси внедрения, очистка, вакуумная дистилляция, геттерный фильтр.

Высокочистые металлы Cd и Zn являются исходными составными компонентами многих полупроводниковых соединений и сцинтилляционных материалов. Многокомпонентные полупроводниковые (CdTe, CdZnTe) и сцинтилляционные (CdWO₄, ZnWO₄, CdMoO₄, ZnMoO₄, ZnSe) монокристаллы применяются для изготовления детекторов ионизирующего излучения [1], низкофоновых сцинтилляторов для регистрации электромагнитного излучения различных диапазонов, в том числе и таких редких событий, как безнейтринный двойной бета-распад ядер и регистрация частиц темной материи [2], к которым в настоящее время проявляется повышенный интерес. Для синтеза качественных детекторных и сцинтилляционных материалов чистота исходных кадмия и цинка должна быть не менее 99,9999 – 99,99999 % с концентрацией каждой примеси из всего спектра металлических элементов (до 80) не более $1 \cdot 10^{-6}$ мас. %, в том числе содержание примесей внедрения (С, N, O) должно быть на уровне $1 \cdot 10^{-5}$ мас. %. Это необходимо учитывать при получении высокочистых Cd и Zn, что в свою очередь требует разработки и исследования новых подходов к процессам глубокого рафинирования этих металлов.

Уровень чистоты рафинируемых кадмия и цинка в основном ограничивается концентрацией остаточных примесей внедрения [3]. Удалять их из металлов весьма затруднительно из-за образования сильных связей этих примесей с основой. Обычно содержание примесей внедрения в

высокочистых Cd и Zn находится на уровне не менее $5 \cdot 10^{-2} \dots 5 \cdot 10^{-3}$ мас. %, в то время как содержание металлических примесей можно довести до уровня менее $1 \cdot 10^{-5}$ мас. % обычными дистилляционными методами рафинирования.

Для химически активных металлов дистилляция в вакууме является наилучшим методом очистки от газовых примесей, поскольку в этом случае уменьшается газопоглощение. Кислород и углерод, как правило, удаляются из металлов не в атомарном состоянии, а в виде соединений, поэтому при дистилляции в вакууме нужно сочетать процессы испарения и конденсации с восстановительными реакциями, которые могут быть осуществлены при использовании химически активных геттерных фильтров.

При выборе геттерного материала для очистки Cd и Zn нами были учтены следующие требования к геттеру: высокая химическая активность к газовым примесям (H, N, O) и углеродсодержащим газам; неспособность геттера взаимодействовать с парами Zn и Cd; низкие значения упругости паров материала геттера при температуре использования; высокая сорбционная активность в интервале рабочих температур процессов дистилляции (420 – 540°C);

Ранее в ННЦ ХФТИ были исследованы сорбционные свойства ряда химически активных металлов, интерметаллических соединений и сплавов на основе циркония и гафния [4, 5]. Эти материалы имеют рабочую температуру 200 – 500°C и могут быть неоднократно использованы после соответствующей активации.

Как следует из [4], высокими сорбционными свойствами обладают сплавы циркония и гафния с железом. В силу этого, а также простоты полу-

Авторы выражают благодарность проф. Г. П. Ковтуну за обсуждение материалов статьи и полезные критические замечания

чения и сравнительно низкой стоимости в качестве материала геттерного фильтра для очистки Cd и Zn от примесей внедрения нами был выбран сплав Zr—Fe. Кроме того, предварительные эксперименты по дистилляции в вакууме показали, что эффективность очистки Cd и Zn с использованием фильтра из Zr—Fe выше, чем с фильтром из Zr.

В настоящей работе были исследованы процессы очистки Cd и Zn от примесей внедрения методом вакуумной дистилляции с применением в качестве восстановителя геттерного фильтра из сплава Zr—Fe с целью определения условий повышения эффективности очистки.

Термодинамические свойства примесей внедрения

На первоначальном этапе очистки кислород и углерод удаляются в виде легколетучих соединений с другими примесями, однако по мере повышения чистоты металла кислород, углерод и азот, образующие сильные связи с основой в виде оксидов, карбидов, нитридов, часто становятся трудноудаляемыми остаточными примесями. Испаряющийся металл может также образовывать соединения с атомами и молекулами газовой среды. Если образуемые соединения стабильны, то примесь может попадать в дистиллят. Таким образом, при глубоком рафинировании металлов следует обратить внимание на поведение стабильных соединений кислорода, углерода и азота. При разработке эффективного процесса очистки от примесей внедрения важно знать их термодинамические свойства в металлах. Эта информация существенна для выбора технологических условий и оценки эффективности процессов рафинирования.

Рассмотрим поведение примесей внедрения в Cd и Zn на примере кислорода.

Одной из характеристик относительной устойчивости оксидов различных металлов (MeO) является их кислородный потенциал или изменение свободной энергии Гиббса (ΔG_{MeO}) при образовании оксидов. Для оценки влияния вакуума на стойкость оксидов можно использовать стандартное изменение энергии Гиббса для реакции образования оксида металла (ΔG_{MeO}^0) с поправкой на величину, учитывающую переход металла в газообразное состояние. Дистилляцию Cd и Zn в вакууме можно проводить при температуре около $0,6T_{кип}^{Me}$, где $T_{кип}^{Me}$ — температура кипения металла при атмосферном давлении.

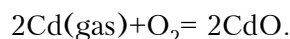
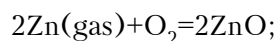
Для случая когда активность MeO равна 1 и $T_{кип}^{Me} < T_{кип}^{MeO}$ кислородный потенциал образования твердого оксида двухвалентного металла находят по формуле

$$\Delta G_{MeO} = \Delta G_{MeO}^0 - 2RT \ln \frac{P}{1,013 \cdot 10^5}, \quad (1)$$

где T — температура системы (в К);

P — давление паров металла (в Па).

Процессы испарения в вакууме кадмия, цинка и примеси кислорода сопровождаются реакциями образования и распада оксидов этих металлов. Цинк образует в конденсированном и газообразном состоянии стабильный оксид ZnO [6], кадмий — стабильный оксид CdO, существующий в конденсированном и газообразном состояниях. Реакции их образования имеют вид



Оценим изменение устойчивости оксидов при изменении температуры и степени вакуума. Для дистилляции цинка при температурах выше точки кипения ($907^\circ C$) кислородный потенциал ZnO с учетом (1) запишется в виде

$$\Delta G_{ZnO} = -910012 + 375,22T - 38,3T \cdot \lg \frac{P}{1,013 \cdot 10^5}. \quad (2)$$

Однако ввиду сильного испарения цинка в вакууме при $T=460...600^\circ C$, его дистилляцию можно проводить уже при этих температурах, а выражение (2) экстраполировать на эту область, т. к. здесь также имеется паровая фаза Zn. В указанном температурном интервале ZnO существует в твердом состоянии, что позволяет применить формулы (1) и (2). В геттерный фильтр попадают молекулы кислорода и паров цинка, которые могут образовать там оксид, поэтому необходимо провести сравнение ΔG_{ZnO} и кислородного потенциала для образования оксидов компонентов геттера ΔG_{MeO} в рабочих интервалах температуры и давления газовой среды. Образующиеся в паровой фазе молекулы ZnO также могут достигать геттера при их транспортировке атомами интенсивно испаряющегося Zn при давлении его паров около 133 Па и ниже, вплоть до 13,3 Па.

Аналогичную физическую картину можно привести и при анализе устойчивости CdO. Кислородный потенциал CdO запишется как

$$\Delta G_{CdO} = -722426 + 399,24T - 38,3T \cdot \lg \frac{P}{1,013 \cdot 10^5}. \quad (3)$$

Для примеси азота можно рассмотреть изменение энергии Гиббса при образовании нитридов. Цинк с азотом образует относительно устойчивое химическое соединение Zn_3N_2 , характерное для элементов группы IIА [7]. По экспериментальным данным это соединение стабильно до $350^\circ C$ в вакууме и до $500^\circ C$ на воздухе, растворимость азота в цинке мала.

Кадмий с азотом могут образовать нитрид Cd_3N_2 , который разлагается при температуре, близкой к температуре плавления Cd, а образующийся газообразный азот может удаляться

из системы и без геттера. Растворимость азота в кадмии не обнаружена до температуры 400°C [7].

В системах Zn—C и Cd—C возможно образование лишь карбида цинка ZnC_2 , но это соединение можно получить только путем химического синтеза. Растворимость углерода в кадмии и цинке при температурах испарения мала. При нагреве в вакууме происходит газовыделение из кадмия и цинка в виде CO и CO_2 . Очистка кадмия и цинка от углерода в процессе дистилляции с применением геттерного фильтра может проходить путем восстановления летучего соединения CO с образованием оксидов циркония и железа. Парциальные давления CO и CO_2 предполагаются малыми по сравнению с общим давлением в системе, которое определяется парами металла.

Рассмотрим с точки зрения термодинамики очистку Cd и Zn от примесей внедрения в процессе вакуумной дистилляции с геттерным фильтром ZrFe на примерах восстановления CdO, ZnO, Zn_3N_2 , CO, CO_2 .

На рис. 1 показаны графики зависимости изменения энергии Гиббса при образовании ZnO и других оксидов от температуры для различного давления газовой среды в системе в пересчете на 1 моль кислорода. Аналогичные зависимости показаны для образования CdO и Zn_3N_2 на рис. 2, 3. Из рис. 1 и 2 видно, что стабильность оксидов Cd и Zn уменьшается с повышением температуры системы и повышением степени вакуума. Для распада ZnO при атмосферном давлении необходима температура выше 2000°C, в то время как в вакууме при давлении 1,33 Па этот оксид нестабилен уже при $T > 1350^\circ C$, а при давлении 0,0133 Па — при $T > 1200^\circ C$. Аналогичная картина наблюдается

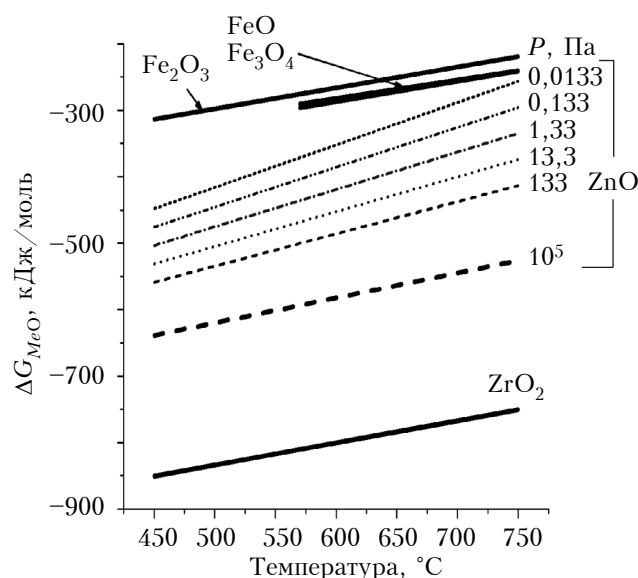


Рис. 1. Температурная зависимость изменения энергии Гиббса для образования ZnO из паров Zn и O_2 при разном давлении паров металлов в системе, а также для образования оксидов Zr, Fe при парциальном давлении кислорода $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па

для CdO и отличается только меньшими значениями температуры нестабильности. Из рис. 3 видно, что при рабочих температурах дистилляции цинка (480–520°C) соединение Zn_3N_2 нестабильно уже при 133 Па.

Если в процессе дистилляции металла достигнутого вакуума и температуры в системе недостаточно для распада оксида, то для очистки можно использовать восстановление металлов из их

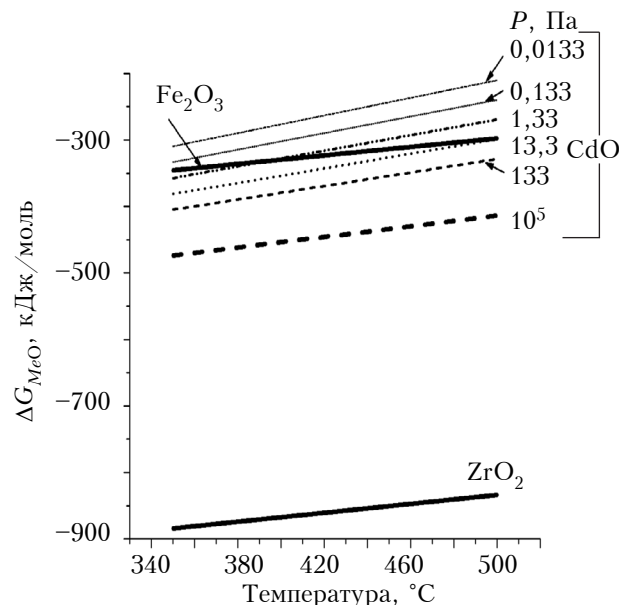


Рис. 2. Температурная зависимость изменения энергии Гиббса для образования CdO при разном давлении паров металлов в системе, а также для образования ZrO_2 и Fe_2O_3 при парциальном давлении кислорода $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па

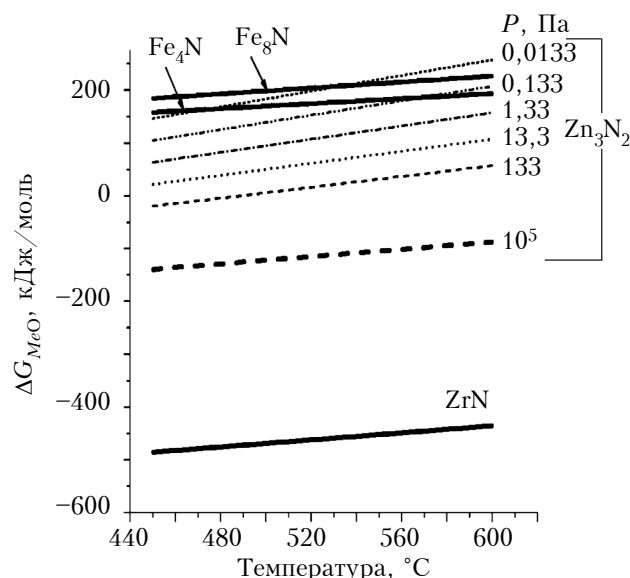
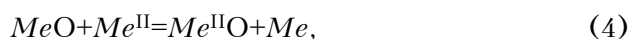


Рис. 3. Температурная зависимость изменения энергии Гиббса для образования Zn_3N_2 при разном давлении паров металлов в системе, а также для образования нитридов циркония и железа при парциальном давлении азота $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па

оксидов с применением восстановителей. Схема реакции восстановления имеет вид



где Me^{II} — металл-восстановитель.

В качестве металла-восстановителя был выбран твердый сплав ZrFe. Цирконий обладает гораздо большим химическим сродством к кислороду, чем железо. В конденсированном состоянии для рассматриваемых условий установлено наличие лишь одного стабильного оксида — диоксида циркония ZrO_2 , реакция образования которого и изменение энергии Гиббса имеют вид [6, 8]



$$\Delta G_{ZrO_2} = -1092754 + 183,8T -$$

$$-19,15T \cdot \lg \frac{P_{O_2}}{1,013 \cdot 10^5} \quad \text{при } T=298-2123 \text{ К,}$$

где P_{O_2} — парциальное давление кислорода в системе.

Из графиков на рис. 1 и 2 видно, что с точки зрения термодинамики восстановление CdO, ZnO цирконием легко осуществимо во всем исследованном интервале температур и давлений. С другой стороны, это еще не гарантирует активного протекания реакции. Поскольку в нашем случае дистилляция кадмия и цинка проводится при пониженной температуре, вполне может оказаться, что локальной температуры реагентов недостаточно для быстрого развития реакции. В металлургии для активизации металлотермического восстановления в состав реагирующей системы нередко вводят легковосстановимые оксиды, что обеспечивает дополнительное выделение тепла, способствующее повышению температуры реагентов. Например, при получении титана алюминотермическим восстановлением TiO_2 в состав шихты добавляют легковосстановимый оксид Fe_3O_4 (на 100 г TiO_2 нужно 83 г Fe_3O_4 [8]). В связи с этим можно ожидать повышение эффективности очистки Cd и Zn от кислорода и азота при проведении реакции восстановления цирконием в присутствии оксидов железа. Железо легко окисляется в окислительной среде с образованием FeO, Fe_3O_4 и Fe_2O_3 . В рассматриваемых условиях происходит реакция образования Fe_2O_3 [6, 8]:



$$\Delta G_{Fe_2O_3} = -542916 + 165,9T -$$

$$-19,15T \cdot \lg \frac{P_{O_2}}{1,013 \cdot 10^5} \quad \text{при } T=298-1809 \text{ К.}$$

Проведенный нами предварительный эксперимент показал более высокую степень очистки Cd и Zn от примесей при дистилляции с геттером из ZrFe по сравнению с геттером из чистого Zr. Очистка металлов от кислорода может протекать по следующей схеме. Кислород

из Cd или Zn переходит в Zr и Fe по реакциям (4) — (6), причем в (4) Me^{II} и $Me^{II}O$ соответствуют Zr (Fe) и ZrO_2 (Fe_2O_3), а MeO соответствует CdO и ZnO. Кроме того, может осуществляться переход исходного кислорода из оксида железа в оксид циркония путем восстановления оксида железа цирконием по схеме реакции (4) с выделением тепла и повышением температуры геттера, что должно активизировать реакции восстановления металлов из CdO и ZnO, а также реакции (5) и (6). Аналогичную схему можно предложить и для очистки Zn от азота.

Вполне реальным способом очистки от углерода с помощью геттера может быть его восстановление из летучего соединения CO, выделяющегося из объема Cd и Zn. На поверхности геттера из ZrFe образуется оксид циркония и выделяется твердый углерод. Условием восстановления углерода является более высокое химическое сродство металлического геттера к кислороду, чем углерода к кислороду. Химическое сродство циркония и железа к кислороду оценивается по формулам (5) и (6), а углерода к кислороду — по изменению энергии Гиббса $\Delta G_{C/CO}$ для реакции $2C + O_2 = 2CO$:

$$\Delta G_{C/CO} = -221120 - 17975T +$$

$$+ 38,3T \cdot \lg \frac{P_{CO}}{1,013 \cdot 10^5}, \quad (7)$$

где P_{CO} — парциальное давление CO в системе.

Формула (7) справедлива для случая, когда активность углерода равна 1 и парциальным давлением кислорода в системе можно пренебречь. Полагаем также, что в условиях вакуумной дистилляции летучее соединение CO не взаимодействует с парами цинка, кадмия и молекулами газовой среды. С началом восстановления углерода при $T > 500^\circ\text{C}$ возможно вовлечение летучего соединения CO_2 в процесс очистки согласно реакции $C + CO_2 = 2CO$ с последующим восстановлением C из CO.

Температурная зависимость изменения энергии Гиббса для реакций образования оксидов железа показана на рис. 1 и 2, а нитридов железа — на рис. 3. Из рис. 2 следует, что восстановление CdO по рассмотренной выше схеме с использованием геттерного фильтра ZrFe возможно во всем интервале рассматриваемых температур и давлений. Как видно из рис. 1 и 3, участие железа в процессе восстановления ZnO возможно в сверхвысоком вакууме, а восстановления Zn_3N_2 — при давлении в системе не ниже 0,0133 Па для рафинирования при температурах испарения Zn ($480-520^\circ\text{C}$). Из рис. 3 также видно, что в высоком вакууме при повышенных температурах дистилляции соединение Zn_3N_2 может распадаться. Соединения Fe_4N и Fe_8N также нестабильны при рабочих температурах дистилляции цинка, однако очистка цинка от азота вакуумной дистилляцией с геттером может проходить по той же схеме, что и очистка от кислорода. В условиях повышенных

температур и высокого вакуума должен преобладать распад соединения Zn_3N_2 и удаление высвобождающегося газообразного азота из системы.

На рис. 4 показана температурная зависимость изменения энергии Гиббса для образования CO по реакции $2C+O_2=2CO$ при различном парциальном давлении CO в системе, а также для образования Fe_2O_3 и ZrO_2 . Для сравнения приведена также зависимость стандартного изменения энергии Гиббса для образования CO_2 . Из графиков видно, что только цирконий может напрямую участвовать в процессе очистки дистиллируемого металла от кислорода путем восстановления углерода из легучего соединения CO.

Выполненный термодинамический анализ окислительно-восстановительных реакций оксидов кадмия, цинка и углерода с материалом геттера из сплава Zr – Fe позволил получить исходные данные для выбора оптимальных температурных и вакуумных условий проведения процессов глубокого рафинирования этих металлов от примесей внедрения.

Исследование условий рафинирования

Рафинирование Cd и Zn с применением геттерного фильтра из сплава Zr (51 мас.%) – Fe (49 мас.%) проводили с использованием ранее разработанных устройства и способа, описанных в [9–12]. Процесс рафинирования Cd и Zn с применением фильтра из ZrFe проводили в квазизамкнутой системе, помещенной в камеру с давлением $(2,7–5,3) \cdot 10^{-3}$ Па при температурах испарения кадмия (380–420°C) и цинка (480–520°C). Исходными материалами для рафинирования являлись кадмий технической чистоты марки

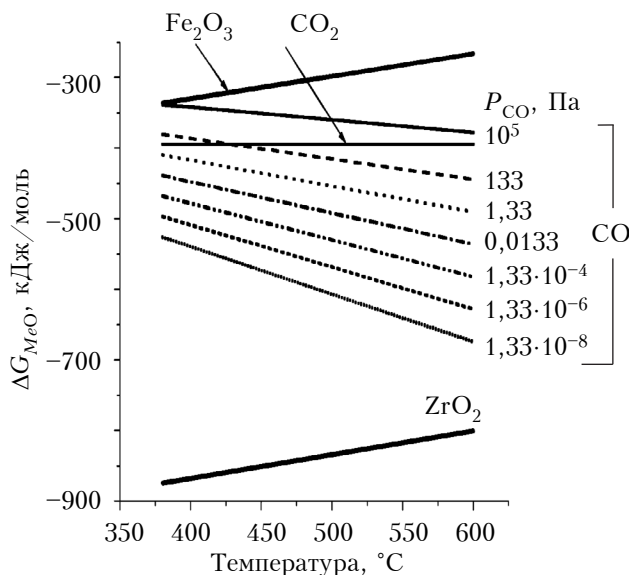


Рис. 4. Температурная зависимость изменения энергии Гиббса для образования CO под разным парциальным давлением CO, для образования CO_2 под атмосферным давлением CO_2 , а также для образования оксидов ZrO_2 , Fe_2O_3 при парциальном давлении кислорода $1,33 \cdot 10^{-3}$ Па

Кд0А (ГОСТ 1467-93) и слитки цинка марки ЦВ00 (ГОСТ 3640-94).

Эффективность очистки от примесей внедрения с применением геттерного фильтра представлена в таблице. Из таблицы видно, что предложенный способ обеспечивает более эффективную очистку кадмия и цинка от газовых примесей и углерода (дистилляты II), чем дистилляция без фильтра. Степень очистки исходных металлов с геттером более чем десятикратная, в то время как очистка без геттера – трех–пятикратная. Как показал анализ, при дистилляции с фильтром происходит дополнительная (в 2–5 раз) очистка от основных металлических примесей по сравнению с дистилляцией без фильтра.

Из таблицы также видно, что эффективность очистки Zn от примесей внедрения с применением геттера немного выше, чем Cd. Для примесей кислорода и азота это связано с более высокой стабильностью соединений ZnO и Zn_3N_2 по сравнению с CdO и Cd_3N_2 . Сравнение данных таблицы и рис. 1–4 позволяет сделать вывод о том, что железо играет роль только катализатора восстановительных реакций в цинке. В кадмии Fe может еще и участвовать напрямую в процессах восстановления CdO с последующим переходом примесного кислорода из Fe_2O_3 в ZrO_2 . Кроме того, при дистилляции Cd возможно участие Fe в очистке газовой среды от молекулярного кислорода.

Количественный анализ содержания примесей в исходных и рафинированных образцах кадмия и цинка проверяли методом искровой масс-спектрометрии на оборудовании ГНЦ «Гиредмет» (г. Москва, Россия) – масс-

Состав примесей внедрения в кадмии и цинке после дистилляции с применением геттерного фильтра из сплава Zr (51 мас. %) – Fe (49 мас. %)

Металл	Примеси	Содержание примеси, $\times 10^{-4}$ мас. %		
		В исходном металле	В рафинированном металле	
			Дистиллят I (без геттера)	Дистиллят II (с геттерным фильтром)
Cd	C	20	6	< 1
	N	5	1	< 1
	O	45	10	< 1
	* $\Sigma_{внд}$	70	17	< 3
Zn	C	80	20	< 1
	N	20	6	< 1
	O	25	14	< 1
	* $\Sigma_{внд}$	125	40	< 3

* $\Sigma_{внд}$ – суммарное содержание примесей внедрения

спектрометре JMS 01 B2 (JEOL, Япония). Воспроизводимость результатов анализа данным методом характеризуется относительным стандартным отклонением 0,15...0,30.

Заключение

На основе проведенного анализа поведения примесей внедрения в Cd и Zn с точки зрения термодинамики были выработаны и обоснованы оптимальные исходные температурные и вакуумные условия проведения процессов глубокого рафинирования кадмия и цинка от примесей внедрения. Экспериментально показано, что предложенный способ рафинирования с применением геттерного фильтра из сплава Zr (51%) – Fe (49%) обеспечивает более эффективную очистку кадмия и цинка от примесей внедрения, чем дистилляция без фильтра. Их содержание снижается более чем на порядок по сравнению с концентрацией в исходных металлах.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Ажажа В. М., Ковтун Г. П., Солопихин Д. А., Щербань А. П. Высокочистые металлы для микро- и нанoeлектроники // Перспективные материалы. – 2008. – Спецвыпуск. – С. 33–37. [Azhazha V. M., Kovtun G. P., Solopikhin D. A., Shcherban A. P. // Perspektivnye materialy. 2008. Spetsvyпуск. P. 33]
2. Даневич Ф. А. // Труды Межд. конф. «ИСМАРТ–2008». – Украина, Харьков: ИСМА:54, 2009. [Danevich F. A. // Trudy Mezhd. konf. «ISMA RT–2008». – Ukraine, Kharkov: ISMA:54, 2009]
3. Тихинский Г. Ф., Ковтун Г. П., Ажажа В. М. Получение сверхчистых редких металлов. – Москва: Металлургия, 1986. [Tikhinskiy G. F., Kovtun G. P., Azhazha V. M. Moscow: Metallurgiya, 1986]
4. Ажажа Р. В., Кривуля С. С., Свиноренко А. П. Исследование сорбционных характеристик нераспыляемого геттера на основе сплава Zr–Fe // Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» (11). – 2000. – № 5. – С. 19–21. [Azhazha R.V., Krivulya S.S., Svinarenko A.P. // Voprosy atomnoy nauki i tehniki. Seriya «Vakuum, chisty'e materialy, sverhprovodniki» (11). 2000. N 5. – P. 19]
5. Ажажа В. М., Коцарь М. Л., Борисов М. И. и др. Технология получения геттерных порошков для глубокой очистки газов // Высокочистые вещества. – 1992. – Вып. 4. – С. 108–111. [Azhazha V. M., Kocar' M. L., Borisov M. I. i dr. // Vysokochistye veshchestva. 1992. Vyp. 4. P. 108]
6. Куликов И. С. Термодинамика оксидов. – Москва: Металлургия, 1986. [Kulikov I. S. Termodinamika oksidov. – Moscow: Metallurgiya, 1986]
7. Куликов И. С. Термодинамика карбидов и нитридов: Справ. изд. – Челябинск: Металлургия, Челябинское отделение, 1988. [Kulikov I. S. Termodinamika karbidov i nitridov: Sprav. izd. – Chelyabinsk: Metallurgiya, Chelyabinskoe otделение, 1988]
8. Казачков Е. А. Расчеты по теории металлургических процессов. – Москва: Металлургия, 1988. [Kazachkov E. A. Moscow: Metallurgiya, 1988]
9. Патент 1246 Украины. Устройство для рафинирования металлов дистилляцией в вакууме / Г. П. Ковтун, А. П. Щербань. – 2002. – Бюл. № 5. [Patent 1246 Ukraine / G. P. Kovtun, A. P. Shcherban. 2002. Byul. N 5]
10. Патент 22541 Украины. Способ рафинирования металлов / С. Ю. Ларкин, Г. П. Ковтун, А. П. Щербань. – 2007. – Бюл. № 5. [Patent 22541 Ukraine / S. Yu. Larkin, G. P. Kovtun, A. P. Shcherban. 2007. Byul. N 5.]
11. Ковтун Г. П., Щербань А. П., Солопихин Д. А. и др. Исследование процесса получения высокочистого цинка как составляющего элемента детекторов ионизирующих излучений // ВАНТ, сер. «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники». – 2008. – № 1(17). – С. 20–23. [Kovtun G. P., Shcherban A. P., Solopikhin D. A. i dr. // VANT, ser. «Vakuum, chisty'e materialy, sverhprovodniki». – 2008. – N 1(17). P. 20]
12. Kovtun G. P., Shcherban A. P., Danevich F. A. et al. Production of radiopure natural and isotopically enriched cadmium and zinc for low background scintillators. // Functional materials. 2011. – Vol. 18, N 1. – P. 121–127.

Дата поступления рукописи
в редакцию 20.05 2013 г.

Kondrik A. I., Solopikhin D. A., Scherban' A. P.
**Refining of Cd and Zn from interstitial impurities
using distillation with a ZrFe getter filter.**

*Keywords: high-purity metals, interstitial impurities,
cleaning, vacuum distillation, getter filter.*

Behavior of interstitial impurities in Cd and Zn is analysed in terms of thermodynamics. The authors consider reduction reactions of cadmium, zinc and carbon oxides, as well as zinc nitride with the getter material from the Zr-Fe alloy, depending on temperature and vacuum. Optimum initial temperature and vacuum conditions for the processes of deep refining of Cd and Zn from interstitial impurities has been developed. It has been shown experimentally that the proposed refining method provides a more effective cleaning of cadmium and zinc from the interstitial impurities than the distillation without a filter: the impurity content is reduced more than tenfold compared to the concentration in the input metal.

Ukraine, Kharkov, National Science Center Kharkov
Institute of Physics and Technology.

Кондрік О. І., Солопихін Д. А., Щербань О. П.
**Рафінування Cd і Zn від домішок проникнення при
дистіляції з гетерним фільтром ZrFe.**

*Ключові слова: високочисті метали, домішки про-
никнення, очищення, вакуумна дистіляція, гетер-
ний фільтр.*

Проведено аналіз поведінки домішок проникнення в Cd і Zn з точки зору термодинаміки. Розглянуто відновні реакції оксидів кадмію, цинку і вуглецю, а також нітриду цинку з матеріалом гетера зі сплаву Zr–Fe залежно від температури і величини вакууму. Вироблені оптимальні вихідні температурні і вакуумні умови проведення процесів глибокого рафінування Cd і Zn від домішок проникнення. Експериментально показано, що запропонований спосіб рафінування забезпечує більш ефективну очистку кадмію та цинку від домішок проникнення, ніж дистіляція без фільтра: їх зміст знижується більш ніж на порядок порівняно з концентрацією у вихідних металах.

Україна, м. Харків, Національний науковий центр
«Харківський фізико-технічний інститут».