

Корисна модель відноситься до галузі металургії, а саме до способів рафінування металів у вакуумі.

Одним з основних методів отримання металів високої чистоти є дистиляція у вакуумі.

Відомий спосіб рафінування металів дистиляцією у вакуумі, що полягає у розміщенні металу в тиглі з вогнетривкого матеріалу, що нагрівається електричним струмом за допомогою спіралі, над яким розташовується конденсаційна колонка з температурним градієнтом по висоті, в якій конденсація супроводжується перевипаром частинок пари, що конденсується [див. Иванов В.Е., Папилов И.И., Тихинский Г.Ф., Амоненко В.М. Чистые и сверхчистые металлы (получение методом дистиляции в вакууме). - М.: Металлургия, 1965, с.130-214].

Недоліком способу є його низька технологічність, яка пов'язана з тим, що отриманий конденсат розтягнутий по конденсаторі уздовж напрямку температурного градієнта, внаслідок чого потрібно виділення найбільш чистої частини конденсату. Вихід придатного продукту звичайно не перевищує 50%. Крім того, чистота металу, що рафінується, залишається низькою через те, що він містить домішки проникнення.

Найбільш близьким за сукупністю ознак є двоетапний спосіб рафінування металів [Ковтун Г.П., Кравченко А.И., Щербань А.П. Рафинирование галлия, цинка, кадмия и теллура дистиляцией в вакууме. Чистые металлы. Сб. докладов 7-го Международного симпозиума "Чистые металлы", апрель 2001г. - Харьков, ННЦ ХФТИ, 2001г. С.117-119].

На першому етапі проводиться очищення від легколетких домішок і видалення окисної плівки з подальшого процесу рафінування. Метал, який рафінують, нагрівається до температури плавлення, після чого він стікає через отвір пластини в тигель. При цьому легколеткі домішки і легколеткі окисли металів конденсуються на основний конденсатор разом з конденсацією ~5% від маси завантаження основного металу. Важколеткі оксиди металів і шлаки залишаються у вигляді плівки на поверхні пластини.

На другому етапі, після заміни основного конденсатора на додатковий, очищений від легколетких домішок залишок металу піддається додатковій дистиляції з виходом придатного продукту до 90%. Отриманий конденсат має менший вміст як легколетких, так і важколетких домішок.

Недоліком відомого способу є його низька ефективність рафінування від домішок проникнення (N, O, C).

В основу корисної моделі поставлена задача підвищення ефективності рафінування металів.

Поставлена задача досягається тим, що в способі рафінування металів у вакуумі, що включає етап очищення металу від легколетких домішок і етап очищення від важколетких домішок, кожний із яких включає випаровування металу, що рафінується і конденсацію парів металу, згідно корисної моделі, пари металу перед їх конденсацією на етапі очищення від важколетких домішок, пропускають через нерозпилюваний гетерний фільтр.

Завдяки тому, що пари металу перед їх конденсацією на етапі очищення від важколетких домішок, пропускають через нерозпилюваний гетерний фільтр підвищується ефективність рафінування металів.

Спосіб, що пропонується, реалізований для очистки металів шляхом застосування фільтра (наприклад із сплаву Zr(51)-Fe(49) мас.%), розміщеного усередині дистиляційного пристрою, описаного у прототипі, поблизу над матеріалом, що рафінується, у тиглі. Газоподібні домішки, що виділяються і утворюються в процесі дистиляції, поглинаються гетером, внаслідок чого їх вміст в конденсаті знижується. В той же час, внаслідок підвищеної активності гетера до кисню, відбувається також дисоціація легколетких окислів металів з подальшим поглинанням газоподібних і висадженням на поверхні гетера металевих домішок, що знижує їх вміст у конденсаті. Разом з тим, фільтр не затримує частинки пари основного компоненту, оскільки має температуру випаровування металу, що рафінується.

Метал, що рафінують, наприклад кадмій, вагою до 2,5кг з первинним вмістом домішок $(2...5) \cdot 10^{-2}$ мас.% розміщували на пластині у камері, вакуумували її та під час першого етапу рафінування підтримували тиск у ній не більш 10^{-3} Па. Кадмій нагрівали до 350°C, він розплавлявся та стікав крізь отвір пластини до тигля. При цьому газові домішки частково вилучались крізь отвір конденсатора, а легколеткі домішки (Na, K, S, P, As, Se та ін.) і легколеткі окисли металів (Cu, Ag, Pb, Ti, Sb, Bi, Li, Sn, Mn та ін.) конденсувались на основному конденсаторі. Важколеткі окисли домішкових металів і шлаки залишались у вигляді плівки на поверхні пластини. Після того, як весь метал, що рафінують, стікав у тигель, після зниження температури установлювали додатковий конденсатор з гетерним фільтром. Далі кадмій піддавали одноразовій дистиляції з часткою перегонки до 95%. При цьому кадмій випаровували при температурі 370-380°C, а конденсували при температурі 290-300°C. Важколеткі домішки (Fe, Ni, Co, Si, Al, Cu, Ag, Pb, Bi, Li, Sn, Mn та ін.) залишались у тиглі, а газоподібні домішки в процесі перегонки поглинались гетерним фільтром.

Результати рафінування кадмію та інших металів, наприклад цинку і телуру, способом, що пропонується, подані в Таблиці. Вміст домішок в кадмії, цинку і телурі визначали методом мас-спектрального аналізу із застосуванням лазерного джерела іонів на мас-спектрометрі ЕМАЛ-2.

Таблица

Метал	Домішки	Вміст основних домішок, 10^{-5} мас.%		
		В металі, що рафінується	В рафінованому металі	
			по прототипу	пропонований спосіб
Cd	C	20	6	<1
	N	5	1	<1
	O	45	10	<1
	Zr	<1	<1	<1
	Fe	20	<0,1	<0,1
	*Σ _{Me}	2000	<40	<20
Zn	C	80	20	<1
	N	20	6	<1
	O	25	14	<1

	Zr	<1	<1	<1
	Fe	3	<0,09	<0,09
	*Σ _{Me}	2000	<20	<5
Te	C	30	10	<1
	N	8	2	<1
	O	20	7	<1
	Zr	<1	<1	<1
	Fe	10	0,4	<0,1
	*Σ _{Me}	2200	<40	<10

*Σ_{Me} - сумарний вміст основних металевих домішок.

Таким чином, як видно з таблиці наведених результатів способів, що заявляється, забезпечує більш ефективне очищення кадмію, цинку і телуру від домішок проникнення, вміст яких у кадмії, цинку і телурі, отриманих способом рафінування, що пропонується, більш ніж у 6...10 разів нижче вмісту тих же домішок у цинку, кадмії і телурі, отриманих способом рафінування за прототипом. При цьому відбувається додаткове (2...4 рази) очищення їх від основних металевих домішок. Забруднення конденсату матеріалом гетерного фільтру не відбувається.

Спосіб рафінування металів, що заявляється, може знайти широке застосування у галузі металургії, а саме до способів рафінування металів у вакуумі.