

Кристаллы и кристаллизация. Виды загрязнений поликристаллов и способы их предотвращения

Кристалл – это твёрдое тело, в котором атомы расположены закономерно, образуя трёхмерно-периодическую пространственную укладку (кристаллическую решётку).

Монокристалл – отдельный однородный кристалл, имеющий непрерывную кристаллическую решётку. Медленно выращенный монокристалл приобретает хорошо выраженную естественную огранку.

Кристаллит (кристаллическое зерно) – мелкие монокристаллы, не имеющие ясно выраженной огранки.



Кристаллы и кристаллизация. Виды загрязнений поликристаллов и способы их предотвращения

Поликристалл – это агрегаты образованные из хаотически ориентированных мелких кристаллов разного размера и неправильной формы (кристаллитов) называют



Кристаллизация – это процесс образования и роста кристаллов из расплава, раствора или из газовой фазы при пересыщении или переохлаждении.

Кристаллы и кристаллизация. Виды загрязнений поликристаллов и способы их предотвращения

Кристаллизацию используют для:

- 1) получения продуктов с заданными составом, содержанием примесей;
- 2) получения продукта с заданными размерами, формой и дефектностью кристаллов;
- 3) фракционного разделения смесей;
- 4) выращивания монокристаллов.



Примеси в поликристаллах

Крупные поликристаллы содержат включения маточного раствора с находящимися в нём примесями.

Между мелкими поликристаллами может удерживаться маточный раствор, вымыть который без значительной потери вещества невозможно.

Величина поликристалла зависит

От скорости охлаждения

От скорости перемешивания

От концентрации раствора

Кристаллизацию вещества из раствора проводят по общей схеме:

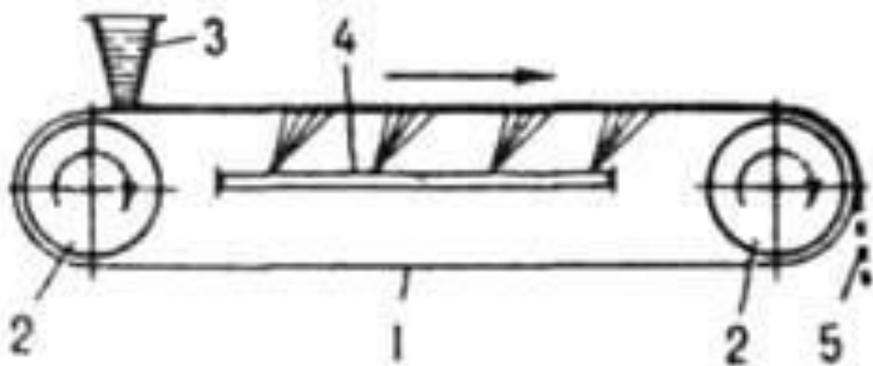
1) При повышенной температуре готовят близкий к насыщению раствор вещества;

2) Фильтруют полученный раствор для удаления механических примесей;

3) Охлаждают раствор;

4) Выпавшие кристаллы отделяют фильтрованием от маточного раствора.

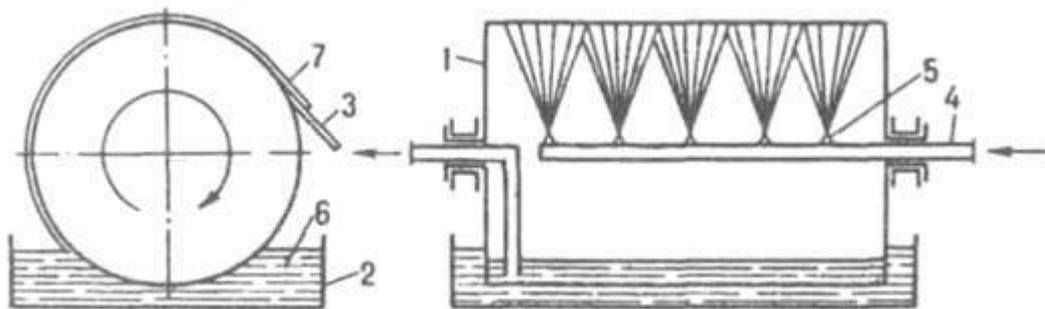
Ленточный кристаллизатор



1 - лента; 2 - приводные барабаны;
3 - питающий бункер; 4 - охлаждающее устройство; 5 отвержденный продукт.

В ленточном кристаллизаторе исходный расплав тонким слоем подается на движущуюся металлическую ленту, на которой он охлаждается до полного затвердевания.

Вальцевой кристаллизатор

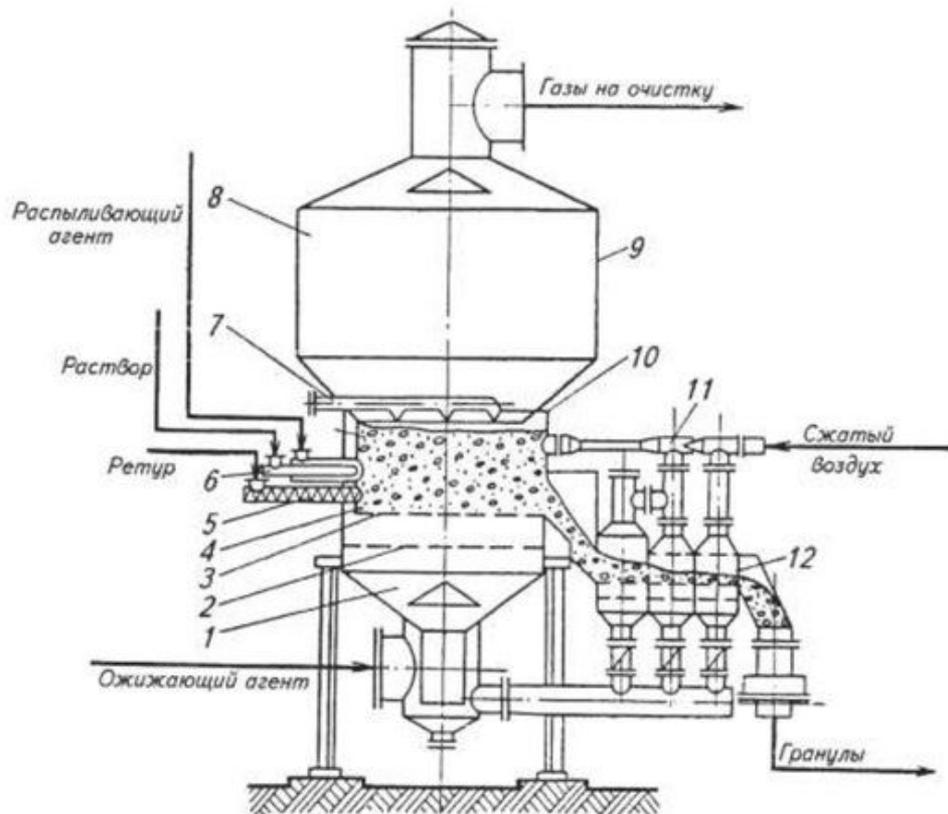


1 - барабан; 2 - ванна; 3 - нож; 4 - труба для подачи хладагента; 5 - форсунка; 6 - расплав;
7 - отвержденный продукт

Продукт кристаллизуется на наружной поверхности охлаждаемого изнутри вращающегося полого барабана (вальца), частично погруженного в ванну с расплавом; кристаллы снимаются с барабана неподвижным ножом.

Гранулирование.

Аппарат для гранулирования аммиачной селитры.



- 1 – газовая камера;
- 2 – подпорная решетка;
- 3 – газораспределительная решетка;
- 4 – рабочая камера;
- 5 – шнек;
- 6 – пневмомеханические форсунки;
- 7 – коллектор раствора;
- 8 – сепарационная камера;
- 9 – корпус аппарата;
- 10 – отбойник;
- 11 – эжектор;
- 12 – сепаратор

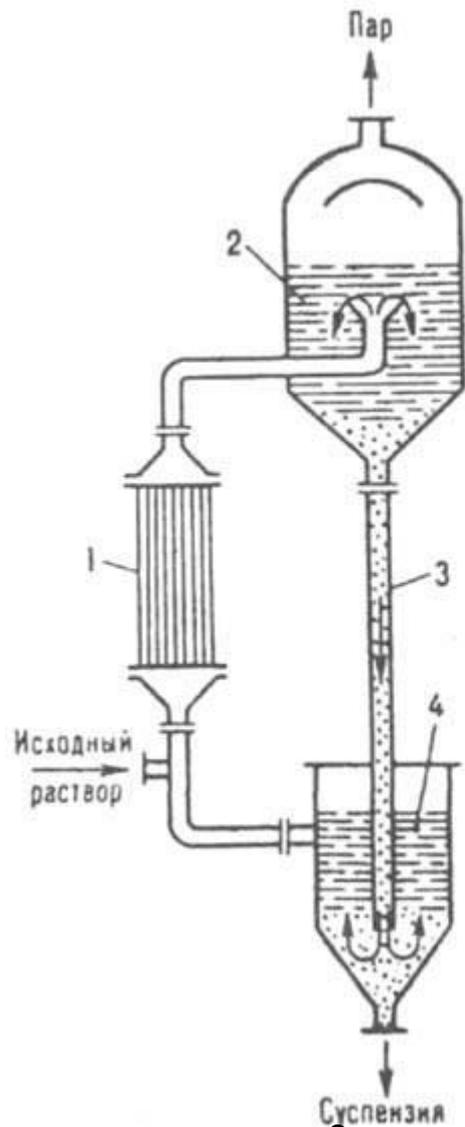
Кристаллизатор с псевдооживленным слоем



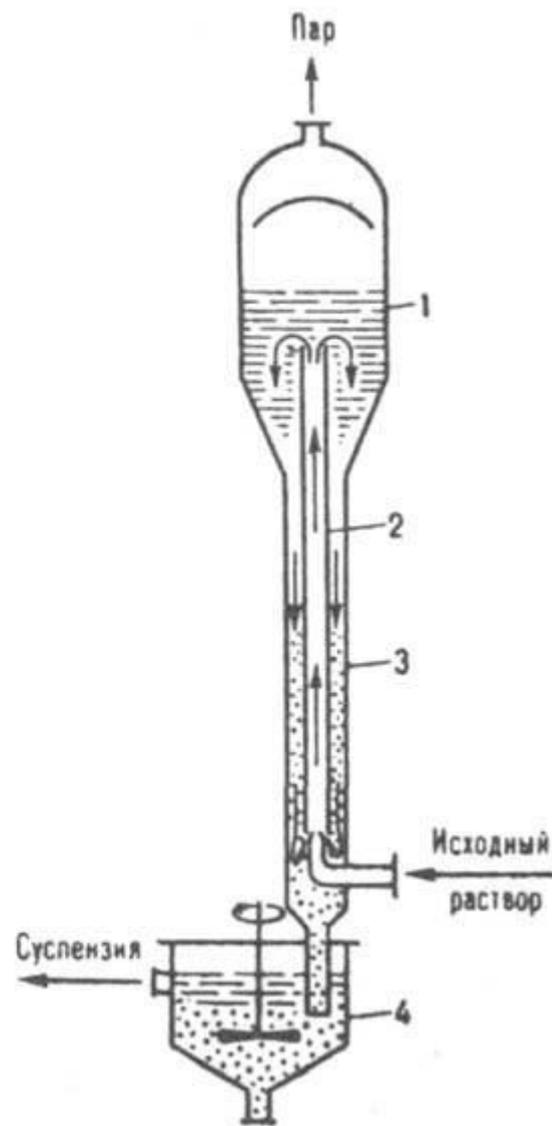
- 1 - насос; 2 - теплообменник;
- 3 - циркуляционная труба;
- 4 - кристаллорастворитель

Исходный раствор вместе с циркулирующим осветленным маточником подается насосом в теплообменник, где в результате охлаждения раствор пересыщается и поступает по циркуляционной трубе в нижнюю часть кристаллорастворителя, в котором кристаллы поддерживаются во взвешенном состоянии восходящим потоком раствора. Кристаллизация происходит в основном на готовых центрах кристаллизации, при этом крупные кристаллы осаждаются на дно аппарата, откуда удаляются в виде сгущенной суспензии. Осветленный маточник разделяется на две части: одна отводится из верхней части аппарата, другая подается на рециркуляцию.

Выпарной кристаллизатор. Вакуум-кристаллизатор



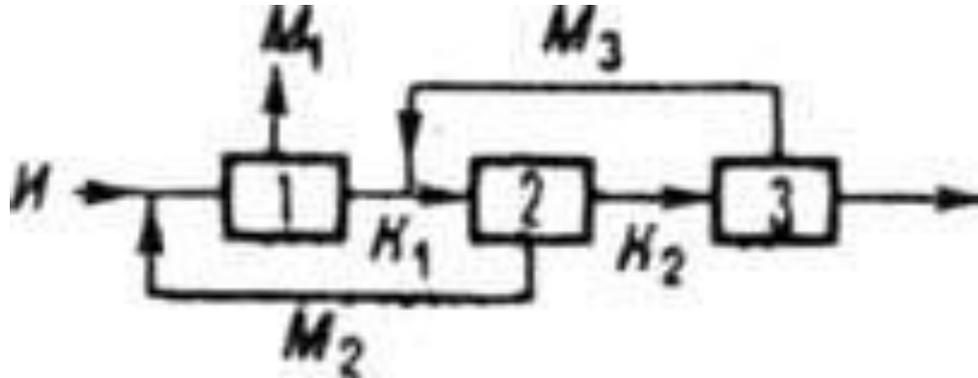
1 - выносная греющая камера, 2 - сепаратор, 3 - циркуляционная труба, 4 - отделитель кристаллов



1 - сепаратор; 2 - циркуляционная труба; 3 барометрическая труба; 4 гидрозатвор

Многократная перекристаллизация

Многократная перекристаллизация дает возможность получать целевые продукты с содержанием основного вещества 99% и более.



Исходная смесь И подается в ступень 1, где образуются кристаллы K_1 последние после отделения от маточника M_1 расплавляются и поступают на кристаллизацию в ступень 2, а выделившиеся в ней кристаллы K_2 - в ступень 3. Маточники M_2 и M_3 направляются на вход в предыдущие ступени, а продукт П выводится из ступени 3.

ХРОМАТОГРАФИЯ В НЕОРГАНИЧЕСКОМ СИНТЕЗЕ

Хроматография – метод разделения и анализа смеси веществ, основанный на различной сорбции компонентов анализируемой смеси определенным сорбентом.

По агрегатному состоянию фаз хроматографические методы подразделяются на четыре группы:

Неподвижная фаза	Подвижная фаза	Наименование метода
Твердая	Жидкая	Адсорбционная хроматография Ионообменная хроматография Осадочная хроматография Тонкослойная хроматография
Твердая	Газообразная	Газовая адсорбционная хроматография
Жидкая	Жидкая	Жидкостная распределительная хроматография Бумажная хроматография
Жидкая	Газообразная	Газо-жидкостная распределительная хроматография

По методике проведения эксперимента различают три вида хроматографии:

Проявительная (элюентная)	<p>Колонку непрерывно промывают проявителем (растворителем). Компоненты перемещаются вдоль слоя сорбента с различными скоростями, что обуславливает их разделение на зоны.</p> <p>Метод применяется для анализа сложных смесей и выделения из них отдельных компонентов.</p>
Фронтальная	<p>Анализируемая смесь непрерывно подается в колонку. После насыщения всего слоя сорбента из колонки будет выходить менее сорбирующееся вещество. Со временем произойдет насыщение сорбента более сорбирующимся веществом и произойдет его проскока.</p> <p>Метод применяется для очистки веществ от примесей.</p>
Вытеснительная	<p>В колонку вводят анализируемую смесь, после чего сорбент промывают раствором вещества, сорбирующегося сильнее каждого из компонентов смеси.</p> <p>Метод применяется в жидкостно-адсорбционной и ионообменной хроматографии.</p>

Хроматография в практике неорганического синтеза используется для решения следующих задач:

1. очистка веществ от примесей
2. препаративное разделение сложной смеси на отдельные компоненты;
3. концентрирование вещества и выделение его из разбавленных растворов;
4. испытание вещества на чистоту;
5. контроль и автоматизация производственных процессов.

