Особо чистые вещества
Занятие 13 (подготовка к экзамену)
24.11.2020

Третьи вопросы

1. Опишите процесс выращивания кристаллов алюмокалиевых квасцов методом температурного градиента и применяемое для этой цели оборудование.
2. Предложите варианты аппаратурного оформления процесса осаждения кристаллов труднорастворимых соединений.
3. Приведите способы разделения ниобия и тантала (по крайней мере, три) и охарактеризуйте возможности использования каждого из них.
4. Предложите способ получения диоксида иридия высокой степени чистоты, в основе которого лежит химическая транспортная реакция.
5. Сравните степень разделения циркония и гафния при фракционной кристаллизации и йодидном рафинировании и выберите наиболее оптимальный метод очистки циркония.
6. Приведите примеры химических транспортных реакций с использованием метода галогенирования и объясните условия протекания реакций.

ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРОВ

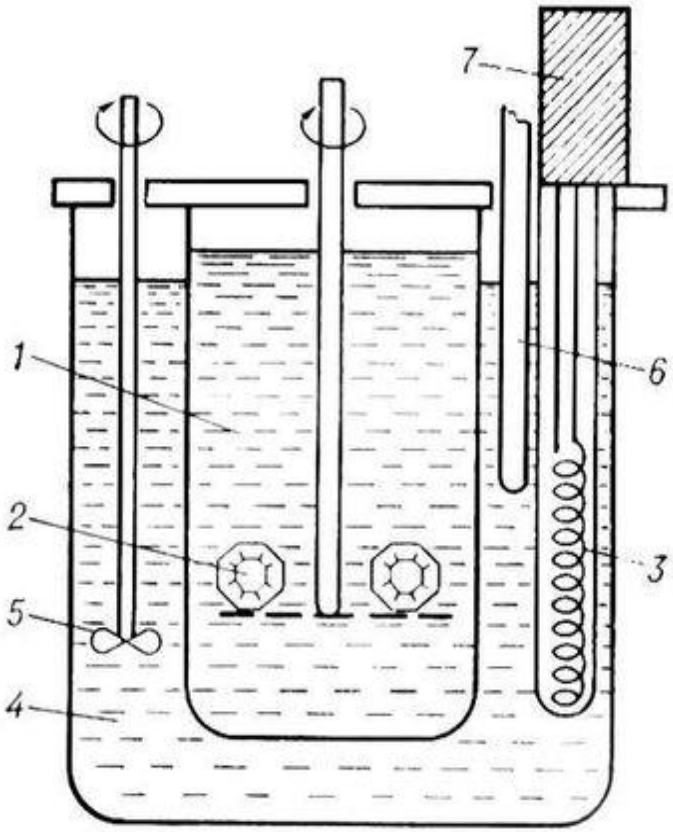
Простейший кристаллизатор:

1 – раствор; 2 – растущие кристаллы;

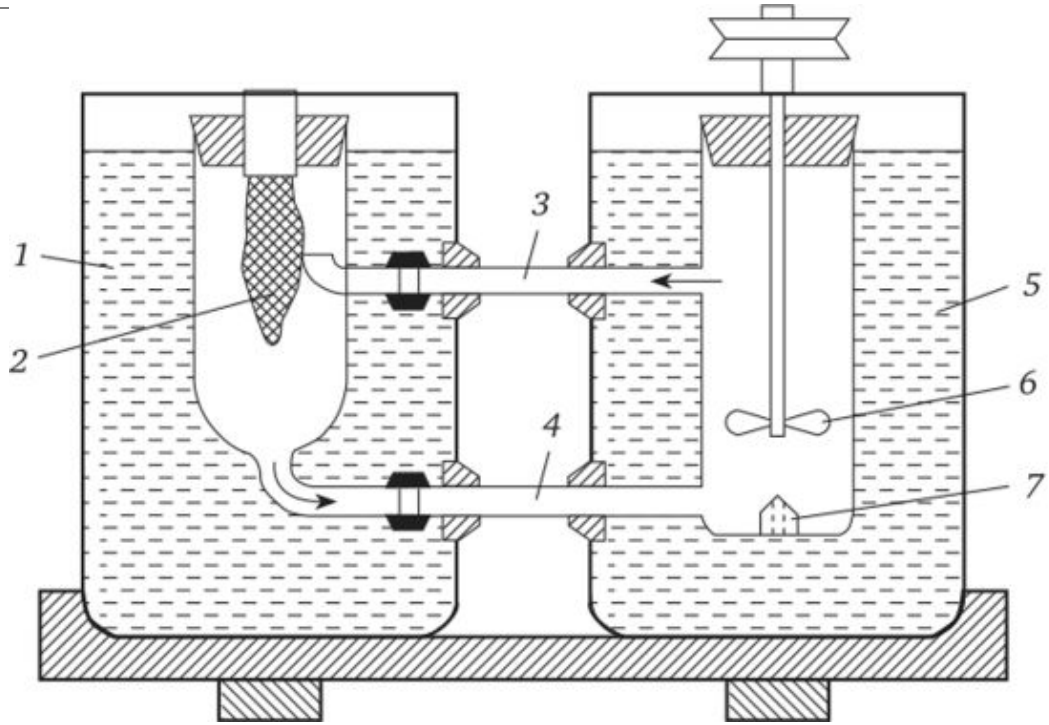
3 – нагреватель;

4 –термостатная жидкость,

5 – мешалка; 6 – электрический термометр; 7 – теплоизоляция.



ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРОВ



1, 5 -электрически нагреваемые термостаты; 2-мешочек с запасом вещества; 3, 4 - соединительные трубки с нагревательными рубашками; 6 – мешалка; 7- растущий кристалл.

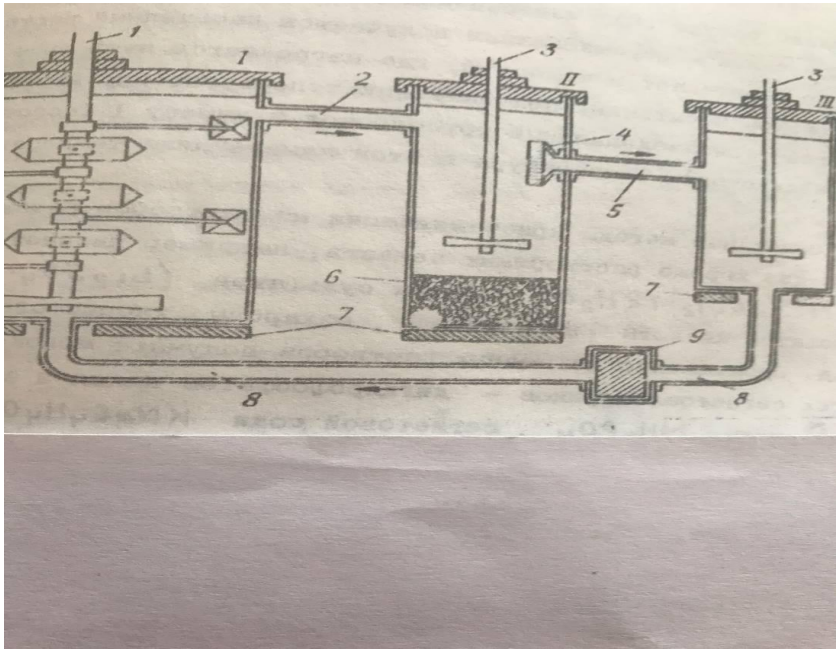
ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРОВ

В сосуд для растворения вводят избыток вещества, и раствор за счет перемешивания и за счет конвекции циркулирует между сосудами. Типичная разница температур T_1-T_2 составляет 0.2-1° С.

Недостаток способа **– <u>возможность попадания паразитных кристаллов из одного сосуда в другой.</u>**

Она устраняется за счет введения дополнительного сосуда перегрева.

ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСТВОРОВ



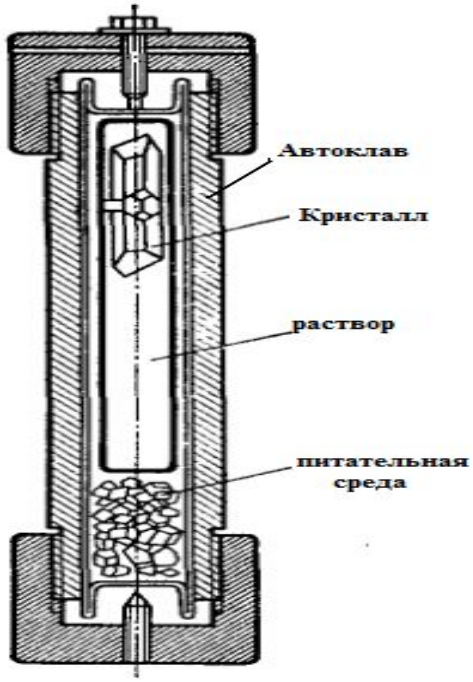
I –сосуд для роста; II-сосуд для растворения; III-перегреватель.

1-вращающаяся ось с плечами для крепления кристаллов и мешалкой вблизи дна; 2 – перепуск между I и II; 3-мешалки;

4-фильтр; 5- перепуск между II и III; 6-запас вещества, 7-регулируемый нагреватель; 8-перепуск между III и I; 9-насос и фильтр.

ГИДРОТЕРМАЛЬНОЕ ВЫРАЩИВАНИЕ КРИСТАЛЛОВ

Автоклав



Внешний вид автоклава

ГИДРОТЕРМАЛЬНОЕ ВЫРАЩИВАНИЕ КРИСТАЛЛОВ

Рост гидротермальных кристаллов осуществляется в герметичных сосудах высокого давления (автоклавах), позволяющих проводить процесс синтеза при температурах более 600˚С и давлении свыше 1000 атм. В них находятся природные кристаллы низкого качества, растворённые в водных растворах кислот или щелочей, и затравка из натурального минерала (берилла, сапфира или кварца). Основную роль играет вода, растворяющая способность которой резко возрастает при высоких температурах и давлениях, обеспечиваемых в автоклаве. Процесс кристаллизации происходит в результате температурного перепада: перегретый раствор внизу автоклава движется в верхнюю более холодную часть, где осаждается (кристаллизуется) на затравочных пластинах.

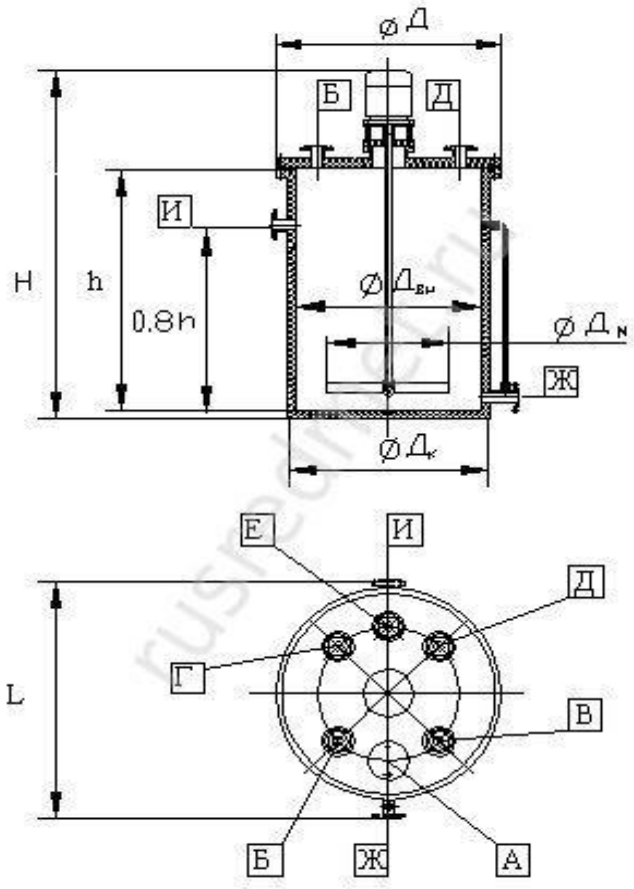
ГИДРОТЕРМАЛЬНОЕ ВЫРАЩИВАНИЕ КРИСТАЛЛОВ

Метод перепада температур, является основным для выращивания совершенных крупных монокристаллов с наиболее ценными свойствами. На этом методе основано промышленное производство крупных монокристаллов кварца.

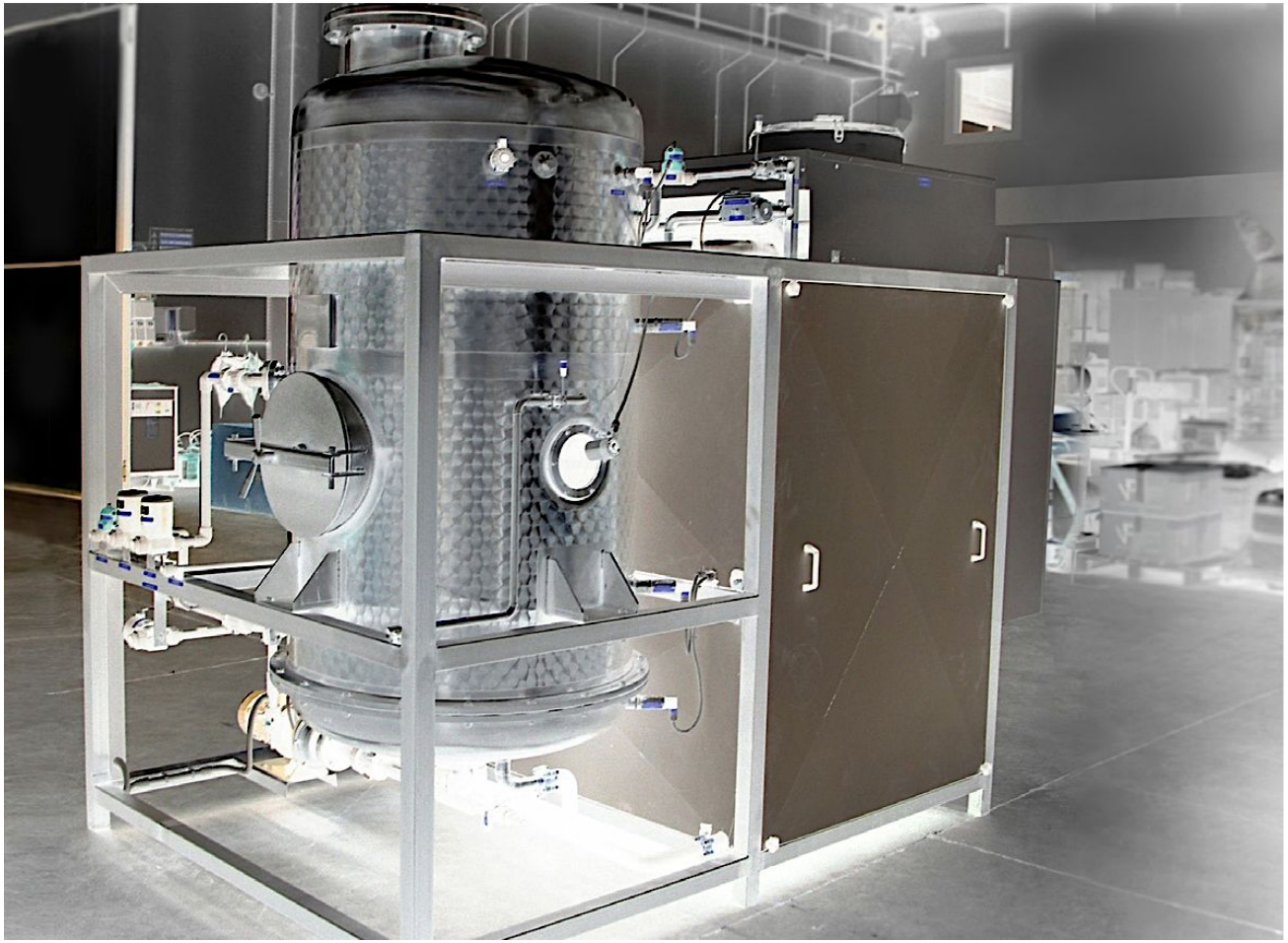
При методе перепада температур существует зависимость между растворимостью шихты, температурой, давлением, концентрацией растворителя и теми свойствами кристаллов, которые мы желаем получить. Поэтому исследования по гидротермальному синтезу минерального сырья начинаются с определения этих зависимостей: построения по опытным данным математической модели процесса, составления, в конечном итоге, графика растворимости того или иного минерала в растворе солей, кислот и щелочей.

РЕАКТОР ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ

РЕАКТОР ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ



КРИСТАЛЛИЗАТОР-ВЫПАРИВАТЕЛЬ



ХИМИЧЕСКИЕ ТРАНСПОРТНЫЕ РЕАКЦИИ

- $IrO_2 + O_2 \leftrightarrow IrO_3$ (1100 ºC → 900 ºC)

- $BeO + 2HCl \leftrightarrow BeCl_2 + H_2O$ (1100 ºC → 800 ºC)