

Удаление примесей из высокочистого α -оксида алюминия методом вакуумной термической обработки: теория и эксперимент

Е.А. Мешков^{1,2}, А.В. Григоренко², М.С. Власкин²

¹Московский физико-технический институт (государственный университет)

²Объединенный институт высоких температур РАН

Высокочистый α -оксид алюминия широко используется в различных отраслях промышленности, например в электронике и электротехнике, в огнеупорных материалах, катализаторах, адсорбентах и изоляторах. Поэтому исследование процессов, сопутствующих получению оксида алюминия высокой чистоты, представляет важную научно-техническую задачу.

Проведены экспериментальные исследования зависимости степени чистоты гранул α -оксида алюминия, полученных при термической обработке в вакууме, от температуры нагрева образца, времени выдержки образца в камере нагрева и навески образца. Сформулирована теоретическая модель процесса испарения примесных веществ из α -оксида алюминия и проведены теоретические оценки времени очистки материала.

Экспериментальные исследования проводились на вакуумной камере, в которой давление составляло 10^{-6} - 10^{-5} мм. рт. ст., максимальная температура, до которой нагревался исследуемый образец, и время выдержки варьировалась в интервале 1600 — 1800 °С и 0,5 — 4 часов. Масса образца составляла 0,05 — 2 кг, образец находился в камере в виде гранул, порошка и плотных сферических шариков. Степень чистоты определялась благодаря элементному анализу, проводимому методом кислотного разложения и последующим измерением ИСП-АЭС и ИСП-МС.

Установлено, что для одинаковой массы образца при повышении температуры степень чистоты α -оксида алюминия увеличивается. Например, для навески в 0,5 кг степень чистоты при температуре 1600 °С, 1750 °С и 1800 °С составляет 99,982 %, 99,994 % и 99,997 % соответственно. Также наблюдалась сильная зависимость степени чистоты термически обработанного материала от навески образца. Например, при выдержке образца при температуре 1600 °С в течение 2 часов для навесок массой 0,05, 0,2 и 0,6 кг степень чистоты составила 99,999 %, 99,998 % и 99,982 % соответственно; при выдержке при температуре 1800 °С для навесок 0,2, 0,5 и 1,8 кг степень чистоты составила 99,997 %, 99,996 % и 99,991 %. То есть, при увеличении навески на порядок, степень чистоты уменьшается также на порядок, но при повышении температуры этот эффект ослабевает.

Степень чистоты конечного материала зависит не только от навески, температуры и времени выдержки при повышенной температуре, но и от формы обрабатываемого материала. Например, при термической обработке при 1600 °С в течение 2 часов степень чистоты для гранул, представляющих собой цилиндры с диаметром 2 — 3 мм и длиной 6 — 10 мм, и шариков составляет 99,998 % и 99,995 % соответственно, причем степень чистоты шариков не зависит от радиуса шарика.

Полученные результаты представлены в [1], [2].

В теоретической части проведенной работы предложена модель процесса испарения примесного вещества (в большинстве случаев железа) из обрабатываемого материала. В предлагаемой модели процесс удаления примесного вещества состоял из нескольких этапов: движение атома примесного вещества в кристаллической решетке к поверхности частицы, десорбция атома с поверхности частицы, движение в пористом пространстве внутри гранулы или шарика, движение между гранулами α -оксида алюминия и движение атома вне обрабатываемого материала внутри камеры и труб по направлению к масляному насосу.

Согласно расчетам, движение в кристаллической решетке и внутри пористого пространства составляет лимитирует время очистки обрабатываемого материала. Задача диффузионного движения сводится к записи одношагового процесса (1) и уравнению непрерывности (2) из [3]:

$$D \frac{\rho_{Fe}^0 - \rho_{Fe}^1}{R/\varepsilon} = J_{Fe}^1 \quad (1)$$

$$\frac{d\rho_{Fe}^0}{dt} \frac{4}{3} \pi R^3 = -J_{Fe}^1 4\pi R^2 \quad \frac{d\rho_{Fe}^0}{dt} = -\frac{3}{R} J_{Fe}^1 \quad (2)$$

где верхние индексы 0 и 1 обозначают начало и конец рабочего отрезка оси x длиной R;

J_{Fe}^1 - поток частиц железа через конец рабочего отрезка.

Добавляется также условие Кнудсеновской диффузии в пористом пространстве (3):

$$\frac{dp_{Fe}}{dy} = -\frac{R_g T J_{Fe}^1}{M D_K} \quad D_K = \frac{2}{3} R \sqrt{\frac{8R_g T}{\pi M}} \quad (3)$$

Время «полной» очистки принято равным 100 единиц времени, в течении которых плотность примесных частиц уменьшается в e раз. На рис. 1 представлена зависимость времени «полной» очистки микрочастиц в пористой частице корунда радиусом 1 мм в зависимости от радиуса микрочастиц для 3 различных температур.

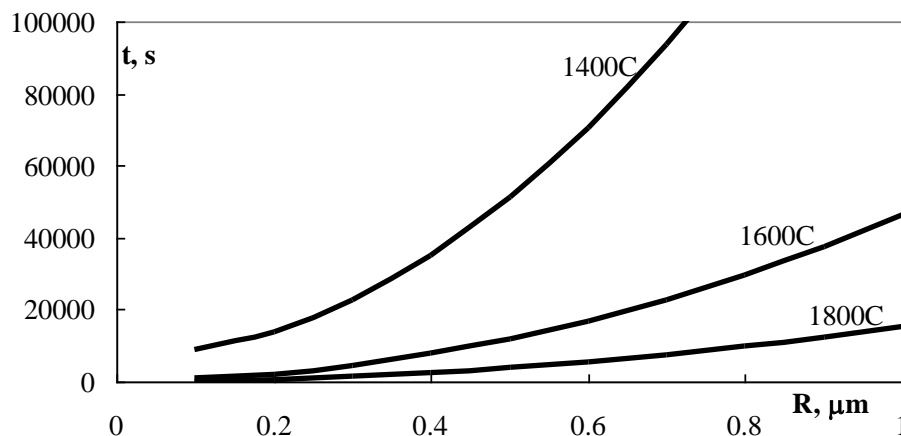


Рис. 1. Зависимость времени «полной» очистки микрочастиц в пористой частице корунда радиуса 1 мм от радиуса микрочастиц.

На рис. 2 приведен пример расчета времени очистки слоя толщиной 1 см при температуре 1600 °С, а именно зависимость распределения плотности примесей железа по высоте засыпки корунда от времени термообработки. Указанные на кривых числа обозначают время в минутах, в течение которого производилась очистка.

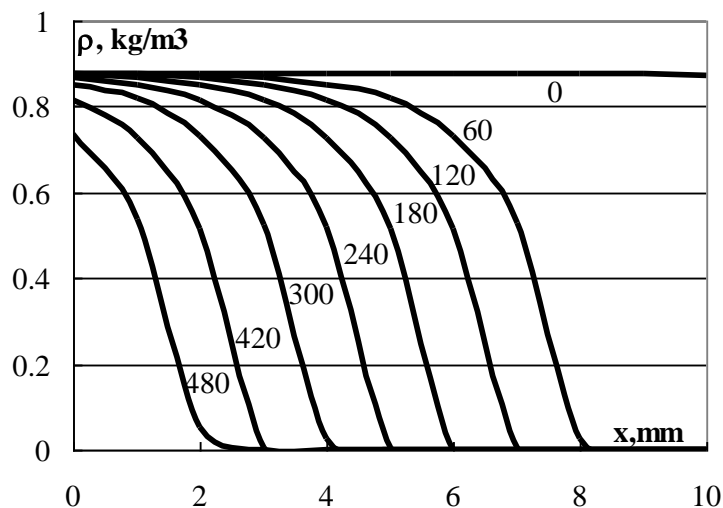


Рис. 2. Распределение плотности примеси по толщине слоя в различные моменты времени.

Литература

1. Vlaskin M.S., Grigorenko A.V., Zhuk A.Z., Lisitsyn A.V., Sheindlin A.E., Shkol'nikov E.I. Synthesis of high-purity α -Al₂O₃ from boehmite obtained by hydrothermal oxidation of aluminum // High Temperature. 2016. vol. 54. № 3. p. 322-329.
2. Lisitsyn A.V., Dombrovsky L.A., Mendeleyev V.Y., Grigorenko A.V., Vlaskin M.S., Zhuk A.Z. Near-infrared optical properties of a porous alumina ceramics produced by hydrothermal oxidation of aluminum // Infrared Physics & Technology. 2016. vol. 77. № p. 162-170.
3. Гришин А.М., Фомин В.М. Сопряженные и нестационарные задачи механики реагирующих сред.-Новосибирск.:Наука,1984.