



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103184347 A

(43) 申请公布日 2013.07.03

(21) 申请号 201110448870.1

(22) 申请日 2011.12.28

(71) 申请人 广东先导稀材股份有限公司

地址 511500 广东省清远市清新县禾云镇工业区(鱼坝公路旁)

(72) 发明人 胡智向 卢金生 毛简 文崇斌
李德官 高鹏飞

(74) 专利代理机构 北京五洲洋和知识产权代理
事务所(普通合伙) 11387

代理人 张向琨 刘春成

(51) Int. Cl.

G22B 17/06 (2006.01)

G22B 5/12 (2006.01)

G22B 17/02 (2006.01)

权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

高纯镉的制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种高纯镉的制备方法,包括:将镉原料放置于石英舟内;将装有镉原料的石英舟水平放入区熔料管内,并封闭区熔料管;通入还原气体;使区熔加热管移至石英舟内的镉原料头部;加热并熔化石英舟内的镉原料的头部,以形成熔区,达到规定熔区宽度时,使区熔加热管以规定速率运动,以完成一次区熔作业;当一次区熔作业完成后,区熔加热管返回至石英舟内的镉原料的头部并按重复区熔作业;完成重复次数的区熔作业后,停车并使区熔作业后的镉原料冷却;将头部和尾部各切除规定长度,以完成一次循环操作,切除后剩余的镉原料作为下一次循环操作处理的镉原料,重复前述所有步骤八预定循环次数。相比现有技术,本发明能获得高于现有技术纯度的镉。

1. 一种高纯镉的制备方法,其特征在于,包括:

步骤一,将镉原料放置于石英舟内;

步骤二,将装有镉原料的石英舟水平放入区熔料管内,并封闭区熔料管;

步骤三,向封闭的区熔料管内稳定地通入还原气体,并使还原气体达到规定压力;

步骤四,在还原气体氛围下,使区熔车的区熔加热管移至石英舟内的镉原料头部;

步骤五,使区熔加热管加热并熔化石英舟内的镉原料的头部,以形成熔区,当熔区达到规定熔区宽度时,使区熔加热管以规定速率进而使形成的达到规定熔区宽度的熔自石英舟内的镉原料的头部向尾部运动,以完成一次区熔作业;

步骤六,当一次区熔作业完成后,区熔加热管返回至石英舟内的镉原料的头部并重复步骤五,以使区域作业次数达到预定次数;

步骤七,完成规定重复次数的区熔作业后,将区熔加热管停车并使区熔作业后的镉原料冷却;

步骤八,区熔作业后的镉原料冷却后,将区熔作业后的镉原料的头部和尾部各切除规定长度,以完成一次循环操作,将切除后剩余的区熔作业后的镉原料作为下一次循环操作处理的镉原料,以重复步骤一至步骤八,以使循环操作次数达到预定循环次数。

2. 根据权利要求1所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,所述区熔料管、石英舟均由纯度4N的石英制成,所述石英舟为熏碳处理后的熏碳石英舟。

3. 根据权利要求1所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,所述还原气体为氢气,纯度为6N。

4. 根据权利要求1所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,所述还原气体的流量为150~300ml/min。

5. 根据权利要求1所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,步骤三包括子步骤:

子步骤一,将封闭的区熔料管内抽真空至预定压力以下;

子步骤二,通入还原气体并使区熔料管内的压力达到规定压力;

子步骤三,重复子步骤一和子步骤二所需次数。

6. 根据权利要求5所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,在子步骤一中,所述预定压力为400~600Pa,所述规定压力为常压。

7. 根据权利要求1所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,所述循环操作设定为:

第二次循环时步骤五中的熔区宽度小于第一次循环时步骤五中的熔区宽度,第二次循环时步骤五中的规定速率小于第一次循环时步骤五中的规定速率,第二次循环时步骤八中的规定长度小于第一次循环时步骤八中的规定长度;

第三次循环时步骤五中的熔区宽度小于第二次循环时步骤五中的熔区宽度,第三次循环时步骤五中的规定速率小于第二次循环时步骤五中的规定速率,第三次循环时步骤八中的规定长度小于第二次循环时步骤八中的规定长度;

依次类推。

8. 根据权利要求7所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,所述循环操作的循环数为二;其中:

第一次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为60~70mm,区熔加热管运动的规定速率为45~60mm/h,步骤六中的重复次数为12,步骤八中的规定长度5~8cm;

第二次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 40 ~ 60mm,区熔加热管运动的规定速率为 30 ~ 45mm/h,步骤六中的重复次数为 9,步骤八中的步骤八中的规定长度为零。

9. 根据权利要求 7 所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,所述循环操作的循环数为三;其中:

第一次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 60 ~ 70mm,区熔加热管运动的规定速率为 50 ~ 60mm/h,步骤六中的重复次数为 12,步骤八中的规定长度 5 ~ 8cm;

第二次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 45 ~ 60mm,区熔加热管运动 的规定速率为 40 ~ 50mm/h 步骤六中的重复次数为 9,步骤八中的规定长度 5 ~ 8cm;

第三次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 30 ~ 45mm,区熔加热管运动的规定速率为 30 ~ 40mm/h,步骤六中的重复次数为 9,步骤八中的规定长度为零。

10. 根据权利要求 1 所述的高纯镉的制备方法,其特征在于,第一次循环开始时镉原料为纯度为 5N 的镉原料,镉原料以如下方式提供:将纯度为 5N 的镉原料置于高纯石墨坩埚内加热熔化,再用高纯石墨勺直接将熔料浇铸于区熔石英舟内,整个浇铸过程在保护气氛下完成。

高纯镉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高纯材料的制备方法,尤其涉及一种高纯镉的制备方法。

背景技术

[0002] 高纯镉(Cd)主要用于制备II-VI族化合物半导体,高纯合金,电池,焊料和原子反应堆中控制棒等,太阳能电池,红外探测器等。镉中危害性杂质直接影响它作为光伏材料、光导材料和感光材料的光电性能,目前常用高纯镉镉含量仅为99.999%,已无法满足现代高新材料发展的要求。

发明内容

[0003] 针对背景技术中的不足,本发明的目的在于提供一种高纯镉的制备方法,其能获得高于现有技术纯度的高纯镉。

[0004] 为了实现本发明的目的,本发明提供一种高纯镉的制备方法,包括:步骤一,将镉原料放置于石英舟内;步骤二,将装有镉原料的石英舟水平放入区熔料管内,并封闭区熔料管;步骤三,向封闭的区熔料管内稳定地通入还原气体,并使还原气体达到规定压力;步骤四,在还原气体氛围下,使区熔车的区熔加热管移至石英舟内的镉原料头部;步骤五,使区熔加热管加热并熔化石英舟内的镉原料的头部,以形成熔区,当熔区达到规定熔区宽度时,使区熔加热管进而使形成的达到规定熔区宽度的熔区以规定速率自石英舟内的镉原料的头部向尾部运动,以完成一次区熔作业;步骤六,当一次区熔作业完成后,区熔加热管返回至石英舟内的镉原料的头部并重复步骤五,以使区域作业次数达到预定次数;步骤七,完成规定重复次数的区熔作业后,将区熔加热管停车并使区熔作业后的镉原料冷却;步骤八,区熔作业后的镉原料冷却后,将区熔作业后的镉原料的头部和尾部各切除规定长度,以完成一次循环操作,将切除后剩余的区熔作业后的镉原料作为下一次循环操作处理的镉原料,以重复步骤一至步骤八,以使循环操作次数达到预定循环次数。

[0005] 本发明的有益效果如下。

[0006] 相比现有技术,本发明能获得高于现有技术纯度的镉且没有废料、废渣的产生,对环境不会产生污染。

附图说明

[0007] 图1为根据本发明的高纯镉的制备设备的结构示意图。

[0008] 其中,附图标记说明如下:

[0009]	1 区熔料管	2 石英舟	3 原料
[0010]	4 密封件	5 区熔车	6 真空机组
[0011]	7 气体输送管道	8 尾气处理装置	51 连接件
[0012]	53 区熔加热管	55 传动装置	551 丝杆 553 螺母

具体实施方式

[0013] 下面结合附图来说明根据本发明的高纯镉的制备方法和设备。

[0014] 首先说明根据本发明的高纯镉的制备设备。

[0015] 根据本发明的高纯镉的制备设备包括：区熔料管 1；石英舟 2，放置于区熔料管 1 内，且用于盛放原料 3；密封件 4，用于将区熔料管 1 密封；区熔车 5，用于对石英舟 2 内的原料 3 进行温度处理；真空机组 6，连通于区熔料管 1，对区熔料管 1 进行抽真空；气体输送管道 7，连通于区熔料管 1，形成向区熔料管 1 通入还原气体并将区熔料管 1 内的气体排出的路径；尾气处理装置 8，连通于气体输送管道 7 并接收气体输送管道 7 输出的气体。在一个实施例中，区熔车 5 可包括：连接件 51；区熔加热管 53，连接于连接件 51；传动装置 55 连接于连接件 51，从而传动装置 55 经由连接件 51 带动区熔加热管 53 运动。传动装置 55 可采用各种方式实现，在一种方式中，传动装置 55 包括丝杆 551；以及螺母 553，连接于连接件 51，与丝杆 551 配合而进行螺纹传动运动，从而带动连接件 51 平移。传动装置 55 的运动由伺服电机（未示出）驱动。区熔加热管 53 为多个且间隔布置，各区熔加热管 53 由加热电源（未示出）供电，从而实现各自的温度控制，以实现对原料 3 的熔融形成区域控制。区熔加热管 53 可采用电炉丝辐射加热。密封件 4 可为密封法兰。

[0016] 下面说明根据本发明的高纯镉的制备方法。

[0017] 根据本发明的高纯镉的制备方法包括：步骤一，将镉原料放置于石英舟内；步骤二，将装有镉原料的石英舟水平放入区熔料管内，并封闭区熔料管；步骤三，向封闭的区熔料管内稳定地通入还原气体，并使还原气体达到规定压力；步骤四，在还原气体氛围下，使区熔车的区熔加热管移至石英舟内的镉原料头部；步骤五，使区熔加热管加热并熔化石英舟内的镉原料的头部，以形成熔区，当熔区达到规定熔区宽度时，使区熔加热管以规定速率进而使形成的达到规定熔区宽度的熔区自石英舟内的镉原料的头部向尾部运动，以完成一次区熔作业；步骤六，当一次区熔作业完成后，区熔加热管返回至石英舟内的镉原料的头部并重复步骤五，以使区域作业次数达到预定次数；步骤七，完成规定重复次数的区熔作业后，将区熔加热管停车并使区熔作业后的镉原料冷却；步骤八，区熔作业后的镉原料冷却后，将区熔作业后的镉原料的头部和尾部各切除规定长度，以完成一次循环操作，将切除后剩余的区熔作业后的镉原料作为下一次循环操作处理的镉原料，以重复步骤一至步骤八，以使循环操作次数达到预定循环次数。

[0018] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，所述石英舟由纯度 4N 的石英制成。

[0019] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，所述石英舟为熏碳处理后的熏碳石英舟。

[0020] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，所述区熔料管为纯度 4N 的石英管。

[0021] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，所述还原气体为氢气。

[0022] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，所述还原气体的纯度为 6N。

[0023] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，在步骤三种，所述还原气体的流量为 150 ~ 300ml/min。

[0024] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中，优选地，所述区熔加热管采用电炉丝辐射

加热。

[0025] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,步骤三包括子步骤:子步骤一,将封闭的区熔料管内抽真空至预定压力以下;子步骤二,通入还原气体并使区熔料管内的压力达到规定压力;子步骤三,重复子步骤一和子步骤二所需次数。

[0026] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,在子步骤一中,所述预定压力为 400 ~ 600Pa,所述规定压力为常压。

[0027] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,在子步骤三中,所需次数为两次。

[0028] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,所述循环操作设定为:第二次循环时步骤五中的熔区宽度小于第一次循环时步骤五中的熔区宽度,第二次循环时步骤五中的规定速率小于第一次循环时步骤五中的规定速率,第二次循环时步骤八中的规定长度小于第一次循环时步骤八中的规定长度;第三次循环时步骤五中的熔区宽度小于第二次循环时步骤五中的熔区宽度,第三次循环时步骤五中的规定速率小于第二次循环时步骤五中的规定速率,第三次循环时步骤八中的规定长度小于第二次循环时步骤八中的规定长度;依次类推。

[0029] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,所述循环操作的循环数为二。第一次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 60 ~ 70mm,区熔加热管运动的规定速率为 45 ~ 60mm/h,步骤六中的重复次数为 12,步骤八中的规定长度 5 ~ 8cm;第二次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 40 ~ 60mm,区熔加热管运动的规定速率为 30 ~ 45mm/h,步骤六中的重复次数为 9,步骤八中的规定长度为零。

[0030] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,所述循环操作的循环数为三。其中,第一次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 60 ~ 70mm,区熔加热管运动的规定速率为 50 ~ 60mm/h,步骤六中的重复次数为 12,步骤八中的规定长度 5 ~ 8cm;第二次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 45 ~ 60mm,区熔加热管运动的规定速率为 40 ~ 50mm/h,步骤六中的重复次数为 9,步骤八中的规定长度 5 ~ 8cm;第三次循环时,步骤五中的规定熔区宽度为 30 ~ 45mm,区熔加热管运动的规定速率为 30 ~ 40mm/h,步骤六中的重复次数为 9,步骤八中的规定长度为零。

[0031] 在根据本发明的高纯镉的制备方法中,优选地,第一次循环开始时镉原料的纯度为 5N。作为优选方式,第一次循环开始时镉原料以如下方式提供:将纯度为 5N 的镉原料置于高纯石墨坩埚内加热熔化,再用高纯石墨勺直接将熔料浇铸于区熔石英舟内,整个浇铸过程在保护气氛(优选氮气)下完成。优选地,纯度为 5N 的镉原料可通过真空蒸馏方法得到。

[0032] 在根据本发明所述的高纯镉的制备方法中,区熔料管、石英舟在使用前可采用清洗液清洗(例如先用王水清洗,然后用去离子水冲洗),然后烘干待用。

[0033] 最后给出根据本发明所述的高纯镉的制备方法的实施例。

[0034] 在以下的实施例中,采用前面所述的且如图 1 所示的高纯镉的制备设备,石英舟由纯度 4N 的石英制成,且石英舟为熏碳处理后的熏碳石英舟;区熔料管为纯度 4N 的石英管;区熔加热管采用电炉丝辐射加热,区熔料管、石英舟在使用前先用王水清洗然后用去离子水冲洗,之后烘干待用。还原气体为氢气。

[0035] 在以下的实施例中,将基于如下操作步骤进行。

[0036] 步骤一,将熔融的镉原料浇铸于熏碳石英舟内;步骤二,将装有镉原料的熏碳石英舟水平放入区熔料管内,并封闭区熔料管;步骤三,抽真空至预定压力,通入规定纯度的氢气至常压后再抽真空通入氢气至常压进行所需次数,然后保持区熔料管内稳定的氢气流量为规定流量;步骤四,在还原气体氛围下,使区熔加热管移至石英舟内的镉原料的头部;步骤五,使区熔加热管加热并熔化石英舟内的镉原料的头部,以形成熔区,当熔区达到规定熔区宽度时,启动区熔伺服电机使区熔加热管开始运行,使区熔加热管以规定速率进而使形成的达到规定熔区宽度的熔区自石英舟内的镉原料的头部向尾部运动,以完成一次区熔作业;步骤六,当一次区熔作业完成后,区熔加热管至石英舟内的镉原料的头部并重复步骤五,以使区域作业次数达到预定次数;步骤七,完成规定次数区熔作业后,将区熔加热管停车、切断区熔用加热电源并使区熔作业后的镉原料冷却;步骤八,区熔作业后的镉原料冷却后,将区熔作业后的镉原料的头部和尾部各切除规定长度,以完成一次循环操作,将切除后剩余的区熔作业后的镉原料作为下一次循环操作处理的镉原料,以重复步骤一至步骤八,以使循环操作次数达到预定循环次数。

[0037] 实施例 1

[0038] 循环操作次数为 2。

[0039] 在第一次循环操作时:步骤一中的镉原料为 5000g 的 5N 镉;步骤三中的规定纯度为 6N,预定压力为 600Pa,所需次数为 2 次,规定流量为 150ml/min;步骤五中的规定熔区宽度为 70mm,规定速率为 60mm/h;步骤六中的规定次数为 12 次;步骤八中的规定长度为 8cm;步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 3601g。

[0040] 在第二次循环操作时:步骤一中的镉原料为第一次操作结束时的 3601g 镉原料;步骤三中的规定纯度为 6N,预定压力为 600Pa,所需次数为 2 次,规定流量为 150ml/min;步骤五中的规定熔区宽度为 45mm,规定速率为 40mm/h;步骤六中的规定次数为 9 次;步骤八中的规定长度为零;步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 3554g。

[0041] 实施例 1 的产品回收率为 71%。

[0042] 实施例 2

[0043] 循环操作次数为 3。

[0044] 在第一次循环操作时:步骤一中的镉原料为 4000g 的 5N 镉;步骤三中的规定纯度为 6N,预定压力为 400Pa,所需次数为 2 次,规定流量为 300ml/min;步骤五中的规定熔区宽度为 60mm,规定速率为 50mm/h;步骤六中的规定次数为 12 次;步骤八中的规定长度为 8cm;步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 2967g。

[0045] 在第二次循环操作时:步骤一中的镉原料为第一次操作结束时的 2967g 镉原料;步骤三中的规定纯度为 6N,预定压力为 400Pa,所需次数为 2 次,规定流量为 300ml/min;步骤五中的规定熔区宽度为 50mm,规定速率为 45mm/h;步骤六中的规定次数为 9 次;步骤八中的规定长度为 5cm;步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 2406g。

[0046] 在第三次循环操作时:步骤一中的镉原料为第二次操作结束时的 2406g 镉原料;步骤三中的规定纯度为 6N,预定压力为 700Pa,所需次数为 2 次,规定流量为 300ml/min;步骤五中的规定熔区宽度为 40mm,规定速率为 40mm/h;步骤六中的规定次数为 9 次;步骤八中的规定长度为零;步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 2297g。

[0047] 实施例 2 的产品回收率为 60.2%。

[0048] 实施例 3

[0049] 循环操作次数为 2。

[0050] 在第一次循环操作时：步骤一中的镉原料为 4500g 的 5N 镉；步骤三中的规定纯度为 6N，预定压力为 600Pa，所需次数为 2 次，规定流量为 200ml/min；步骤五中的规定熔区宽度为 70mm，规定速率为 60mm/h；步骤六中的规定次数为 12 次；步骤八中的规定长度为 7cm；步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 3376g。

[0051] 在第二次循环操作时：步骤一中的镉原料为第一次操作结束时的 3376g 镉原料；步骤三中的规定纯度为 6N，预定压力为 600Pa，所需次数为 2 次，规定流量为 270ml/min；步骤五中的规定熔区宽度为 45mm，规定速率为 40mm/h；步骤六中的规定次数为 9 次；步骤八中的规定长度为零；步骤八中的剩余的区熔作业后的镉原料为 3291g。

[0052] 实施例 3 的产品回收率为 73.1%。

[0053] 表 1 列出了实施例 1-3 的辉光放电质谱仪 (GDMS) 分析检测结果。

[0054] 从表 1 看出，实施例 1 从 5N 镉原料得到 99.9999% (6N) 镉，实施例 2 从 5N 镉原料 99.99995% (6.5N) 镉，实施例 3 从 5N 镉原料得到 99.9999% (6N) 镉。

[0055] 表 1 实施例 1-3 的辉光放电质谱仪分析检测结果 (单位: ppb)

[0056]

[0057]

含量 元素	实施例 1		实施例 2		实施例 3	
	5N 镉 原料	区熔处 理产品	5N 镉 原料	区熔处 理产品	5N 镉 原料	区熔处 理产品
Mn	78	49	78	17	78	45
Bi	1663	38	1663	5	1663	51
Al	1908	23	1908	23	1908	22
Cu	256	35	256	35	256	37
Ag	127	76	127	76	127	82
Te	1100	153	1100	42	1100	148
Fe	1500	353	1500	176	1500	370
Ni	2459	21	2459	9	2459	19
Sb	105	23	105	5	105	25
Cr	73	19	73	8	73	20
Sn	48	6	48	6	48	6
Mg	47	10	47	10	47	15

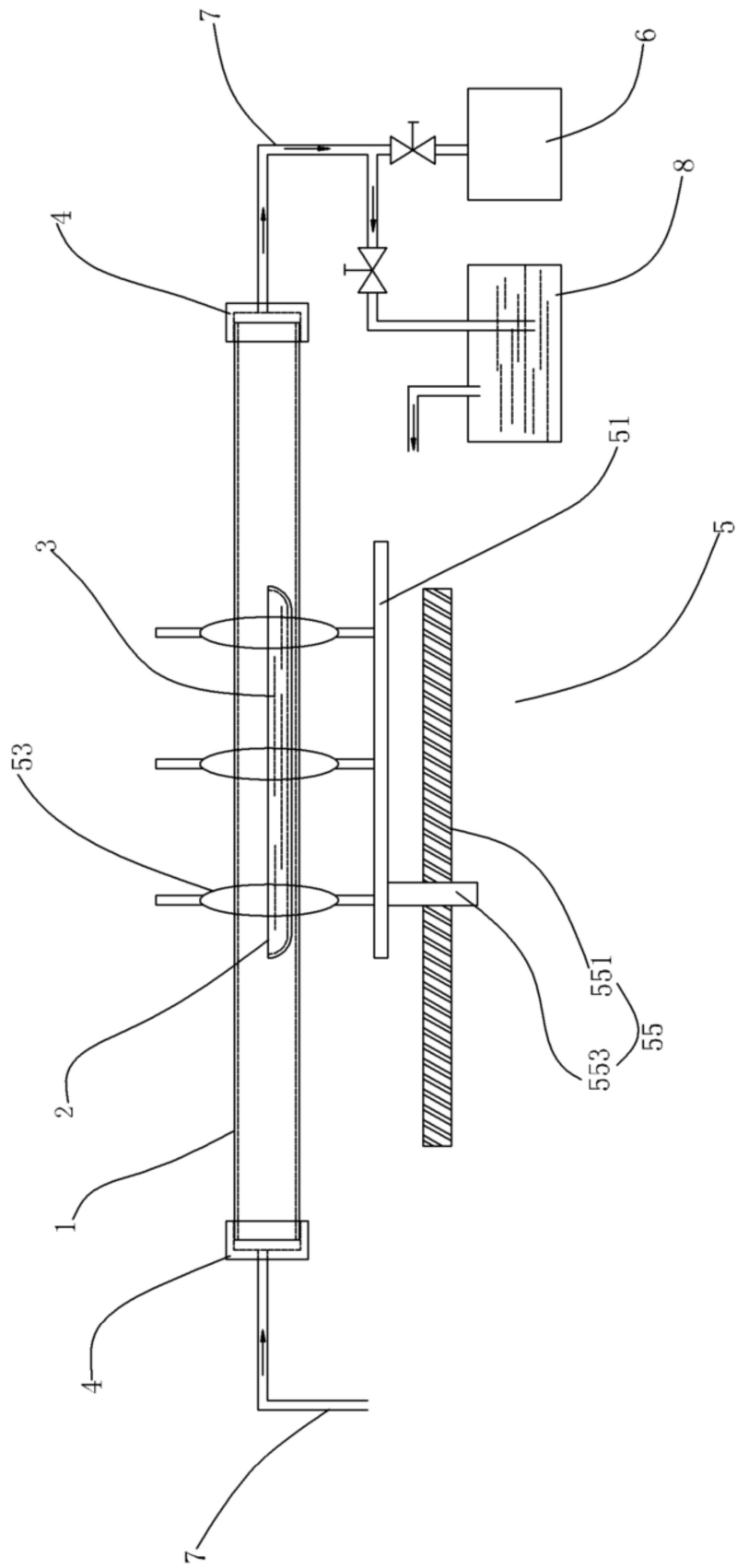


图 1