

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C22B 9/02 (2006.01)

C22B 19/12 (2006.01)

C22B 26/00 (2006.01)

C22B 59/00 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510105454.6

[43] 公开日 2006年3月1日

[11] 公开号 CN 1740352A

[22] 申请日 2005.9.28

[21] 申请号 200510105454.6

[71] 申请人 中国科学院物理研究所

地址 100080 北京市海淀区中关村南三街8号

[72] 发明人 杜小龙 袁洪涛 曾兆权 薛其坤

贾金锋 王喜娜 李含冬

[74] 专利代理机构 北京中创阳光知识产权代理有限公司

代理人 尹振启

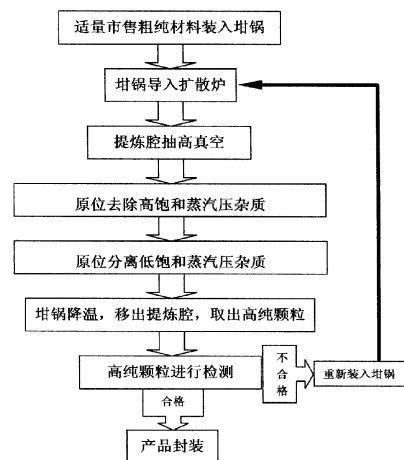
权利要求书1页 说明书9页 附图6页

[54] 发明名称

一种高纯材料的高真空原位两步精炼方法

[57] 摘要

本发明公开了一种高纯以及超高纯材料的高真空原位两步精炼方法，其特点是在高真空条件下利用双加热丝扩散炉独立加热坩锅的上部与下部，从而在不同阶段使坩锅形成上高下低或上低下高的温度分布，然后分两步加热坩锅分别有效去除高饱和蒸汽压杂质以及低饱和蒸汽压杂质，最终获得高纯材料的方法。整个生产过程与大气隔离，极大地减少了大气对原料的污染。该方法具有产品质量高、生产能力大、性能稳定、可靠以及对环境无污染等特点，适合于高纯以及超高纯材料的生产，特别是高活性高纯材料的制备。



一种高纯材料的高真空原位两步精炼方法

5 技术领域

本发明涉及一种生产高纯及超高纯材料的高真空原位精炼方法，特别是通过控制坩锅温度分布分两步去除高饱和蒸汽压杂质与低饱和蒸汽压杂质的方法，属于冶金和化工行业中高纯及超高纯材料冶炼领域。

10

背景技术

高纯材料如高纯金属、高纯非金属以及高纯无机化合物材料等在制备化合物半导体材料与器件以及航空、航天等领域有着广泛的应用，如
15 II-VI、III-V 族化合物半导体中使用的锌、镁、钙、铝、砷、磷等金属与非金属材料其纯度要求在 99.999% (5N) 以上，否则过多的杂质会严重影响半导体材料的结晶性以及光电特性，从而使器件性能大大下降。目前，高纯金属的生产多采用真空蒸馏方法或区域熔炼法等，如中国专利 98113973.6，200320115091.0，200320115092.5 以及外国专利
20 KR2004022842-A，RU2236476-C1，JP10121163-A 等报道的提炼方法，在金属处于高温时，其真空度一般在 10 帕到 0.01 帕之间，真空室中的剩余气体还相当多，这对于活泼金属的提炼相当有害；另外，在提炼高纯金属过程中，对不同杂质的分离与去除效果差别很大，缺乏同时高效去除高饱和蒸汽压和低饱和蒸汽压杂质的方法，因而影响总的提纯效果。
25 另外，对一些无机化合物材料多采用反应法制得，尚缺乏高效的提纯手段。

发明内容

本发明的目的是针对现有技术的不足而提供一种全新的高纯材料高
30 真空原位精炼方法，该方法不仅提纯效果好、质量稳定可靠、对环境友好，而且提炼技术具有重要的工业应用价值。

本发明的目的是通过如下的技术方案实现的：

- 1) 在高真空原位精炼装置中选用适合提纯材料的保护气体；
- 2) 高真空原位精炼装置中的坩锅分为上、下两部分，其位置分别对
35 应着扩散炉的上、下两加热丝，也就是让扩散炉的上部加热丝加热坩锅的上部、下部加热丝加热坩锅的下部，并将适量的粗纯材料装入坩锅，使之正好填满坩锅的下部；
- 3) 将装有待提纯材料的坩锅导入扩散炉中，密封提炼腔，然后抽高

真空，使提炼腔气压低于 $1.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$;

- 4) 单独控制扩散炉的双加热丝加热坩锅的上、下部并使上部温度高于下部温度，阶梯式加热坩锅至设定温度的最高点并保持若干时间，在这一过程中始终保持坩锅上部温度高于下部；上部高温的目的是让从原料中蒸发出来的高饱和蒸汽压杂质由坩锅盖的小孔中排出；
- 5) 降低坩锅上部的温度，同时升高坩锅下部的温度至设定温度的最高点并保持若干时间；在这一步中，提纯材料从下部蒸发，然后凝结在较冷的坩锅上部，形成高纯颗粒，而低饱和蒸汽压杂质残留在坩锅的底部，实现提纯材料与杂质的原位分离，上部低温的目的是让原料蒸汽在坩锅口附近快速凝结并堵住坩锅盖小孔；
- 6) 扩散炉停止加热，坩锅冷却到室温，并将坩锅从提炼腔中取出移至充满保护气体的透明密封箱中；打开坩锅盖，将结晶在坩锅上部的高纯颗粒取出；
- 7) 收集坩锅底部杂质，并对坩锅进行化学清洗，在彻底清除杂质后备用；
- 8) 对高纯颗粒进行取样、分检，对合格产品进行封装，对不合格产品则可按照步骤 1) 至 7) 重新进行提炼。

进一步地，所述高纯材料包括沸点低于 2100°C 的金属、非金属和化合物如锂、钠、钾、镁、钙、锶、钡、锌、镉、铊、铋、碲、砷、硒、溴化锂、碘化锂、氢氧化锂、溴化钠、氢氧化钠、氯化镁、氯化镁等。

本发明利用双加热丝扩散炉独立控制坩锅上部与下部的温度，在不同阶段形成上高下低和上低下高的温度分布，在高真空条件下两步法分别去除高饱和蒸汽压和低饱和蒸汽压杂质：第一步坩锅按照上高下低的温度分布分段升温去除高饱和蒸汽压杂质，第二步坩锅形成上低下高的温度分布，将下部温度升至最高点保持若干时间，让处于下部的原料蒸发，并在坩锅口附近温度较低的地方再结晶，将提纯材料与低饱和蒸汽压杂质分离，从而获得高纯材料。因此，本发明具有如下特点：

1、本发明采用高真空原位精炼装置通过密封箱与提炼腔的紧密连接完全与大气隔离，整个生产过程都在保护气体下进行，同时根据材料特点，可灵活选用保护气体，从而极大地减少了空气中多种成分对高纯材料的污染；

2、在提炼材料时，整个提炼腔保持高真空状态，背景真空在 1×10^{-4} 帕以下，从而有效地减少了提炼时处于高温的高纯材料与残余气体的反应与复合，大大地减少了气体对材料的影响，特别适合活泼材料的提纯；

3、通过双加热丝扩散炉上、下部加热丝单独加热坩锅的上、下部，可在不同阶段形成上高下低和上低下高的温度分布，在高真空条件下两

步法分别去除高饱和蒸汽压和低饱和蒸汽压杂质。因此，本方法对多种杂质去除效率高，特别适合高纯及超高纯材料的提炼要求；

4、生产时，工作人员与提炼材料完全隔离，劳动条件好；提炼时产生的有毒蒸汽可冷凝、收集，因此可妥善处理，不污染环境；

5 5、本高真空原位精炼方法操作简单、便利，产品质量稳定。

附图说明

图1为本发明高纯材料的高真空原位两步精炼方法的工艺流程图。

10 图2为本发明所用坩锅结构示意图。

34 坩锅上部，35 坩锅下部，36 坩锅盖侧面与正面，37 坩锅挂钩。

图3是本发明高纯材料的高真空原位精炼方法的设备原理图。

1 提炼腔，2 真空系统，3 特制扩散炉，4 特制坩锅，5 进料取料系统，6 保护气体装置，7 温控器，8 提炼腔上部，9 提炼腔下部，10 闸板阀，11 透
15 明密封腔，12 分子泵，13 前级泵，14 离子泵，15 离子规或复合规，16 电阻规，17 保护气瓶，18 冷凝挡板。

图4是本发明所用扩散炉结构示意图。

19 炉体外壳，20 防辐射金属圆筒，21 PBN 绝缘支架，22 上部加热
20 27 真空法兰，28 热偶接头，29 电源接头。

图5 a、b 分别为本发明实施例一提炼高纯金属镁前后的实物照片。

30 提炼前纯度为 99.95% 的镁粒，31 提炼后得到的纯度大于 99.999% 的再结晶镁粒团簇。

图6a、b 分别为本发明实施例二提炼高纯金属钙前后的实物照片。

25 32 提炼前纯度为 99.5% 的钙粒，33 提炼后得到的纯度大于 99.999% 的再结晶钙粒。

具体实施方式

30 下面结合附图对本发明进行详细说明，但不能理解为对本发明保护范围的限制。

实施例一 高纯金属镁的高真空原位两步精炼方法

如图1所示的本发明的工艺流程图，利用高真空原位两步精炼方法提炼高纯金属镁的具体步骤如下：

- 35 1) 在高真空原位精炼装置中选用高纯氩气作为提纯金属镁的保护气体；
- 2) 如图4所示的坩锅分为上、下两部分34、35，其位置分别对应着

如图 4 所示的扩散炉的上、下两加热丝 22、23，也就是让扩散炉的上部加热丝 22 加热坩锅的上部 34，下部加热丝 23 加热坩锅的下部 35，并将适量的粗纯金属镁(99.95%)装入坩锅，使之正好填满坩锅的下部 35；

- 5 3) 将装有粗纯金属镁的坩锅导入扩散炉中，密封提炼腔，然后抽高真空，使提炼腔气压小于 1.0×10^{-4} Pa；
- 10 4) 独立加热扩散炉的双加热丝 22、23，通过热偶控制坩锅的上、下部 34、35 温度，使之呈现上高下低的温度分布，坩锅上部 34 温度高于下部 35 温度 50~100 度；加热坩锅阶梯式升温、保温直至设定温度的最高点并保持若干时间；具体的升温步骤是（1）坩锅下部室温，坩锅上部 80℃，保持 5 分钟；（2）下部 200℃室温，上部 280℃，保持 10 分钟，（3）下部 400℃室温，上部 480℃，保持 10 分钟；（4）下部 500℃室温，上部 580℃，保持 10 分钟；（5）下部 600℃室温，上部 680℃，保持 10 分钟；（6）下部 660℃室温，上部 710℃，保持 20 分钟；在上述升温过程中，第（1）~（5）步升温速率为 5~20 度/分，第（6）步为 2~5 度/分。在这一阶段的升温过程中，始终保持坩锅上部 34 温度高于下部。上部 34 高温的目的是让从粗纯金属镁中蒸发出来的高饱和蒸汽压杂质由坩锅盖 36 的小孔中排出。为了让粗纯镁粒中的高饱和蒸汽压杂质充分蒸发、排出，第（6）步的坩锅下部温度设定在镁的熔点 650℃以上，其目的是让镁粒熔化，使位于镁粒里面的杂质可迅速蒸发出来，通过坩锅盖 36 中的小孔排出，从而提高去除高饱和蒸汽压杂质的效率；
- 15 5) 在 10 分钟时间内逐渐降低扩散炉上部加热丝 22 的功率为零，从而降低坩锅上部的温度，同时升高坩锅下部 35 的温度至 680℃，并保持 3 个小时。在这一阶段中，金属镁从下部蒸发，然后凝结在较冷的坩锅上部 34，形成高纯镁粒。而低饱和蒸汽压杂质残留在坩锅的底部，实现金属镁与杂质的原位分离。坩锅上部 34 低温的目的是让金属镁蒸汽在坩锅口附近快速凝结并堵住坩锅盖 36 小孔；
- 20 6) 在 30 分钟时间内逐渐降低扩散炉下部加热丝 23 的功率为零，然后让坩锅冷却到室温，将坩锅从提炼腔中取出移至充满高纯氩气的透明密封箱中；打开坩锅盖 36，将结晶在坩锅上部 34 的高纯镁粒取出；
- 25 7) 收集坩锅底部杂质，并对坩锅进行化学清洗，在彻底清除杂质后备用；
- 30 8) 对高纯镁粒进行取样、分检，对合格产品进行封装，对不合格产

品则可按照步骤 1) 至 7) 重新进行提炼。

如图 4 所示为坩锅的结构示意图, 坩锅分为上部 34 与下部 35 两部分, 其口上有一个坩锅盖 36, 可与坩锅紧密接合, 坩锅盖上有均匀分布的孔径为 1mm 左右的小孔用来排出高饱和蒸汽压杂质。在坩锅中装上适
5 量的原料, 使之正好填满坩锅下部 35。坩锅上部 34 有挂钩 37, 用来送
取坩锅。坩锅主体采用高纯 PBN、高纯石英或高纯陶瓷等材料制成, 坩
锅盖 36、挂钩 37 采用高纯难熔材料如高纯钽、铌、钼、PBN、石英、高
纯刚玉陶瓷等制成, 从而确保被提炼原材料在高温下无污染。

如图3所示为本发明高纯金属钙的高真空原位精炼设备的结构示意
10 图, 该设备包括提炼腔1, 真空系统2, 特制扩散炉3, 特制坩锅4, 进料
取料系统5, 保护气体装置6, 温控器7, 透明密封腔11, 分子泵12, 前级
泵13, 离子泵14, 离子规或复合规15, 电阻规16, 保护气瓶17, 冷凝挡
板18。其中, 提炼腔1由提炼腔上部8和提炼腔下部9两部分组成, 它们通
过闸板阀10连接。

15 如图 4 所示为提炼高纯材料的扩散炉结构示意图, 在 PBN 绝缘支架
21 上绕有上、下两层独立加热丝, 即上部加热丝 22 和下部加热丝 23,
其位置正好对应着坩锅的上部 34 与下部 35, 可实现对坩锅上、下部 34、
35 温度的独立控制, 在不同阶段形成上高下低和上低下高的温度分布。
如图 4 所示, 炉子的其他部分为炉体外壳 19, 防辐射金属圆筒 20, PBN
20 绝缘支架 21, 上部加热丝 22, 下部加热丝 23, 上部热偶 24, 下部热偶
25, 多层防辐射金属片 26, 真空法兰 27, 热偶接头 28, 电源接头 29;
其中炉体外壳 19、防辐射金属片 26、加热丝 22、23 均为高纯难熔材料
如不低于 99.99% 的高纯钽、铌、钼等, 确保被提炼原材料在高温下无污
染。

25 在高真空条件下两步法提炼材料的优点是可以分别去除高饱和蒸汽
压和低饱和蒸汽压杂质。第一步坩锅按照上高下低的温度分布分段升温
去除高饱和蒸汽压杂质; 高饱和蒸汽压杂质从原料中蒸发然后从坩锅盖
的小孔中排出; 坩锅上部温度高的目的是阻止杂质蒸汽在上部凝结。第
二步坩锅形成上低下高的温度分布, 将下部温度升至最高点保持若干时
30 间, 让处于下部的原料蒸发, 并在坩锅口附近温度较低的地方再结晶,
将提纯材料与低饱和蒸汽压杂质分离, 达到提炼高纯材料的目的。

如图 5a、b 所示为应用本发明实施例一提炼高纯镁前后的实物照片。
提炼前的镁粒 30 为市售 99.95% 金属镁, 利用本发明提炼后, 在坩锅口
附近获得了再结晶的镁粒团簇 31。对于一次提纯的镁粒可进行二次、三
35 次或多次提纯, 以获得超高纯金属镁。我们利用感应耦合等离子体发射
光谱仪对提炼前、一次提炼以及二次提炼后的金属镁所包含的杂质进行
了测试, 其结果如表 1 所示; 结果表明利用本发明高真空原位两步精炼

方法一次提炼后金属镁的纯度达到 99.995% 以上，而二次提炼后的纯度达到 99.9992% 以上，完全满足半导体、航空、航天等行业对金属镁纯度的苛刻要求，具有很大的经济效益与社会效益。

- 5 表 1 为本发明一次提炼、二次提炼所得高纯镁的纯度以及所含主要杂质与提炼前的分析比较

| 提炼次数 | 金属镁中主要杂质的含量 (ppm) | | | 镁的纯度 (%) |
|------|-------------------|--------|--------|-----------|
| | 锌 (Zn) | 硅 (Si) | 铁 (Fe) | 镁 (Mg) |
| 未提炼 | 53 | 47 | 35 | 99.95% |
| 一次提炼 | 0.9 | 8.2 | 1.4 | ≥99.995% |
| 二次提炼 | 0.2 | 1.9 | 0.2 | ≥99.9992% |

实施例二 高纯金属钙的高真空原位两步精炼方法

- 10 如图 1 所示的本发明的工艺流程图，利用高真空原位两步精炼方法提炼高纯金属钙的具体步骤如下：

- 1) 在高真空原位精炼装置中选用高纯氩气作为提纯金属钙的保护气体；
- 15 2) 如图 4 所示的坩锅分为上、下两部分 34、35，其位置分别对应着如图 4 所示的扩散炉的上、下两加热丝 22、23，也就是让扩散炉的上部加热丝 22 加热坩锅的上部 34，下部加热丝 23 加热坩锅的下部 35，并将适量的粗纯金属钙(99.5%)装入坩锅，使之正好填满坩锅的下部 35；
- 20 3) 将装有粗纯金属钙的坩锅导入扩散炉中，密封提炼腔，然后抽高真空，使提炼腔气压小于 1.0×10^{-4} Pa；
- 25 4) 独立加热扩散炉的双加热丝 22、23，通过热偶控制坩锅的上、下部 34、35 温度，使之呈现上高下低的温度分布，坩锅上部 34 温度高于下部 35 温度 20~100 度；加热坩锅阶梯式升温保温直至设定温度的最高点并保持若干时间；具体的升温步骤是 (1) 坩锅下部室温，坩锅上部 80℃，保持 5 分钟；(2) 下部 200℃室温，上部 280℃，保持 10 分钟，(3) 下部 500℃室温，上部 580℃，保持 10 分钟；(4) 下部 650℃室温，上部 720℃，保持 10 分钟；(5) 下部 800℃室温，上部 850℃，保持 10 分钟；(6) 下部 850℃室温，上部 880℃，保持 10 分钟；在上述升温过程中，第 (1) ~ (5) 步
- 30 升温速率为 5 度/分，第 (6) 步为 2 度/分。在这一阶段的升温过程中，始终保持坩锅上部温度高于下部。上部高温的目的是让从粗纯金属钙中蒸发出来的高饱和杂质由坩锅盖的小孔中排出。为

为了让粗纯钙粒中的高饱和蒸汽压杂质充分蒸发、排出，第(6)步的坩锅下部温度设定在钙的熔点 842℃以上，其目的是让钙粒熔化，使位于钙粒里面的杂质可迅速蒸发出来，通过坩锅盖中的小孔排出，从而提高去除高饱和蒸汽压杂质的效率。

- 5 5) 在 15 分钟时间内逐渐降低扩散炉上部加热丝 22 的功率为零，从而降低坩锅上部的温度，同时升高坩锅下部 35 的温度至 860℃，并保持 3 个小时。在这一阶段中，金属钙从下部蒸发，然后凝结在较冷的坩锅上部 34，形成高纯钙粒。而低饱和蒸汽压杂质残留在坩锅的底部，实现金属钙与杂质的原位分离。坩锅上部 34 低温的目的
- 10 的目的是让金属钙蒸汽在坩锅口附近快速凝结并堵住坩锅盖 36 小孔；
- 6) 在 30 分钟时间内逐渐降低扩散炉下部加热丝 23 的功率为零，然后让坩锅冷却到室温，将坩锅从提炼腔中取出移至充满高纯氩气的透明密封箱中；打开坩锅盖 36，将结晶在坩锅上部 34 的高纯钙粒取出；
- 15 7) 收集坩锅底部杂质，并对坩锅进行化学清洗，在彻底清除杂质后备用；
- 8) 对高纯钙粒进行取样、分检，对合格产品进行封装，对不合格产品则可按照步骤 1) 至 7) 重新进行提炼。

20

II 族元素钙与镁都属活泼金属，具有许多相似的性质，因此利用本发明提炼高纯镁、钙的工艺步骤相仿，不同之处在于钙的熔点比镁高，同时其饱和蒸汽压在相同温度下比镁低，因此在上述步骤 4) 与 5) 中的各段提炼温度也比提炼镁时要高，但提纯效果非常接近，说明本发明非常

25

适合活泼金属的提纯。

图 6a、b 所示的是本发明实施例二提炼金属钙前后的实物照片。提炼前的钙屑 32 为市售 99.5% 金属钙，利用本发明方法提炼后，在坩锅口附近获得了再结晶的金属钙粒 33。我们利用感应耦合等离子体发射光谱仪对提炼前、一次提炼以及二次提炼后的金属钙所包含的主要杂质进行了测试，其结果如表 2 所示；结果表明利用本发明高真空原位两步精炼方法一次提炼后金属钙的纯度达到 99.99% 以上，而二次提炼后的纯度达到 99.999% 以上，完全满足半导体材料与器件、航空和航天等尖端行业的需求，具有很大的经济效益与社会效益。

30

35

表2为本发明一次提炼、二次提炼所得高纯钙的纯度以及所含主要杂质与提炼前的分析比较

| 提炼次数 | 金属钙中主要杂质的含量 (ppm) | | | 钙的纯度 (%) |
|------|-------------------|--------|--------|----------|
| | 镁 (Mg) | 硅 (Si) | 铜 (Cu) | 钙 (Ca) |
| 未提炼 | 530 | 247 | 335 | 99.5% |
| 一次提炼 | 2.9 | 17 | 4.4 | ≥99.99% |
| 二次提炼 | 0.6 | 2.7 | 0.2 | ≥99.999% |

实施例三 高纯氢氧化钠的高真空原位两步精炼方法

如图 1 所示的本发明的工艺流程图，利用高真空原位两步精炼方法提炼高纯氢氧化钠的具体步骤如下：

- 5 1) 在高真空原位精炼装置中选用高纯氩气作为提纯氢氧化钠的保护气体；
- 2) 如图 4 所示的坩锅分为上、下两部分 34、35，其位置分别对应着如图 4 所示的扩散炉的上、下两加热丝 22、23，也就是让扩散炉的上部加热丝 22 加热坩锅的上部 34，下部加热丝 23 加热坩锅的下部 35，并将适量的粗纯氢氧化钠(97%)装入坩锅，使之正好填满坩锅的下部 35；
- 10 3) 将装有粗纯氢氧化钠的坩锅导入扩散炉中，密封提炼腔，然后抽高真空，使提炼腔气压小于 $1.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$ ；
- 4) 独立加热扩散炉的双加热丝 22、23，通过热偶控制坩锅的上、下部 34、35 温度，使之呈现上高下低的温度分布，坩锅上部 34 温度高于下部 35 温度 20~100 度；加热坩锅阶梯式升温保温直至设定温度的最高点并保持若干时间；具体的升温步骤是（1）坩锅下部室温，坩锅上部 80℃，保持 5 分钟；（2）下部 300℃室温，上部 350℃，保持 10 分钟；（3）下部 330℃室温，上部 360℃，保持 10 分钟；（4）下部 780℃室温，上部 800℃，保持 20 分钟；在上述升温过程中，第（1）~（2）步升温速率为 3 度/分，第（3）步为 1 度/分，第（4）步为 3 度/分，在这一阶段的升温过程中，始终保持坩锅上部温度高于下部。上部高温的目的是让从粗纯氢氧化钠中蒸发出来的高饱和杂质由坩锅盖的小孔中排出。由于氢氧化钠的熔点是 318℃，在这个温度，与残余水结合而形成的一水氢氧化钠就会分解并迅速蒸发出来，在这个温度需要缓慢升温，因此，上述第 3 步采用 1 度/分的升温速率。粗纯氢氧化钠颗粒在第三步熔化后，里面的水汽与其他高饱和蒸汽压杂质充分蒸发、排出。粗纯氢氧化钠中的主要杂质碳酸钠在 400℃时开始有二氧化碳分解出来，因此在上述第（4）步中，坩锅下部温度设定在该温度以上，其目的是让碳酸钠分解成二氧化碳并快速蒸发。
- 15 20 25 30
- 5) 在 15 分钟时间内逐渐降低扩散炉上部加热丝 22 的功率为零，从

- 而降低坩锅上部的温度，同时升高坩锅下部 35 的温度至 790℃，并保持 4 个小时。在这一阶段中，氢氧化钠从下部蒸发，然后凝结在较冷的坩锅上部 34，形成高纯氢氧化钠粒。而低饱和蒸汽压杂质残留在坩锅的底部，实现氢氧化钠与杂质的原位分离。坩锅上部 34 低温的目的是让氢氧化钠蒸汽在坩锅口附近快速凝结并堵住坩锅盖 36 小孔；
- 5 6) 在 30 分钟时间内逐渐降低扩散炉下部加热丝 23 的功率为零，然后让坩锅冷却到室温，将坩锅从提炼腔中取出移至充满高纯氩气的透明密封箱中；打开坩锅盖 36，将结晶在坩锅上部 34 的高纯氢氧化钠粒取出；
- 10 7) 收集坩锅底部杂质，并对坩锅进行化学清洗，在彻底清除杂质后备用；
- 8) 对高纯氢氧化钠粒进行取样、分检，对合格产品进行封装，对不合格产品则可按照步骤 1) 至 7) 重新进行提炼。

15 我们利用感应耦合等离子体发射光谱仪对提炼前、一次提炼以及二次提炼后的氢氧化钠所包含的主要杂质进行了测试，其结果如表 3 所示；结果表明利用本发明高真空原位两步精炼方法一次提炼后氢氧化钠的纯度达到 99.5% 以上，而二次提炼后的纯度达到 99.95% 以上，因此利用本

20 发明提纯氢氧化钠具有很好的效果。

表3为本发明一次提炼、二次提炼所得氢氧化钠的纯度以及所含主要杂质与提炼前的分析比较

| 提炼次数 | 氢氧化钠中主要杂质的含量 | | | 氢氧化钠的纯度 |
|------|--------------|--------|---------|----------|
| | 碳 (C) | 钾 (K) | 银 (Ag) | NaOH (%) |
| 未提炼 | 0.21% | 0.02% | 0.002% | 97% |
| 一次提炼 | 0.02% | 0.003% | 0.0005% | ≥99.5% |
| 二次提炼 | 30ppm | 4ppm | 1ppm | ≥99.95% |

25 本发明同样可以应用于除镁、钙和氢氧化钠以外的沸点低于 2100℃ 的金属、非金属和化合物，如锂、钠、钾、铯、钡、锌、镉、铟、镱、铊、铋、碲、砷、硒、溴化锂、碘化锂、氢氧化锂、溴化钠、氯化镁、氯化钠等。

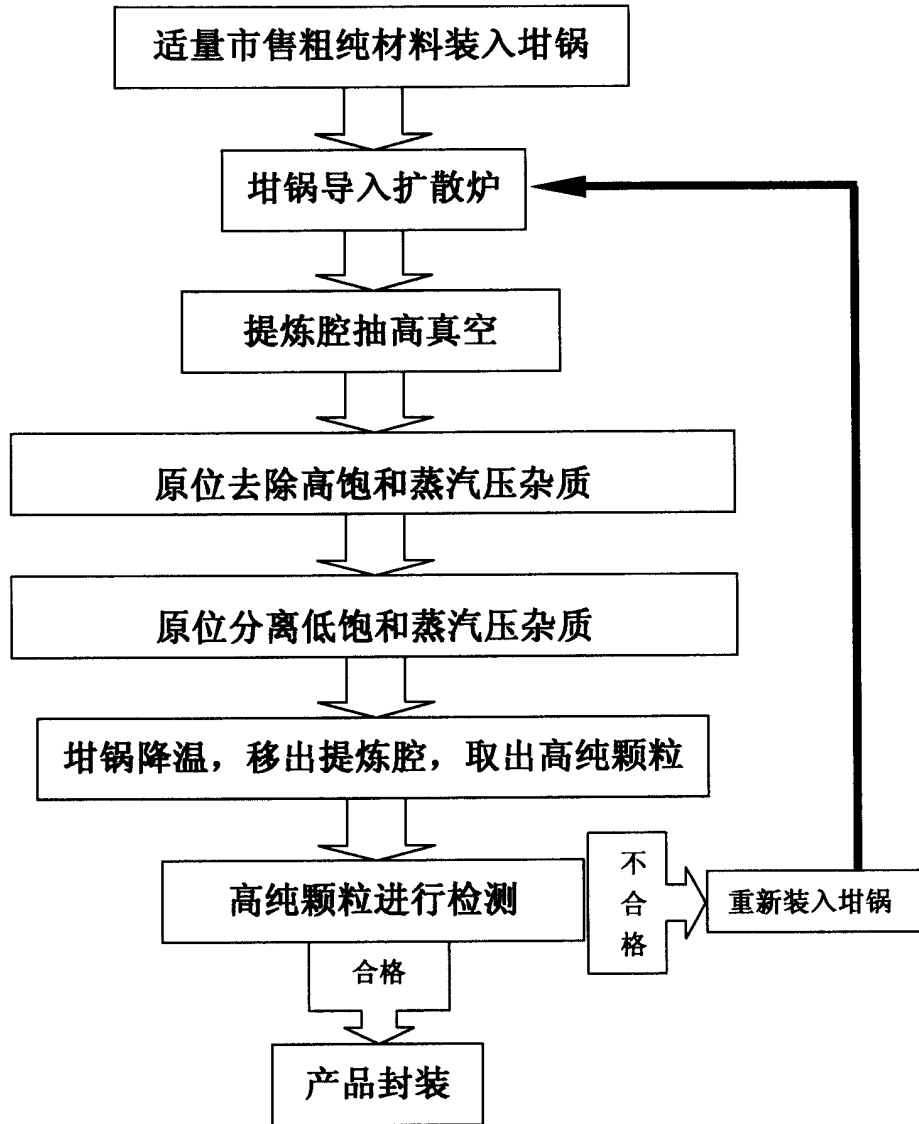


图 1

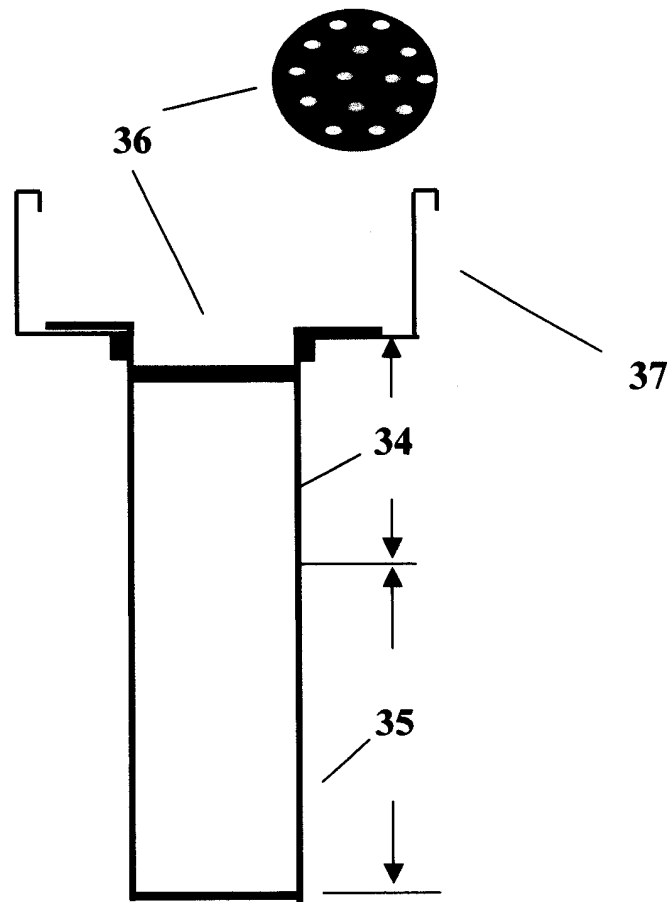


图 2

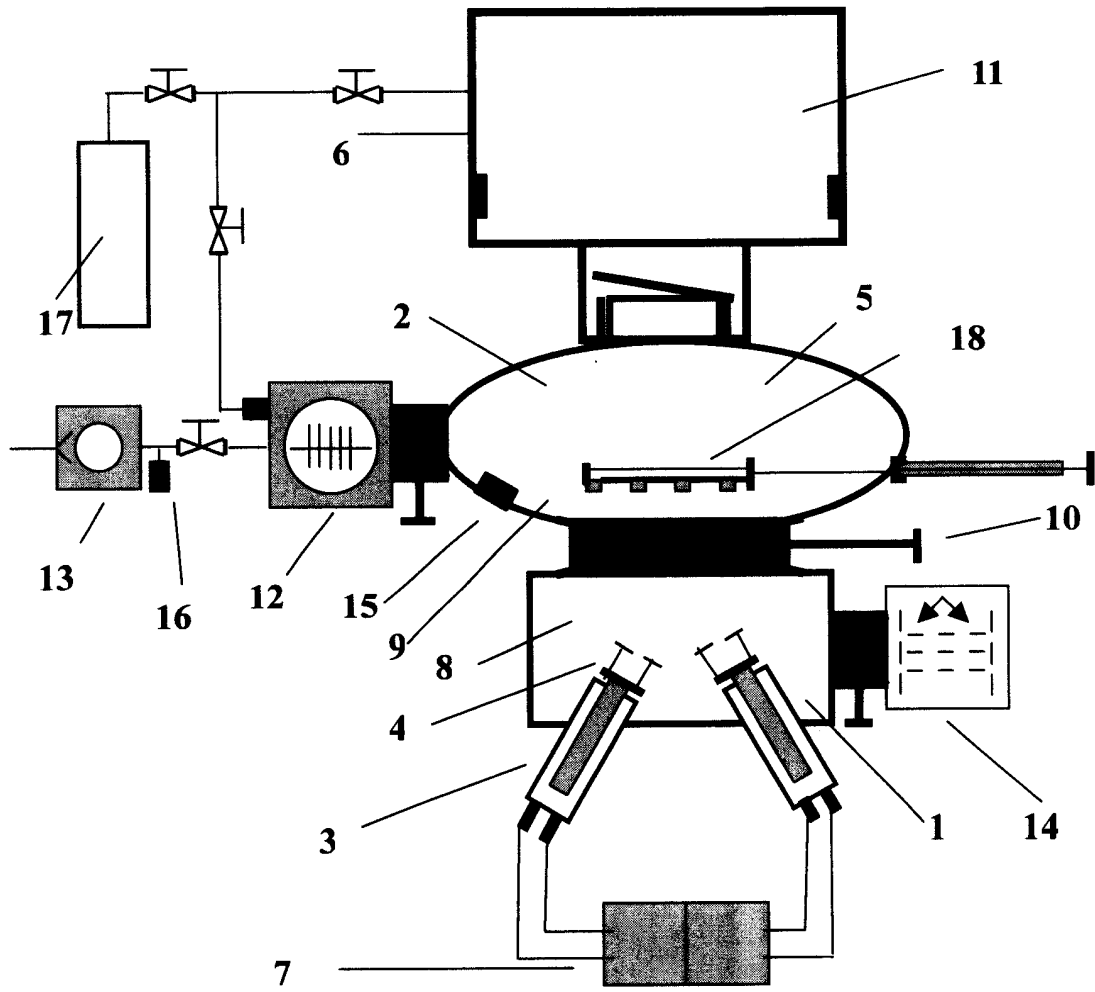


图 3

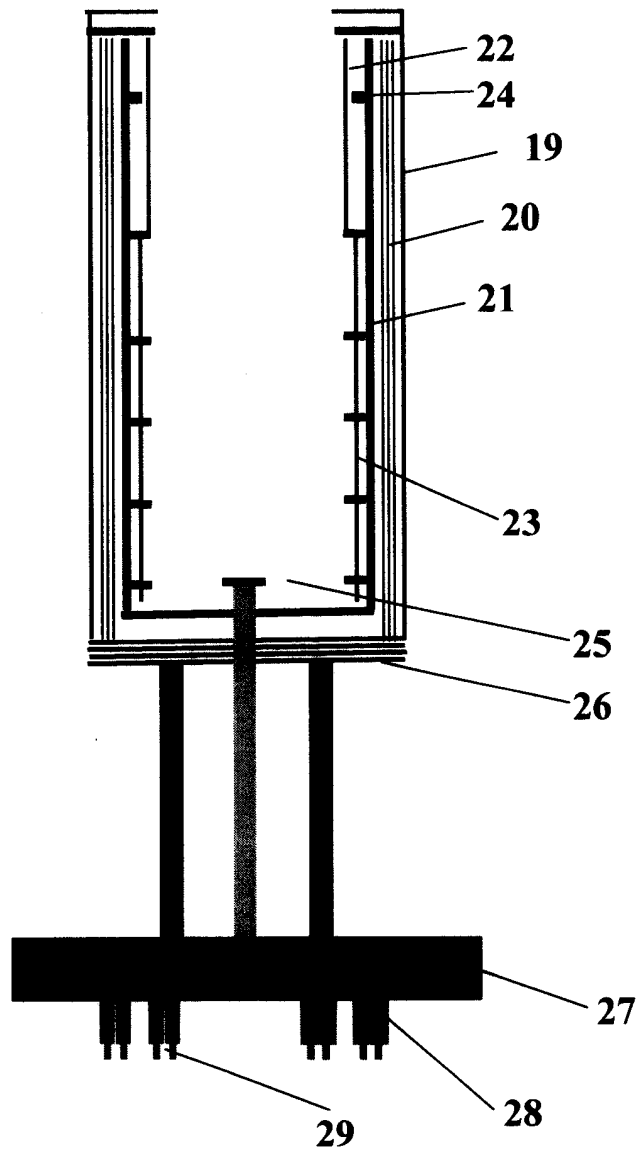


图 4

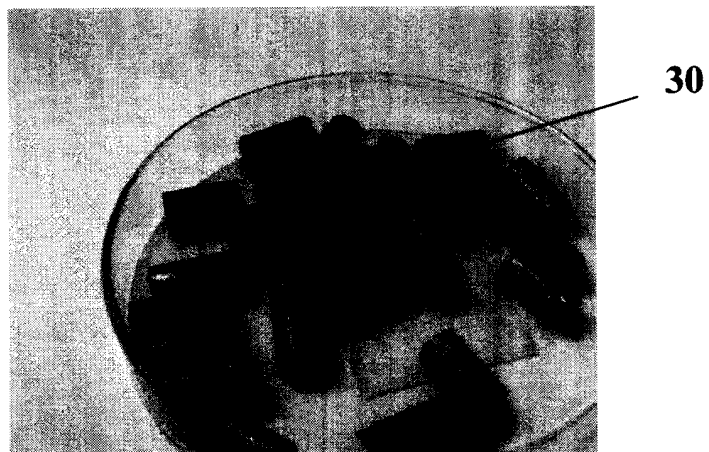


图 5a

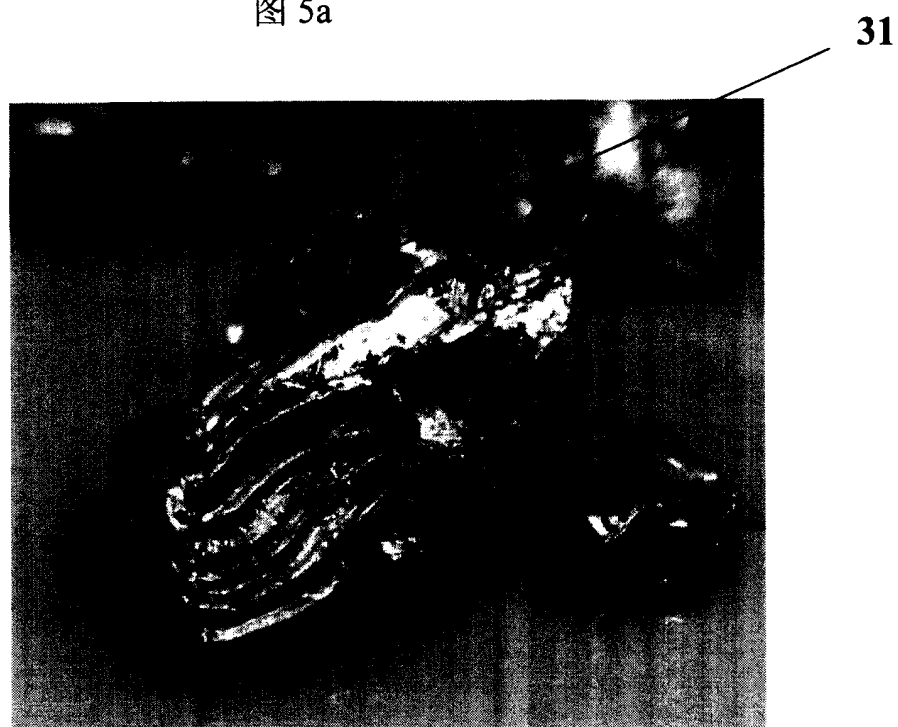


图 5b

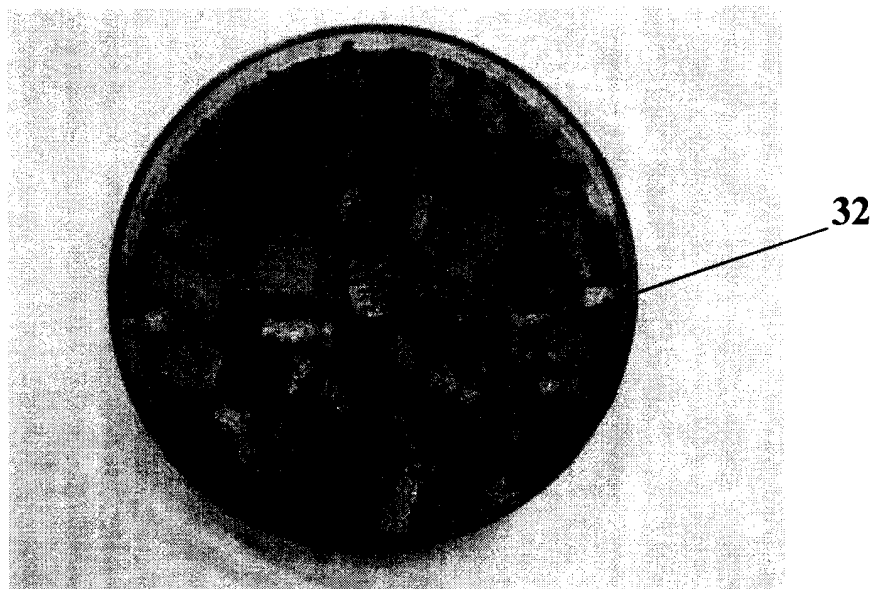


图 6a

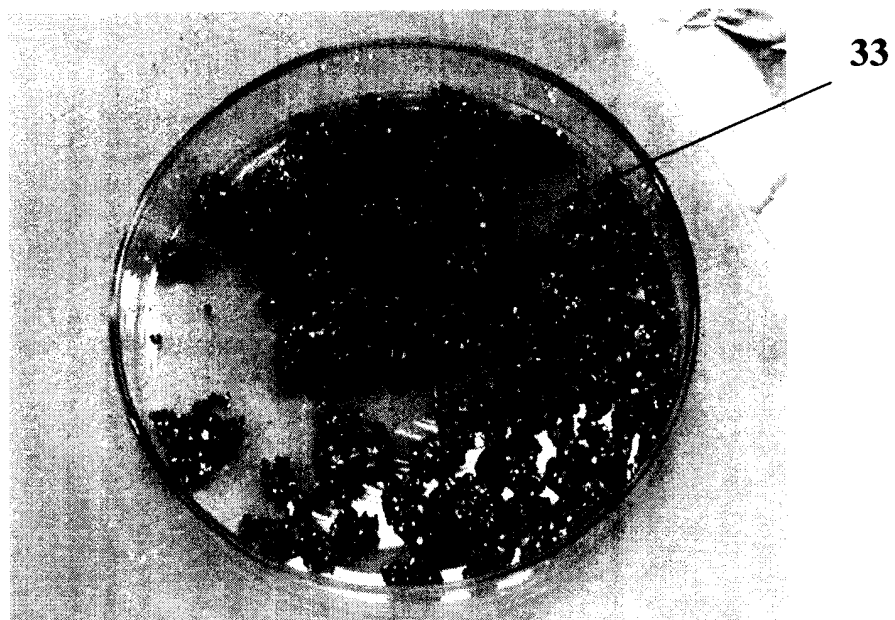


图 6b