

Технологии получения современных материалов

УДК 621.039.3

Технологический комплекс для лазерного разделения изотопов углерода

**Г. А. Баранов, А. В. Астахов, А. К. Зинченко, А. А. Кучинский,
Ю. И. Шевченко, Е. Н. Соколов, А. К. Калитиевский, О. Н. Годисов,
С. В. Федичев, В. Ю. Баранов, А. П. Дядькин, Е. А. Рябов**

ГЕННАДИЙ АЛЕКСЕЕВИЧ БАРАНОВ — доктор технических наук, профессор, директор НТЦ «Лазерная техника и технология» НИИ электрофизической аппаратуры (НИИЭФА) им. Д.В. Ефремова. Область научных интересов: лазерная техника, газодинамика.

АНАТОЛИЙ ВЕНИАМИНОВИЧ АСТАХОВ — кандидат технических наук, заместитель директора НТЦ «Лазерная техника и технология» НИИЭФА им. Д.В. Ефремова. Область научных интересов: электроразрядные газовые лазеры, лазерные технологии.

АЛЕКСАНДР КИРИЛЛОВИЧ ЗИНЧЕНКО — кандидат физико-математических наук, начальник лаборатории НТЦ «Лазерная техника и технология» НИИЭФА им. Д.В. Ефремова. Область научных интересов: оптика лазеров, фокусирующие системы.

АЛЕКСАНДР АНАТОЛЬЕВИЧ КУЧИНСКИЙ — кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник НТЦ «Лазерная техника и технология» НИИЭФА им. Д.В. Ефремова. Область научных интересов: физика низкотемпературной плазмы, импульсно-периодические CO₂-лазеры.

ЮРИЙ ИВАНОВИЧ ШЕВЧЕНКО — начальник лаборатории НТЦ «Лазерная техника и технология» НИИЭФА им. Д.В. Ефремова. Область научных интересов: электроразрядные газовые лазеры, лазерные технологии.

196641 Санкт-Петербург, Металлострой, промзона «Металлострой», Дорога на Металлострой, д. 3, тел. (812)464-44-58, (812)464-81-31, факс (812)464-46-53, E-mail gennady@mail.rcom.ru

ЕВГЕНИЙ НИКОЛАЕВИЧ СОКОЛОВ — кандидат технических наук, директор ЦКБМ. Область научных интересов: ядерная энергетика. E-mail ckbm@comset.net

АЛЕКСЕЙ КИРИЛЛОВИЧ КАЛИТИЕВСКИЙ — доктор технических наук, директор НТЦ «Центротех-ЭХЗ» ГУП ПО «Электрохимический завод». Область научных интересов: центробежное разделение изотопов.

ОЛЕГ НИКЛЕНОВИЧ ГОДИСОВ — доктор технических наук, главный специалист НТЦ «Центротех-ЭХЗ» ГУП ПО «Электрохимический завод». Область научных интересов: центробежное разделение изотопов.

СЕРГЕЙ ВИКТОРОВИЧ ФЕДИЧЕВ — кандидат технических наук, ведущий инженер НТЦ «Центротех-ЭХЗ» ГУП ПО «Электрохимический завод». Область научных интересов: физическая химия. E-mail sep-tech@online.ru

ВЛАДИМИР ЮРЬЕВИЧ БАРАНОВ — доктор физико-математических наук, член-корреспондент РАН, директор Института молекулярной физики, РИЦ «Курчатовский институт». Область научных интересов: физика низкотемпературной плазмы, взаимодействие лазерного излучения с веществом, лазерный термоядерный синтез, лазерное разделение изотопов. E-mail baranov@imph.kiae.ru

АЛЕКСАНДР ПЕТРОВИЧ ДЯДЬКИН — кандидат физико-математических наук, начальник лаборатории Троицкого института инновационных и термоядерных исследований (ТРИНИТИ). Область научных интересов: лазерная физика, нелинейная оптика, взаимодействие лазерного излучения с веществом. E-mail dyadkin@triniti.ru

ЕВГЕНИЙ АРТУРОВИЧ РЯБОВ — доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией Института спектроскопии РАН (г. Троицк). Область научных интересов: лазерная спектроскопия молекул. E-mail ryabov@isan.troitsk.ru

В настоящее время существует большая потребность в изотопах элементов средних масс, в частности, в изотопах углерода и кислорода. Стабильные изотопы этих элементов широко используются в качестве меток в химии, биологии, физиологии, биохимии и медицине для изучения механизма образования химических соединений, процессов обмена веществ в живых организмах, механизма молекулярной наследственности и т.п.

За последние 20 лет в США, Англии и странах СНГ были созданы промышленные установки для получения высококонцентрированного изотопа ^{13}C методом низкотемпературной ректификации CO . Однако стоимость изотопных продуктов, получаемых этим методом, очень высока, что сдерживает во многих случаях их использование.

Производство высокообогащенного изотопа углерода ^{13}C (более 99%) из природного материала требует переработки больших количеств сырья, так как содержание изотопа в природном сырье составляет $\approx 1,1\%$. Для получения 1 кг высокообогащенного продукта ^{13}C нужно переработать 100—120 кг углерода природного состава, при этом необходимо добиться повышения концентрации ^{13}C по сравнению с природной в 9500—20000 раз.

Для промышленной реализации процесса обогащения углеродного сырья принципиально возможно использование химической, лазерной и центробежной технологий получения изотопа ^{13}C .

Химическая и центробежная технологии достаточно экономичны при переработке больших количеств исходного сырья, но что касается получения продукта высокой степени обогащения, то аппаратное обеспечение процесса и создание нужного режима вызывают определенные трудности. В частности, технология химического обогащения, основанная на низкотемпературной ректификации, имеет малый единичный разделительный коэффициент, поэтому высота разделительной колонны для получения изотопа ^{13}C с содержанием не менее 99,0% должна быть 45—50 м, а время выхода на стационарный режим не менее 10 месяцев. Кроме того, проведение процесса разделения требует поддержания градиента температуры вдоль колонны с точностью не менее $0,01\text{—}0,1\text{ }^\circ\text{C}/\text{м}$ на криогенном уровне температур.

Центробежная технология обеспечивает высокий единичный коэффициент обогащения, время выхода разделительной установки на стационарный режим составляет не более двух суток. Кроме того, практически отсутствуют потери ценного изотопа при обогащении. Однако для переработки больших количеств исходного сырья с начальным низким содержанием целевого изотопа ^{13}C требуются установки большого объема, что повышает стоимость оборудования.

Более привлекательным представляется лазерное разделение изотопов, эффективность которого обусловлена исключительно высокой селективностью лазерного возбуждения молекул [1]. Одним из наиболее эффективных методов лазерного разделения изотопов является метод инфракрасной многофотонной диссоциации молекул (метод разработан и реализован на лабораторных установках в Институте спектроскопии РАН). Для изотопического обогащения углерода, в частности, было предложено использовать реакцию многофотонной диссоциации молекул фреона-22 (CF_2HCl) при воздействии импульсно-периодического CO_2 -

лазера. В области генерации CO_2 -лазера (9 мкм) молекулы CF_2HCl имеют полосы поглощения симметричного и антисимметричного валентных колебаний связи CF_2 . Под действием импульсного лазерного излучения молекулы фреона, содержащие изотоп ^{13}C , резонансно возбуждаются и диссоциируют с образованием тетрафторэтилена и хлористого водорода. Для улучшения параметров процесса к фреону добавляется буферный газ — азот.

Данный процесс имеет ряд достоинств, обеспечивающих успешную реализацию его в промышленных масштабах. Во-первых, сырье (фреон-22) производится в больших количествах и стоит относительно дешево. После извлечения из него молекул изотопа ^{13}C фреон может быть возвращен обратно производителем. Во-вторых, CO_2 -лазер — наиболее мощный и пригодный для промышленного использования, выбранная для резонансного возбуждения молекул фреона линия $9\text{P}(20)$ является одной из самых интенсивных в спектре генерации CO_2 -лазера. Получающийся в результате диссоциации тетрафторэтилен достаточно устойчив и пригоден для последующей переработки. И, наконец, в технологическом отношении важно, что параметры элементарного акта разделения рассматриваемого процесса достаточно высоки.

В предварительных экспериментах, проведенных в Институте спектроскопии и ТРИНИТИ [2] на модельных установках, определены зависимости основных характеристик реакции многофотонной диссоциации от плотности энергии лазерного излучения. Длительность импульса должна быть такова, чтобы кванты излучения поглощались за время меньшее времени межмолекулярных столкновений. Для технологически приемлемых давлений фреона (20 мм рт.ст и более) длительность импульса излучения должна быть не более 0,5 мкс. Процесс многофотонной диссоциации имеет пороговый характер, он начинается при плотности энергии, превышающей $3\text{ Дж}/\text{см}^2$. С ростом плотности энергии выход реакции (степень диссоциации молекул фреона, содержащих изотоп ^{13}C , в зоне облучения) резко увеличивается, но селективность (отношение количества продиссоциировавших молекул с целевым изотопом к продиссоциировавшим молекулам с основным изотопом) снижается. Поэтому, хотя предложенным методом можно достичь высокой степени обогащения (до 150), но для обеспечения повышенной производительности целесообразно ограничиться не слишком высокой селективностью (около 50). В этом случае возможно дальнейшее дообогащение изотопного продукта на газовых центрифугах, работающих на предварительно обогащенном сырье наиболее эффективно.

Анализ [3] показал, что практически реализуемой и экономически выгодной технологией получения высокообогащенного изотопа ^{13}C является двухэтапный процесс, совмещающий два метода. На первом этапе перерабатываются большие количества исходного сырья по лазерной технологии с предварительным обогащением до концентрации ^{13}C 10—30%. На втором этапе производится переработка по центробежной технологии сравнительно малых количеств углерода, полученных на первом этапе, с увеличением относительной концентрации ^{13}C в 100—500 раз и получением конечного продукта с концентрацией более 99,0%.

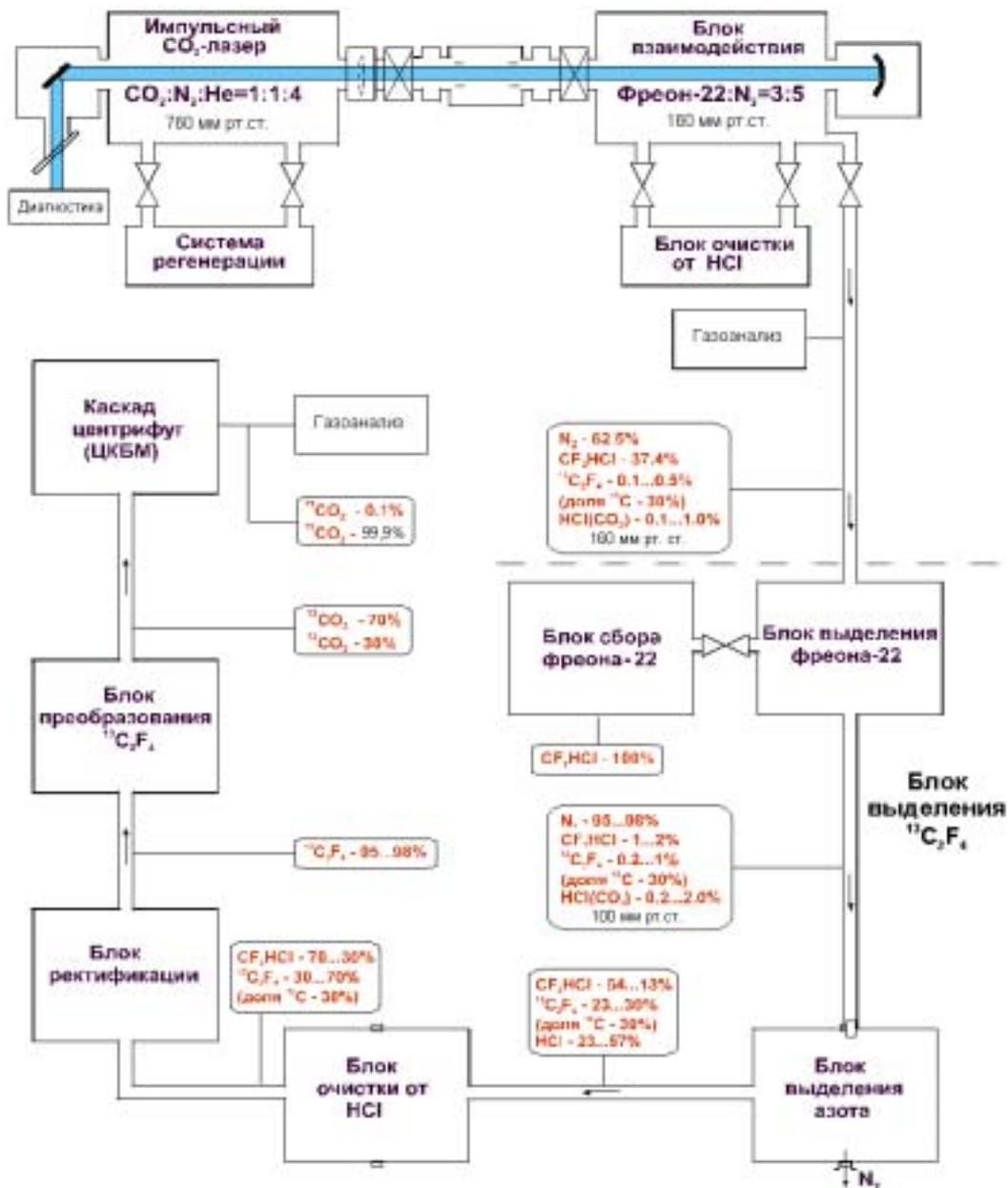
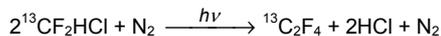


Рис. 1. Блок-схема технического комплекса для лазерного разделения изотопов элементов средних масс



На основе исследований, проведенных в Институте спектроскопии РАН, ТРИНИТИ, НИИЭФА и ЦКБМ в рамках проекта МНТЦ, был создан разделительный комплекс для производства изотопов ^{13}C .

Комплекс (рис. 1) включает мощный ТЕА CO_2 -лазер и разделительный реактор, в котором происходит процесс диссоциации молекул фреона, содержащих изотоп ^{13}C , лазер и реактор объединены общим оптическим резонатором. Природное содержание изотопа ^{13}C составляет около 1% от общего количества углерода, соответственно доля обогащенного по изотопу ^{13}C тетрафторэтилена в выходящей из реактора газовой смеси

не превышает 1%. Для извлечения тетрафторэтилена газовую смесь направляют в блок выделения. Этот блок совместно с блоком очистки тетрафторэтилена от HCl завершает лазерную стадию обогащения. Далее газовая смесь дополнительно очищается в ректификационной колонке. Для дальнейшего обогащения и получения коммерческой формы изотопного продукта тетрафторэтилен переводится в CO_2 и после дополнительной очистки подается на каскад газовых центрифуг.

Для реализации описанной технологии разделения изотопов углерода требуется мощный и надежный CO_2 -лазер со следующими характеристиками:

длина волны излучения	9,6 мкм
энергия импульса	20 Дж
плотность энергии на выходе лазера	не менее 10 Дж/см ²
длительность импульса	не более 0,5 мкс
средняя мощность	4 кВт
частота следования импульсов	200 Гц

Ресурс работы лазера без смены элементов должен составлять не менее $5 \cdot 10^7$ импульсов, а общий ресурс работы — не менее 10^{10} импульсов. Время непрерывной работы должно быть не менее 12 часов в сутки, 300 дней в году.

К началу разработки описываемой технологии не существовало лазеров с параметрами, удовлетворяющими требованиям технологического процесса. Поэтому основной проблемой являлось создание CO₂-лазера применительно к разрабатываемой технологии.

Импульсно-периодические TEA CO₂-лазеры разработаны более 20 лет назад и быстро нашли широкое применение в различных областях научных исследований. Что касается промышленного использования лазеров этого типа, то внедрение их в технологические процессы затянулось на долгие годы, и это давало основание многим экспертам весьма скептически относиться к целесообразности продолжения исследований в этом направлении. Основное препятствие, возникающее при попытке увеличения средней мощности, надежности и длительности непрерывной работы TEA CO₂-лазеров, связано с необходимостью применения сложных и дорогостоящих элементов импульсной техники в системах накачки «быстрым» самостоятельным разрядом. Анализ паспортных характеристик этих элементов, в частности водородных тиратронов, производимых в промышленно развитых странах, показывает, что реально достижимый уровень средней мощности технологического TEA CO₂-лазера находится в пределах 0,5—1,0 кВт. Даже в этом случае, в силу известных особенностей самостоятельного разряда высокого давления, ресурс работы электронного ключа может оказаться существенно ниже гарантированного производителем. Таким образом, возможность дальнейшего увеличения средней мощно-

сти импульсно-периодических CO₂-лазеров следует связывать либо с прогрессом в области импульсной техники, либо с разработкой новых, нетрадиционных схем возбуждения самостоятельного разряда, позволяющих существенно снизить требования к элементам импульсного питания лазера.

Теоретические и экспериментальные исследования показали, что увеличение мощности лазера без существенной перегрузки элементов системы импульсного питания может быть достигнуто путем реализации трех основных принципов, это

- модульное построение электродной системы разряда;
- исключение сильноточных коммутаторов из цепи разряда накачки;
- максимально возможное увеличение длительности нарастания напряжения на разрядном промежутке.

Электродная система газоразрядной камеры, реализующая указанные принципы, состоит из трех идентичных, но гальванически несвязанных пар электродов (рис. 2). Устройство предварительной ионизации газовой смеси каждого модуля, представляющее собой многоэлементный искровой разрядник, расположено непосредственно под анодной решеткой. Конструктивно предионизатор выполнен в виде автономных блоков, что позволяет осуществлять оперативную замену их без снятия разрядной камеры.

Для возбуждения разряда предложено использовать генератор импульсных напряжений, построенный по схеме LC-генератора. Важнейшим достоинством такого источника возбуждения является возможность варьирования длительности, скорости нарастания и амплитуды токов через коммутатор (тиратрон) и основного разрядного промежутка разными разрядными контурами. Очевидно, что чем больше удастся «затянуть» фронт нарастания напряжения, тем меньшие значения этих параметров реализуются в контуре, коммутируемом тиратроном.

Как показал анализ экспериментальных данных, предложенная схема возбуждения разряда имеет следующие преимущества по сравнению с традиционной: в

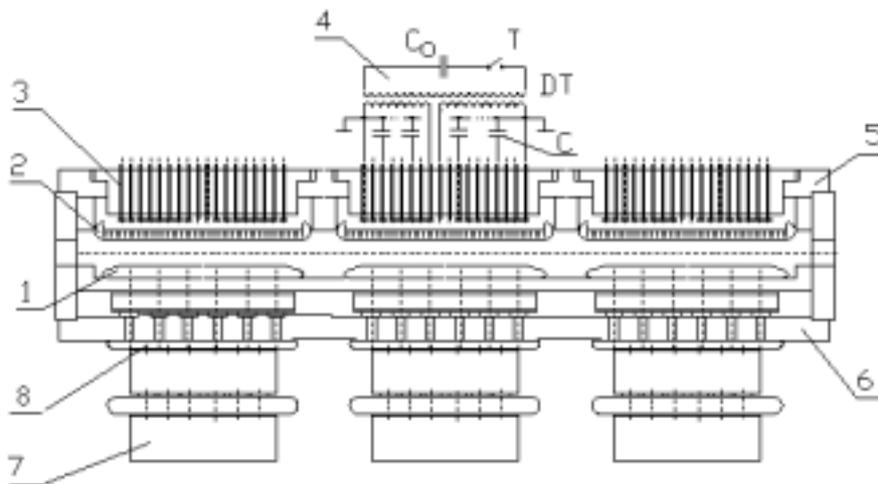


Рис. 2. Схема газоразрядной камеры:

1, 2 — электроды накачки; 3 — предионизаторы; 4 — узел питания предионизаторов; 5, 6 — диэлектрические крышки; 5 — высоковольтные вводы; 8 — накопительные конденсаторы

схеме с «затянутым» фронтом напряжение коммутации разрядного промежутка практически не зависит от зарядного напряжения; во всем диапазоне изменения величины зарядного напряжения амплитуда тока через разрядный промежуток превышает амплитуду тока через тиратрон, причем эта разница постоянно возрастает с увеличением зарядного напряжения; длительность протекания тока в цепи тиратрона в 3—4 раза больше продолжительности разряда емкостных накопителей через основной разрядный промежуток.

Эти нетрадиционные схемы возбуждения объемного разряда в ТЕА-лазерах [4] позволяют уменьшить напряжение и импульсный ток через тиратроны, увеличить надежность и длительность их непрерывной работы, а также решить проблемы, связанные с параллельной работой нескольких тиратронов, включая синхронизацию их запуска. Реализация разработанного подхода позволила осуществить запуск лазера «Спектр» с частотой следования импульсов излучения до 200 Гц. Измерения вольт-амперных характеристик разряда и энергии импульсов излучения показали, что необходимая для успешного протекания процесса многофотонной диссоциации плотность энергии излучения в реакторе (до 50 Дж/см²) достигается без перегрузки элементов импульсной системы питания лазера. К настоящему времени ресурс элементов лазерного блока превышает $6 \cdot 10^8$ импульсов, и это не является пределом.

Еще одна проблема, возникающая при создании промышленного ТЕА СО₂-лазера, вызвана необходимостью поддержания постоянства химического состава рабочей газовой смеси, поскольку на мощность излучения и ресурс ТЕА СО₂-лазеров в значительной степени сказываются изменения состава активной среды вследствие протекания в разряде множества плазмохимических реакций. Традиционным методом поддержания постоянным химического состава является организация подпитки-откачки рабочей смеси, что, однако, приводит к значительному расходу газов, в том числе дорогостоящего гелия, составляющего около 80 % рабочей смеси. Кроме того, при действии разряда на газовую смесь образуется значительное количество токсичных продуктов (СО, О₃, NO₂, C_nH_m и др.).

Технически более сложным, но более экономичным, является метод каталитической регенерации рабочей смеси, задачей которой является очистка от «вредных» для разряда примесей и подавление диссоциации СО₂. Этот метод и был применен в установке «Спектр». Он заключается в частичном отборе рабочей смеси из газового контура лазера, пропускании ее через регенератор и возвращении в контур. Комплексная технология регенерации смеси включает стадии фильтрации от аэрозолей, адсорбционной очистки рабочей смеси от органических веществ, воды и продуктов плазмохимических процессов и каталитической конверсии СО в СО₂.

Применение системы регенерации позволило увеличить время работы лазера «Спектр» более чем на порядок в диапазоне частот 30—150 Гц. При частоте 150 Гц

время непрерывной работы составляет не менее 6 часов. Концентрация СО₂ устанавливается на постоянном уровне, и в течение всего времени работы лазера оксид углерода и кислород не накапливаются (хроматографические измерения). При этом контрагирование разряда не наблюдается, а энергия лазерного излучения изменяется не более чем на 15% от ее начального значения.

Нами были использованы также нетрадиционные решения при разработке оптического резонатора. Требуемая плотность энергии излучения (до 10 Дж/см²) при достаточно большой длине зоны взаимодействия лазерного излучения с разделяемым веществом для развития многофотонной диссоциации не может быть достигнута в традиционных оптических схемах. В традиционных экспериментах по лазерному разделению изотопов углерода типичная плотность мощности частотно-стабилизированного излучения, выводимого из лазера, имеет значение 2,5—3,5 Дж/см², расходимость излучения составляет $(3—5) \cdot 10^{-3}$ рад. Эта мощность близка к пороговой для процесса многофотонной диссоциации фреона, а сверху она ограничена лучевой стойкостью пропускающих материалов. В проведенных экспериментах длина зоны взаимодействия излучения с веществом не превышала 1 м и на диссоциацию молекул вещества потреблялось не более 20% мощности излучения. Для эффективного использования излучения необходимо увеличить зону взаимодействия до нескольких метров, но на такой длине плотность мощности излучения из-за его расходимости уменьшается в несколько раз и оказывается меньше пороговой.

Выход из этой ситуации был найден — объединение активной среды в лазере и поглощающей среды в блоке разделения в общем резонаторе, не выводящем излучение наружу. Основными элементами оптического резонатора, объединяющего лазерный и разделительный блоки (рис. 3), являются дифракционная решетка, формирующие линзы из КСl и сферическое зеркало. Вместо дифракционной решетки с коэффициентом отражения 60% в первый порядок дифракции, которая обычно применяется в селективном резонаторе для вывода излучения, в реализованной нами схеме использована дифракционная решетка, отражающая основное излучение (до 95%) в первый дифракционный

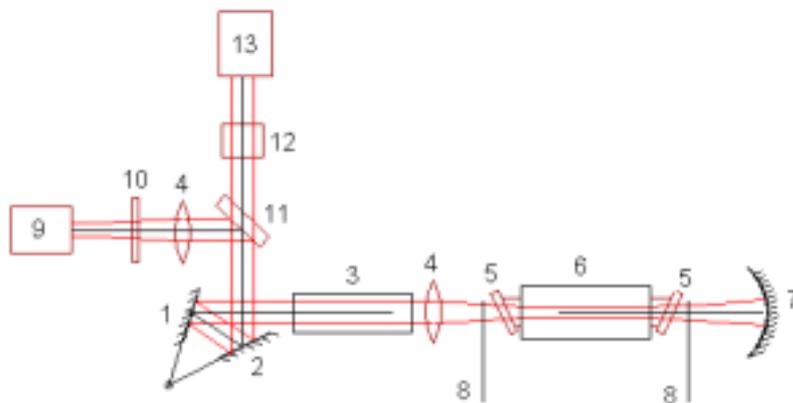


Рис. 3. Принципиальная схема оптического резонатора:

1 — дифракционная решетка; 2 — плоское выводное зеркало; 3 — газоразрядная камера лазера; 4 — линзы из КСl; 5 — окна Брюстера; 6 — канал взаимодействия разделительного блока; 7 — вогнутое зеркало; 8 — диагностические сечения; 9 — измеритель мощности излучения; 10—13 — диагностическая аппаратура

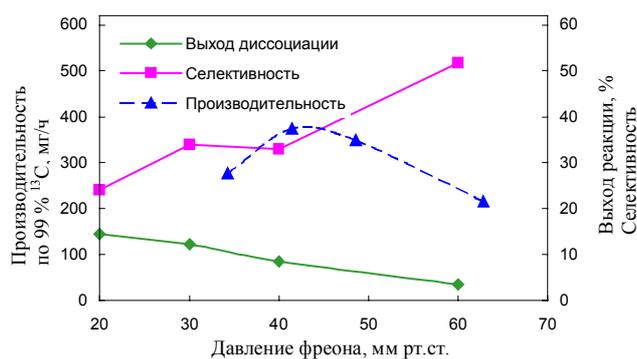


Рис. 4. Зависимость параметров селективной многофотонной диссоциации от давления фреона.

Измерения на установке «Спектр». Линия генерации 9P(20), плотность энергии излучения 12 Дж/см², частота 100 Гц

порядок. Малая часть излучения, неизбежно выходящая в нулевой порядок (5—7%), выводится из резонатора для диагностики параметров лазерного излучения.

С помощью формирующей линзы удается уменьшить сечение пучка лазерного излучения в зоне реактора. Фокусы линзы и зеркала совпадают и располагаются вблизи середины разделительного блока. Подбором коэффициента усиления лазерного блока и коэффициента поглощения в зоне взаимодействия удается добиться плотностей энергии, которые недостижимы в случае традиционных оптических схем.

В серии теоретических и экспериментальных исследований генерации излучения в системе с поглощающим газом были определены распределения плотности энергии излучения в пространстве между дифракционной решеткой, линзой и сферическим зеркалом. Измерения геометрии пучка на входе и выходе разделительного блока показали хорошее соответствие с результатами расчетов. Оптимизация параметров резонатора дала возможность получить плотность энергии излучения до 20 Дж/см² в реакторе размером 2×2×100 см³.

По результатам экспериментальных исследований проведена также оптимизация параметров разделительного процесса (рис. 4). В экспериментах варьировалось давление фреона при неизменных прочих условиях (энергия и частота лазерных импульсов, давление балластного газа — азота). Установлено, что с увеличением давления фреона селективность растет, а выход реакции (диссоциация) снижается. Это связано с уменьшением плотности энергии в резонаторе из-за возрастания поглощения излучения в разделительном реакторе. Максимальная производительность реакции отмечается при давлении фреона 30—40 мм рт.ст. и составляет около 0,5 г С/ч.

Технологический процесс в лазерном разделительном блоке складывается из следующих этапов.

В результате многофотонной диссоциации фреона в разделительном реакторе образуется смесь, включающая тетрафторэтилен, содержащий изотоп ¹³C, HCl и исходные компоненты (фреон и азот), концентрация тетрафторэтилена не превышает 0,5%. Выделение тетрафторэтилена из этой смеси продуктов производится в блоке очистки ректификационного типа (блок выделения C₂F₄ на рис. 1). После выхода из лазерного блока смесь поступает в аппарат предохлаждения, понижающий

температуру газовой смеси до температуры начала конденсации фреона. В следующем аппарате происходит осаждение основной части фреона, что необходимо для значительного уменьшения массы вещества, поступающего на дальнейшую переработку. На следующем этапе фреон вымораживается в двух последовательно расположенных сборниках-термостатах и поступает на перетаривание в баллоны для хранения и транспортировки. Газообразный азот, который составляет большую часть исходного газа, откачивается вакуумным насосом.

Основную проблему при разработке данной технологии составил подбор температур функционирования криогенных аппаратов. Как показали эксперименты, осаждение тетрафторэтилена начинается при температуре –160 °С, а при температуре –185 °С тетрафторэтилен осаждается практически полностью. Фреон осаждается практически полностью при температуре –173 °С. Слабая зависимость осаждения фреона от давления показывает, что процесс осаждения определяется в основном диффузией фреона к холодной поверхности конденсатора. Температура, при которой осуществляется вывод из аппарата основной массы фреона, составляет –100 ± –120 °С. В аппаратах сбора тетрафторэтилена температурный режим поддерживается на уровне температуры жидкого азота.

При фотодиссоциации фреона-22 на одну молекулу полезного вещества ¹³C₂F₄ образуется две молекулы HCl, в оптимальных условиях лазерного разделения скорость генерации HCl может достигать 8 г/ч. Образующаяся при наличии влаги в контуре реактора соляная кислота взаимодействует с его элементами и оптическими узлами реактора. Пары HCl также ухудшают работу систем очистки тетрафторэтилена и центрифуг окончательного обогащения. Для удаления паров соляной кислоты разработана двухступенчатая система очистки от HCl, состоящая из узла очистки газов, находящегося в разделительном реакторе, и узла очистки обогащенной смеси на выходе блока выделения тетрафторэтилена.

Предварительная очистка осуществляется сорбционным методом. Для этого часть газа, циркулирующего в газовом контуре, отводится в параллельную линию, в которой установлен реактор, заполненный сорбентом на основе оксида алюминия. Течение газа в байпасной линии стимулируется перепадом давления, обусловленным прохождением основного потока в реакторе. За один проход газового потока через реактор поглощается до 90% паров HCl.

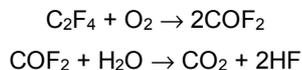
Далее газовая смесь, содержащая остаточный хлористый водород, пропускается последовательно через два скруббера, заполненных дистиллированной водой, для поглощения хлористого водорода. Очищенная от HCl рабочая газовая смесь конденсируется в приемнике газовой смеси, помещенном в охлаждаемый жидким азотом криостат. Водный раствор HCl из скрубберов самотеком поступает в нейтрализатор, в который предварительно загружают мел.

Окончательная очистка тетрафторэтилена от фреона производится на небольшой ректификационной колонне.

Тetraфторэтилен, обогащенный изотопом ¹³C, содержит два атома углерода, и в процессе центробежно-го разделения происходит изотопное перекрытие. По-

этому более выгодно перевести тетрафторэтилен в диоксид углерода (имеющем один атом С) с последующим выделением из него изотопа ^{13}C по центробежной технологии.

В основе выбранного метода конверсии тетрафторэтилена в диоксид углерода лежат реакции:



Установка для реализации этого процесса включает реактор, баллоны с тетрафторэтиленом и кислородом, ресивер их смешения, емкость для проведения гидролиза COF_2 , фильтр очистки (P_2O_5) от воды и фтористого водорода, баллон для сбора диоксида углерода, контрольно-измерительную и запорно-регулирующую арматуру, а также трассы и коммуникации. Достигнута оптимизация параметров технологического режима конверсии (температура стенки реактора и давление на входе в реактор, соотношение кислорода к тетрафторэтилену, минимизация влияния примесей в исходном тетрафторэтилене на скорость реакции конверсии и потери обогащенного углерода). Опытная эксплуатация созданной установки конверсии показала, что потери перевода C_2F_4 в CO_2 не превышают 5%, что является вполне приемлемым уровнем.

Для окончательного обогащения CO_2 до 99% по изотопу ^{13}C используется каскад газовых центрифуг [5]. При оптимальном по производительности лазерно-центробежного комплекса режиме работы каскада достигается коэффициент извлечения около 50% с промежуточным обогащением по изотопу ^{13}C до 20—40%. Реальная производительность каскада по дообогащению ^{13}C при расчетном коэффициенте извлечения ~50%

и концентрации изотопа ^{13}C ~25% составляет 1 кг элемента в год.

К настоящему времени оборудование для полного цикла производства изотопа ^{13}C , включающее лазерный и разделительный блоки, блок выделения тетрафторэтилена, каскад газовых центрифуг, изготовлено, смонтировано и налажено. На лазерной части комплекса получена производительность до 1,2 г $^{13}\text{C}/\text{ч}$. Эта производительность вполне достаточна для завершения всего технологического цикла и начала коммерческого использования установки.

Таким образом, можно констатировать, что в России создана новая технология получения изотопа углерод-13 лазерным методом.

* * *

Работа выполнена при финансовой поддержке МНТЦ (проект № 012).

ЛИТЕРАТУРА

1. Велихов Е.П. и др. Импульсные CO_2 -лазеры и их применение для разделения изотопов. М.: Наука, 1983.
2. Дядькин А.П., Кузьменко В.А., Лаптев В.Б. и др. Химическая физика, 1988, т. 7, № 2.
3. Kaliteevsky A.K., Sokolov E.N., Godisov O.N. et al. Proc. of the 6th Intern. Symp. on the Synthesis and Applications of Isotopes and Isotopically Labeled Compounds. London, Wiley & Sons, 1998, p. 688—691.
4. Патент РФ № 2141708, 1999.
5. Godisov O.N., Kaliteevsky A.K. Proc. Workshop on Separation Phenomena in Liquids and gases, SPLG'2000, July 24—27, 2000. Moscow, 2000.