

УДК 669.725:543.51

ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ПРОЦЕССА ОЧИСТКИ БЕРИЛЛИЯ ПРИ ВАКУУМНОЙ ДИСТИЛЛЯЦИИ

В.М. Ажажа, В.Д. Вирич, К.В. Ковтун, **Н.С. Пугачев**, И.В. Шпагин

Национальный Научный Центр «Харьковский физико-технический институт»,
Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий,
61108, г. Харьков, Украина, ул. Академическая 1.
Поступила в редакцию 25 августа 2004 г.

Методом вакуумной дистилляции, с применением способа рафинирования путем конденсации паров бериллия на колонке с градиентом температуры, получен бериллий чистотой более 99,999% масс. Обсуждены некоторые особенности удаления примесей в процессе дистилляции бериллия, а также возможность его глубокой очистки путем многократной дистилляции. Сделан вывод о том, что повышение эффективности процесса рафинирования бериллия методом вакуумной дистилляции может быть достигнуто подбором оптимальных режимов проведения дистилляции в контролируемых условиях.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: бериллий, рафинирование, вакуумная дистилляция, дистилляционное устройство, градиент температуры, оптимизация, масс-спектрометрический элементный анализ.

Более пятидесяти лет в Харьковском физико-техническом институте разрабатываются методы получения высокочистых металлов, в том числе бериллия [1 с.149-163; 2 с.5-121; 3 с.132-140; 4 с.2-22]. В 1952 г. был исследован процесс конденсации паров бериллия на поверхности, нагретые до определенных температур [5]. Анализ конденсата показал, что при некоторых температурах (~1000°C) на поверхности дистилляционной колонки конденсируется бериллий, практически свободный от марганца, кремния и алюминия. Из дальнейших экспериментов выяснилось, что кроме температуры поверхности конденсации, процесс очистки металла существенно зависит от плотности потока пара и соотношения площадей поверхностей испарения и конденсации. Отгонка примесей в основном определяется парциальной упругостью пара и коэффициентом конденсации, который для многих примесей имел значение, меньшее единицы [6,7,8]. В указанных работах был получен бериллий с общим содержанием примесей (кроме элементов С, N, O) менее 0,015%. На основе этих работ был создан промышленный метод рафинирования бериллия посредством вакуумной дистилляции [1 с.156]. Следует отметить, что с тех пор основные принципы проведения вакуумной дистилляции практически не изменились. Как и ранее, для испарения бериллия применяются тигли из окиси бериллия, нагреваемые печью сопротивления, а конденсация паров металла производится на молибденовую колонку с градиентом температуры [9,10]. Детальное изучение и оптимизация целого ряда параметров, влияющих на протекание процесса рафинирования бериллия при проведении вакуумной дистилляции, а также воплощение новых технологических решений в создание более совершенных дистилляционных устройств, позволили увеличить эффективность очистки бериллия на порядок величины.

В работе рассматриваются основные факторы, влияющие на процесс разделения основного компонента и примесей, возможности повышения эффективности рафинирования, эффективность многократных циклов дистилляции и основные экспериментальные результаты, полученные в этом направлении.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Объектами исследования служили бериллиевые образцы, отделенные от конденсата в различных участках по длине дистилляционной колонки (схема отбора проб показана на рис. 1).

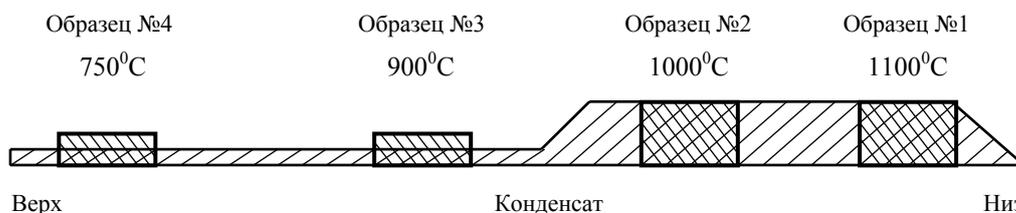


Рис. 1. Схема отбора проб исследуемых конденсатов вдоль дистилляционной колонки.

Конденсат получали на вакуумной установке с объемом рабочей камеры 500 литров [11]. Давление остаточных газов в процессе проведения дистилляции поддерживалось на уровне 10^{-4} - 10^{-5} Па и создавалось турбомолекулярным насосом ТМН-500 и двумя магниторазрядными насосами НОРД-100. Дистилляционное устройство (тигель, экраны, подложки, нагреватель и т.д.) практически полностью выполнены из молибдена и

оксида бериллия. На рис. 2 показана схема тигля и конденсационной колонки старого типа [10]. На рис. 3 представлена схема нового дистилляционного устройства, преимущества которого будут обсуждены далее.

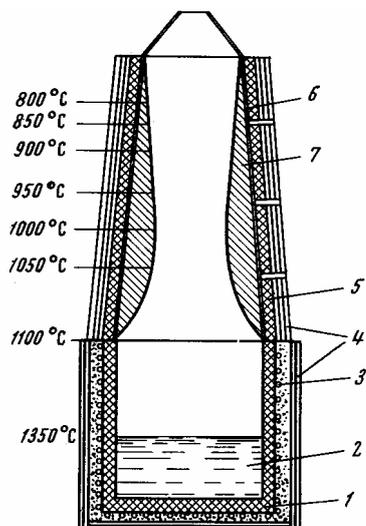


Рис. 2. Схематический чертеж конденсационной колонки и тигля старого типа.

1 – тигель, 2 – расплав, 3 – печь сопротивления, 4 – экраны, 5 – конус из Al_2O_3 , 6 – молибденовая колонка, 7 – дистиллят.

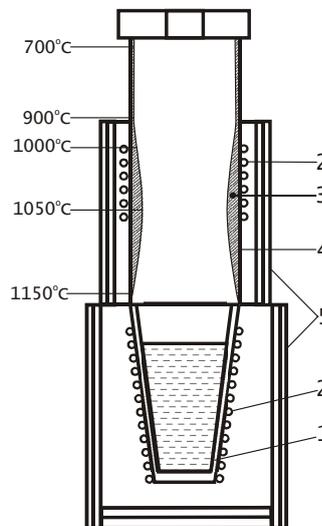


Рис. 3. Схематический чертеж конденсационной колонки и тигля нового типа.

1 – тигель, 2 – печь сопротивления, 3 – дистиллят, 4 – конденсационная колонка, 5 – молибденовые экраны.

Температуру расплава поддерживали на уровне 1330-1370°C, при этом скорость испарения варьировалась в пределах 0,16 – 0,32 г/(см²·час). Удельную скорость испарения определяли расчетным образом из соотношения массы произведенного конденсата во времени к площади поверхности испарения. Отношение площади испарения и площади конденсации в используемой установке характеризовалось величиной 1:15. Конденсацию пара осуществляли на колонках из молибденового листа, имеющих форму цилиндра. Градиент температуры вдоль конденсата создавался за счет теплоизлучения испарителя, и, в дополнение к этому, средняя часть конденсационной колонки подогревалась независимой экранированной молибденовой печью сопротивления. Данное технологическое решение позволяет формировать две температурные области конденсации вдоль высоты колонки. За счет установки в средней области колонки дополнительного экранированного нагревателя удалось расширить высокотемпературную зону формирования плотного конденсата до середины колонки. В этой высокотемпературной зоне (1150-950°C) конденсируется наиболее чистый металл. В области верхней, не утепленной части колонки происходит существенное падение температуры. Конденсат, формирующийся в этой зоне, пористый, с высоким содержанием легколетучих примесей, а его масса не превышает 10% от массы всего конденсата. Температуры испарения и конденсации измеряли с помощью термопар. Распределение температуры по высоте колонки показано на рис. 3.

Аналитические исследования количественного содержания металлических примесей бериллиевых образцов технической чистоты, а также высокочистого металла, полученного методом вакуумной дистилляции, проведены на промышленном лазерном масс-спектрометре ЭМАЛ-2 [12 с. 82-121]. Масс-спектрометр ЭМАЛ-2 (завод изготовитель – НПО «Электрон», г. Сумы) выполнен по классической схеме Маттауха-Герцога с фокусировкой по углам и энергиям, с использованием лазерно-плазменного источника ионов [13]. Для ионизации объектов исследования применен серийный квантовый генератор ИЛТИ-203, работающий в режиме модуляции добротности с длиной волны излучения 1060 нм и энергией в импульсе 20 МДж. Частота следования импульсов 50 Гц при длительности импульса 10 нс. Контроль выходной мощности излучения в процессе анализа осуществляли измерителем мощности и энергии излучения ИМО-2Н. Ионы регистрировали на фотопленку УФ-4 при вакууме в камере ионного источника - 5×10^{-5} Па и в камере масс-анализатора на уровне 1×10^{-5} Па. Методика определения элементного состава бериллиевых образцов методом лазерной масс-спектрометрии подробно описана в работе [14].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В качестве исходного материала служил порошок горячепрессованный бериллий, предварительно переплавленный в слитки в печи дистилляционного устройства. Переплавленные слитки имели массу порядка 2,5 кг и среднюю чистоту 99,8% масс. (без учета газообразующих компонентов). Концентрации примесных элементов по трем слиткам отражены в табл. 1.

Для определения оптимальных режимов проведения дистилляции с целью повышения степени очистки получаемого дистиллята была проведена серия экспериментов по изучению влияния следующих параметров:

- удельная скорость испарения металла;
- распределение температуры вдоль колонки;
- эффективность многократной дистилляции.

В табл. 1 приведено содержание примесных элементов в первичном дистилляте, который был получен при различных удельных скоростях испарения металла [0,16; 0,2 и 0,25 г/(см²·час)]. Отбор проб для выполнения количественного элементного анализа осуществлялся по схеме рис. 1.

Таблица 1. Содержание элементов в первичном дистилляте в зависимости от плотности потока пара (масс. %).

Элемент	Исход. металл	0,16 г/(см ² ·час)		Исход. Металл	0,2 г/(см ² ·час)		Исход. металл	0,25 г/(см ² ·час)	
		Образец 1	Образец 2		Образец 1	Образец 2		Образец 1	Образец 2
Na	0,0005	<0,000008	0,00001	0,001	<0,000004	0,000043	0,001	<0,000004	0,00001
Mg	0,0002	<0,00001	0,00008	0,0003	<0,00001	0,0001	0,0003	<0,000005	0,00005
Al	0,022	0,00024	0,008	0,035	0,0001	0,002	0,07	0,00026	0,003
Si	0,014	0,001	0,0024	0,01	0,0005	0,001	0,04	0,001	0,003
P	0,006	<0,00001	0,00005	0,0022	<0,000006	0,00006	0,003	<0,000006	0,00006
Cl	0,0025	<0,00002	0,00015	0,0005	<0,00001	0,00007	0,002	<0,00001	0,0002
K	0,0024	<0,00002	0,0002	0,0005	<0,00001	0,0001	0,001	<0,00001	0,0002
Ca	0,0025	<0,00002	0,0003	0,0007	<0,00001	0,0001	0,001	0,0002	0,0001
Ti	0,0014	<0,00002	<0,00002	0,0055	<0,00002	0,00017	0,005	0,00005	0,0001
Cr	0,012	0,001	0,0015	0,006	0,0008	0,0006	0,03	0,001	0,0016
Mn	0,0035	0,001	0,01	0,002	0,0004	0,0021	0,009	0,001	0,0045
Fe	0,05	0,01	0,001	0,02	0,005	0,0016	0,036	0,01	0,007
Ni	0,006	0,00014	0,0001	0,001	0,0001	0,00004	0,005	0,0002	0,0001
Cu	0,0075	0,001	0,0002	0,004	0,0008	0,00016	0,01	0,0026	0,0005
Zn	0,007	<0,00003	0,0018	0,0055	<0,00003	0,001	0,0005	<0,00003	0,0001
Be	99,85	99,984	99,974	99,90	99,992	99,991	99,79	99,989	99,984

По итогам проведенных аналитических исследований из исходного металла получен бериллий чистотой 99,98 – 99,99% масс., по всем шести проанализированным образцам за один цикл дистилляционного рафинирования. Заслуживает внимания характер распределения некоторых примесей, давление пара которых близко к давлению пара бериллия. На рис. 4 показано распределение концентраций примесей Fe, Cu, Al, Mn в зоне конденсации наиболее чистого металла в зависимости от удельной скорости испарения (C/C_0 – отношение средней концентрации соответствующего элемента в конденсате по двум измерениям к концентрации элемента в исходном металле).

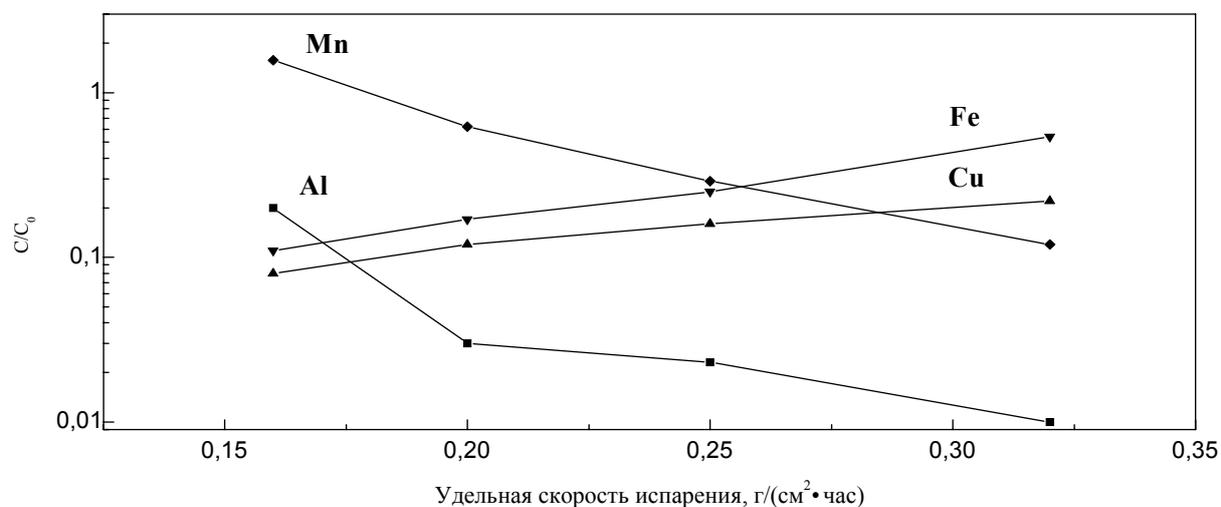


Рис. 4. Изменение концентраций примесей в зоне конденсации наиболее чистого металла в зависимости от удельной скорости испарения.

Как видно из рис. 4, при скорости испарения ниже $0,16 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{час})$ в зоне формирования наиболее чистого конденсата по отношению к Mn процесс рафинирования носит характер не очистки, а накопления данной примеси. С ростом скорости испарения наблюдается тенденция увеличения концентрации в конденсате примеси железа и, в меньшей степени, меди. Данное обстоятельство позволяет сделать предположение, что при скоростях испарения незначительно превосходящих значение $0,32 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{час})$ концентрация примеси железа в конденсате может достигнуть его концентрации в исходном металле. Проведенные исследования указывают на то, что дистилляции следует проводить с удельной скоростью испарения, лежащей в области $0,18-0,32 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{час})$. Анализ данных по содержанию примесных элементов в зависимости от скорости испарения показал, что для достижения наибольшего коэффициента разделения, суммарного по всем примесям, скорость испарения должна изменяться в пределах $0,22-0,27 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{час})$.

В табл. 2-3 отражены результаты анализа примесных элементов в бериллии вдоль высоты колонки по итогам двух циклов дистилляций.

Таблица 2. Распределение концентрации элементов вдоль колонки первичного конденсата.

Первичная дистил-ия	Элемент, ppm масс. (1 ppm масс. = 0,0001%)														
	Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn
Образец 1	<0,04	<0,05	2,6	10	<0,06	<0,1	<0,1	2	0,5	10	10	100	2	26	<0,4
Образец 2	<0,04	<0,05	30	30	0,6	2	2	1	1	16	45	70	1	5	1
Образец 3	0,1	0,8	660	30	230	8	10	6,4	<0,2	1	230	0,8	<0,3	<0,3	0,8
Образец 4	3	10	6900	310	370	25	50	630	<0,2	<0,2	670	<0,3	<0,3	<0,3	10

Таблица 3. Распределение концентрации элементов вдоль колонки вторичного конденсата.

Вторичная дистил-ия	Элемент, ppm масс. (1 ppm = 0,0001%)														
	Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn
Образец 1	<0,02	<0,04	<0,02	3	<0,02	<0,04	<0,03	<0,03	<0,04	0,5	0,5	10	0,1	2	<0,05
Образец 2	<0,02	<0,04	0,5	10	0,02	<0,04	1	3	0,06	0,6	8	2,5	0,2	0,7	<0,05
Образец 3	<0,02	<0,04	2,3	12	<0,02	<0,04	2	4,2	<0,04	0,1	26	<0,05	<0,06	<0,1	<0,05
Образец 4	<0,02	<0,04	4	84	0,1	<0,04	6,7	29	<0,04	<0,04	33	<0,05	<0,06	<0,1	<0,05

Условия проведения дистилляционных циклов сходные. Дистиллят, полученный при скорости испарения $0,25 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{час})$, был подвержен повторному дистиллированию при скорости испарения $0,22 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{час})$. На рис. 5, 6 показано изменение концентраций характерных примесей вдоль длины колонки.

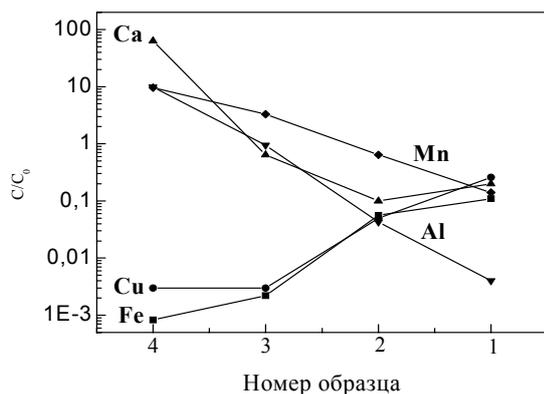


Рис. 5. Изменение концентрации примесей Fe, Cu, Mn, Al, Ca в первичном дистилляте вдоль длины колонки.

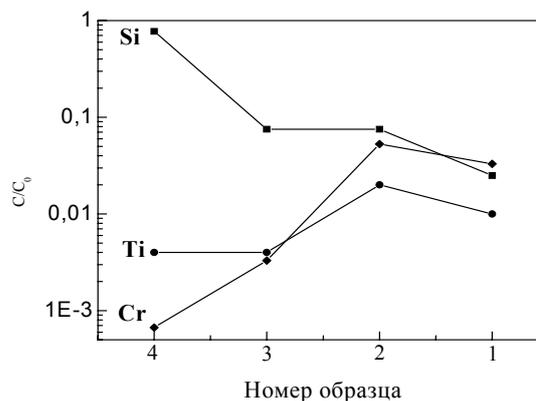


Рис. 6. Изменение концентрации примесей Si, Ti, Cr, в первичном дистилляте вдоль длины колонки.

Как видно из рис. 5, в самой верхней части колонки наблюдаются высокие концентрации легколетучих примесей. Зону конденсации наиболее чистого металла (нижняя половина колонки) можно разделить на два участка по характеру распределения концентраций примесей Fe, Cu, Al, Mn. Концентрации Ti, Cr, Ni после проведения одного цикла дистилляции уменьшаются в 20-50 раз и при повторных циклах дистилляции эти примеси не определяют чистоту получаемого дистиллята. Характерной является кривая распределения Si вдоль длины колонки (рис. 6). Концентрация кремния вдоль длины колонки неизменна и лишь в самой нижней части (при температурах конденсации $1150-1100^\circ\text{C}$) его концентрация в 3 раза ниже, а в самой верхней точке колонки его концентрация на порядок выше, чем вдоль колонки. В среднем концентрация Si от первой дистилляции ко второй уменьшается в 3 раза. По итогам проведенных исследований (табл. 2, 3) можно заключить, что характер

поведения кривых концентраций примесей и уменьшение их концентраций в бериллиевом конденсате от одной дистилляции к другой сохраняются.

Уровень чистоты получаемого конденсата во многом определяется составом исходного металла. Данное обстоятельство указывает на возможность получения бериллия высокой чистоты повторной дистилляцией. Недостаточное совершенство методов количественного определения низких концентраций примесей в бериллии способствовало утверждению мнения о том, что число циклов дистилляции выше двух нерационально. В табл. 4 отражены данные по исследованию эффективности очистки бериллия многократной дистилляцией.

Таблица 4. Содержание примесей в бериллии после одно-, двух- и трехкратной дистилляции (масс. %).

Элемент	Исходный металл	№ цикла дистилляции		
		1 цикл	2 цикл	3 цикл
Na	0,001	0,00001	0,000003	<0,000001
Mg	0,0003	0,00005	0,000004	<0,000002
Al	0,07	0,003	0,00005	<0,000001
Si	0,04	0,003	0,001	0,0003
P	0,003	0,00006	<0,000002	<0,000002
Cl	0,002	0,0002	<0,000003	<0,000003
K	0,001	0,0002	0,00001	<0,000003
Ca	0,001	0,0001	0,00003	<0,000003
Ti	0,005	0,0001	0,000006	<0,000004
Cr	0,03	0,0016	0,00006	<0,000004
Mn	0,009	0,0045	0,0008	0,00007
Fe	0,036	0,007	0,00025	0,00005
Ni	0,005	0,0001	0,00002	<0,000006
Cu	0,01	0,0005	0,00007	0,00002
Zn	0,0005	0,0001	<0,000009	<0,000009
Сумма примесей	0,21	0,0155	0,0023	0,000478
Be, не менее	99,79	99,98	99,997	99,9995

Дистилляции проводились в описанных выше условиях в диапазоне удельных скоростей 0,2 – 0,25 г/(см²·час). Как видно из табл. 4, путем проведения трех циклов дистилляции из исходного материала чистотой 99,8% масс. получен металл чистотой 99,9995% масс. (без учета газообразующих компонентов). Учитывая тот факт, что используемый исходный материал уже подвергался процессам рафинирования (низкие концентрации легколетучих (Na, Mg, K, Ca) и труднолетучих примесей или их отсутствие), полученные результаты показывают достаточно высокую степень эффективности проведения многократных циклов дистилляции. Чистота бериллиевого конденсата, полученного после четвертого и пятого циклов дистилляции, определяется тремя элементами – Si, Fe, Mn. Тенденция уменьшения концентрации этих примесей с количеством циклов позволяет предположить, что после пятикратной дистилляции чистота полученного конденсата может достичь уровня 99,9999% масс.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Очистка бериллия в процессе вакуумной дистилляции от легколетучих и труднолетучих примесей не вызывает особых трудностей. Интерес представляет процесс очистки металла от примесей с близкими к бериллию давлениями паров (Al, Mn, Si, Fe, Cr, Ni, Cu). При глубокой очистке бериллия именно эти примеси определяют чистоту дистиллированного металла. Поэтому обсудим характер поведения данных примесей в процессе формирования конденсата на колонке с градиентом температуры.

При наличии градиента температуры на поверхности конденсации распределение примесей в конденсате зависит от температуры нагрева участка поверхности. Полная отгонка примеси возможна при такой температуре поверхности, когда скорости осаждения и возгонки для этой примеси будут равны. Метод вакуумной дистилляции с конденсацией пара на нагретой поверхности теоретически обеспечивает полное удаление каждой примеси при определенной температуре поверхности конденсации [5]. Концентрация примеси в конденсате будет определяться лишь факторами, ведущими к нарушению условий равновесия процесса. Если температурный градиент на поверхности конденсации удовлетворяет указанным условиям, то сам метод может рассматриваться как вторичное испарение примеси из твердой фазы (реиспарение). В то же время данные условия относительно рассматриваемой температурной зоны не выполняются для всех примесей. При формировании конденсата на колонке с градиентом температуры в некоторой температурной зоне будет осаждаться наиболее чистый металл. Место конденсации наиболее чистого металла (нижняя половина колонки) можно разделить на две зоны. Высокотемпературная зона (низ колонки) отличается повышенным

содержанием Fe и Cu, у которых давление пара немного ниже, чем давление пара бериллия. Во второй зоне конденсации наиболее чистого металла (средняя часть колонки) наблюдаются повышенные концентрации Al, Mg, Mn, давление пара которых незначительно превышает давление пара бериллия. Проведенные эксперименты показали, что на распределение примесей в конденсате также влияет и плотность потока пара, падающего на поверхность конденсации. При увеличении скорости испарения, обусловленной увеличением температуры расплава, в зоне конденсации чистого металла концентрации труднолетучих примесей увеличиваются с одновременным уменьшением концентраций легколетучих примесей, и наоборот. При определенных скоростях испарения в некоторых температурных зонах конденсации чистого металла происходит накопление примесей с близкой к Be упругостью пара, концентрация которых может достигать или превосходить их концентрацию в исходном материале, что впоследствии делает получаемый дистиллят непригодным для последующей очистки. Поэтому для достижения наибольшей эффективности очистки следует проводить дистилляцию в узкой области величин удельных скоростей испарения металла (0,22 - 0,27 г/(см²·час)).

Температура поверхности конденсации и скорость роста конденсата определяют процесс формирования структуры растущего конденсата, которая является немаловажным фактором, влияющим на возгонку примесей из зоны кристаллизации обратно в паровую фазу. Размеры атомов примесей значительно превышают размеры атомов бериллия. Поэтому растущей поверхностью бериллиевого конденсата вначале захватываются, а затем замуровываются в его объеме только те атомы примесей, которые попадают на фронте осаждения в достаточно глубокие потенциальные ямы. Такими местами могут быть дефекты кристаллического строения конденсата, а также поры, трещины и полости между сформировавшимися кристаллами. Известно [15], что при температуре конденсации менее 950⁰С конденсат состоит из кристаллов, которые огранены с торцов плоскостью базиса и образуют характерные пластинчатые сростки с близкой взаимной ориентировкой отдельных кристаллов (рис. 7). Кроме пластинчатых кристаллов при таких температурах конденсации и определенных скоростях роста конденсата могут образовываться равноосные, дендритные, а также игольчатые кристаллы.



Рис. 7. Пластинчатая структура конденсата.

Анализ примесного состава одного кристалла и окружающей его зоны, методом лазерной масс-спектрометрии показал, что кристалл чище по сумме контролируемых примесей более чем на порядок. Атомы примесей, попавшие в полости между кристаллами, накапливаются там, поскольку реиспарение из таких мест более затруднительно. Поэтому было принято решение о формировании двух температурных областей конденсации вдоль высоты колонки нового типа. За счет дополнительного нагревателя, а также экранов (рис. 3) удалось расширить высокотемпературную зону формирования плотного конденсата практически до середины колонки. Выше этой области происходит существенное снижение температуры, что приводит к образованию дефектной структуры конденсата, характеризующейся высокой степенью захвата примесных атомов.

Изучение эффективности многократной дистилляции (табл. 4) при одинаковых условиях формирования конденсата позволило, выявить некоторые закономерности рафинирования, а именно, тот факт, что коэффициенты очистки по каждому примесному элементу от одной дистилляции к другой сохраняются. При этом, с одной стороны, процесс очистки носит прогнозируемый характер и позволяет достичь желаемую чистоту получаемого конденсата, а, с другой стороны, подбором более оптимальных и контролируемых условий конденсации можно достичь высоких результатов очистки. Хотя эффективность очистки с увеличением количества дистилляций несколько снижается, а процесс очистки в основном определяется примесными элементами, у которых коэффициент разделения за один цикл равен или более чем 0,1, тем не менее, динамика очистки сохраняется и повторные дистилляции достаточно эффективны. Количество повторных дистилляций определяется чистотой металла, которую в конечном итоге необходимо получить.

При получении металла высокой чистоты основополагающим условием является проведение процессов рафинирования в «стерильных» условиях. Испарение материалов дистилляционного устройства, а также взаимодействие этих материалов с бериллием может привести к загрязнению дистиллируемого металла. Поэтому используемое дистилляционное устройство практически полностью выполнено из Mo и BeO, поскольку данные материалы наименьшим образом вносят загрязнения в получаемый конденсат. Перед проведением дистилляции, особенно на заключительных циклах очистки, тигель необходимо подвергать термическому отжигу при температурах выше, чем при проведении дистилляции. Это вызвано тем, что при длительной работе тигель насыщается различного рода загрязнениями и при проведении дистилляции выход примесных элементов из тигля может превосходить их выход из расплава.

В заключение следует отметить, что вышеописанные условия конденсации паров бериллия на колонке с градиентом температуры должны быть тесно увязаны между собой, поэтому для получения бериллия высокой чистоты необходим комплексный подход, учитывающий все упомянутые параметры формирования конденсата.

ВЫВОДЫ

Проведенные исследования позволили разработать новые и скорректировать старые технологические подходы, которые повышают эффективность проведения рафинирования бериллия методом вакуумной дистилляции, с использованием температурного градиента на конденсационной колонке. Повышение эффективности реализуется путем оптимизации режимов проведения дистилляции в контролируемых условиях.

Данная публикация стала возможной благодаря гранту CRDF (the U.S. Civilian Research & Development Foundation for the Independent States of the Former Soviet Union) №UE2-2435-KH-02. Авторы работы чтят память о Николае Семеновиче Пугачеве, под непосредственным руководством которого выполнялись работы по получению высокочистого бериллия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В.Е. Иванов, И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский, В.М. Амоненко. Чистые и сверхчистые металлы. - М.: Металлургия, 1965. - 264 с.
2. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. Физическое металловедение бериллия. - М.: Атомиздат, 1968. - 452 с.
3. Г.Ф. Тихинский, Г.П. Ковтун, В.М. Ажажа. Получение сверхчистых редких металлов. - М.: Металлургия, 1986. - 160 с.
4. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский, Л.А. Якобсон. Вакуумная дистилляция бериллия. Обзор – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2002. - 22 с.
5. K.D. Sinelnikov, V.E. Ivanov, V.M. Amonenko, V.D. Burlakov. Refining beryllium and other metals by condensation on heated surface. // Proceeding of the Second International Conference in Peaceful Uses of Atomic Energy, Geneva. – 1958. - V. 4. - P. 295-299.
6. А.Н. Несмеянов и Н.Э. Хандомирова. //Успехи химии. – 1959. - Т. 28. - № 2. - С. 117-121.
7. В.Е. Иванов, В.М. Амоненко, Г.Ф. Тихинский, А.А. Круглых. Рафинирование бериллия вакуумной дистилляцией. //Физика металлов и металловедение. – 1960. - Т. 10. - С. 581-585.
8. K.D. Sinelnikov, V.E. Ivanov, V.M. Amonenko, G.F. Tikhinski. Metallurgy of Beryllium. Chapman and Hall, London. – 1963. - P. 264-272.
9. V.E. Ivanov, V.M. Amonenko, G.F. Tikhinski, I.I. Papirov. In “Conference Internationale sur la Metallurgie du Beryllium”, /Press Universitaires de Prance, Paris. – 1966. - P. 33-37.
10. Г.Ф. Тихинский, И.Н. Христенко. Многократная дистилляция бериллия. //Известия АН СССР. Металлы. – 1969. - Т. 5. - С. 90-94.
11. Н.С. Пугачев, И.В. Шпагин, А.Д. Солопихин, В.Д. Вирич, О.В. Кисель, К.В. Ковтун. Усовершенствование вакуумной системы установки для дистилляции бериллия. //Сборник докладов 3-й Международной конференции ОТТОМ-3, Харьков. – 2002.- С. 217-218.
12. Ю.А. Быковский, В.Н. Неволин. Лазерная масс-спектрометрия. – М.: Энергоатомиздат, 1985. - 128 с.
13. А.И. Борискин, В.М. Еременко, И.С. Лялько, А.С. Брюханов, О.Д. Смиян, Ю.А. Быковский. Аналитические и аппаратные характеристики прибора ЭМАЛ-2. //Приборы и системы управления. – 1983. - № 1. - С. 26-29.
14. В.Д. Вирич, О.В. Кисель, К.В. Ковтун, И.И. Папилов, Н.С. Пугачев, Л.А. Якобсон, А.А. Васильев, В.А. Шкуропатенко. Элементный анализ высокочистого бериллия методом лазерной масс-спектрометрии. //Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. – 2003. - № 5. - С. 46-50.
15. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. Кристаллизация Be на конденсационной колонке. //Кристаллография. – 1964. - Т. 9. - № 2. - С. 310-314.

STUDY BY THE METHOD OF LAZER MASS- SPECTROMERY OF PROCESS REFINEMENT OF BERYLLIUM AT VACUUM DISTILLATION

V.M. Azhazha, V.D. Virich , K.V. Kovtun, N.S. Pugachov, I.V. Shpagin

National Science Center «Kharkov institute of physics and technology»,

Institute of solid state physics, material science and technology,

61108, Kharkov, Ukraine, Academicheskaya str.1

The method of a vacuum distillation with application of an expedient refinement by condensation of steams beryllium on a surface heated to particular temperatures, receives beryllium by cleanliness more than 99,999 % of masses. Some features of erosion of impurities are discussed during a distillation beryllium, and also opportunity of severe clearing beryllium by a nonsingle distillation. The deduction is made that the rising of efficiency of processes refinement beryllium by a method of a vacuum distillation is caused by detailed selection of optimum regimens of realization of a distillation in checked requirements.

KEY WORDS: beryllium, refinement, vacuum distillation, distillation device, particular temperatures, optimization, mass - spectrometer ultimate analysis.