

УДК @@@

ОЧИСТКА ^3He ОТ ПРИМЕСИ ^4He С ПОМОЩЬЮ АДСОРБЦИИ

© 2004 г. В. В. Дмитриев, В. В. Завьялов, Д. Е. Змеев, Л. В. Левитин

Институт физических проблем им. П.Л.Капицы РАН

Россия, 119334, Москва, ул. Косыгина, 2

Поступила в редакцию 23.12.2003 г.

Описан метод очистки газообразного ^3He от примеси ^4He с помощью адсорбции. По производительности и эффективности метод сравним с обычно используемой для этого ректификацией жидкой смеси ^3He – ^4He , при этом он значительно проще.

Для многих физических экспериментов требуется ^3He высокой чистоты. При помощи стандартной ловушки, охлаждаемой жидким ^4He , легко очистить ^3He от всех примесей, за кроме ^4He . Для очистки от ^4He обычно используется ректификация жидкой смеси ^3He – ^4He [1–3]. Однако этот способ связан с большими затратами жидкого ^4He при относительной сложности изготовления и эксплуатации соответствующего оборудования. В данной статье предлагается простой способ очистки ^3He , основанный на использовании отличия энергий адсорбции ^3He и ^4He на активированном угле [4, 5]. Фактически этот способ представляет собой фронтальную газоадсорбционную хроматографию, проводимую при температуре жидкого гелия (4.2 К).

Устройство для очистки (рис. 1) представляет собой хроматографическую колонку, размеры которой позволяют вставлять ее в транспортный гелиевый сосуд Дьюара СТГ-10. Колонка состоит из двух тонкостенных трубок (диаметрами 11 и 3 мм) из нержавеющей стали. Снизу внешняя трубка заглушена, а сверху к обеим трубкам присоединяются гибкие сильфонные шланги, что позволяет легко вынимать колонку из дюара для ее отогрева. В нижней части пространство между трубками заполнено гранулами активированного угля марки СКТ до высоты, не меньшей максимального уровня гелия в транспортном сосуде Дьюара. Гранулы зафиксированы сверху и снизу латунными сетками, припаянными к внутренней трубке. Полное количество активированного угля составляет 12 см^3 (~4 г).

Схема установки для очистки ^3He (рис. 2) содержит: игольчатый вентиль для тонкой регулировки потока газа; масс-спектрометрический течеискатель ПТИ-10, модифицированный как для обнаружения ^4He , так и ^3He и предназначенный для измерения состава смеси [6]; герметичный роторный форвакуумный насос или крионасос, вставляемый в другой транспортный гелиевый сосуд и применяемый для перекачки гелия.

Перед началом очистки небольшое количество газообразной смеси ^3He – ^4He напускалось в устройство, желаемая скорость потока газа при этом устанавливалась с помощью игольчатого вентиля. Затем устройство вставлялось в транспортный сосуд Дьюара с жидким гелием, а газ продолжал поступать в устройство, адсорбируясь на угле. Когда давление на выходе устройства заметно увеличивалось, открывался вентиль на входе насоса. Количество прошедшего газа и скорость потока измерялись по давлению в известном объеме на выходе насоса. Количество адсорбирован-

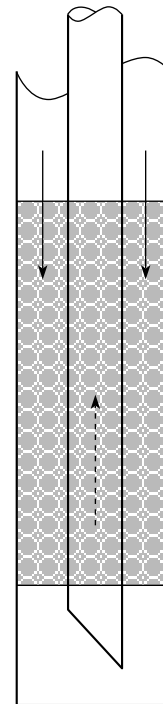


Рис. 1. Схема нижней части хроматографической колонки. Стрелками показано направление потока газовой смеси.

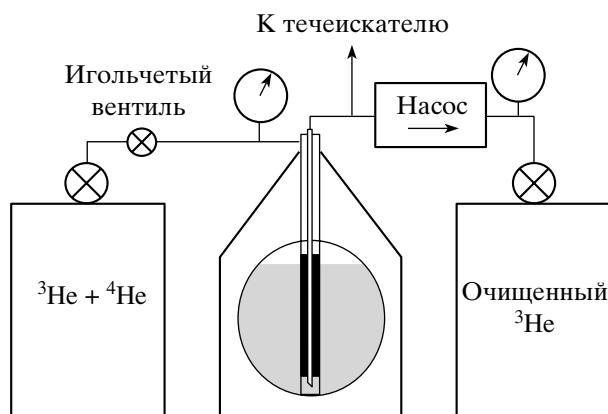


Рис. 2. Схема установки для очистки смеси ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$.

ного вещества слабо зависело от состава смеси и давления (в пределах 5–50 Торр) и составляло около 1 л газа при нормальных условиях.

В предварительных экспериментах было выяснено, что эффективность очистки при давлениях в колонке порядка нескольких торр выше, чем при давлениях ~ 100 Торр. Поэтому очистка обычно проводилась при пониженном давлении (для этого игольчатый вентиль находился перед входом устройства). Было также выяснено, что для смеси, содержащей 18% ${}^4\text{He}$, начальная степень очистки зависит от скорости потока, причем оптимальным оказался диапазон скоростей от 0.03 до 0.2 л/мин. На практике обычно выбиралась лежащая в этом диапазоне скорость, поскольку при этом и для других исходных концентраций получались удовлетворяющие нас результаты. Более детальный подбор оптимального режима очистки не проводился, так как это довольно сложно. Равновесная концентрация газа над адсорбатом должна зависеть от давления и концентрации. Кроме того, в реальном эксперименте давление над углем не только зависит от скорости потока, но и меняется по колонке (например, при скорости потока 0.09 л/мин перепад давления на колонке составлял ~ 10 Торр).

На рис. 3 приведен пример зависимости концентрации ${}^4\text{He}$ в выходящем из колонки газе от

Таблица

Концентрация ${}^4\text{He}$ в исходной смеси, %	Количество прошедшей смеси, л (н.у.)	Концентрация ${}^4\text{He}$ в прошедшей смеси, %	Концентрация ${}^4\text{He}$ в адсорбированном газе, %
0.1	24	~ 0.02	2.2
~ 0.02	23	< 0.01	0.5

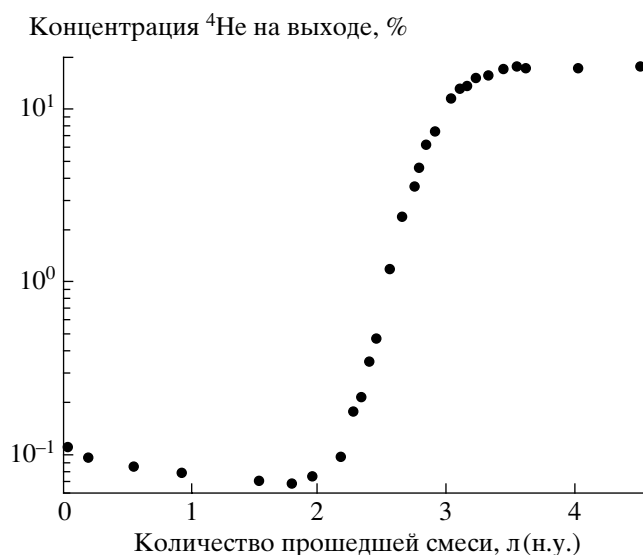


Рис. 3. Зависимость концентрации ${}^4\text{He}$ на выходе колонки от количества прошедшей смеси. Исходная смесь содержала 18% ${}^4\text{He}$.

количества прошедшего газа. Концентрация ${}^4\text{He}$ в исходной смеси составляла 18%. Скорость потока газа, в связи с уменьшением давления в баллоне с исходной смесью, менялась от 0.07 до 0.04 л/мин. Концентрация ${}^4\text{He}$ в газе, адсорбированном на угле, после пропускания 4.5 л смеси составила $\sim 60\%$. Видно, что для такого состава смеси колонка “насыщается” после прохождения примерно 2 л. После этого ее можно отогреть и сбросить обогащенную ${}^4\text{He}$ адсорбированную смесь в отдельный баллон (на рис. 2 не показан). При меньших концентрациях ${}^4\text{He}$ в исходной смеси насыщение колонки происходит после пропускания большего количества смеси. На практике удобнее сразу пропустить всю имеющуюся смесь и лишь затем отогреть колонку. Очищенную смесь можно пропустить через колонку несколько раз, пока не будет достигнута требуемая степень чистоты ${}^3\text{He}$. Смесь, обогащенную ${}^4\text{He}$, можно затем очистить в отдельном эксперименте.

В таблице представлены результаты очистки 25 л (н.у.) смеси с исходной концентрацией ${}^4\text{He}$, равной 0.1%. Смесь пропусклась через колонку дважды (после первого раза колонка была отогрета, и адсорбированный газ был сброшен в отдельный баллон). По окончании очистки концентрацию примеси ${}^4\text{He}$ в очищенном газе измерить не удалось, так как она была заметно меньше предела чувствительности течейскателя ($\sim 0.01\%$ ${}^4\text{He}$). Весь процесс очистки занял несколько часов (с учетом времени запуска течейскателя, откачки коммуникаций и проверки герметичности системы). При этом из сосуда Дьюара испарилось не более 1 л жидкого ${}^4\text{He}$.

Таким образом, продемонстрированная возможность применения адсорбции для эффективного разделения ^3He и ^4He показала, что по сравнению с ректификацией этот способ обладает рядом преимуществ: нет необходимости в отдельном криостате с откачкой паров ^4He , расход жидкого ^4He на охлаждение значительно ниже, конструкция установки более проста. При этом производительность и эффективность метода сравнимы с методом ректификации.

Работа выполнена при поддержке Министерства промышленности и технологий РФ и Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 03-02-17017).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Пеииков В.П.* // ЖЭТФ. 1956. Т. 30. С. 850.
2. *Sherman R.H.* // Proc. of LT10. V. 188. Moscow, 1966.
3. *Tominaga A., Kawano S., Yochimasa N.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 1989. V. 22. P. 1020.
4. *Menetrier C., Roubeau P.* // Rev. Phys. Appl. 1979. V. 14. № 2. P. 131.
5. *Roubeau P., Nigohossian G. der, Avenel D.* // Colloque international "Le vide et le froid". V. 49. Grenoble, 1969.
6. *Дмитриев В.В.* Дис. ... канд. физ.-мат. наук. М.: ИФП АН СССР, 1985. 41 с.