

помощи газовой хроматографии/масс-спектрометрии и тонкослойной хроматографии по методике описанной в [3].

Результаты опытов №1 и №2 (действие тетрафторобромата бария на м-динитробензол в среде фреона и реакция непосредственного взаимодействия веществ  $\text{Ba}[\text{BrF}_4]_2$  и м-динитробензол) показали, что при взаимодействии тетрафторобромата бария и м-динитробензола выход продукта составил 4–5%, а в опыте №3 бромирование м-динитробензола трифторидом

брома 5–7%.

Таким образом, был изучен процесс бромирования м-динитробензола трифторидом брома и тетрафтороброматом бария. Галогенирование нитросоединений происходит по электрофильному механизму с образованием 1-бром-2,4-динитробензола. Результаты анализа показали, что происходило слабое взаимодействие динитробензола с трифторидом брома и его аналогом – тетрафтороброматом бария.

### Список литературы

1. Богословский Б.М., Змий П.Н., Зыков Д.Д., Пик И.Ш., Стрелихеев А.А., Юкельсон И.И. *Общая химическая технология органических веществ.* – М.: Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1922. – С.233.
2. Соболев В.И., Радченко В.Б., Ивлев С.И., Оствальд Р.В., Филимонов В.Д., Жерин И.И. // *Известия Томского политехнического университета*, 2013. – 322. – №3. – С.45.
3. Schoenberger T. // *Anal. Bioanal. Chem.*, 2012. – 13. – №1. – P.247–255.

## ИССЛЕДОВАНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ГЕПТАЦИРКОНАТА АММОНИЯ В ВОДЕ

Р.Р. Цивка, О.С. Молоткова  
Научный руководитель – ассистент А.Д. Киселев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, ziwrom-13@mail.ru

Для получения высокочистой (99,9%) циркониевой продукции предлагается рассмотреть фтораммонийную технологию переработки  $\text{ZrSiO}_4$ , одним из полупродуктов которого являются фтораммонийные комплексы Zr и Hf. Данный продукт необходимо очищать от примесей (титан, железо, алюминий) [1].

В промышленности рассматривают следующие способы:

1. Разложение фтораммонийных комплексов и сублимация  $\text{ZrF}_4$ ,
2. Экстракция органическими, нейтральными экстрагентами,
3. Очистка растворами комплексных соединений циркония с использованием различных свойств растворимости, в частности используют способ перекристаллизации из  $\text{K}_2\text{ZrF}_6$  и  $\text{K}_2\text{HfF}_6$ .

Для 2 и 3 способа необходимо знать растворимость фтораммонийных комплексов [2].

Целью настоящей работы – определение растворимости гептацирконата аммония в воде.

Актуальность данной работы – определяемая растворимость гептацирконата аммония в

воде главным образом повлияет на фтораммонийную технологию: объем воды необходимый для проведения эксперимента, оптимальные параметры для регулирования процесса.

Растворимость проводилась при помощи специальной лабораторной установки, состоящая из плитки и химической посуды. Для определения растворимости использовались кристаллы  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$ , которые растворялись в заданном объеме воды. Далее полученный раствор нагревался на плитке до заданной температуры. Определение растворимости проводили

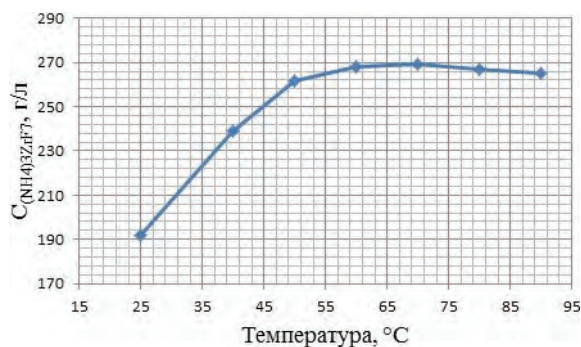
**Таблица 1.** Растворимость  $(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7$  в воде при различных температурах

Температура, °С	$C_{(\text{NH}_4)_3\text{ZrF}_7}$ , г/л
25	191,7
40	238,9
50	261,6
60	267,8
70	269,3
80	266,6
90	265,1

ли в интервале температур от 25 до 90 °С. Для каждой температуры проводилось не менее 3 измерений. После достижения заданной температуры, раствор направляли на фильтрование. После фильтрации, твердый осадок направлялся в печь для удаления остаточной влаги, раствор так же упаривался, при температуре 200 °С для выделения кристаллов из раствора.

Полученные данные по растворимости сведены в таблицу 1 и представлены в виде графика на рисунке 1.

Установлено, что, при увеличении температуры от 25 до 70 °С растворимость гептацирконата аммония плавно возрастает от 191,79 до 269,380 г/л. Далее в температурном диапазоне от 80 до 90 °С растворимость уменьшается, связано это с тем, что в ходе нагревания вода сильно



**Рис. 1.** Зависимость растворимости  $(NH_4)_3ZrF_7$  в воде от температуры

упарилась, что повлияло на конечные результаты, которые можно считать недостоверными, в дальнейших экспериментах будут рассмотрены решения для устранения ошибок, влияющих на результаты эксперимента.

### Список литературы

1. Блюменталь У.Б. *Химия циркония.* – Москва: Наука, 1963. – 345с.
2. Зюлковский З. *Жидкостная экстракция в хи-*

*мической промышленности.* – Москва: Наука, 1963. – 480с.

## ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ ТИТАНА ИЗ КАТОДНОГО ОСАДКА ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОЛИЗА РАСПЛАВА $KF \cdot KCl \cdot K_2TiF_6 - TiO_2$

К.С. Чередниченко

Научный руководитель – к.т.н., доцент Ф.А. Ворошилов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, v304tm@gmail.com

Не ослабевает интерес к поиску новых способов получения металлического титана, при которых возможно снизить себестоимость получаемого металла по сравнению с методом Кроля [1]. Одним из таких способов может стать метод электролитического получения металлического титана из фторидной эвтектики щелочных металлов.

После проведения электролиза в расплаве  $KF \cdot KCl \cdot K_2TiF_6 - TiO_2$  катодный осадок содержит металлический титан и соли электролита [2]. Нами был предложен метод разделения катодного осадка, используя электростатическое разделение. Этот метод основан на различии электрической проводимости компонентов разделяемой смеси. Для проверки работоспособности схемы была собрана лабораторная установка, схема которой приведена на рис. 1. Частицы осадка, обладающие высокой электрической проводи-

мостью, попадают в ячейки, которые находятся за барабаном, а диэлектрики попадают в ячейки, расположенные впереди барабана.

Рабочий органа аппарата представляет собой коробку из оргстекла, в которой находятся: вращающийся барабан, коронарный электрод, щетка для очистки барабана и ячейки для приема продуктов разделения. Для подачи катодного осадка в аппарат электростатического разделения было собрана вибрационная панель, которая обеспечивала массовую подачу материала в интервале 1–2 г/мин.

Были проведены опыты на модельной смеси, для этого использовалась смесь электролита и порошка титана с крупностью 20–50 мкм. Поскольку в ходе экспериментов по электролитическому получению титана были получены осадки, содержащие не более 30% металла, то такое же соотношение и было выбрано для наших опы-