

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СТАДИИ УПАРИВАНИЯ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ОЧИСТКИ ОТ ПРИМЕСЕЙ В ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПАРАВОЛЬФРАМАТА АММОНИЯ С ПОМОЩЬЮ БИФТОРИДА АММОНИЯ

Б.Б. Нурмухамбетов, И.С. Селянин, М.И. Тычкина
 Научный руководитель – к.т.н, доцент отделения ядерно-топливного цикла Ф.А. Ворошилов

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет
 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, fvoroshilov@tpu.ru, bbn2@tpu.ru*

Вольфрам, обладая высокой плотностью, тугоплавкостью и пластичностью, нашел широкое применение в металлургии не только в металлическом виде, но и в виде сплавов. В природе встречается около 15 видов вольфрамовых минералов, в основном в виде вольфраматов. Основными примесями содержащимися в концентратах являются кальций, железо, титан и марганец. Для выделения основного компонента используют следующие способы: спекание с содой, разложение растворами соды в автоклавах, разложение растворами едкого натра и разложение кислотами [1].

Также существует перспективный способ переработки с использованием бифторида аммония, который включает в себя следующие основные стадии: фторирование, водное выщелачивание, аммиачное осаждение до pH=8, аммиачное растворение до pH=12, а также кристаллизация паравольфрамата аммония (ПВА). При аммиачном осаждении вольфрам выпадает в осадок в виде вольфрамата аммония и часть примесей в виде гидроксидов железа, марганца и титана. В результате обработки раствором аммиака до pH=12 происходит растворение вольфрамата аммония и выпадение примесей гидроксида железа, марганца, титана и кальция в осадок. Стадия упаривания основана на различии в величинах растворимости примесей марганца, кальция, железа и титана от вольфрама, при этом примеси выпадают в осадок. Т.к. данная стадия предполагает расход большого количества энергии для подвода тепла, то существует

необходимость в исследовании данной стадии на эффективность очистки от примесей, которые сопутствуют вольфраму в концентратах.

В качестве сырья использовался вольфрамовый концентрат месторождения Закаменск. Состав пробы был определен с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой iCAP 6300 Duo. Результаты представлены в таблице 1.

Для проведения исследования были взяты пробы фторированного вольфрамового концентрата массой по 100 г. Фторирование проведено при температуре 210°C и 100% избытке бифторида аммония в течение 8 часов, при этом степень фторирования составила 87%. Каждая навеска подвергалась водному выщелачиванию, добавлением 150 г воды в каждую. После этого растворы отделяли от не растворившейся твердой фазы. Затем одна проба упаривалась до выпадения примесей в осадок, а вторая проба данному процессу не подвергалась. Далее, обе пробы подвергались аммиачному осаждению до pH=8, а затем аммиачному растворению до pH=12. Оба раствора направляются на кристаллизацию ПВА. Полученные осадки ПВА проанализированы с помощью атомно-эмиссионного анализа, с целью определения элементного состава полученных продуктов. Т.к. все стадии были идентичны, то влияние на состав продукта вносит только стадия упаривания. Результаты анализов приведены в таблице 2.

Экспериментально установлено, что стадия упаривания способствует увеличению степени

Таблица 1. Элементный анализ исходного сырья

Элемент	Ca	Ti	Mn	Fe	W
Содержание, %	3	0,9	8,8	16,2	42

Таблица 2. Элементный анализ ПВА

Элемент	Ca	Ti	Mn	Fe	W
Содержание в ПВА(с упариванием), %	0,079	0,027	0	0,034	78,64
Содержание в ПВА(без упаривания), %	0,11	0,027	0	0,042	77,44

очистки ПВА от кальция на 28,18%, от железа на 19,04% и не влияет на степень очистки от и

титана, а марганец же был удален на стадиях обработки раствором аммиака до pH=8 и pH=12.

Список литературы

1. Зеликман А.Н. Вольфрам.– М.: Металлургия, 1978.– 272с.

ВОЗМОЖНОСТИ ТЕХНОЛОГИИ «ХОЛОДНОГО ТИГЛЯ» ДЛЯ ИММОБИЛИЗАЦИИ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ

Г.Е. Овсянникова, Д.Д. Владимирова, О.Э. Шубабко, Мин Хейн Тхет
Научный руководитель – к.т.н., доцент М.А. Вартанян

Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева
125047, Россия, г. Москва, пл. Муусская 9, mariavartanyan@mail.ru

В результате эксплуатации АЭС образуются радиоактивные отходы (РАО) различного типа (высокоактивные (ВАО), низко- и средне активные (НСАО)). Для обеспечения экологической безопасности, а также для реализации концепции замкнутого топливного цикла необходима разработка максимально эффективных в экономическом и технологическом плане способов переработки и изоляции РАО. В данной работе представлен анализ технологии индуктивного плавления в холодном тигле (ИПХТ) как наиболее перспективной для иммобилизации всех типов радиоактивных отходов.

Индукционные тигельные печи имеют ряд достоинств, благодаря которым произошло активное внедрение технологий плавления в горячих (ИПГТ) и холодных (ИПХТ) тиглях индукционного нагрева во всём мире:

- высокая производительность;
- удобство и простота обслуживания печи и управления процессом плавления;
- интенсивная электродинамическая циркуляция расплавов, благодаря чему температура выровнена по объёму ванны;
- возможность создания в печи любой атмосферы (окислительной, восстановительной или нейтральной) при любом давлении газовой среды;
- высокий уровень чистоты процесса плавки.

Как следствие, технология ИПХТ нашла применение в различных отраслях промышленности, в том числе и в иммобилизации радиоактивных отходов. В настоящее время в большинстве стран отходы как низкой и средней степени активности, так и высокоактивные отходы преимущественно подвергают остекловыванию.

Однако, если учитывать тот факт, что в стёклах скорость выщелачивания включённых в состав радионуклидов зависит от их тепловыделения, а из-за высокой температуры плавления происходит потеря летучих радионуклидов, предпочтительнее включать ВАО в керамические матрицы, а остекловывать только НСАО [1]. Рассмотрим полученные методом ИПХТ керамические и стекольные материалы для иммобилизации радиоактивных отходов. В качестве стекло-матриц используют натрий-алюмо-фосфатные, боросиликатные, базальто-подобные, фтор-фосфатные и ферросиликатные стёкла. Скорость выщелачивания включённых в их состав НСАО (содержащих ^{137}Cs , ^{134}Cs , ^{90}Sr , ^{60}Co) в воде при 20 °C составляет: для боросиликатных стекол – 10^{-5} – 10^{-6} г/(м²•сут); для базальтоподобных стекол – 10^{-7} – 10^{-8} г/(м²•сут); для ферросиликатных стекол – $6 \cdot 10^{-7}$ г/(м²•сут); для натрий-силикатных стекол – 10-6 г/(м²•сут) [2]. Высокоактивные (U и Th) и долгоживущие актинидные отходы (Np, Pu, Am, Cm, Gd, La, Ce, Nd) предлагается включать в муратаитовую керамику. Состав матрицы для U и Th – $5\text{Al}_2\text{O}_3 + 10\text{CaO} + 55\text{TiO}_2 + 10\text{MnO} + 5\text{Fe}_2\text{O}_3 + 5\text{ZrO}_2 + 10\text{XO}_2$ (где X – U, Th). Образцы, полученные методом ИПХТ, преимущественно состоят из муратаита (политип 5C), наблюдается относительно малая пористость, крупных трещин нет [3, 4]. Оптимальное массовое содержание оксидов в матрице для РЗЭ-актинидной фракции (в %) составляет: 55–60 TiO₂, 8–10 MnO, 8–10 CaO, 4–5 Al₂O₃, 4–5 Fe₂O₃, 4–6 ZrO₂, 8–10 – оксиды актинидов, редкоземельных элементов и их смеси. Скорость выщелачивания ВАО из такого материала не превышает 10^{-3} – 10^{-5} г/(м²•сут) по Pu и 10^{-3} – 10^{-4} г/(м²•сут) по Am [5]. Представленные результаты являются приемли-