

УДК: 543:546.799 + 543.056 + 543.064

ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ ОКСАЛАТА КАЛЬЦИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ ОСАЖДЕНИЕМ ИЗ АЗОТНОКИСЛЫХ РАСТВОРОВ

Селявский Вадим Юрьевич,

аспирант, руководитель химико-металлургической группы
опытно-технологической лаборатории ХМЗ АО «СХК»,
Россия, 636039, г. Северск, ул. Курчатова, 1. E-mail: duncan@qwertynet.ru

Буйновский Александр Сергеевич,

д-р техн. наук, профессор каф. химии и технологии материалов
современной энергетики Северского технологического института
Национального исследовательского ядерного университета МИФИ,
Россия, 636036, г. Северск, пр. Коммунистический, 65.
E-mail: ASBujnovskij@mephi.ru

Софронов Владимир Леонидович,

д-р техн. наук, профессор зав. каф. химии и технологии материалов
современной энергетики Северского технологического института
Национального исследовательского ядерного университета МИФИ, Россия,
636036, г. Северск, пр. Коммунистический, 65. E-mail: VLSofronov@mephi.ru

Селявская Евгения Викторовна,

преподаватель каф. химии и технологии материалов современной
энергетики Северского технологического института Национального
исследовательского ядерного университета МИФИ, Россия, 636036,
г. Северск, пр. Коммунистический, 65. E-mail: vevgenes@yandex.ru

Актуальность работы обусловлена тем, что осаждение ионов кальция в виде оксалата нашло широкое применение для его количественного определения, концентрирования и предварительного отделения трансплутониевых элементов от целого ряда элементов (Mg, Mn, Al, Cr, Fe, Ni и т. д.). Оксалат кальция как наименее растворимый из оксалатов щелочноземельных металлов может количественно очищать раствор от радионуклидов, захватывая их в осадок и оставляя сопутствующие примеси в растворе. Знание размеров получаемых кристаллов оксалата кальция в производственных условиях позволит избежать уноса осадка при фильтровании, повысить степень разделения и, тем самым, улучшить технико-экономические показатели процесса производства.

Цель работы: исследовать влияние кислотности раствора и концентрации осадителя (щавелевой кислоты) на размеры получаемых частиц оксалата кальция и подобрать тип фильтра для улавливания частиц образующегося осадка из кислых нитратных растворов, обеспечивающий максимально полное отделение раствора от осадка, избегая дополнительной фильтрации или повторной перефильтрации раствора.

Методы исследования: метод соосаждения, адсорбция, метод квартования, определение среднечислового размера частиц осадка оксалата кальция, полученного осаждением щавелевой кислотой из азотнокислых растворов солей кальция, микрорентгеноспектральный анализ, метод растровой электронной микроскопии с использованием электронного микроскопа «Inspect S» с микроанализатором Edax.

Результаты. Рассмотрены механизмы роста кристаллов в зависимости от различных факторов и условий, изучены среднечисловые размеры частиц оксалата кальция, полученного осаждением щавелевой кислотой из азотнокислых растворов солей кальция. Получены фотографии осадков и выполнен дисперсионный анализ исследуемой системы распределения частиц по размерам. Установлено, что при снижении кислотности раствора от 2,0 до 0,01 моль/л среднечисловой размер образующихся частиц оксалата кальция уменьшается от 42,0–35,0 до 1,0–0,1 мкм.

Ключевые слова:

Оксалат кальция, осаждение, соосадитель, азотнокислые растворы, морфология частиц, фракционный состав.

Введение

Один из важных способов концентрирования и разделения актиноидов основан на применении осаждения, и особенно соосаждения, с использованием подходящих соосадителей (коллекторов) [1–3].

Большое распространение соосадители получили при проведении работ с актиноидами в радиохимических исследованиях для отделения продуктов

реакций от больших количеств материала мишени, а также в технологии разделения и выделения радионуклидов и редкоземельных элементов [1, 4–7].

Осаждение ионов кальция в виде оксалата нашло широкое применение для его количественного определения, концентрирования и предварительного отделения трансплутониевых элементов (ТПЭ) от целого ряда элементов (Mg, Mn, Al, Cr, Fe, Ni и

т. д.) [8]. Оксалат кальция, как наименее растворимый из оксалатов щелочноземельных металлов [4, 9], способен даже при большой концентрации нитратов металлов количественно очищать раствор от радионуклидов, захватывая их в осадок и оставляя сопутствующие примеси в растворе [1, 10]. Образующийся осадок оксалата кальция легко растворяется в кислоте. Это позволяет проводить процесс осаждения, многократно концентрируя ценный компонент из раствора [11]. Ион кальция не мешает проведению многих цветных реакций микрокомпонентов с органическими реактивами [12].

Форма и структура кристаллов, а также гранулометрический состав осадков определяются условиями их получения. На характер осадка может оказывать влияние присутствие в растворе даже незначительных количеств примесей, которые, адсорбируясь или на поверхности, или попадая внутрь кристалла, меняют его форму [13].

В зависимости от назначения желателен получение осадка или с крупнокристаллической, или с мелкокристаллической структурой. Любой осадок неизбежно проходит стадию коллоидной дисперсности, важно, чтобы время нахождения в дисперсном состоянии было достаточным для диффузии ионов микроэлементов к поверхности осадка [14, 15].

Известны три механизма роста кристаллов: нормальный, слоистый и слоисто-спиральный. В первом случае ионы микроэлементов присоединяются к поверхности растущего кристалла в любом месте. Это происходит при высокой температуре, в растворе же кристаллы так не растут. В остальных случаях, в том числе и в растворах, ионы микроэлементов могут присоединяться только к торцам ростовых слоев элементарной высоты, распространяющихся по гладкой, уже сформированной поверхности [13].

В этих случаях появление и рост кристаллов осуществляется в два этапа. Вначале (первый этап) образуются очень мелкие центры кристаллизации (зародыши кристаллов), а затем (второй этап) происходит образование и рост мелких кристаллов. Для дальнейшего роста и образования крупнокристаллических осадков нужно, чтобы первая стадия происходила медленно, т. к. при этом образуется меньше центров кристаллизации, но зато больше вещества адсорбируется на поверхности зародышей, образуя крупные кристаллы [16].

Известны три гидрата оксалата кальция: $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. При обычных условиях стабильная форма – моногидрат (получаются при осаждении из горячих растворов). Ди- и тригидраты, образующиеся при осаждении в холодном растворе, переходят при стоянии в моногидрат [17]. На практике оксалат кальция осаждают из кислых или щелочных растворов. Известны методы осаждения его из кислых растворов, которые затем нейтрализуют до определенного значения pH [18].

Осаждение оксалата кальция из кислых и щелочных растворов приводит к образованию осадка, который трудно отфильтровать и промыть, но такой

осадок хорошо адсорбирует примеси. В кислой среде происходит частичное растворение $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, в щелочной – соосаждение $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и образование CaCO_3 . Оксалат кальция осаждается количественно при pH 4,0 (практически не ниже 4,0 и не выше 6,0) [17, 19–21]. Наиболее чистые осадки оксалата кальция получают при выдерживании осадка в маточном растворе, что связано со способностью оксалата кальция выделяться из пересыщенных растворов всегда с некоторым замедлением [18].

Сведения о влиянии условий осаждения на размер кристаллов оксалата кальция в литературе практически отсутствуют, в связи с чем были проведены исследования, частично ликвидирующие этот пробел и устанавливающие закономерности формирования размера частиц осадка образующегося оксалата кальция от кислотности его нитратного раствора и избытка щавелевой кислоты.

Экспериментальная часть

Для исследований были взяты следующие реактивы: нитрат кальция $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, «х.ч.», щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, «х.ч.», азотная кислота концентрированная HNO_3 , «х.ч.», дистиллированная вода.

Первоначально определяли среднечисловые размеры частиц осадка оксалата кальция, полученного осаждением из азотнокислых растворов солей кальция щавелевой кислотой, взятой в стехиометрическом соотношении к концентрации ионов кальция в растворе. В качестве исходного раствора использовался раствор нитрата натрия с концентрацией 1,0 моль/л (считая на ионы Ca^{2+}). В качестве осадителя использовался раствор щавелевой кислоты концентрацией 1,0 моль/л по $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$. Осадитель добавлялся в мольном соотношении 1:1, 1:1,2. Осаждение проводили при длительности 60 мин. Отфильтрованные осадки высушивали, и от них методом квартования отбиралась проба для определения среднечислового размера их частиц с помощью микрорентгеноспектрального анализа методом растровой электронной микроскопии с использованием электронного микроскопа «Inspect S» с микроанализатором Edax [22].

Результаты и их обсуждение

Особенности морфологии частиц осадка оксалата кальция, полученного из азотно-кислого раствора нитрата кальция, осажденного с помощью щавелевой кислоты при мольных соотношениях ионов Ca^{2+} : $\text{C}_2\text{O}_4^{2-} = 1:1$; 1:1,2, представлены в табл. 1, 2. На основании полученных фотографий был выполнен дисперсионный анализ исследуемой системы. Результаты распределения частиц по ее размерам представлены в табл. 3.

Из представленных в табл. 1–3 данных видно, что среднечисловой размер получаемых частиц оксалата кальция зависит от кислотности раствора и от избытка осадителя. При снижении кислотности раствора от 2,0 до 0,01 моль/л среднечисловой размер образующихся частиц оксалата кальция уменьшается от 42,0–35,0 до 1,0–0,1 мкм (табл. 1).

Таблица 1. Микрофотографии осадка CaC_2O_4 в зависимости от кислотности раствора (при мольном соотношении $\text{Ca}^{2+} : \text{C}_2\text{O}_4^{2-} = 1:1$)

Table 1. Microphotographs of CaC_2O_4 sediment depending on the solution acidity (at mole ratio $\text{Ca}^{2+} : \text{C}_2\text{O}_4^{2-} = 1:1$)

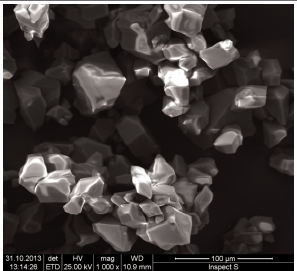
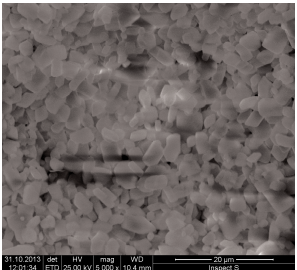
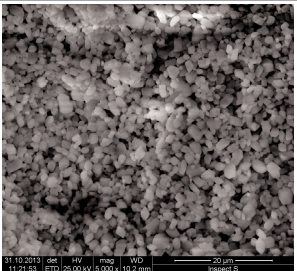
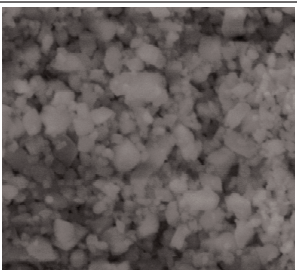
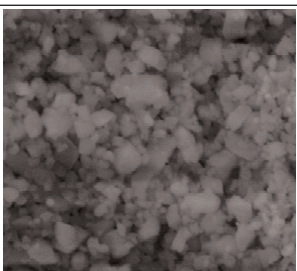
Индекс пробы Sample index	Кислотность раствора, моль/л Solution acidity, mole/l	Микроструктура частиц Particle microstructure	Среднечисловой размер частиц, мкм Average particle size, μm
1	2,0		35,0–42,0
2	1,0		5,0–8,0
3	0,5		3,0–5,0
4	0,1		2,0–3,0
5	0,01		1,0–0,1

Таблица 2. Микрофотографии осадка CaC_2O_4 в зависимости от кислотности раствора (при мольном соотношении $\text{Ca}^{2+} : \text{C}_2\text{O}_4^{2-} = 1:1,2$)

Table 2. Microphotographs of CaC_2O_4 sediment depending on the solution acidity (at mole ratio $\text{Ca}^{2+} : \text{C}_2\text{O}_4^{2-} = 1:1,2$)

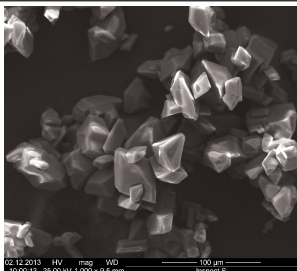
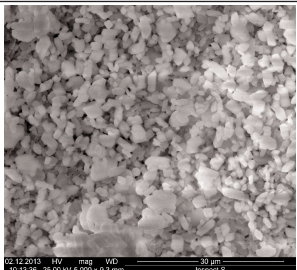
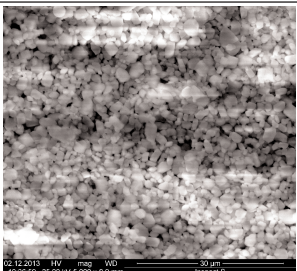
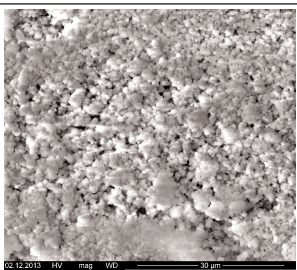
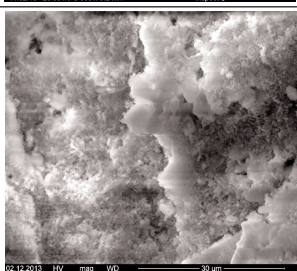
Индекс пробы Sample index	Кислотность раствора, моль/л Solution acidity, mole/l	Микроструктура частиц Particle microstructure	Среднечисловой размер частиц, мкм Average particle size, μm
6	2,0		28,0–32,0
7	1,0		3,0–5,0
8	0,5		1,0–3,0
9	0,1		1,0–0,01
10	0,01		>0,01

Таблица 3. Распределение частиц по размерам в зависимости от кислотности раствора при мольном соотношении $Ca^{2+}: C_2O_4^{2-}=1:1; 1:1,2$

Table 3. Particle size distribution depending on the solution acidity at mole ratio $Ca^{2+}: C_2O_4^{2-}=1:1; 1:1,2$

Кислотность раствора, моль/л Solution acidity, mole/l	Доля частиц, % Particle part, %								Средне-числовой размер частиц Average particle size	
	до 1,0	1,0–2,0	2,0–3,0	3,0–4,0	до 10	10,0–20,0	20,0–30,0	30,0–40,0		более 40,0
	мкм/μm									
Мольное соотношение (mole ratio) $Ca^{2+}: C_2O_4^{2-}=1:1$										
2,0	–	–	–	–	1,6	16,5	42,1	19,8	10,3	35,0–42,0
1,0	1,8	13,7	19,3	28,6	33,2	3,4	–	–	–	5,0–7,0
0,5	5,2	30,0	39,4	17,7	7,7	–	–	–	–	3,0–5,0
0,1	13,8	57,7	22,6	4,7	1,2	–	–	–	–	2,0–3,0
0,01	62,6	33,5	3,9	–	–	–	–	–	–	1,0–0,1
Мольное соотношение (mole ratio) $Ca^{2+}: C_2O_4^{2-}=1:1,2$										
2,0	–	–	–	–	3,8	30,7	45,9	13,7	5,9	28,0–32,0
1,0	5,4	19,8	32,4	20,3	21,4	0,7	–	–	–	3,0–5,0
0,5	11,3	43,1	31,6	9,8	4,2	–	–	–	–	1,0–3,0
0,1	31,6	62,8	4,9	0,7	–	–	–	–	–	1,0–0,01
0,01	78,8	21,2	–	–	–	–	–	–	–	менее 0,01

При изменении количества осадителя меняется фракционный состав полученного осадка оксалата кальция (табл. 3). Таким образом, можно сделать вывод, что при увеличении избытка осадителя (щавелевой кислоты) в азотнокислых растворах нитрата кальция среднечисловые размеры полученных частиц оксалата кальция уменьшаются.

Используя полученные данные о размерах кристаллов оксалата кальция, образующихся в зависимости от условий процесса (кислотности и избытка щавелевой кислоты), можно подобрать фильтр, предотвращающий унос осадка, на примере классификации обеззоленных фильтров, представленной в табл. 4.

Таким образом, для улавливания частиц образующегося осадка оксалата кальция из азотнокислых растворов при кислотности 2,0 моль/л подходит любой тип обеззоленных фильтров, представленных в табл. 4, при кислотности от 2,0 до 1,0 моль/л – все, кроме фильтров типа красная лента (табл. 4), при кислотности от 1,0 до 0,1 моль/л необходимо использовать только фильтры типа синяя или зеленая лента, иначе часть осадка будет уходить вместе с раствором, в связи с чем в технологическом цикле может потребоваться дополнительная фильтрация или повторная перефильтрация раствора.

Таблица 4. Классификация обеззоленных фильтров [23, 24]

Table 4. Classification of ashless filters [23, 24]

Тип (сорт) Type (grade)	Характеристика свойств фильтра Filter feature characteristic	Фильтрующая способность (не более) Filtration capacity (not more than)	Сопротивление про-давлению (кПа) Burst strength (kPa)	Размер пор, мкм Pore size, μm
Зеленая лента Green band	Узкие поры, плотная, низкая скорость фильтрации Small pores, dense, low filtrating rate	170 с (s)	>25	2–3
Синяя лента Blue band	Мелкопористая, очень плотная, низкая скорость фильтрации Fine-porous, very dense, low filtrating rate	100 с (s)		3–5
Белая лента White band	Средний размер пор, средняя скорость фильтрации Average pore size, average filtrating rate	45 с (s)		5–8
Красная лента Red band	Средняя плотность, быстрая скорость фильтрации Average dense, high filtrating rate	25 с (s)		8–12

Заключение

В данной работе были изучены среднечисловые размеры частиц оксалата кальция, полученного осаждением щавелевой кислотой из азотнокислых растворов солей кальция.

Методом электронной микроскопии определены среднечисловые размеры частиц этого осадка и выполнен дисперсионный анализ исследуемой системы.

Из полученных результатов следует, что при увеличении избытка осадителя (щавелевой кислоты) в азотнокислых растворах нитрата кальция размеры полученных частиц оксалата кальция уменьшаются от 42,0–35,0 до 1,0–0,1 мкм.

Знание размеров частиц, образующихся в азотнокислом растворе, позволяет подобрать тот или иной тип (сорт) фильтров. Для улавливания частиц образующегося осадка оксалата кальция из кислых нитратных растворов необходимо использовать фильтры типа синяя или зеленая лента при кислотности раствора не более 0,1 моль/л, иначе часть осадка будет уходить вместе с раствором, в связи с чем может потребоваться в технологическом цикле дополнительная фильтрация или повторная перефильтрация раствора.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кузнецов В.И. Концентрирование актиноидов соосаждением с органическими соосаждителями. – М.: Атомиздат, 1968. – 232 с.
2. Kummer J.T., Youngs J.D. The surface composition of a dilute solid solution of calcium chloride in sodium chloride // *J. Phys. Chem.* – 1963. – V. 67. – P. 107–109.
3. Матюха В.А., Матюха С.В. Оксалаты редкоземельных элементов и актиноидов. 3-е изд., перераб. и доп. – М.: ИзДАТ, 2008. – 607 с.
4. Быховский Д.Н., Петрова И.К. Соосаждение церия (III) и тория (IV) с оксалатом бария // *Радиохимия.* – 1968. – Т. 10. – № 5. – С. 520–527.
5. Ryan V.A., Pringle J.W. Preparation of Pure Americium. – Denver, Colo.: Dow Chemical Company, Rocky Flats Plant, 1960. – 24 p.
6. Street K.Jr., Seaborg G.T. The Separation of Americium and Curium from the Rare Earth Elements // *J. Am. Chem. Soc.* – 1950. – V. 72. – P. 2790–2792.
7. Application of Extraction Chromatography to the Recovery of Neptunium, Plutonium and Americium from an Industrial Waste / C. Madic, C. Kertesz, R. Sontag et al. // *Separ. Sci. Tehno.* – 1980. – V. 15. – № 4. – P. 745–762.
8. Пазухин Э.М., Брызгалова Р.В. Механизм осаждения плутония (IV) и европия (III) с оксалатом кальция // *Журнал общей химии.* – 1977. – Т. XLIX. – № 1. – С. 15–20.
9. Никольский Б.П., Григоров О.Н., Позин М.Е. Справочник химика. Т. 2. – М.-Л.: Госхимиздат, 1963. – 1168 с.
10. Исследование процесса очистки водно-хвостовых растворов от америция с использованием оксалата кальция / В.Ю. Селявский, В.Г. Кочетков, С.А. Житков, А.С. Буйновский, В.Л. Софронов // *Изв. вузов. Физика.* – 2013. – Т. 56. – № 4/2. – С. 257–264.
11. Способ извлечения америция: пат. 2477758 Рос. Федерация, МПК С22В60/02, С22В3/20. Оpubл. 20.03.2013; Бюл. № 8. – 6 с.
12. Миллер А.Д., Либина Р.И. Концентрирование осаждением с карбонатом кальция и определения ряда микроэлементов, природных вод, водных вытяжек и сточных вод // *Журнал прикладной химии.* – 1959. – Т. 32. – № 12. – С. 2624–2631.
13. Рашкович Л.Н., Петрова Е.В. Рост и растворение кристаллов оксалата кальция // *Химия и жизнь.* – 2006. – № 1. – С. 24–27.
14. Смирнова Е.А., Кривохатский А.С. Влияние примесей на размер и форму кристаллов оксалатов и оксидов тория и америция // *Радиохимия.* – 1990. – Т. 32. – № 3. – С. 33–36.
15. Клячко Ю.П., Кондратюк П.П. Зависимость процесса осаждения и характера осадка от порядка взаимодействия растворов // *Заводская лаборатория.* – 1947. – Т. 13. – № 8. – С. 912–916.
16. Шаскольская М.П. Кристаллы. – М.: Наука, 1980. – 208 с.
17. Кольтоф И.М., Сендел Е.Б. Количественный анализ. – М.; Л.: Госхимиздат, 1941. – 712 с.
18. Фрумкина Н.С., Кручкова Е.С., Муштакова С.П. Аналитическая химия кальция. – М.: Наука, 1974. – 252 с.
19. Горбенко Ф.П. К вопросу о микрохимическом определении кальция в природной воде // *Гидрохимические материалы.* – 1955. – Т. 23. – С. 168–182.
20. Горбенко Ф.П. К вопросу о микрохимическом определении кальция в природной воде // *Гидрохимические материалы.* – 1956. – Т. 24. – С. 36–38.
21. Никитина Л.Д. Оксалатный метод определения фосфорного ангидрида в апатитовом концентрате и апатито-нефелиновой руде // *Заводская лаборатория.* – 1956. – Т. 22. – № 2. – С. 154–157.
22. РИ-80–15–99–2011. Рабочая инструкция по эксплуатации установки с растровым электронным микроскопом. – Северск: АО «Сибирский химический комбинат», 2011. – 23 с.
23. Лабораторные обеззоленные фильтры. URL: <http://www.filtrlab.ru> (дата обращения: 20.09.2014).
24. Классификация бумажных фильтров. URL: <http://www.fptl.ru/sprav44nik/bumajhnie-filtri.html> (дата обращения: 01.05.2015).

Поступила 29.05.2015 г.

UDC 543:546.799 + 543.056 + 543.064

THE RESEARCH OF PARTICLE SIZE OF CALCIUM OXALATE OBTAINED BY PRECIPITATION FROM NITRATE SOLUTIONS

Vadim Yu. Selyavskiy,

Stock Company «Siberian Group Of Chemical Enterprises», 1, Kurchatov Street, Seversk, 636039, Russia. E-mail: duncan@qwertynet.ru

Alexander S. Buynovskiy,

Seversk Technological Institute of National Research Nuclear University MEPhI, 65, Communistic prospectus, Seversk, 636036, Russia. E-mail: ASBujnovskij@mephi.ru

Vladimir L. Sofronov,

Seversk Technological Institute of National Research Nuclear University MEPhI, 65, Communistic prospectus, Seversk, 636036, Russia. E-mail: VLSofronov@mephi.ru

Eugenia V. Selyavskaya,

Seversk Technological Institute of National Research Nuclear University MEPhI, 65, Communistic prospectus, Seversk, 636036, Russia. E-mail: vevgenes@yandex.ru

The relevance of the research is conditioned by the fact that calcium ions precipitation in the form of oxalate is widely used for its quantitative determination, concentration and preliminary separation of transplutonium elements from a range of elements (Mg, Mn, Al, Cr, Fe, Ni etc.). Calcium oxalate, being the least soluble of all oxalates of alkaline-earth metals, can quantitatively purify solutions from radionuclides by entrapping them in the precipitate and leaving the concomitant impurities in the solution. Awareness of the size of calcium oxalate crystals obtained in production conditions makes it possible to avoid the sediment entrainment while filtrating. It also increases the separation degree, thereby improving cost-performance characteristics of production.

The main aim of the research is to study the effects of the solution acidity and the precipitant concentration (oxalic acid) on the size of the resulting particles of calcium oxalate, and to choose the type of filter for entrapping particulates of sediment formed from acidic nitrate solutions, that provides the most complete separation of the solution from the precipitate without using additional filtration or re-filtration of the solution.

The methods used in the research: co-precipitation method, adsorption, quartering technique, determination of the particle size of calcium oxalate precipitate, obtained by precipitation of oxalic acid calcium salts from nitrate solutions, X-ray spectrometry analysis and scanning electron microscopy technique by means of the electron microscope «Inspect S» with the microanalyser Edax.

The results. The paper considers the mechanisms of crystal growth depending on various factors and conditions. The authors have studied the size of the particles of calcium oxalate, obtained by precipitation with oxalic acid from nitrate solutions of calcium salts. The photographs of the precipitation were made; the dispersion analysis of the examined system of particle allocation according to size was carried out. It was ascertained that when reducing the acidity of the solution from 2,0 to 0,01 mol/l, the size of the resultant particles of calcium oxalate decreases from 42,0–35,0 to 1,0–0,1 μm .

Key words:

Calcium oxalate, precipitation, co-precipitator, nitrate solutions, morphology of particles, fractional composition.

REFERENCES

- Kuznetsov V.I. *Kontsentriruvanie aktinoidov soosazhdeniem s organicheskimi soosaditelyami* [Actinium series concentration by co-precipitation with organic precipitations]. Moscow, Atomizdat Publ., 1968. 232 p.
- Kummer J.T., Youngs J.D. The surface composition of a dilute solid solution of calcium chloride in sodium chloride. *J. Phys. Chem.*, 1963, vol. 67, pp. 107–109.
- Matyukha V.A., Matyukha S.V. *Oksalaty redkozemelnykh elementov i aktinoidov* [Oxalates of rare earth elements and actinides]. Moscow, Izdat Publ., 2008. 607 p.
- Bykhovskiy D.N., Petrova I.K. Soosazhdenie tseriya (III) i toriya (IV) s oksalatom bariya [Co-precipitation of cerium (III) and thorium (IV) with barium oxalate]. *Radiochemistry*, 1968, vol. 10, no. 5, pp. 520–527.
- Ryan V.A., Pringle J.W. *Preparation of Pure Americium*. Denver, Colo., Dow Chemical Company, Rocky Flats Plant, 1960. 24 p.
- Street K.Jr., Seaborg G.T. The Separation of Americium and Curium from the Rare Earth Elements. *J. Am. Chem. Soc.*, 1950, vol. 72, pp. 2790–2792.
- Madic C., Kertesz C., Sontag R. Application of Extraction Chromatography to the Recovery of Neptunium, Plutonium and Americium from an Industrial Waste. *Separ. Sci. Tehno.*, 1980, vol. 15, no. 4, pp. 745–762.
- Pazukhin E.M., Bryzgalova R.V. Mekhanizm osazhdeniya plutoniya (IV) i evropiya (III) s oksalatom kaltsiya [The mechanism of precipitation of plutonium (IV) and europium (III) calcium oxalate]. *Russian Journal of General Chemistry*, 1977, vol. XLIX, no. 1, pp. 15–20.
- Nikolskiy B.P., Grigorov O.N., Pozin M.E. *Spravochnik khimika T. 2* [Reference book of a chemist. Vol. 2]. Moscow-Leningrad, Goskhimizdat Publ., 1963. 1168 p.
- Selyavskiy V.Yu., Kochetkov V.G., Zhitkov S.A., Buynovskiy A.S., Sofronov V.L. Issledovanie protsessov oshistki vodno-khlostovyykh rastvorov ot ameritsiya s ispolzovaniem oksalata kaltsiya [The research of purification of water-tail solutions from americium by means of calcium oxalate]. *Russian Physics Journal*, 2013, vol. 56, no. 4/2, pp. 257–264.
- Selyavskiy V.Yu., Gerasimenko M.N., Evstafev A.A., Zhitkov S.A., Skripnikov V.V., Shimaskiy S.A. *Sposob izvlecheniya ameritsiya* [Americium extraction technique]. Patent RF, no. 2477758, 2013.
- Miller A.D., Libina R.I. Kontsentriruvanie osazhdeniem s karbonatom kaltsiya i opredeleniya ryada mikroelementov, prirodnykh vod, vodnykh vytyazhek i stochnykh vod [Concentration by precipitation with calcium carbonate, and determination of a range of trace elements in natural waters, aqueous extracts and waste water]. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 1959, vol. 32, no. 12, pp. 2624–2631.
- Rashkovich L.N., Petrova E.V. Rost i rastvorenie krishtallov oksalata kaltsiya [Growth and dissolution of calcium oxalate crystals]. *Khimiya i zhizn*, 2006, no. 1, pp. 24–27.
- Smirnova E.A., Krivokhatskiy A.S. Vliyanie primesey na razmer i formu krashtallov oksalotov i oksidov toriya i ameritsiya [The effect of impurities on the size and shape of crystals of oxalates and oxides of thorium and americium]. *Radiochemistry*, 1990, vol. 32, no. 3, pp. 33–36.
- Klyachko Yu.P., Kondratyuk P.P. Zavisimost protsessov osazhdeniya i kharaktera osadka ot poryadka vzaimodeystviya rastvorov [The dependence of precipitation process and the nature of a precipitate on the order of interaction of solutions]. *Zavodskaya laboratoriya*, 1947, vol. 13, no. 8, pp. 912–916.
- Shaskolskaya M.P. *Kristally* [Crystals]. Moscow, Nauka Publ., 1980. 208 p.
- Koltgof I.M., Sendel E.B. *Kolichestvennyy analiz* [Quantitative analysis]. Moscow-Leningrad, Goskhimizdat Publ., 1941. 712 p.
- Frumkina N.S., Kryuchkova E.S., Mushtakova S.P. *Analiticheskaya khimiya kaltsiya* [Analytical chemistry of calcium]. Moscow, Nauka Publ., 1974. 252 p.
- Gorbenko F.P. K voprosu o mikrokhimicheskom opredelenii kaltsiya v prirodnoy vode [On the issue of calcium microchemical determination in natural water]. *Gidrokhimicheskie materialy*, 1955, vol. 23, pp. 168–182.
- Gorbenko F.P. K voprosu o mikrokhimicheskom opredelenii kaltsiya v prirodnoy vode [On the issue of calcium microchemical determination in natural water]. *Gidrokhimicheskie materialy*, 1956, vol. 24, pp. 36–38.
- Nikitina L.D. Oksalatnyy metod opredeleniya fosfornogo angidrida v apatitovom kontsentratsii i apatito-nefelinovoy rude [Oxalate method for phosphoric anhydride determination in apatite concentrate and apatite-nepheline ore]. *Zavodskaya laboratoriya*, 1956, vol. 22, no. 2, pp. 154–157.
- RI-80–15–99–2011. *Rabochaya instruktsiya po ekspluatatsii ustanovki s rastrovym elektronnyim mikroskopom* [Operating instructions installation with the scanning electron microscope]. Seversk, Stock Company «SIBERIANGROUP OF CHEMICAL ENTERPRISES», 2011. 23 p.
- Laboratornye obezvolennyye filtry* [Laboratory ashfree filters]. Available at: <http://www.filtrlab.ru> (accessed 20 September 2014).
- Klassifikatsiya bumazhnykh fil'trov* [Classification paper filters]. Available at: <http://www.fptl.ru/spravo4nik/bumajhnie-filtri.html> (accessed 01 May 2015).

Received: 29 May 2015.