

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Физико-технический

Направление подготовки 14.04.02 «Ядерная физика и технологии»

Кафедра Техническая физика

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Получение тетрафторида урана «сухим» способом

УДК 661.87

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0АМ5А	Семченко Игорь Сергеевич		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ведущий инженер-технолог ПАО «НЗХК»	Кучеренко А.В.			

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Верховская М.В.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Гоголева Т.С.	к.ф.-м.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
«Техническая физика»	Шаманин И.В.	д. ф.-м.н.		

Томск – 2017 г.

Планируемые результаты обучения по ООП

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
Профессиональные компетенции	
P1	Способность к профессиональной эксплуатации современного оборудования и приборов, в соответствии с целями магистерской подготовки.
P2	Способностью применять экспериментальные, теоретические и компьютерные методы исследований в профессиональной области.
P3	Способность самостоятельно выполнять экспериментальные или теоретические исследования для решения научных и производственных задач с использованием современной техники и методов расчета и исследования.
P4	Готовность к проведению физических экспериментов по заданной методике, составлению описания проводимых исследований и анализу результатов
P5	Использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования
P6	Готовность решать инженерно-физические и экономические задачи с помощью пакетов прикладных программ.
P7	Способность эксплуатировать, проводить испытания и ремонт современных физических установок.
P8	Готовность к проведению предварительного технико-экономического обоснования проектных расчетов установок и приборов.
P9	Способность разрабатывать планы и программы организации инновационной деятельности на предприятии; осуществлять технико-экономическое обоснование инновационных проектов, управлять программами освоения новой продукции и технологии.
P10	Готовность к кооперации с коллегами и работе в коллективе, к организации работы коллективов исполнителей.

Министерство образования и науки Российской Федерации
 Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
 высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Физико-технический
 Направление подготовки 14.04.02 «Ядерная физика и технологии»
 Кафедра «Техническая физика»

УТВЕРЖДАЮ:
 Зав. кафедрой ТФ ФТИ
 _____ И.В.Шаманин

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
0AM5A	Семченко Игорь Сергеевич

Тема работы:

Получение тетрафторида урана «сухим» способом	
Утверждена приказом проректора-директора (директора) (дата, номер)	№ 770/с от 10.02.2017

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Задание. Литературные источники по способам получения тетрафторида урана, физико-химическим свойствам UF ₄ , и особенностям процесса твердофазного фторирования.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	1. Обзор литературы. 2. Оценка состояния действующей технологии получения ТФУ в условиях цеха № 1 ПАО «НЗХК», экспериментальное подтверждение рекомендованных режимов для разрабатываемого «сухого» способа получения ТФУ. 3. Экономический расчет. 4. Охрана труда и техника безопасности. 5. Выводы. Заключение.
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
Описание объекта исследований	
«Сухой» способ получения	Ведущий инженер-технолог ПАО «НЗХК»

тетрафторида урана твердофазным фторированием диоксида урана бифторидом аммония	Кучеренко А.В.
Анализ полученных данных	
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Доцент кафедры «Менеджмент», к.э.н. Верховская М. В.
Социальная ответственность	Ассистент кафедры «Прикладная физика», к.ф.-м.н. Гоголева Т.С.
Часть на иностранном языке	Доцент кафедры иностранных языков ИСГТ, к.п.н. Плеханова М.В.
Названия разделов, которые должны быть написаны на иностранном языке:	
Literaturübersicht zum Thema «Urantetrafluoridverfahren»	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	12.03.2017 г.
---	---------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ведущий инженер-технолог ПАО «НЗХК»	Кучеренко А.В.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM5A	Семченко Игорь Сергеевич		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
0AM5A	Семченко Игорь Сергеевич

Институт	ФТИ	Кафедра	ТФ
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	14.04.02 «Ядерные физика и технологии»

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:	– вредных проявлений факторов производственной среды (микроклимат, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующее излучение, вредные вещества); – опасных проявлений факторов производственной среды (электрической, пожарной и взрывной природы).
2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме:	– охрана труда и техника безопасности; – электробезопасность; – пожаровзрывобезопасность; – радиационная и ядерная безопасность.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:	– действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (коллективные и индивидуальные).
2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой произведённой среды в следующей последовательности:	– электробезопасность (источники, средства защиты); – пожаробезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения).

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	28.03.2017
---	-------------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент каф. ПФ ФТИ	Гоголева Т.С.	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM5A	Семченко Игорь Сергеевич		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
0AM5A	Семченко Игорь Сергеевич

Институт	ФТИ	Кафедра	ТФ
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	14.04.02 «Ядерные физика и технологии»

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Затраты на специальное оборудование определяются согласно стоимости оборудования по прейскурантам или по договорной цене. Зарботная плата рассчитывается исходя из тарифной ставки и коэффициентов, зависящих от различных условий: организация, регион. Страховые отчисления определяются согласно Федеральному закону от 24.07.2009 №212-ФЗ.
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	Оценку потенциала и перспективности реализации ТП можно провести с помощью карты сегментирования рынка
2. Планирование процесса управления НИ: структура и график проведения, бюджет	Иерархическая структура работ Организационная структура проекта Календарный план-график проведения НИР по теме
3. Оценка ресурсной, финансовой, социальной, бюджетной эффективности научного исследования	Оценка научно-технического эффекта

Перечень графического материала:

1. Матрица SWOT
2. Перечень этапов, работ и распределение исполнителей
3. Матрица ответственности
4. Календарный план-график проведения НИР

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	28.03.2017
--	------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент каф. Менеджмент	Верховская М.В.	к.э.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM5A	Семченко И.С.		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 140 страниц, 8 рис., 34 табл., 31 источник, 56 формул, 2 приложения.

Ключевые слова: тетрафторид урана, твердофазное фторирование, бифторид аммония, прокаливание.

Объектом исследования является способы получения тетрафторида урана.

Цель работы – определение параметров технологического процесса «сухого» (твердофазного) способа получения ТФУ из порошка диоксида урана.

В процессе исследования проводились: разработка принципиальной схемы получения тетрафторида урана «сухим» способом, её реализация в промышленных условиях, а также проведение исследований по определению оптимальных технологических режимов получения тетрафторида урана «сухим» способом.

В результате исследования: был получен тетрафторид урана в промышленных условиях и показано, что с увеличением насыпного веса тетрафторида урана, увеличивается процент выхода в годное.

Область применения: Полученные результаты и разработанная принципиальная схема получения тетрафторида урана «сухим» способом может быть использована для получения тетрафторида урана в промышленных условиях и оптимизации работы получения металлического урана в ПАО «НЗХК».

В будущем планируется оптимизировать этот способ путем исключения стадии восстановления до диоксида урана и получать тетрафторид урана напрямую твердофазным фторированием закиси-окиси урана бифторидом аммония, что может сократить время получения промежуточного продукта для восстановительной плавки.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ, СОКРАЩЕНИЯ

ТФУ – тетрафторид урана;

БФА – бифторид аммония;

АПФУ – аммонийпентафторид урана;

Оглавление

Реферат	7
Определения	8
Введение	12
1. Теоретическая часть	15
1.1 Обзор литературных данных по способам получения ТФУ	15
1.2 «Мокрый» способ получения ТФУ	16
1.2.1 Восстановление $U^{6+} \rightarrow U^{4+}$	18
1.2.2 Осаждение ТФУ из водных растворов	23
1.2.3 Сушка и обезвоживание кристаллогидратов ТФУ	24
1.3 «Полусухой» способ получения ТФУ	27
1.4 «Сухой» способ получения ТФУ	28
2. Экспериментальная часть	33
2.1 Методика проведения лабораторных опытов по получению ТФУ «мокрым» способом	33
2.1.1 Описание схемы получения безводного ТФУ	33
2.2 Методика проведения лабораторных опытов по получению ТФУ «сухим» способом	38
2.2.1 Описание схемы получения безводного ТФУ	38
2.2.2 Получение ТФУ из диоксида урана по упрощённой схеме	43
2.2.3 Получение ТФУ из диоксида урана при повышенном количестве БФА	49
2.2.4 Получение ТФУ из диоксида урана при механоактивации смеси диоксида урана и БФА	59
2.2.5 Объединённые результаты опытов по получению ТФУ	66
2.3 Методика получения ТФУ «сухим» способом в промышленных условиях	70
2.3.1 Описание схемы получения безводного ТФУ	70
2.3.2 Выбор технологических режимов	74

3. Социальная ответственность	80
3.1.1 Введение. Законодательство РФ по охране труда	80
3.1.2 Характеристика вредных и опасных факторов	80
3.1.3 Организационные мероприятия	81
3.1.4 Анализ вредных факторов	81
3.4.1 Мероприятия по выполнению норм воздухообмена и отопления	82
3.4.2 Требования по соблюдению норм естественного и искусственного освещения	82
3.4.3 Требования по соблюдению норм по шуму	82
3.5.4 Техника безопасности при работе с токсичными радиоактивными веществами	83
3.5.5 Электробезопасность	88
3.5.6 Пожарная безопасность	89
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	91
4.1 Оценка коммерческого потенциала	91
1.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования	91
4.2 Планирование научно-исследовательской работы	94
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования	94
4.2.2 Определение трудоемкости выполнения НИР	94
4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования	95
4.3 Бюджет НТИ	97
4.3.1 Расчет материальных затрат	97
4.3.2 Расчет стоимости оборудования	99
4.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы	100
4.3.4 Дополнительная заработная плата	102
4.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды	103
4.3.6 Формирование бюджета затрат НТИ	103
4.4 Организационная структура НТИ	104
4.5 Матрица ответственности НТИ	104
4.6 Оценка научно-технического эффекта	105

Заключение	108
Список публикаций	109
Список использованных источников	110
Приложение А	112
Приложение Б	135

ВВЕДЕНИЕ

Из литературных источников [1, 2] известно, что соединения урана (окислы, хлориды, фосфаты и другие), в частности тетрафторид урана (ТФУ, UF_4), используются для получения металлического урана или для производства гексафторида урана (UF_6). Металлический уран получают металлотермическим восстановлением ТФУ кальцием (процесс восстановительной плавки). Качество металлического урана должно соответствовать требованиям Спецификации контракта с зарубежным заказчиком.

По данным [2], для получения гексафторида из соединений урана применяется дорогостоящий реагент – элементарный фтор, поэтому в промышленности следует использовать такие исходные соединения, для фторирования которых затрата этого газа будет наименьшей. Из литературы [1] известны две реакции получения гексафторида урана, в которых фтор не применяется: диспропорционирование пентафторида урана на гексафторид и промежуточный фторид урана; окисление кислородом ТФУ, ведущее к образованию гексафторида и фторида уранила. Однако эти реакции осуществлены пока лишь в лабораторных масштабах.

С 60-х годов ведутся исследования [2] по получению ТФУ из водных растворов. Это объясняется тем, что в связи с развитием сорбционных и экстракционных процессов представилось возможным получать ТФУ непосредственно из сорбционных и экстракционных регенератов без промежуточного осаждения окисленных соединений. В промышленности используются два метода получения ТФУ:

- 1) осаждение плавиковой кислотой из водных растворов U_4^{+} ;
- 2) взаимодействие двуокиси урана и некоторых солей с газообразным фтористым водородом или фторированными углеводородами [1].

По сравнению с первым методом, второй легче дает кондиционный безводный продукт. На ПАО «НЗХК» используют «мокрую» схему

получения ТФУ, потому что она вполне отвечает требованиям по качеству получаемого ТФУ.

«Мокрый» способ получения ТФУ обладает рядом недостатков:

- наличие множества операций (в том числе, трудоёмких): растворение диоксида урана; получение соли ТФУ; фильтрация пульпы; промывание, сушка и измельчение осадка ТФУ; прокаливание порошков ТФУ;

- высокая коррозионная активность технологических растворов из-за использования концентрированных растворов соляной и фтористоводородной кислот, способствующая, в частности, повышению содержания химических примесей в ТФУ;

- попутное образование маточных растворов, отрицательно влияющее на величину выхода урана в ТФУ вследствие его уноса с данными растворами, и вызывающее необходимость трудоёмкой переработки указанных растворов.

Подробно описаны в научной литературе и имеют определённое промышленное применение «сухие» способы получения ТФУ. В основе «сухих» способов изготовления ТФУ лежит взаимодействие различных соединений урана (преимущественно диоксида урана) с фторирующими реагентами (газообразный фтористый водород, фреоны и т.д.) при повышенной температуре [3, 4].

Разновидностью «сухих» способов получения ТФУ является твёрдофазный метод, заключающийся в сухом фторировании соединений урана (диоксида урана (UO_2), трёхокси урана (UO_3), закиси-окиси урана (U_3O_8) твёрдофазными реагентами (фторидом аммония (ФА, NH_4F), бифторидом аммония (БФА, NH_4HF_2) [3, 4].

Твёрдофазный метод получения ТФУ может рассматриваться в качестве альтернативного технологическому процессу действующему в настоящее время в цехе № 1 «мокрому» способу получения ТФУ.

Твёрдофазный метод изготовления ТФУ, в случае его реализации в цехе № 1, позволит уйти от недостатков «мокрого» способа получения ТФУ.

В связи с этим, целью данной работы является определение технологических параметров «сухого» (твёрдофазного) способа получения ТФУ из порошков диоксида урана.

Задачи работы включают в себя:

1. Изучение теории процесса получения ТФУ.
2. Оценка состояния существующей технологии процесса получения ТФУ в условиях цеха № 1 ПАО «НЗХК».
3. Выбор приемлемых параметров и режимов ведения технологического процесса получения ТФУ посредством сухого фторирования диоксида урана БФА (твёрдофазный метод получения ТФУ).
4. Получение ТФУ сухим способом в промышленных условиях.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1 Обзор литературных данных по способам получения ТФУ

Как известно [2], тетрафторид урана UF_4 – кристаллическое вещество с плотностью $6,7 \text{ г/см}^3$, нелетучее, устойчивое на воздухе до 200°C , далее гидролизует влагой воздуха. Температура его плавления составляет 1036°C , температура кипения – 1730°C . UF_4 имеет различный насыпной вес от $1,5$ до $3,5 \text{ г/см}^3$ и зависит от способа получения. Способен к комплексообразованию с фторидами практически всех элементов [2].

Растворимость ТФУ в воде очень мала: при температуре 25°C она достигает 24 мг/л , с ростом температуры растворимость незначительно увеличивается и при температуре 60°C достигает величины 95 мг/л . Лучший растворитель для UF_4 – дымящая хлорная кислота HClO_4 . Кристаллогидрат $\text{UF}_4 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ в результате высушивания на воздухе при 100°C переходит в кристаллогидрат $\text{UF}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$. Полное обезвоживание можно достигнуть при температуре 400°C в атмосфере водорода или фтороводорода [3].

ТФУ – важный промежуточный продукт для синтеза гексафторида урана UF_6 и металлического урана кальций – или магнийтермическим методами. ТФУ, который можно использовать для получения металла, известен под маркой «сорт для металла»; тот, который идет для получения гексафторида, известен под маркой «сорт для каскадов» [2]. Технические условия на эти сорта в основном различаются по минимальному содержанию или проценту UF_4 . Так, сорт для металла должен содержать не менее 96% UF_4 , но желательное содержание UF_4 в материале для разделительного завода не фиксируется, а зависит в основном от экономического баланса между стоимостью гидрофторирования и стоимостью элементарного фтора, требуемого для перевода материала в гексафторид урана. Оставшаяся часть продукта состоит, главным образом, из не прореагировавших соединений UO_2 , U_3O_8 или уранилфторида [2].

Все технологические методы получения ТФУ UF_4 делятся на три группы [3]:

1. «Мокрые» или водные способы – осаждение из серно– или солянокислых растворов U^{4+} с помощью растворов HF с последующими операциями – фильтрацией осадка, сушкой и прокалкой.

2. «Полусухие» способы – газовое восстановление оксидов урана водородом или термическое разложение аммонийных солей уранила в восстановительной атмосфере с последующей обработкой UO_2 растворами плавиковой кислоты.

3. «Сухие» способы – газовое восстановление оксидов урана водородом до UO_2 с последующим их взаимодействием с газообразным фтороводородом.

Все эти методы так или иначе связаны с восстановлением U^{6+} до U^{4+} , которое ведется либо перед процессом, либо попутно с ним [2].

1.1 «Мокрый» способ получения ТФУ

Известно [1], что качество готовой продукции – металлического урана или гексафторида урана, в основном определяется чистотой тетрафторида, а значит, содержание примесей в последнем должно быть минимальным. Главным образом это относится к элементам с большим сечением захвата нейтронов (бор, кадмий), к элементам, ухудшающим физико-химические свойства урана (железо, кремний, алюминий, никель, медь и др.), а также к элементам и их соединениям, обладающим большой упругостью пара (щелочные металлы) [1]. Авторами [1] показано поведение этих элементов при осаждении ТФУ плавиковой кислотой на рис. 1.1.

Периоды	Группы элементов									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		0
1	(H)									(He)
2	(Li)	(Be)	(B)	(C)	(N)	(O)	(F)			(Ne)
3	(Na)	(Mg)	(Al)	(Si)	(P)	(S)	(Cl)			(Ar)
4	(K)	(Ca)	(Sc)	(Ti)	(V)	(Cr)	(Mn)	(Fe)	(Co)	(Ni)
	(Cu)	(Zn)	(Ga)	(Ge)	(As)	(Se)	(Br)			(Kr)
5	(Rb)	(Sr)	(Y)	(Zr)	(Nb)	(Mo)	(Tc)	(Ru)	(Rh)	(Pd)
	(Ag)	(Cd)	(In)	(Sn)	(Sb)	(Te)	(I)			(Xe)
6	(Cs)	(Ba)	(La)	(Hf)	(Ta)	(W)	(Re)	(Os)	(Ir)	(Pt)
	(Au)	(Hg)	(Tl)	(Pb)	(Bi)	(Po)	(At)			(Rn)
7	(Fr)	(Ra)	(Ac)	(Th)	(Pa)	(U)				

Простые фториды
труднорастворимые

Хорошо растворимые
фторопроизводные

Двойные соли
труднорастворимые

Увлекаются в осадок

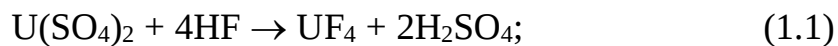
Рисунок 1.1 – Поведение элементов при осаждении ТФУ [1]

Аз анализа свойств фтористых соединений можно заключить, что из всех элементов периодической системы (рис. 1.1) щелочноземельные металлы, актиниды, редкие земли, скандий, иттрий, свинец, висмут образуют с ионами фтора труднорастворимые в воде соединения. Фториды же остальных элементов настолько хорошо растворимы в воде (особенно в присутствии соляной и серной кислот), что при осаждении ТФУ они остаются в маточном растворе. Таким образом, осаждение ТФУ из водных растворов является эффективной операцией для отделения урана от многих примесей [1].

«Мокрый» способ получения ТФУ включает в себя три основные стадии [5]:

1. Восстановление шестивалентного урана до четырёхвалентного:
 $U^{6+} \rightarrow U^{4+}$;

2. Осаждение ТФУ из водных растворов по уравнению:



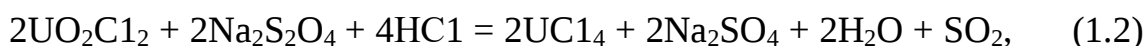
3. Сушка и обезвоживание кристаллогидратов UF_4 .

1.1.1 Восстановление шестивалентного урана до четырехвалентного урана

При получении ТФУ из водных растворов необходимо восстановить шестивалентный уран до четырехвалентного. Эта операция осуществляется химическим, электрохимическим или фотохимическим способами [2]. Рассмотрим каждый способ в отдельности.

1. Восстановление химическим путем осуществляется с использованием таких веществ и соединений, как гидросульфит натрия, сероводород, алюминий, цинк, железо и другие [1, 2].

Процесс восстановления шестивалентного урана гидросульфитом натрия подробно описан авторами [2]. Показано, что для восстановления гидросульфитом натрия обычно используют солянокислые растворы уранила. В течение процесса наблюдается уменьшение кислотности и выпадение в осадок образующегося тиосульфата натрия. Последний растворяется в избытке кислоты. Химические реакции восстановления уранила и растворения осадка (тиосульфата) можно выразить следующими уравнениями:



Для полного восстановления (близкого к 100%), предотвращения гидролиза и выпадения в осадок тиосульфата необходимо, чтобы избыточная кислотность по HCl была не меньше 60 г/л [4]. Как видно из уравнений, при этом процессе выделяется сера. Поскольку она образуется в тонкодисперсном состоянии, отделение серы от раствора представляет значительные трудности.

По данным [1], процесс восстановления цинком значительно проще, чем проводимый с гидросульфитом натрия, и раствор получается чище. При таком способе восстановления не выделяется твердых осадков, поэтому

легко организовать непрерывный процесс. Колонка для непрерывного восстановления показана на рисунке 1.2 [1].

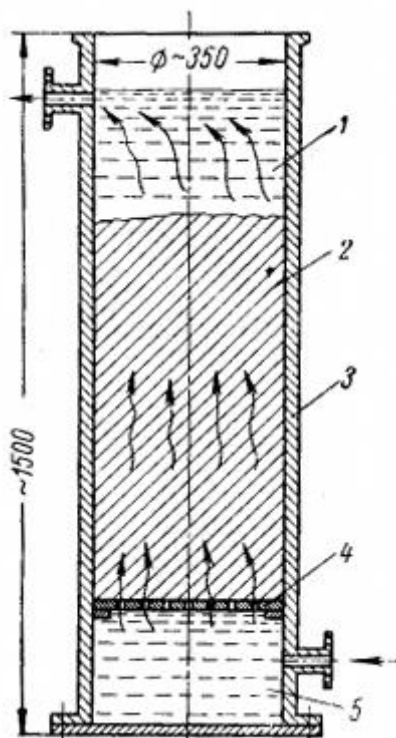
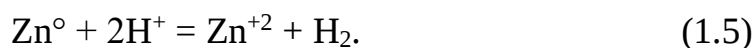


Рисунок 1.2 – Колонка для восстановления уранил-иона амальгамированным цинком (стрелками показан путь раствора): 1 – восстановительный раствор; 2 – стальной гуммированный корпус; 3 – амальгамированный цинк; 4 – ложное стальное дно; 5 – раствор, идущий на восстановление [1]

Реакция восстановления уранила цинком осуществляется [1] по уравнению:



Однако наряду с приведенной выше схемой протекает побочная реакция растворения цинка в кислоте, сопровождающаяся выделением водорода:

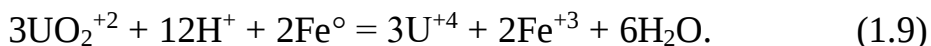
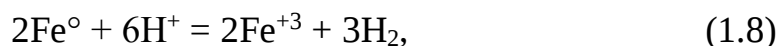


По данным [1], побочная реакция нежелательна, поскольку приводит к дополнительному расходу цинка. Для уменьшения расхода цинка итальянские исследователи [6] рекомендуют проводить восстановление в три стадии с постепенным добавлением кислоты. В этом случае можно сократить

расход цинка до 118% от теоретически необходимого. Уменьшение расхода цинка достигается также предварительным амальгамированием его.

Восстановление уранила железом является самым экономичным процессом ввиду сравнительно низкой стоимости реагента [2]. Однако загрязнение растворов ионами двухвалентного железа вызывает некоторые трудности при получении кондиционного ТФУ. Поэтому желательно использование железа в качестве восстановителя на ранних стадиях технологического процесса, например, перед экстракционной очисткой, которая обеспечивает хорошее отделение двухвалентного железа.

При восстановлении урана железной стружкой в растворе могут протекать следующие реакции:



В работе [7] показано, что в основном могут иметь место лишь две первые реакции. Кроме того, авторами [7] приводятся данные о возможном восстановлении шестивалентного урана до четырехвалентного двухвалентным железом, если образующиеся в этом процессе ионы трехвалентного железа выводить из сферы реакции, связывая их в комплекс с фтор- или фосфат-ионами. В случае восстановления сернокислого раствора уранила следует поддерживать необходимую кислотность раствора, чтобы предотвратить осаждение основной сернокислой соли урана $\text{USO}_4(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. По данным [7], теоретический расход железной стружки на восстановление составляет 0,3 г на 1 г урана, практически же он на 25-30% выше вследствие протекания побочных реакций [7].

Реакция восстановления алюминием аналогична восстановлению цинком и железом [2]. Обычно для данного способа применяется алюминиевая пудра. Восстановление алюминием легче осуществляется в

слабокислых растворах, чем в концентрированных. Особенно это относится к солянокислым растворам.

Раньше [1] считалось, что восстановление уранила металлами в растворе происходит не только в результате передачи электронов, но и атомарным водородом, образующимся при растворении металла в кислоте. Однако исследования [8] показали, что такой механизм маловероятен, поскольку время существования атомарного водорода слишком мало — около одной секунды при давлении 0,2 мм рт. ст.

2. Восстановлению водных растворов уранила путем электролиза посвящено большое количество работ [2]. Восстановление сернокислых растворов осуществляется обычно в свинцовых электролизерах, в которых катодом является их корпус, а анодом — специальные свинцовые пластины, опирающиеся на винипластовые рейки, служащие изоляторами. Анодное пространство отделено от катодного полупроницаемой диафрагмой из перхлорвиниловой ткани, пропитанной специальным составом. Одна из ячеек электролизера показана на рисунке 1.3 [1]. Электролизу подвергается сернокислый раствор уранила, в котором концентрация урана равна 60 – 70 г/л. Раствор проходит через электролизер самотеком; восстановление на 96—97% достигается в электролизере, состоящем из четырех ячеек.

При восстановлении сульфата уранила большую роль играет температура раствора. Если температура поднимается выше 60°, начинается кристаллизация сульфата четырехвалентного урана. Это нарушает нормальную работу ванны: происходит кипение электролита, снижаются степень восстановления и выход по току [1].

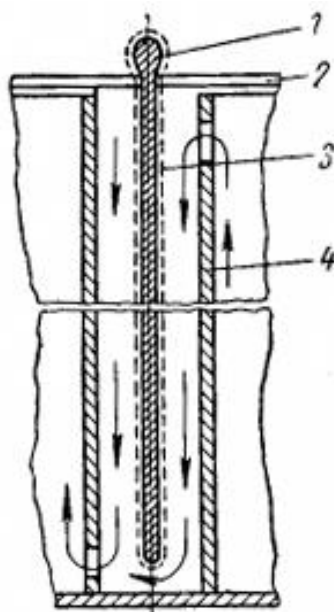


Рисунок 1.3 – Одна из ячеек электролизера (стрелками показан путь раствора): свинцовый анод; 2 – винипластовая рейка, служащая для изоляции анода от катода; 3 – диафрагма, разделяющая анодное пространство от катодного; 4 – свинцовый катод – перегородка, приваренная к корпусу [1]

Процесс электролитического восстановления сернокислых растворов можно описать следующими реакциями [1]: реакция, протекающая на катоде, имеет вид:



а реакции, протекающие на аноде, выражаются следующим образом:



Авторы [1] отмечают, что на практике помимо этих реакций протекают еще и побочные, а именно электролиз воды и окисление примесей в электролите. Однако удельный вес побочных реакций мал, и они не оказывают существенного влияния на общий энергетический баланс, если электролиз проводится правильно. Для увеличения производительности процесса рекомендуется [1] использовать биполярный электролизер, а для

предотвращения выделения урана из раствора — добавлять в электролит комплексообразователи, в частности ионы аммония и фтора.

В случае электролиза солянокислых растворов возникают большие трудности в подборе коррозионно-устойчивых материалов для ванн [2]. Решение этого вопроса, по данным [2], облегчается, если использовать катионообменные мембраны: в этом случае исключается попадание иона фтора из анодного пространства в катодное. Катоды электролитической ванны изготавливаются из графита или хромоникелевых сплавов. В качестве анодов используются платина, платинированный тантал, свинец (в сульфатно-фторидных средах). В результате электролитического восстановления уранила в солянокислых средах с применением ионообменных мембран выход по току составлял около 95% [2].

Сикамп в работе [9] наблюдал процесс фотохимического восстановления при действии солнечного света на растворы уранилнитрата и щавелевой кислоты. Авторами [9] было испытано влияние добавок органических веществ на скорость фотохимического восстановления.

Установлено [9], что самыми лучшими восстановителями являются этиловый спирт и муравьиная кислота. Фотохимическая реакция возникает при действии на растворы голубой части видимого спектра, то есть лучей, длина волны которых равна 4800–5100 ангстрем. При этом выход ТФУ или пентафторида урана и аммония при фотохимическом восстановлении в течение 4 часов составляет около 90% [9].

1.1.2 Осаждение ТФУ из водных растворов

Из литературных данных [1] следует, что восстановленный раствор $U(SO_4)_2$ направляется на стадию осаждения ТФУ UF_4 , которая ведется в каскаде из гуммированных редукторов с мешалками, обогреваемых паром. Механизм осаждения описан авторами [1]. Показано, что при добавлении к раствору 2 молей HF выпадает высший кристаллогидрат $UF_4 \cdot 2,5H_2O$.



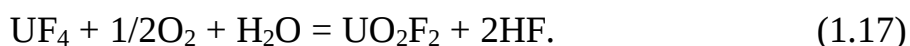


Осадок состоит из крупнозернистых зеленых кристаллов иглообразной формы. По данным [1], при температуре $90 \div 100^\circ\text{C}$, избыток HF составляет 10% от стехиометрического.

1.1.3 Сушка и обезвоживание кристаллогидратов ТФУ

Известно [10], что на восстановительную плавку должен поступать ТФУ, содержащий не более 0,15 % влаги. Для удаления гигроскопической и кристаллогидратной воды сушат и прокаливают осадки. Сушкой высушенных кристаллогидратов ТФУ до постоянного веса при температуре $105-110^\circ\text{C}$ можно удалить гигроскопическую и частично кристаллизационную воду до образования кристаллогидрата $\text{UF}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$. При этом химический состав ТФУ практически не изменяется.

Отмечается [10], что с повышением температуры пары воды начинают взаимодействовать с тетрафторидом урана. Гидролиз протекает в несколько стадий и завершается образованием двуокиси урана, а в присутствии кислорода — уранил-фторида:



Термогравиметрическая диаграмма гидратации ТФУ UF_4 в зависимости от температуры, рис. 1.4, и табл. 1.1, наглядно иллюстрируют влияние гидролиза на качество конечного продукта [1, 3].

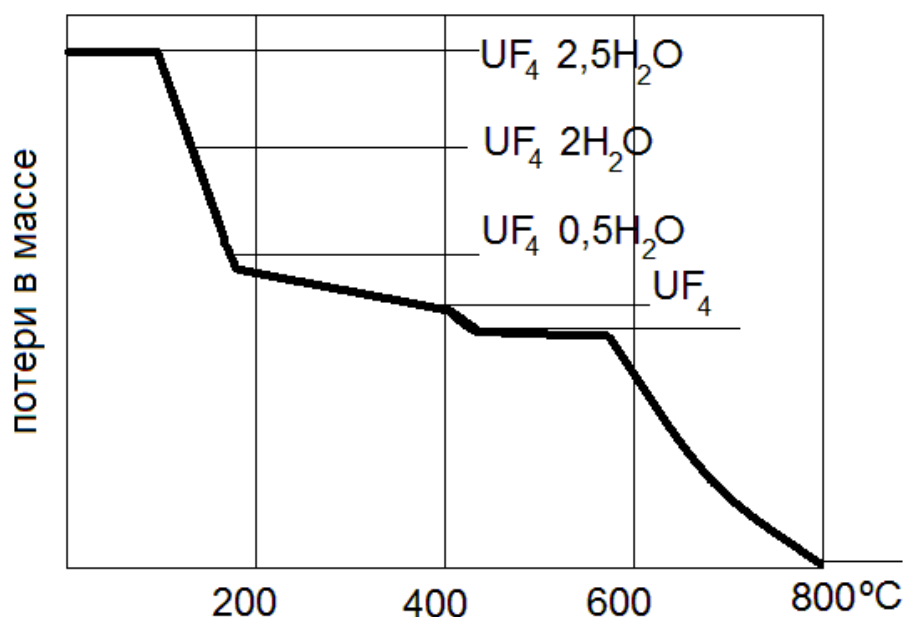


Рисунок 1.4 – Обезвоживание кристаллогидратов ТФУ [1]

Таблица 1.1 – Влияние температуры сушки и прокаливания ТФУ в атмосфере воздуха на процесс удаления влаги и окисления до уранилфторида

Температура сушки и прокаливания, °C	H ₂ O, % масс	UO ₂ F ₂ % масс
25	12,3	0,4
130	11,6	0,88
220	5,5	1,78
310	2,2	3,0
410	0,23	27,2

Из табл. 1.1 видно, что сушку и прокаливание ТФУ в атмосфере воздуха проводить нецелесообразно, так как при повышении температуры, наряду с потерей воды, происходит окисление, ведущее к образованию уранилфторида [1].

Для предотвращения гидролиза обезвоживание кристаллогидратов ТФУ рекомендуется [1] проводить в токе инертного газа (например, азота) или в вакууме. Однако в этом случае возникают трудности как в отношении очистки газа от кислорода, так и в конструировании непрерывно

действующей аппаратуры. Авторами [1] проводились опыты сушки тетрафторида с помощью инфракрасных лучей: при интенсивности лучеиспускания $1,8 \text{ Вт/см}^2$ и толщине слоя 150—300 мм удавалось получить ТФУ, имеющий остаточную влажность 0,2—0,3%. Авторы [1] осуществляли процесс сушки в вибропечи и в аппарате с использованием взвешенного слоя, но положительных результатов получено не было. Отмечается [1], что обезвоживание кристаллогидратов в присутствии небольших количеств фтористого водорода почти полностью исключает гидролиз и образование оксисоединений, но вызывает дополнительные трудности в подборе коррозионностойких материалов. В литературе [1,2] считается целесообразным проводить процесс обезвоживания ТФУ в две стадии: сушка при температуре 250°C и прокаливание при 450°C . На первой стадии удаляется гигроскопическая вода и часть кристаллизационной, на второй удаляется почти вся кристаллизационная вода. Если прокаливание тетрафторида проводить на воздухе, то образуется закись-окись урана, а при недостатке кислорода – уранилфторид. Поэтому эту операцию лучше вести в присутствии водорода [2]. Доусон с коллегами отмечает [11], что удаление воды из кристаллогидрата $\text{UF}_4 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ до кристаллогидрата $\text{UF}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ идет легче, чем обезвоживание последнего до ТФУ.

Сушка и прокаливание ТФУ обычно осуществляются в трубчатых вращающихся печах с электрообогревом.

В России при применении «мокрой» технологии UF_4 в качестве осадителя авторами [2] использовался бифторид аммония NH_4HF_2 . При этом UF_4 образовывал два кристаллогидрата $\text{NH}_4\text{UF}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и $\text{NH}_4\text{UF}_5 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$, хорошо фильтруемые, с минимальным количеством кристаллизационной влаги. Кроме того, при осаждении двойной соли достигается очистка от таких примесей, как Al, Fe, Cu, Mn, V, Co, Ni, Mo и других, являясь положительной конечной стадией [2].

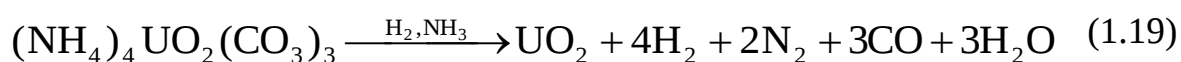
Неизбежное появление маточного раствора — один из существенных недостатков данного процесса.

1.2 «Полусухой» способ получения ТФУ

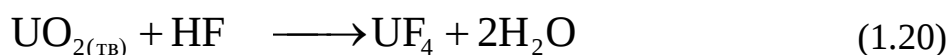
Известно [3], что на первой стадии «полусухого» метода получают диоксид урана UO_2 . Порошок диоксида урана получают по «мокрой» технологии: вначале осаждением полиуранат аммония (ПУА) или аммоний уранил трикарбонат (АУТК), затем фильтрацией осадков с последующей прокалкой в восстановительной атмосфере. Основные химические реакции данного процесса имеют вид уравнений:



Далее идет термическое разложение в прокалочной печи по реакции:



Гидрофторирование диоксида урана плавиковой кислотой осуществляется в пульпе, состоящей из двуокиси урана и 40%-ной плавиковой кислоты, в реакторе с мешалкой.



Образующееся соединение $\text{UF}_4 \cdot 0,75\text{H}_2\text{O}$ в виде густой пульпы направляют на фильтрацию, промывку, сушку и прокаливание до безводной соли [3].

Как показано [3], наиболее медленной стадией в этой технологии является реакция гидрофторирования, поскольку скорость процесса лимитируется диффузией молекул HF из раствора через поверхностный слой образующегося твердого UF_4 . Это типичный механизм самотормозящегося процесса. В связи с этим избыток HF от стехиометрического составляет 20% [3]. Главное отличие «полусухого» способа от «мокрого» в том, что нет необходимости в отдельной стадии восстановления U^{+6} в U^{+4} .

Заканчивается процесс тем, что кристаллогидраты направляются для сушки в барабанные печи, а затем прокаливаются. Обезвоживание соли ведут в две стадии: основную массу воды удаляют при сравнительно низкой температуре 250°C , а окончательное обезвоживание – при $500\text{—}600^\circ \text{C}$ в потоке H_2 .

Аппаратурно-технологическая схема всего процесса в упрощенном варианте аналогична схеме на рис. 1.5 [3].

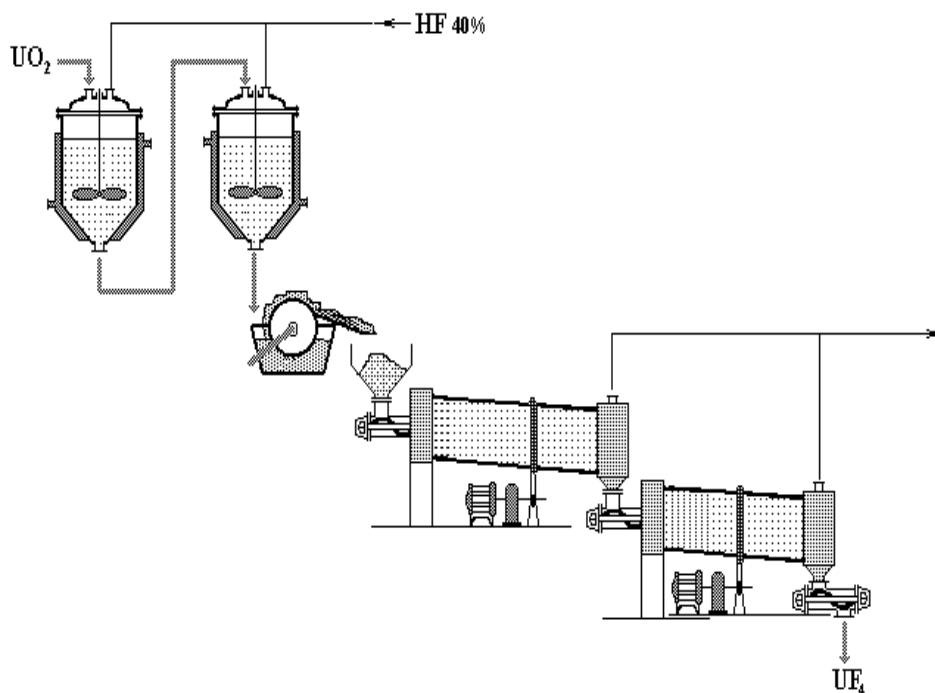


Рисунок 1.5 – Аппаратурная схема «полусухого» метода получения ТФУ

1.3 «Сухой» способ получения ТФУ

В результате исследований [3], проводимых учеными разных стран, найдены методы производства ТФУ, осуществление которых позволяет получать продукт, пригодный для производства как металлического урана, так и гексафторида урана без предварительной сушки и прокаливания.

Эти методы (в литературе их называют сухими, газовыми или безводными) дают следующие преимущества [3]:

- 1) отпадает необходимость переработки маточных растворов, содержащих уран;
- 2) исключаются растворение двуокиси урана, фильтрация, осаждение ТФУ, его сушка и прокаливание;
- 3) освобождается значительная часть производственной площади;
- 4) ТФУ, получаемый этими методами, является безводным и характеризуется большим насыпным весом.

Технические условия, которым должен удовлетворять ТФУ, направляемый на получение металла или гексафторида, чрезвычайно жестки: он должен быть чистым, почти безводным и иметь высокий насыпной вес [2].

Известно [1], что в результате осаждения ТФУ из водных растворов всегда получается некоторое количество гидратов, состав которых зависит от температуры осаждения. Гидраты очень устойчивы, и для их разрушения необходима температура 400—500°C [12]. Дегидратация ТФУ осложняется побочными реакциями, приводящими к образованию двуокиси урана и фторида уранила. Эти реакции сравнительно легко протекают при повышенных температурах, когда наступает наиболее полное обезвоживание. Операции сушки и прокаливания ТФУ, получаемого из водных растворов, должны быть тщательно проведены, так как при низких температурах до 300°C ТФУ не отдает всей влаги, а при повышенных в 300—500°C, наряду с потерей воды, происходит гидролиз и его окисление, в результате чего содержание двуокиси урана и фтористого уранила в прокаливаемом продукте увеличивается [12].

Одним из наиболее изученных способов сухого фторирования является обработка диоксида урана газообразным фтористым водородом при повышенных температурах [13, 14]. Соответствующая реакция сухого фторирования протекает по следующему уравнению:



Данная реакция является обратимой со значительным тепловым эффектом. На величину выхода урана в ТФУ влияют условия проведения процесса: температура и продолжительность процесса, количество фтористого водорода, аппаратное оформление процесса.

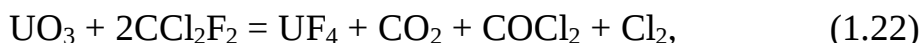
Для увеличения полноты реакции фторирования диоксида урана необходим небольшой избыток фтористого водорода. Скорость реакции фторирования диоксида урана возрастает при наличии небольшого количества закиси-окиси урана. При этом скорость обратной реакции

(взаимодействие диоксида с парами воды) увеличивается при повышении температуры процесса.

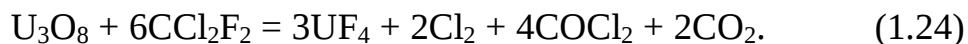
Процесс фторирования диоксида урана возможно осуществлять в неподвижном слое при постоянном потоке фтористого водорода, в шнековых аппаратах, в печах кипящего слоя и аппаратах с движущимся слоем.

Удобными фторирующими реагентами – восстановителями являются фреоны (фтор и хлорзамещенные углеводороды), в частности, фреон–11 (CCl_3F), фреон–12 (CCl_2F_2), фреон–113 ($\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$), фреон–114 ($\text{C}_2\text{Cl}_2\text{F}_4$) [13, 14].

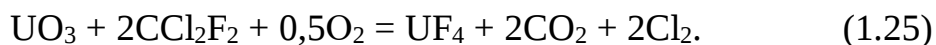
Проведенные исследования показали, что при фторировании трёхокси урана и уранилфторида фреоном–12 при температуре 400°C образуется ТФУ:



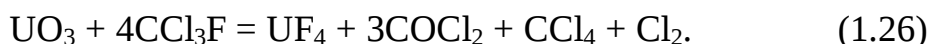
При температуре выше 400°C часть трёхокси урана превращается закись-окись урана, которая фторируется фреоном–12 по уравнению реакции:



Для окисления образующегося фосгена (COCl_2) фторирование трёхокси урана возможно осуществлять смесью четырёх объёмов фреона–12 и одного объёма кислорода:



Фторирование трёхокси урана возможно осуществлять также фреоном–11:

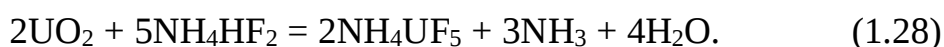


Высокая стоимость фреонов и их способность к отрицательному влиянию на окружающую среду ограничивают использование этих фторирующих реагентов для промышленного получения ТФУ.

Процессы получения ТФУ посредством сухого фторирования соединений урана фторидом аммония или бифторидом аммония обладают

рядом преимуществ [13, 14]. Фторид аммония и бифторид аммония не ядовиты, просты в использовании, избыток этих солей возможно регенерировать и возвращать в технологический процесс.

Наиболее технологически простым является процесс получения ТФУ из диоксида урана. На первой стадии данного процесса, после смешивания двух порошкообразных материалов (диоксида урана и соли), происходит твердофазное фторирование диоксида урана фторидом аммония или бифторидом аммония (используется, по выбору, одна из двух солей):



Твердофазное фторирование диоксида урана обычно выполняют при температуре, слегка превышающей температуру плавления соли.

На второй стадии процесса происходит разложение двойного фторида урана и аммония (аммонийпентафторида урана, АПФУ, NH_4UF_5) до ТФУ по следующему уравнению:



Разложение АПФУ возможно осуществить в вакууме или в потоке инертного газа при температуре примерно 400 – 700°C.

Фторид аммония и бифторид аммония, как и фреоны, обладают восстановительными свойствами и поэтому позволяют получать ТФУ из соединений шестивалентного урана без предварительного восстановления U^{6+} до U^{4+} [13, 14].

Взаимодействие трёхокси урана с фторидом аммония или бифторидом аммония при малой температуре происходит по одному из следующих уравнений:



При более высокой температуре (400 – 700°C) формирующийся аммиак тут же диссоциирует образуя водород, который восстанавливает

уранилфторид до диоксида урана. Диоксид урана, в свою очередь, взаимодействует с образующимся фтористым водородом формируя ТФУ:



В качестве исходных соединений урана для твердофазного фторирования фторидом аммония или бифторидом аммония возможно использовать также закись-окись урана, полиуранат аммония, азотнокислый уранил и т.д.

Основной недостаток сухих методов получения ТФУ заключается в трудностях, возникающих при выборе материалов аппаратуры (гидрозатвора, реторты, газоотводной трубы), которые должны быть коррозионностойкими в смеси фторирующих агентов и продуктов реакции, а также в сложности аппаратного оформления процессов. Кроме того, исходные соли урана должны быть более чистыми по сравнению с теми, которые поступают на осаждение ТФУ из водных растворов плавиковой кислоты [2].

2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

На предприятии ПАО «НЗХК» действует хлоридно-фторидная схема («мокрый» способ) получения ТФУ.

Порошок ТФУ является исходным компонентом для проведения восстановительной плавки с получением металлического урана. В свою очередь, согласно хлоридно-фторидной схеме осадок ТФУ получают растворением порошка диоксида урана в смеси соляной и плавиковой кислот с последующим осаждением из приготовленного раствора кристаллогидратов ТФУ плавиковой кислотой.

Проведение различных работ в течение последних лет, связанных с получением ТФУ, показало необходимость дальнейшего совершенствования технологического процесса изготовления ТФУ. Поэтому было проведено лабораторное и промышленное исследование с целью оптимизации технологии получения порошка ТФУ. В данной работе определяли характеристики получаемого ТФУ (содержание U, примесей и влажность) по хлоридно-фторидной схеме, а также твердофазным фторированием бифторидом аммония.

2.1 Методика проведения лабораторных опытов по получению ТФУ мокрым способом

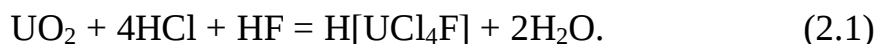
В данной части работы представлены характеристики ТФУ, полученного по хлоридно-фторидной схеме.

Условия экспериментальных опытов были максимально приближены к технологическим параметрам получения ТФУ на предприятии НЗХК.

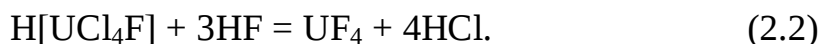
2.1.1 Описание схемы получения безводного ТФУ

Действующая на НЗХК хлоридно-фторидная схема получения осадка ТФУ состоит из двух стадий [15]:

1. Приготовление раствора комплексного соединения $\text{H}[\text{UCl}_4\text{F}]$ – путем растворения порошка диоксида урана в смеси соляной и плавиковой кислот согласно реакции 2.1:



2. Осаждение ТФУ из раствора $\text{H}[\text{UCl}_4\text{F}]$ при дозированной подаче дополнительного количества плавиковой кислоты согласно реакции 2.2:

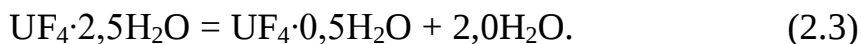


Обе стадии осуществляются в цилиндрических реакторах, изготовленных из фторопласта.

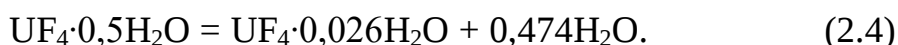
Полученную на стадии осаждения пульпу ТФУ фильтруют на нутч-филтре через фильтровальную ткань, выделенный осадок промывают на филтре деионизированной водой. Влажный осадок ТФУ сушат и прокаливают в печи для удаления сорбционной и кристаллизационной воды. Полученный порошок ТФУ направляют на производство металлического урана.

Процесс удаления влаги из ТФУ происходит ступенчато [15]:

1. Удаление гигроскопической влаги согласно реакции:



2. Удаление кристаллизационной влаги:



Удаление кристаллизационной влаги осуществляется в откатной электрической печи при температуре 400-600°C и подаче инертного газа. Полученный порошок ТФУ направляют на производство металлического урана.

Принципиальная схема технологического процесса получения безводного ТФУ показана на рис. 2.1.

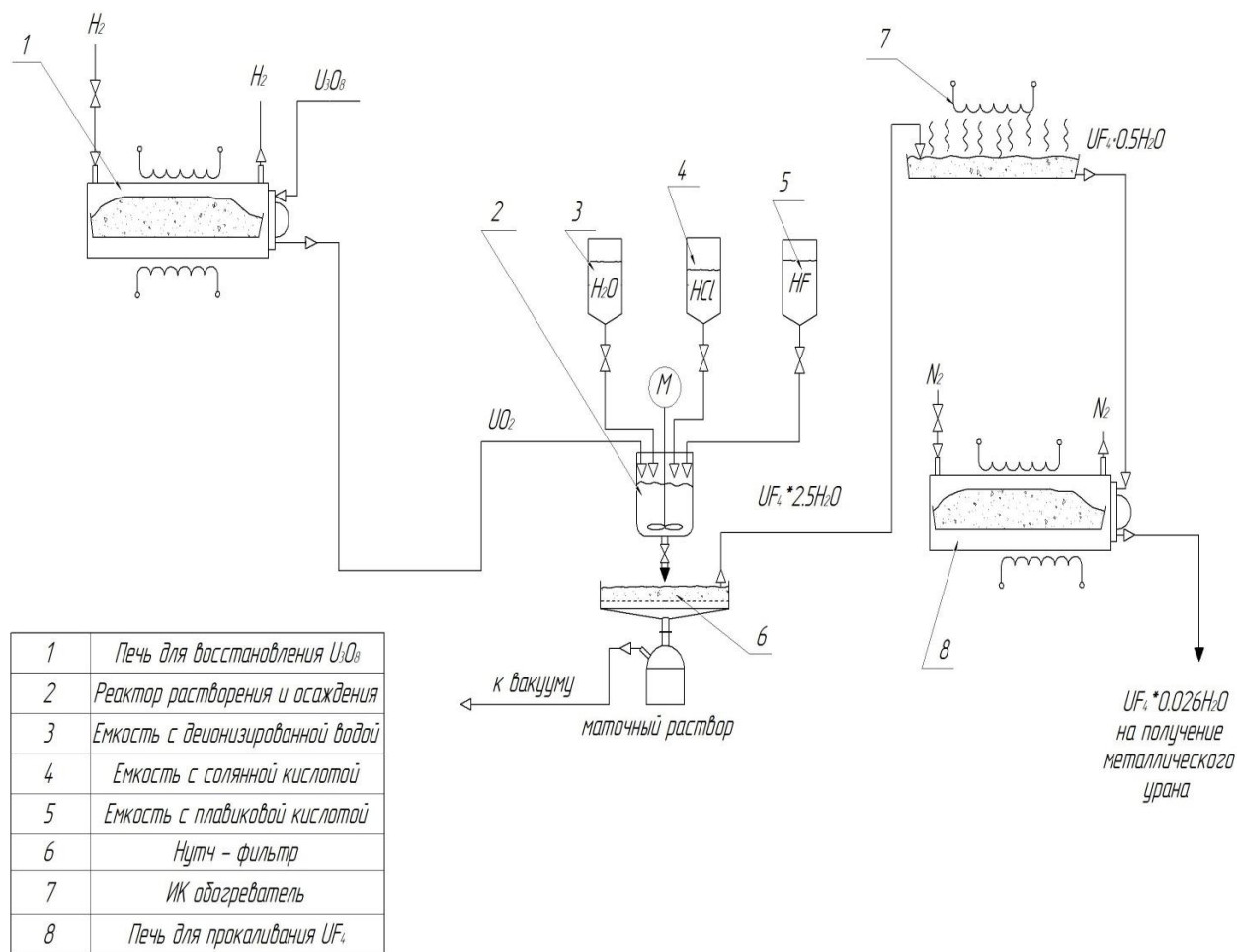


Рисунок 2.1 – Принципиальная схема технологического процесса получения безводного ТФУ

Схема предусматривает следующие основные стадии:

1. Восстановление закиси-окиси урана до диоксида урана
2. Растворение диоксида урана, получение комплексного раствора $H[UCl_4F]$
3. Осаждение ТФУ из комплексного раствора $H[UCl_4F]$
4. Фильтрация и промывка раствора ТФУ
5. Сушка влажного осадка ТФУ
6. Прокалка порошка ТФУ

Методику проведения опытов можно описать следующим образом.

Закись-окись в виде порошка загружают в графитовые тигли и помещают в электрическую печь поз. 1, в которую осуществляется подача водорода. Процесс восстановления ведут при 700 °С. Полученный диоксид

урана направляется на стадию получения комплексного раствора и осаждения ТФУ.

Получение комплексного раствора осуществляется в реакторе с мешалкой поз. 2. Для этого в реактор поз. 2 заливается смесь дистиллированной воды с соляной кислотой из емкостей 3 и 4 соответственно. Затем подается навеска диоксида урана в реактор поз. 2 и включается перемешивание. Затем в реактор поз. 2 дозированно подают раствор плавиковой кислоты из емкости 5 в течение 30 минут. После этого производят дополнительное перемешивание раствора в течение 60 минут.

На стадии осаждения ТФУ в реактор поз. 2 подают дозированно раствор плавиковой кислоты из емкости поз. 5 в течение 30 минут. Затем проводится дополнительное перемешивание содержимого реактора в течение 60 минут («выкрутка») для завершения процесса образования кристаллогидратов ТФУ.

На стадии фильтрации пульпа ТФУ из ректора поз. 2 поступает на нутч-фильтр поз. 6.

Полученный осадок ТФУ собирают с нутч-фильтра поз. 6 и переносят на стадию сушки. Маточный раствор отправляется на стадию осаждения известью.

Осадок сушат под инфракрасными лампами поз. 7 при постоянном вакууме и вытяжке, до состояния растрескивания. После сушки осадок измельчают и просеивают через сито. Затем просушенный ТФУ отправляют в электрическую печь поз. 8 для прокаливания.

В результате прокаливания получается ТФУ с остаточным содержанием воды менее 0,15% масс. Полученный обезвоженный ТФУ переходит на стадию кальций-термического восстановления, где получают металлический уран.

Результаты опытов собраны и представлены в виде таблицы 2.1. Основным критерием годности партии прокаленного ТФУ является влажность. По ее значениям можно судить о степени годности партии к

дальнейшей восстановительной плавке. По техническим условиям получения металлического урана, содержание воды в тетрафториде не должно превышать 0,15% массовой доли. Именно основываясь на это значение, принималось решение о годности партии. Значения влажности ТФУ, выход по металлическому урану, содержания U и примесей представлены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Результаты опытов по получению ТФУ мокрым способом

№ опыта	(см.изот.), м.д. %	H ₂ O, %	Содержание примесей, мкг/г урана				Выход по металлическому урану, %
			Fe	Al	Ni	Si	
	76,37	0,113	94	50	44	40	97,2
	76,01	0,109	86	50	30	40	96,8
	76,58	0,117	83	50	30	40	97,4

Исходя из полученных экспериментальных данных, рассмотренная схема получения удовлетворяет всем требованиям по качеству, получаемого ТФУ, однако имеет ряд недостатков:

- наличие множества операций (в том числе, трудоёмких): растворение диоксида урана; получение соли ТФУ; фильтрация пульпы; промывание;
- высокая коррозионная активность технологических растворов из-за использования концентрированных растворов соляной и фтористоводородной кислот, способствующая, в частности, повышению содержания химических примесей в ТФУ;
- попутное образование маточных растворов, отрицательно влияющее на величину выхода урана в ТФУ вследствие его уноса с данными растворами, и вызывающее необходимость трудоёмкой переработки указанных растворов.

2.2 Методика проведения лабораторных опытов по получению ТФУ сухим способом

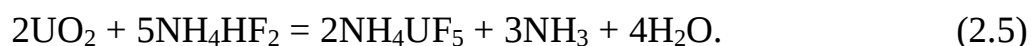
В данной части работы представлены характеристики ТФУ, полученного твердофазным фторированием диоксида урана бифторидом аммония.

2.2.1 Описание схемы получения безводного ТФУ

Предполагаемая схема получения ТФУ состоит из двух стадий:

Процесс твердофазного фторирования диоксида урана бифторидом аммония протекает согласно следующим реакциям:

1) Приготовление комплексного соединения имеет вид уравнения 2.5:



2) Разложение двойного фторида урана и аммония (аммонийпентафторида урана, АПФУ, NH_4UF_5) до ТФУ идет по реакции 2.6:



На рис. 2.2 показана схема получения ТФУ сухим способом.

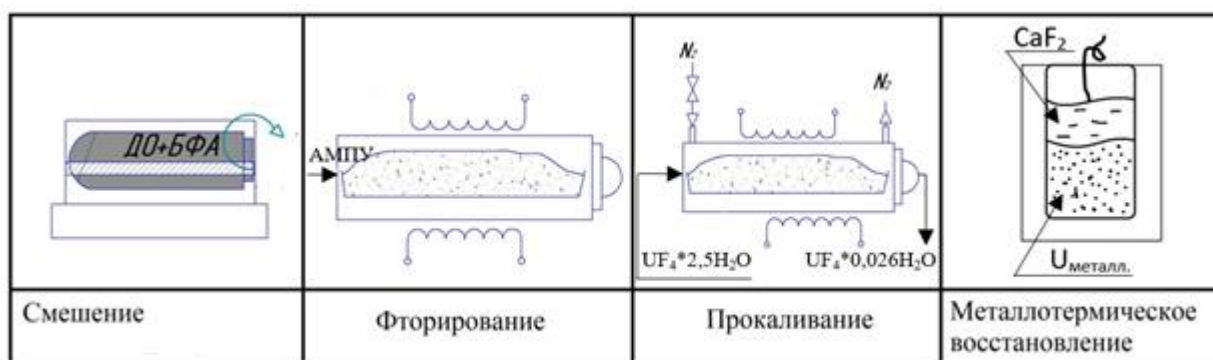


Рисунок 2.2 – Схема получения ТФУ твердофазным фторированием

Часть порошка диоксида урана подвергли измельчению в вибромельнице ММЛ (микромельница лабораторная вибрационная непрерывного действия). Измельчение порошка в вибромельнице ММЛ осуществили с помощью мелющего тела - цилиндра, изготовленного из

нержавеющей стали. Продолжительность механической обработки порошка составила 0,17 ч.

Использованный в опытной работе для твёрдофазного фторирования оксидов урана порошок бифторида аммония обладает следующими значениями температуры плавления и температуры кипения: $T_{\text{плавл}} = 126,45^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{кип с разлож}} = 238^{\circ}\text{C}$ [16].

Термогравиметрический анализ (прибор ТА 4000) смеси диоксида урана и бифторида аммония (при количестве БФА 120 % относительно стехиометрической величины) показал следующие этапы термических преобразований реакционной среды (см. рисунок 2.3):

- при медленном повышении температуры до значения $\approx 170^{\circ}\text{C}$ происходит удаление воды (H_2O) из рабочей смеси и образование аммонийпентафторида урана;
- при температуре в диапазоне значений $190 - 250^{\circ}\text{C}$ осуществляется разложение избыточного бифторида аммония (БФА, не вступившего в реакцию взаимодействия с диоксидом урана);
- при температуре более 300°C происходит постепенное разложение АПФУ с образованием закиси-окиси урана.

Исходя из термогравиметрического анализа смеси диоксида урана и бифторида аммония можно предварительно определить наиболее приемлемые режимы сушки и прокали ТФУ.

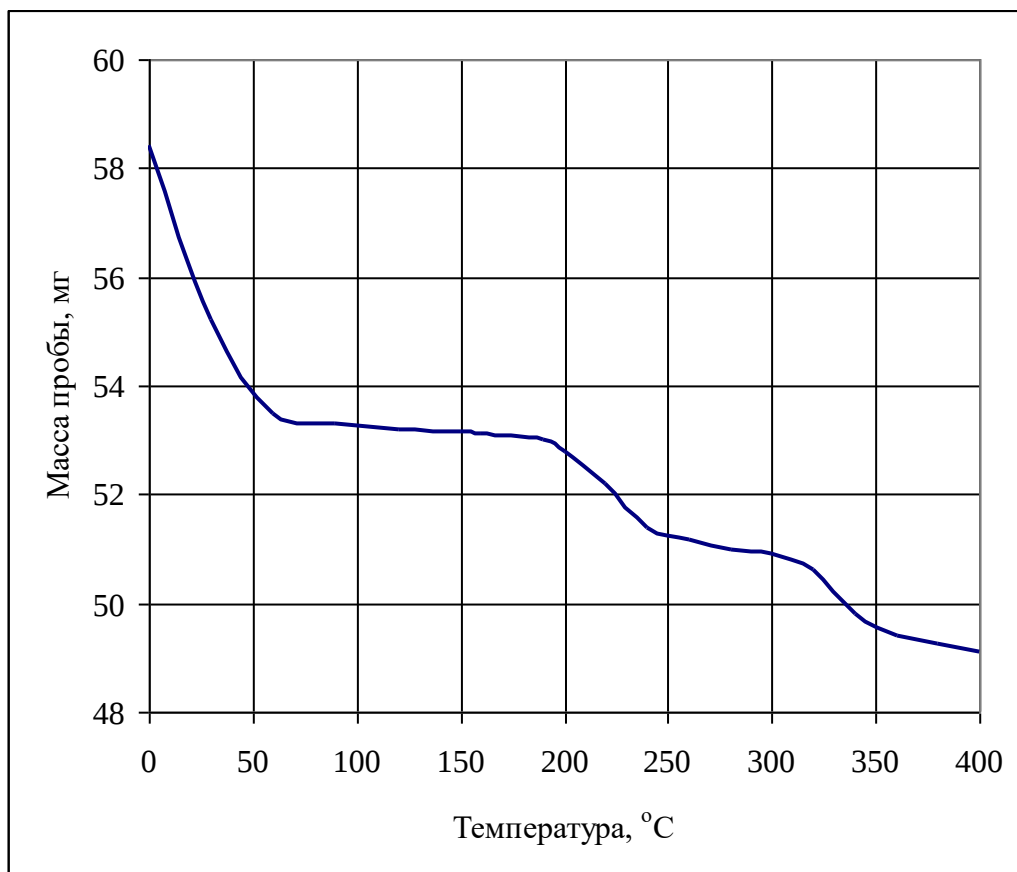


Рисунок 2.3 – Термогравиметрический анализ смеси диоксида урана и бифторида аммония

Как уже было указано выше, получение ТФУ осуществляли посредством твёрдофазного фторирования порошка диоксида урана бифторидом аммония. Процесс получения ТФУ из диоксида урана и закиси-окиси урана во всех опытах являлся двухстадийным.

Первая стадия опытного процесса получения ТФУ включала следующие операции. Первоначально порошок диоксида урана или закиси-окиси урана смешивали с бифторидом аммония вручную в определённом соотношении. При этом порошок диоксида урана мог быть предварительно измельчён в вибромельнице ММЛ. Перед каждым опытом пробу бифторида аммония тщательно измельчали (истирали) вручную в ступке.

Приготовленную смесь порошков оксида урана и БФА подвергали термической обработке в муфельной печи при малой температуре (преимущественно 150°C) в обычной атмосфере (во фторопластовой чашке,

которую не полностью прикрывали крышкой). Полученный в печи продукт (АПФУ при наличии остаточного БФА и при возможном присутствии остаточного оксида урана) истирали вручную в ступке.

В ряде опытов аммонийпентафторид урана получали при повышенном (до 250 %) количестве бифторида аммония относительно теоретического (стехиометрического) количества.

Кроме этого в ряде опытов исходную смесь порошков диоксида урана и бифторида урана подвергали дополнительной обработке – механоактивации в вибромельнице ММЛ.

В большинстве опытов полученный в печи и затем усреднённый с измельчением продукт, содержащий преимущественно АПФУ, подвергали обработке для удаления избыточного БФА: прокаливали в муфельной печи при температуре 250°C в обычной атмосфере (продукт помещали во фторопластовую чашку без крышки). Подвергнутый обработке посредством прокаливания продукт (АПФУ) истирали вручную в ступке.

В двух опытах АПФУ – содержащий продукт вместо термообработки в печи подвергли опытному промыванию деионизированной водой.

На второй стадии опытного процесса изготовления ТФУ продукт, полученный твёрдофазным фторированием оксида урана бифторидом аммония, подвергали термической обработке в лабораторной водородной трубчатой печи (лабораторной печи неподвижного слоя FRH-3) для образования из промежуточного продукта ТФУ.

Режим термообработки промежуточного продукта в печи FRH-3 в большинстве проведённых опытов являлся следующим. Продукт загружали (насыпали горкой) в лодочку, изготовленную из нержавеющей стали. Лодочку с продуктом помещали внутрь выдвинутой из печи трубчатой реторты таким образом, чтобы затем, при введении реторты внутрь корпуса печи, лодочка с продуктом оказывалась расположенной в зоне нагрева печи. После этого крышку реторты герметично закрывали, а реторту вводили (с помощью роликов и направляющей) внутрь печи до упора.

Далее реторту с продуктом продували газом аргоном со скоростью 30 дм³/ч в течение 0,3 ч для полного вытеснения из реторты воздуха (рабочий объём реторты печи FRH-3 составляет примерно 5 дм³). Затем начинали подавать в реторту газ водород со скоростью 50 дм³/ч и следом включали электрический нагрев печи, обеспечивающий скорость повышения температуры в реторте 5°С/мин.

Конструкция печи FRH-3 такова, что газы по трубопроводу поступают в дальнюю область реторты, куда обычно помещается продукт, а отводятся – из ближней области (расположенной рядом с рубашкой охлаждения реторты и крышкой). Выходящие из реторты проточные газы с возможным присутствием газообразных продуктов реакций последовательно проходят через сборник конденсата и гидрозатвор. Гидрозатвор представляет собой изготовленную из нержавеющей стали герметичную цилиндрическую ёмкость общим объёмом 3,5 дм³ с патрубками подачи и отвода газа. Перед опытами гидрозатвор заполняли определённым количеством деионизированной воды (1,8 дм³) для того, чтобы толщина барботажного слоя воды в гидрозатворе составляла 50 мм. Неиспользованное в реакциях избыточное количество водорода сжигается в пламени дожигателя водорода, установленного на линии отвода газов из печи.

После достижения в реторте температуры 600°С начинали непосредственно процесс термической обработки продукта в течение 1,5 ч. При этом скорость протока водорода через реторту составляла 50 дм³/ч.

После завершения процесса термообработки продукта при температуре 600°С отключали электрическое питание печи и начинали подавать в реторту аргон со скоростью 20 дм³/ч. Далее реторту выдвигали из печи (до упоров), вследствие чего лодочка с продуктом оказывалась в зоне охлаждения печи с заранее включенным протоком воды через рубашку охладителя. Продолжительность такого охлаждения реторты составляла 2,0 ч (в зоне охлаждения печи с протоком воды через рубашку охладителя в проточном газе аргоне – стадия 1 охлаждения реторты).

Далее подачу аргона в реторту прекращали, но реторту продолжали выдерживать в зоне охлаждения печи с протоком воды через рубашку охладителя (то есть охлаждение реторты продолжали в непроточном газе аргоне – стадия 2 охлаждения реторты). Продолжительность данной стадии охлаждения реторты составляла около 18 ч.

Параметры термической обработки промежуточного продукта в печи FRH-3, отличающиеся от параметров основного режима, указанного выше, представлены в соответствующих таблицах.

После завершения термической обработки промежуточного продукта (преимущественно АПФУ) в печи FRH-3 полученный конечный продукт выгружали из печи. В большинстве опытов из конечного продукта удаляли, по возможности, частицы инородного материала (кирпично-красные, тёмно-коричневые, чёрные частицы и т.д.), отличающиеся по внешнему виду от ТФУ. Затем во всех опытах конечный продукт, по внешнему виду преимущественно ТФУ, подвергали механической обработке (истирали вручную в ступке).

Во всех опытах у промежуточного продукта (до и после обработки) и у конечного продукта определяли характеристики: содержание урана, воды, азота и химических примесей, а также оценивали внешний вид.

2.2.2 Получение ТФУ из диоксида урана по упрощённой схеме

В данном разделе представлены результаты опытов 1, 2, 3 по получению ТФУ из диоксида урана по упрощённой технологической схеме.

В опытах 1, 2, 3 для получения промежуточного продукта (АПФУ) использовали небольшое избыточное количество бифторида аммония (количество БФА составляло 120 – 130 % относительно стехиометрического количества) – см. таблицу 2.3. При этом в опыте 3 для получения ТФУ был применён измельчённый в вибромельнице ММЛ порошок диоксида урана. Температуру термической обработки смеси диоксида урана и БФА варьировали в диапазоне значений 150 – 220°C (продолжительность процесса

3 ч). Получаемый в опытах промежуточный продукт обработке не подвергали.

Термическое разложение промежуточного продукта (преимущественно АПФУ) осуществляли в печи FRH-3 по режимам, отличающимся от указанного выше основного опытного режима (см. таблицу 2.4). Например, во всех трёх опытах получение ТФУ из АПФУ осуществляли без использования гидрозатвора. Кроме этого в опыте 1 термообработку промежуточного продукта проводили в среде проточного газа аргона. Существенное отличие опытов 1, 2, 3 заключается в том, что в данных опытах для охлаждения реторты применяли менее эффективные параметры процесса, чем в основном режиме получения ТФУ (см. таблицу 2.4).

Таблица 2.3 – Фторирование диоксида урана бифторидом аммония

№ опыта	Масса диоксида урана, г	Масса БФА, г	Кол-во БФА, % от теор.	Параметры процесса		Масса АПФУ, г	Характеристики АПФУ			
				Т, °С	t, ч		НВ, г/см³		ПУП, м²/г	внешний вид
							б/у	с/у		
1	30,0	21,0	130	200	3	41,5	1,47	1,94	0,71	светло-зелёный порошок с наличием частиц диоксида урана
2	30,0	21,0	130	220	3	40,1	1,62	2,02	1,24	светло-зелёный порошок с наличием частиц диоксида урана
3	30,0	19,0	120	150	3	45,4	1,36	1,64	-	зелёный порошок с наличием частиц диоксида урана

Таблица 2.4 – Термическое разложение промежуточного продукта, полученного из диоксида урана

№ опыта	Масса АПФУ, г	Параметры процесса		Отличительные параметры проводимого процесса	Выявленные особенности проведённого процесса	Внешний вид полученного продукта
		T, °C	t, ч			
1	41,5	600	3	процесс без гидрозатвора, с проточным газом аргоном (скорость протока 20дм ³ /ч) на этапах повышенной температуры в печи и термообработки АПФУ при 600°C; охлаждение. реторты: стадия 1 – реторта в зоне охлаждения с протоком воды через рубашку охладителя, проточный газ аргон; стадия 2 – реторта в зоне охлаждения без протока воды через рубашку охладителя, проточный. газ аргон	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения	серый с зелёным оттенком порошок, частично покрытый слоем чёрных частиц
2	40,1	600	3	процесс без гидрозатвора; охлаждение реторты: стадия 1 – реторта в зоне нагрева, проточный газ водород; стадия 2 – реторта в зоне охлаждения без протока воды через рубашку охладителя, проточный газ аргон	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения	зелёный порошок, полностью покрытый слоем кирпично-красных частиц (≈50% об.)
3	45,4	600	3	процесс без гидрозатвора; охлаждение реторты: стадия 1 – реторта в зоне нагрева, проточный газ водород; стадия 2 – реторта в зоне охлаждения без протока воды через рубашку охладителя, проточный газ аргон	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения	зелёный порошок, полностью покрытый слоем кирпично-красных частиц (≥50% об.)

Таблица 2.5 – Характеристики конечного фторсодержащего продукта

№ опыта	Масса, г	НВ, г/см ³		U, %	H ₂ O, %	N, %	Внешний вид
		б/у	с/у				
1	31,1	1,45	2,01	80,63	0,117	<0,002	чёрный порошок с наличием зелёных частиц
2	28,3	1,40	2,05	78,74	0,047	0,0043	серый с зелёным оттенком порошок
3	27,3	1,34	1,91	79,42	0,030	0,0020	коричневый порошок

В опытах 1, 2, 3 после проведения термообработки смеси диоксида урана и БФА выявляли наличие белого налёта на внутренней поверхности муфельной печи. Эти отложения белого порошка внутри муфельной печи возникали вследствие десублимации газообразного продукта реакций – фторида аммония NH_4F . Данное химическое соединение образовывалось также при термическом разложении промежуточного продукта в печи FRH-3 – на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения печи (см. таблицу 2.4).

Также в опытах 1, 2, 3 после проведения в печи FRH-3 термического разложения промежуточного продукта выявляли наличие тёмного налёта на поверхности лодочки, содержащей конечный продукт. Данный налёт представляет собой оксиды железа, образующиеся при коррозии лодочки вследствие контакта поверхности лодочки с газообразными продуктами реакций (NH_4^+ , F^-) при повышенной температуре.

Во всех трёх опытах получен промежуточный продукт, представляющий собой преимущественно аммонийпентафторид урана с наличием большого количества частиц диоксида урана, не вступившего во взаимодействие с БФА (примерно 20 % об.) – см. таблицу 2.3. Следовательно, опробованные в опытах 1, 2, 3 режимы получения АПФУ оказались недостаточно эффективными для процесса получения ТФУ.

В опытах 1, 2, 3 не удалось получить качественный ТФУ с химическим составом, соответствующим требованиям [15] – см. таблицу 2.5. Основной причиной данного факта явилось частичное окисление образующегося в опытах ТФУ из-за недостаточно эффективного охлаждения реторты (и, следовательно, получаемого продукта) после завершения в печи FRH-3 термического разложения АПФУ. В опыте 1 частичное окисление ТФУ привело к формированию закиси-окиси урана U_3O_8 (чёрные частицы), а в опытах 2, 3 образовалось некоторое количество трёхокси урана UO_3 (кирпично-красные частицы).

Анализ пробы побочного продукта, полученного в опытах 2, 3 и состоящего из кирпично-красных частиц с наличием зелёных частиц ($\approx 20\%$ об.), показал следующий химический состав данного продукта: U – 81,44 %, H_2O – $<0,03$ %, N – 0,0024 %.

После прокаливания порошка, состоящего из кирпично-красных частиц (масса 1,003 г), при температуре $700^\circ C$ в обычной среде в течение 1,0 ч был образован тёмно-серый порошок (преимущественно U_3O_8) массой, точно равной массе исходного порошка.

Таким образом, выполненная оценка побочного продукта, образованного в опытах 2, 3, показала, что кирпично-красные частицы представляют собой трёхокись урана UO_3 .

2.2.3 Получение ТФУ из диоксида урана при повышенном количестве бифторида аммония

В данном разделе представлены результаты опытов 4 – 8 по получению ТФУ из диоксида урана при повышенном количестве БФА относительно стехиометрического количества (200 % и 250 %).

В опытах 4, 5 для получения ТФУ был применён измельчённый в вибромельнице ММЛ порошок диоксида урана (см. таблицу 2.6). Термическую обработку смеси диоксида урана и БФА осуществляли в опытах 4 – 8 при продолжительности процесса 3 ч и 6 ч (температура $150^\circ C$).

В опыте 7 реализовали непрерывный (неразрывный) процесс получения и обработки промежуточного (АПФУ–содержащего) продукта. В опыте 8 промежуточный продукт обработке не подвергали.

В одном из опытов (опыт 4) промежуточный продукт промывали деионизированной водой (взамен прокаливания при температуре $250^\circ C$) – см. таблицу 2.7.

Термическое разложение промежуточного продукта до ТФУ осуществляли в печи FRH-3 преимущественно по указанному выше основному опытному режиму (см. таблицу 2.8). Значимое отличие опытов 4,

5 заключается в том, что в данных опытах процесс получения ТФУ из АПФУ осуществляли без использования гидрозатвора, а реторту с конечным продуктом охлаждали с использованием менее эффективных параметров процесса, чем в основном режиме получения ТФУ (см. таблицу 2.8).

Таблица 2.6 – Получение АПФУ из диоксида урана при повышенном количестве бифторида аммония

№ опыта	Масса диоксида урана, г	Масса БФА, г	Кол-во БФА, % от теор.	Параметры процесса		Масса АПФУ, г	Характеристики АПФУ		
				Т, °С	t, ч		НВ, г/см³		внешний вид
							б/у	с/у	
4	30,0	32,0	200	150	6	56,5	1,18	1,70	изумрудно-зелёный порошок
5	30,0	40,0	250	150	6	64,6	0,98	1,47	изумрудно-зелёный порошок
6	30,0	40,0	250	150	3	65,7	0,95	1,43	изумрудно-зелёный порошок
7	30,0	40,0	250	150	3	непрерывный процесс получения и обработки АПФУ (см. продолжение в табл. 2.7)			
8	30,0	40,0	250	150	3	66,7	0,73	1,30	изумрудно-зелёный порошок

Таблица 2.7 – Обработка АПФУ после его получения

№ опыта	Начальная масса АПФУ, г	Параметры процесса		Конечная масса АПФУ,		Характеристики АПФУ			
		Т, °С	t, ч			НВ, г/см ³		ПУП м²/г	внешний вид
				г	% от m _{нач}	б/у	с/у		
4	56,5	промывание водой		35,5	62,8	0,98	1,54	-	светло-зелёный порошок
5	64,6	250	2	41,0	63,5	1,55	2,04	-	зелёный порошок
6	65,7	250	2	40,8	62,1	1,61	2,06	0,48	зелёный порошок
7	-	250	2	47,8	-	1,44	2,00	-	зелёный порошок
8	нет обработки АПФУ								

Таблица 2.8 – Получение ТФУ из АПФУ

№ оп.	Масса АПФУ г	Параметры процесса		Отличительные параметры проводимого процесса	Выявленные особенности проведённого процесса	Внешний вид полученного продукта
		Т, °С	t, ч			
4	35,5	600	1,5	процесс без гидрозатвора; охлаждение реторты: стадия 1 – реторта в зоне нагрева, проточный газ водород; стадия 2 – реторта в зоне охлаждения без протока воды через рубашку охладителя, проточный газ аргон	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения и на спирали дожигателя водорода	зелёный порошок, полностью покрытый слоем кирпично-красных частиц (≈50% об.)
5	41,0	600	1,5	процесс без гидрозатвора; охлаждение реторты: стадия 1 – реторта в зоне охлаждения с протоком воды через рубашку охладителя, проточный газ водород; стадия 2 – реторта в зоне охлаждения без протока воды через рубашку охладителя, проточный газ аргон	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения и на спирали дожигателя водорода	зелёный порошок с дисперсными включениями тёмных частиц на поверхности и в объёме
6	30,8	600	1,5	-	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения	зелёный порошок с небольшими дисперсными включениями тёмных частиц на поверхности и в объёме
7-1	24,1	600	1,5	-	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения	зелёный порошок с дисперсными включениями тёмных частиц на поверхности и в объёме

7-2	23,7	500	1,5	-	белый порошок на дне реторты в зоне охлаждения; частичное закрытие выходного отверстия газоотводного патрубка отложениями белого порошка	слегка спёкшийся зелёный порошок с дисперсными включениями тёмных частиц на поверхности и в объёме
8	66,7	600	1,5	отмечены кратковременные рост давления в реторте и уменьшение скорости протока водорода после повышения температуры в печи до 600°C	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения; почти полное закрытие выходного отверстия газоотводного патрубка отложениями белого порошка	спёкшийся зелёный порошок с небольшими дисперсными включениями тёмных частиц на поверхности и в объёме; следы протекания интенсивного термического процесса

Таблица 2.9 – Характеристики ТФУ

№ опыта	Масса, г	НВ, г/см ³		ПУП, м ² /г	U, %	H ₂ O, %	N, %	Внешний вид
		б/у	с/у					
4	18,8	0,95	1,46	0,66	75,60	0,070	<0,002**	зелёный порошок с наличием кирпично-красных частиц
5	27,7	1,38	1,87	2,91	75,59	0,377	<0,002**	зелёный порошок с дисперсными включ. тёмных частиц
6	25,2*	1,36	2,01	0,45	76,03	<0,03	0,0062	относительно однородный зелёный порошок
7-1	13,4	1,30	1,67	0,35	75,99	<0,03	0,0084	зелёный порошок с дисперсными включ. тёмных частиц
7-2	10,8	1,08	1,54	1,40	75,36	0,219	0,0128	зелёный с лёгким серым оттенком порошок
8	27,4	1,44	2,02	0,44	75,45	<0,03	0,0075	относительно однородный зелёный порошок

Примечание: * - масса конечного продукта без удаления частиц инородного материала; ** - единица измерения - у.м.д. %.

В опытах 4 – 8 все термические процессы (обработка смеси диоксида урана и БФА, удаление избыточного БФА из промежуточного продукта и разложение промежуточного продукта до ТФУ) сопровождались образованием твёрдофазных отложений фторида аммония на внутренних поверхностях печного оборудования вследствие десублимации газообразного продукта реакций (NH_4F). Также в опытах 4 – 8 при термическом получении ТФУ из АПФУ в печи FRH-3 проявлялась коррозия лодочки, содержащей продукт, с образованием тёмного налёта оксидов железа на поверхности лодочки.

В опыте 8 при разложении промежуточного продукта до ТФУ в печи FRH-3 были зафиксированы кратковременное повышение давления газообразной среды в реторте и соответствующее уменьшение скорости потока водорода в начальный период термического процесса при температуре 600°C. Причиной проявленных особенностей процесса в опыте 8 явилось интенсивное образование твёрдофазных отложений фторида аммония в газоотводном патрубке вследствие термообработки увеличенной массы промежуточного продукта, полученного при повышенном количестве БФА и не подвергнутого дальнейшей обработке (удалению избыточного БФА). Технические параметры печи FRH-3 (в частности, малый внутренний диаметр газоотводного патрубка – 6 мм) являются критическими факторами, снижающими возможность проведения эффективного термического процесса получения ТФУ из АПФУ в данной печи.

Наличие порошка фторида аммония на дне реторты и в выходном отверстии газоотводного патрубка в опыте 7-2 косвенно указывает на то, что опробованная в данном опыте величина температуры процесса (500°C) является недостаточной для осуществления эффективного разложения промежуточного продукта до ТФУ.

Данные, представленные в таблице 2.6, показывают, что достаточно эффективным является процесс твёрдофазного фторирования диоксида урана бифторидом аммония, используемым для термического процесса

(температура 150°C, продолжительность 3 ч) в количестве 250 % относительно стехиометрической величины. При этом не является необходимостью подвергать порошок диоксида урана предварительному измельчению.

Обработка промежуточного продукта вызывает закономерное уменьшение массы данного продукта вследствие удаления избыточного (не вступившего в реакцию с диоксидом урана) бифторида аммония (см. таблицу 2.7).

Пробное промывание деионизированной водой промежуточного продукта, обработанного при температуре 250°C (опыт 6), вызвало заметное (18 %) уменьшение массы данного продукта при незначительном содержании урана в конечном растворе. Следовательно, использованный в опытной работе режим термической обработки промежуточного продукта (температура 250°C, продолжительность 2 ч) не обеспечивает удаление из данного продукта всего избыточного количества БФА.

Согласно опыту 7 непрерывный (неразрывный) процесс получения и обработки промежуточного продукта характеризуется менее эффективным удалением избыточного бифторида аммония, чем процесс отдельного получения и обработки АПФУ-содержащего продукта (см. таблицы 2.6, 2.7).

Термообработка промежуточного продукта (температура 250°C, продолжительность 2 ч) способствует увеличению насыпного веса порошка. Например, в опытах 5 – 8 средний насыпной вес АПФУ-содержащего продукта после удаления основного количества избыточного БФА возрос с 0,89 г/см³ (насыпной вес без утряски) и 1,40 г/см³ (насыпной вес с утряской) до 1,53 г/см³ и 2,03 г/см³ соответственно (см. таблицы 2.6, 2.7). Однако обработка промежуточного продукта посредством промывания деионизированной водой уменьшает насыпной вес порошка (опыт 4, см. таблицы 2.6, 2.7).

В опыте 4 произошло частичное окисление образованного в печи FRH-3 ТФУ до трёхокси урана из-за использования недостаточно

эффективного режима охлаждения реторты (и, следовательно, полученного продукта) после завершения термического процесса (см. таблицы 2.8, 2.9).

Также недостаточно качественный ТФУ (присутствие большого количества UO_3 и повышенное содержание H_2O) был получен в опыте 5 (преимущественно из-за использования малоэффективного режима охлаждения конечного продукта в печи FRH-3) - см. таблицы 2.8, 2.9.

ТФУ, полученный в опыте 7-2, имеет относительно высокое содержание H_2O и N вследствие того, что в данном опыте процесс термического разложения промежуточного продукта оказался незавершённым (процесс был осуществлён при пониженной температуре в печи FRH-3 - 500°C) - см. таблицы 2.8, 2.9.

Наиболее качественный ТФУ был получен в опытах 6, 7-1 и 8. Содержание U и H_2O в указанных порошках ТФУ соответствует, в целом, требованиям [15]. Наличие избыточного БФА в подвергаемом разложению промежуточном продукте вызвало, в частности, повышение коррозионной активности газообразной среды в реторте печи FRH-3 и образование значительных твёрдофазных отложений фторида аммония в газоотводном патрубке.

Тёмные (тёмно-коричневые) частицы, присутствующие в опытных порошках ТФУ (см. таблицы 2.8, 2.9), представляют собой оксиды железа, образующиеся в печи FRH-3 при взаимодействии лодочки, содержащей конечный продукт, с газообразными продуктами реакций (NH_4^+ , F^-).

Средний насыпной вес наиболее качественных порошков ТФУ, полученных в опытах 6, 7-1, 8, составил значения: $1,37 \text{ г/см}^3$ (насыпной вес без утряски) и $1,90 \text{ г/см}^3$ (насыпной вес с утряской). Установлено, что насыпной вес указанных порошков ТФУ имеет значения, которые несколько ниже значений насыпного веса исходных порошков АПФУ-содержащего продукта (см. таблицы 2.7, 2.9).

Порошки ТФУ, полученные в опытах 4 – 8 твёрдофазным способом из диоксида урана при повышенном количестве БФА относительно

стехиометрической величины, имеют полную удельную поверхность в диапазоне значений $0,35 - 2,91 \text{ м}^2/\text{г}$. (200 % и 250 %).

2.2.4 Получение ТФУ из диоксида урана при механоактивации смеси диоксида урана и БФА

В данном разделе представлены результаты опытов 9, 10 по получению ТФУ из диоксида урана с применением дополнительной операции при получении АПФУ: механоактивации смеси диоксида урана и бифторида аммония (при небольшом избыточном количестве БФА).

Процесс механоактивации смеси диоксида урана и бифторида аммония осуществляли в вибромельнице ММЛ. Механоактивацию (механическую обработку) смеси порошков в вибромельнице ММЛ выполняли с помощью мелющего тела - цилиндра, изготовленного из нержавеющей стали. Продолжительность механоактивации смеси диоксида урана и БФА в вибромельнице ММЛ составляла: 0,25 ч в опыте 9 и 0,50 ч в опыте 10 (см. таблицу 2.10).

В опыте 9 для получения ТФУ использовали предварительно измельчённый в вибромельнице ММЛ порошок диоксида урана (см. таблицу 2.10).

К продукту, полученному при механоактивации смеси диоксида урана и БФА, применили обычную термообработку в муфельной печи (температура 150°C , продолжительность 3 ч) - см. таблицу 2.10.

Отдельные части полученного в опыте 9 АПФУ-содержащего продукта подвергли, помимо обычной термической обработки при 250°C , промыванию деионизированной водой (см. режим промывания продукта опыта 4), и прокаливанию при повышенной температуре (350°C) - см. таблицу 2.11.

В опыте 9-2 процесс термообработки промежуточного продукта выполняли только в среде проточного газа аргона (газ водород в данном

опыте не применяли). В опытах 9-1, 10 термические процессы получения ТФУ из АПФУ осуществляли без использования гидрозатвора.

В опытах 9-1, 9-2, 10 все выполняемые термические процессы сопровождались образованием осадочных отложений NH_4F внутри печного оборудования (муфельная печь и печь FRH-3) из-за десублимации газообразного продукта реакций. Кроме этого в указанных опытах при получении ТФУ из АПФУ в печи FRH-3 происходило образование тонкого слоя оксидов железа на поверхности лодочки, содержащей продукт, вследствие контакта лодочки с коррозионноактивными продуктами реакций (NH_4^+ , F^-).

В опыте 10 в начальный период процесса термического разложения АПФУ-содержащего продукта до ТФУ в печи FRH-3 (температура 600°C) произошёл кратковременный рост давления газообразной среды в реторте и, одновременно с этим, снизилась скорость потока водорода через реторту. Указанные особенности процесса проявились вследствие образования осадочных отложений фторида аммония в газоотводном патрубке (в опыте 10 термическому разложению до ТФУ в печи FRH-3 подвергли промежуточный продукт повышенной массы).

Таблица 2.10 – Получение АПФУ из диоксида урана при механоактивации смеси диоксида урана и БФА

№ опыта	Масса диоксида урана, г	Масса БФА, г	Кол-во БФА, % от теор.	Продолжит. механоактив., ч	Характеристики продукта	Параметры термообработки		Масса АПФУ, г	Характеристики АПФУ		
					внешний вид	Т, °С	t, ч		НВ, г/см³		внешний вид
									б/у	с/у	
9	60,0	47,0	150	0,25	изумрудно- зелёный порошок	150	3	85,5	1,32	1,81	зелёный порошок
10	60,0	42,0	130	0,50	изумрудно- зелёный порошок	150	3	83,9	1,47	1,94	изумрудно- зелёный порошок

Таблица 2.11 – Обработка АПФУ после его получения

№ опыта	Начальная масса АПФУ, г	Параметры процесса		Кон. масса АПФУ		Характеристики АПФУ			
		Т, °С	t, ч	г	% от m _{нач}	НВ, г/см ³		ПУП, м ² /г	внешний вид
						б/у	с/у		
9-1	30,0	250	2	23,2	77,3	1,45	1,91	-	светло-зелёный порошок
9-2	30,0	промывание водой		21,8	72,7	0,87	1,56	0,99	светло-зелёный порошок
9-3	24,7	350	2	17,6	71,3	1,23	1,58	-	зелёный с лёгким серым оттенком порошок
10	83,9	250	2	73,4	87,5	1,42	1,83	-	зелёный порошок

Таблица 2.12 – Получение ТФУ из АПФУ

№ опыта	Масса АПФУ, г	Парам. проц.		Отличительные параметры проводимого процесса	Выявленные особенности проведённого процесса	Внешний вид полученного продукта
		Т, °С	t, ч			
9-1	23,2	600	1,5	процесс без гидрозатвора; охлаждение реторты: стадия 1 – реторта в зоне нагрева, проточный газ водород; стадия 2 – реторта в зоне охлаждения. без протока воды через рубашку охладителя, проточный газ аргон	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения и на спирали дожигателя водорода	зелёный порошок, полностью покрытый слоем кирпично-красных частиц (≈50% об.)
9-2	21,8	600	1,5	процесс с проточным газом аргоном при скорости протока 20дм³/ч на этапах повышения температуры в печи, термообработки АПФУ при 600°С и охлаждения реторты (стадия 1)	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения	зелёный порошок, частично покрытый слоем кирпично-красных частиц
10	73,4	600	1,2	процесс без гидрозатвора; отмечены кратковременный рост давления в реторте и уменьшение скорости протока водорода после повышения температуры в печи до 600°С	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения и на спирали дожигателя водорода; частичное закрытие выходного отверстия газоотводного патрубка отложениями белого порошка	зелёный порошок с дисперсными включениями тёмных частиц на поверхности и в объёме

Таблица 2.13 – Характеристики ТФУ

№ опыта	Масса, г	НВ, г/см ³		ПУП, м ² /г	U, %	H ₂ O, %	N, %	Внешний вид
		б/у	с/у					
9-1	10,8	-	-	0,69	-	-	-	серо-зелёный порошок
9-2	14,8	0,70	1,30	0,56	75,78	<0,03	0,0082	зелёный порошок с наличием кирпично-красных частиц
10	55,3	1,21	1,78	0,79	76,28	0,067	0,0085	зелёный порошок с дисперсными включ. тёмных частиц

Результаты опытов 9, 10, представленные в таблице 2.10, показывают, что применение операции механоактивации смеси диоксида урана и БФА позволяет эффективно осуществлять твердофазное фторирование диоксида урана бифторидом аммония при небольшом избыточном количестве БФА (130 % относительно стехиометрической величины).

Насыпной вес АПФУ-содержащего продукта опытов 9, 10 имеет достаточно высокие значения, которые почти не изменяются при термической обработке данного продукта (температура 250°C) – см. таблицу 2.11. Однако промывание промежуточного продукта деионизированной водой приводит к уменьшению насыпного веса порошка (опыт 9-2, см. таблицы 2.10, 2.11).

При обработке промежуточного продукта происходит закономерное уменьшение массы данного продукта (удаление избыточного бифторида аммония) – см. таблицу 2.11.

Обработка АПФУ-содержащего продукта при повышенной температуре (350°C) вызывает частичное разложение АПФУ и окисление U^{4+} до U^{6+} с образованием закиси-окиси урана (опыт 9-3, см. таблицу 2.11). Данный режим обработки промежуточного продукта не пригоден для использования в процессе получения ТФУ из диоксида урана твёрдофазным способом.

Значительное присутствие трёхокиси урана в порошке ТФУ, полученном в опыте 9-1, вызвано частичным окислением ТФУ вследствие применения в данном опыте малоэффективного режима охлаждения конечного продукта после завершения термического процесса (см. таблицы 2.12, 2.13).

Данные, представленные в таблице 2.13, показывают, что достаточно качественный ТФУ был получен в опытах 9-2, 10. Указанные порошки ТФУ имеют содержание U и H_2O , соответствующее требованиям [15]. Кроме этого содержание Al и Fe в тетрафториде урана, полученном в опыте 9-2,

соответствует требованиям Спецификации контракта с зарубежным заказчиком.

Проведённые опыты показали, что в порошках ТФУ могут присутствовать тёмные частицы оксидов железа, образующиеся в печи FRN-3 при воздействии на лодочку, содержащую конечный продукт, газообразных коррозионноактивных продуктов реакций (см. таблицы 2.12, 2.13).

Согласно таблицам 2.11, 2.13 насыпной вес ТФУ, полученного в опыте 10, оказался несколько ниже насыпного веса исходного АПФУ-содержащего продукта. Насыпной вес ТФУ, полученного в опыте 9-2 при промывании промежуточного продукта деионизированной водой, имеет значения, которые существенно ниже значений насыпного веса ТФУ, полученного в опыте 10 при обычной обработке промежуточного продукта (температура 250°C) - см. таблицу 2.13.

Порошки ТФУ, полученные в опытах 9-1, 9-2, 10 твёрдофазным способом из диоксида урана при механоактивации исходной смеси диоксида урана и БФА, имеют, как и АПФУ-содержащий продукт, малые значения ПУП, не превышающие величины 1 м²/г.

2.2.5 Объединённые результаты опытов по получению ТФУ с применением различных опытных режимов

Проведена опытная работа по определению технологических параметров «сухого» (твёрдофазного) способа получения ТФУ из порошков оксидов урана применительно к производственным условиям цеха № 1. В опытной работе получены следующие основные результаты.

1. Упрощённый режим твёрдофазного фторирования диоксида урана бифторидом аммония (при малом (120 – 130 %) количестве БФА относительно стехиометрической величины; без применения активирующих операций) проявил низкую эффективность для получения аммонийпентафторида урана и, соответственно, ТФУ. Полученный в опытах промежуточный (АПФУ-содержащий) продукт содержал значительное

количество исходного диоксида урана, не вступившего в реакцию взаимодействия с БФА.

2. Режим твёрдофазного фторирования диоксида урана бифторидом аммония при повышенном (до 250 %) количестве БФА относительно стехиометрической величины (процесс при температуре 150°C и продолжительности 3 ч) показал достаточную эффективность для получения аммонийпентафторида урана.

3. Достаточно эффективным для получения АПФУ оказался режим твёрдофазного фторирования диоксида урана бифторидом аммония при использовании операции механоактивации смеси диоксида урана и БФА (при небольшом (130 %) количестве бифторида аммония относительно стехиометрической величины и с термической обработкой активированной смеси при температуре 150°C и продолжительности 3 ч).

4. Термическая обработка АПФУ-содержащего продукта при температуре 250°C в течение 2 ч является благоприятной операцией, позволяющей эффективно удалять из продукта основное количество избыточного БФА, не вступившего в реакцию взаимодействия с порошком при фторировании диоксида урана. Присутствие большого количества БФА в промежуточном продукте оказывает отрицательное влияние на параметры термического процесса получения ТФУ из АПФУ (усиление коррозионной активности газообразной среды в печи и образование значительных твёрдофазных отложений фторида аммония на внутренней поверхности печи и внутри газоотводных трубопроводов).

5. Обработка промежуточного (АПФУ-содержащего) продукта промыванием деионизированной водой эффективно удаляет из продукта избыточный бифторид аммония (БФА, не вступивший в реакцию взаимодействия с диоксидом урана при фторировании порошка), однако приводит к существенному снижению насыпного веса промежуточного продукта (АПФУ) и конечного продукта (ТФУ). Кроме этого при обработке

промежуточного продукта водой образуются технологические растворы, которые необходимо перерабатывать.

6. Химический состав АПФУ-содержащего продукта, полученного при опытном твёрдофазном фторировании диоксида урана бифторидом аммония и подверженного удалению избыточного БФА, примерно соответствует химической формуле NH_4UF_5 .

7. Достаточно качественный ТФУ, соответствующий требованиям [1] и Спецификации контракта с зарубежным заказчиком, возможно эффективно получать при термическом разложении АПФУ-содержащего продукта в печи при температуре 600°C в течение 1,5 ч в среде проточного газа водорода.

8. Для предотвращения окисления ТФУ, получаемого при термическом разложении АПФУ-содержащего продукта, (с образованием закиси-оксида урана, трёхоксида урана) необходимо применение эффективного режима охлаждения конечного продукта в печи после завершения термического процесса.

9. Наиболее качественный ТФУ, полученный при твёрдофазном фторировании диоксида урана бифторидом аммония по одному из двух режимов: с повышенным количеством БФА и с механоактивацией смеси порошков, имеет значения насыпного веса 1,21 - 1,44 г/см³ (без утряски) и 1,78 - 2,02 г/см³ (с утряской), а также обладает полной удельной поверхностью в диапазоне значений 0,35 – 0,79 м²/г.

10. Процессы термической обработки смеси оксида урана и БФА, удаления избыточного БФА из АПФУ-содержащего продукта и термообработки промежуточного продукта с получением ТФУ сопровождаются образованием твёрдофазных отложений фторида аммония в виде тонкого налёта на некоторых внутренних поверхностях печей вследствие десублимации газообразного продукта реакций (NH_4F).

Также при термической обработке промежуточного продукта для получения ТФУ могут образовываться значительные осадочные отложения фторида аммония на отдельных частях внутренней поверхности печи и

внутри газоотводных трубопроводов (десублимация газообразного NH_4F) вследствие термообработки промежуточного продукта большой массы, термического разложения промежуточного продукта без предварительного удаления избыточного БФА и в результате других причин.

11. Для предотвращения образования твёрдофазных отложений фторида аммония на внутренних поверхностях оборудования необходим избирательный обогрев внешней поверхности технологического оборудования (обогрев определённых частей печи, обогрев газоотводных трубопроводов и т.д.). Во избежание десублимации газообразного NH_4F обогрев внешней поверхности технологического оборудования должен осуществляться до температуры примерно 250°C .

При избирательном обогреве внешней поверхности печи, газоотводных трубопроводов газообразные продукты реакций без десублимации NH_4F будут поступать в гидрозатвор печи. В деионизированной воде гидрозатвора будет происходить растворение NH_4F и, соответственно, максимально полное улавливание фторида аммония, образующегося в термических процессах.

12. В термических операциях, входящих в процесс получения ТФУ, особенно при высокотемпературной обработке промежуточного продукта, возможны образование тонкого налёта оксидов железа на поверхности тары (поддона и др.), содержащей продукт, и загрязнение продукта (преимущественно ТФУ) частицами оксидов железа. Указанные отрицательные факторы являются следствием воздействия на поверхность оборудования, подверженного коррозии, газообразных коррозионноактивных продуктов термических процессов в печах (NH_4^+ , F^- , H_2O).

Для снижения вероятности загрязнения продукта (ТФУ и т.д.) химическими примесями все термические процессы, связанные с получением ТФУ, должны осуществляться при использовании тары (поддона и др.), изготовленной из достаточно коррозионностойкого для воздействующих в печах агрессивных сред материала (графит, фторопласт и т.д.).

2.3 Методика получения ТФУ сухим способом в промышленных условиях

В данной части работы представлены характеристики ТФУ, полученного в промышленных условиях.

Выбран оптимальный режим получения ТФУ на основании полученных результатов лабораторных опытов по получению ТФУ сухим способом. Определены характеристики, полученного ТФУ.

2.3.1 Описание схемы получения безводного ТФУ

Принципиальная схема технологического процесса получения ТФУ сухим способом показана на рис.2.4.

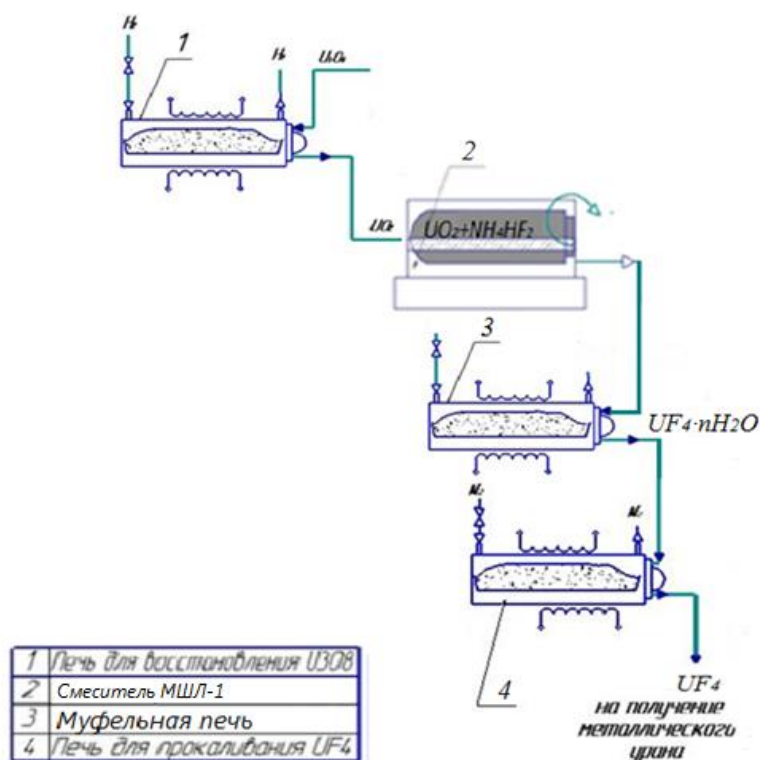


Рисунок 2.4 – Принципиальная схема технологического процесса получения ТФУ сухим способом

Первая стадия процесса получения ТФУ годной партии включала следующие операции. Первоначально порошок диоксида урана смешивали с бифторидом аммония в определённом соотношении. Аммонийпентафторид

урана получали при количестве 110 % бифторида аммония относительно теоретического (стехиометрического) количества.

Перед процессом смешивания пробу бифторида аммония измельчали.

Исходную смесь порошков диоксида урана и бифторида урана подвергали дополнительной обработке – смешению в МШЛ поз.1.

Приготовленную смесь порошков оксида урана и БФА подвергали термической обработке в муфельной печи цехового изготовления поз.2 при малой температуре (преимущественно 300°C) в обычной атмосфере (в графитовых тиглях). Далее делали просев (полученный в печи продукт измельчали на сите, выполненном из пластмассы во избежание попадания примесей железа в партию ТФУ).

На второй стадии опытного процесса изготовления ТФУ продукт, полученный твёрдофазным фторированием оксида урана бифторидом аммония, подвергали термической обработке в трехзонной печи периодического действия FRH-3 поз.3 для образования из промежуточного продукта ТФУ.

Режим прокаливания промежуточного продукта в печи FRH-3 являлся следующим. Измельченный ТФУ загружается в графитовые тигли и помещается в печь FRH-3. Стоит отметить, что передняя часть печи, где происходит загрузка и выгрузка ТФУ, помещена в герметичный бокс, в котором создается разряжение. Крышка печи прикручивается к реторте гайками, и проверяется герметичность печи. Затем проверяется подача воды на охлаждение реторты. Включается продувка печи инертным газом, расход газа – 1200 дм³/ч. Время продувки составляет 50-100 минут. Включается нагрев печи в среде инертного газа азота до 600°C со скоростью повышения температуры – 10°C/мин. При достижении температуры 600°C порошок выдерживается в среде инертного газа в течении 180 минут. Далее идет охлаждение печи до 80-50°C в среде азота со скоростью понижения температуры – 8-12°C/мин. После остывания печи прекращается подача

инертного газа, снимается крышка печи, достается партия безводного ТФУ и затаривается в герметичный фторопластовый контейнер.

На всех стадиях получения ТФУ у промежуточного продукта (до и после обработки) и ТФУ определяли характеристики: насыпной вес и полную удельную поверхность; содержание урана, воды, азота и химических примесей, а также оценивали внешний вид.

Таблица 2.14 – Получение АПФУ из диоксида урана

№ опыта	Масса диоксида урана, г	Масса БФА, г	Продолжит. смешения, ч	Внешний вид продукта	Кол-во БФА, % от теор.	Масса АПФУ, г	Характеристики АПФУ		
							НВ, г/см ³		внешний вид
							б/у	с/у	
1	4000,0	2444,2	24,0	изумр.- зелёный порошок	110	5960	0,97	1,46	изумрудно-зелёный порошок

Таблица 2.15 – Обработка АПФУ после его получения

№ опыта	Начальная масса АПФУ, г	Параметры процесса		Конечная масса		Характеристики АПФУ			
		Т, °С	t, ч	АПФУ		НВ, г/см ³		ПУП м ² /г	внешний вид
				г	% от m _{нач}	б/у	с/у		
1	5960	300	3	4500	75,5	1,47	2,03	0,48	светло-зелёный порошок

Таблица 2.16 – Получение ТФУ из АПФУ

№ опыта	Масса АПФУ, г	Парам. проц.		Отличительные параметры проводимого процесса	Выявленные особенности проведённого процесса	Внешний вид полученного продукта
		Т, °С	t, ч			
1	4500	600	3	Процесс прокаливания АПФУ с гидрозатвором с проточным газом азотом на этапах повышенной температуры в печи и термообработки АПФУ при 600°С	белый налёт на внутренней поверхности реторты в зоне охлаждения, частичное закрытие выходного отверстия газоотводного патрубка отложениями белого порошка	светло-зелёный порошок, частично покрытый слоем темно-коричневых частиц

Таблица 2.17 – Характеристики ТФУ

№ опыта	Масса, г	НВ, г/см ³		ПУП, м ² /г	U, %	H ₂ O, %	N, %	Внешний вид	Выход по металлическому урану, %
		б/у	с/у						
1	2700	1,51	2,1	0,45	76,8	<0,03	0,0062	светло-зелёный порошок	98,7

В опыте по получению ТФУ годной партии термические процессы сопровождались образованием твёрдофазных отложений фторида аммония на внутренних поверхностях печного оборудования вследствие десублимации газообразного продукта реакций (NH_4F).

Термообработка промежуточного продукта (температура 300°C , продолжительность 3 ч) способствует увеличению насыпного веса порошка.

Содержание U и H_2O в полученном порошке ТФУ соответствует требованиям [15]. Наличие избыточного БФА в подвергаемом разложению промежуточном продукте вызвало, в частности, повышение коррозионной активности газообразной среды в реторте печи FRH-3 и образование значительных твёрдофазных отложений фторида аммония в газоотводном патрубке.

Тёмные (тёмно-коричневые) частицы, присутствующие в порошке ТФУ (см. таблицу 2.16), представляют собой оксиды железа, образующиеся в печи FRH-3 при взаимодействии лодочки, содержащей конечный продукт, с газообразными продуктами реакций (NH_4^+ , F^-).

2.3.2 Выбор технологических режимов

Были проведены промышленные испытания с целью обеспечения безопасности процесса обезвоживания и уменьшения времени одного цикла, а вследствие этого и увеличения производительности за счет изменения параметров процесса обезвоживания ТФУ.

Значения влажности ТФУ, полученного при различных режимах, представлены в таблице 2.18.

Таблица 2.18 – Различные режимы прокаливания ТФУ

№ опыта	Описание режима	Защитный газ	Влажность, % масс.	фактическое время цикла, мин.	Выход по металлическому урану, %
1	3 часа выдержки при 400°C 2 часа выдержки при 600°C 2 часа остывание	водород	0,06	660	97,6
2	2 часа выдержки при 400°C 2 часа выдержки при 600°C 2 часа остывание	азот	0,06	600	98,1
3	2 часа выдержки при 400°C 2 часа выдержки при 600°C 1 час остывание	азот	0,06	480	97,4
4	3 часа выдержки при 600°C 2 часа остывание	азот	0,08	450	96,8
5	3 часа выдержки при 600°C 1 час остывание	азот	0,068	360	97,2
6	2 часа выдержки при 600°C 1 час остывание	азот	0,147	300	-
7	1 часа выдержки при 600°C 1 час остывание	азот	0,20	240	-

Как видно из таблицы 2.18, при переходе от водородной среды прокаливания (опыт 1) к азотной среде (опыт 2), влажность и выход по металлическому урану остается на том же уровне. Сокращение времени цикла происходит из-за того, что отпадает необходимость проведения отдельной стадии перехода с инертного газа на водород и обратно. За счет этого во втором опыте время выдержки при 400°C сократилось с 3 часов до 2 часов. На рисунках 2.5 и 2.6 наглядно показаны температурные режимы прокаливания ТФУ.

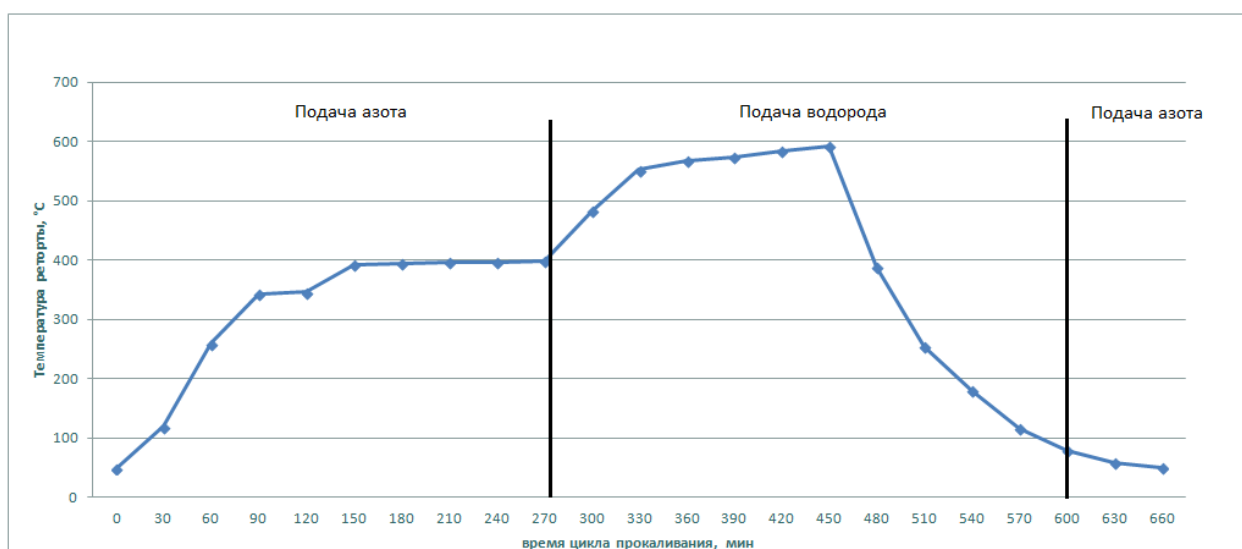


Рисунок 2.5 – Температурный режим прокаливания с подачей водорода

По рис. 2.5 видно, что на первом этапе стадии прокаливания в печь подается инертный газ (в нашем случае азот), на второй стадии азот замещается водородом, и на третьей стадии происходит продувка печи инертным газом, для удаления водорода.

Во втором эксперименте водород при прокаливании был заменен на азот. Сравнительная диаграмма показана на рис. 2.6.

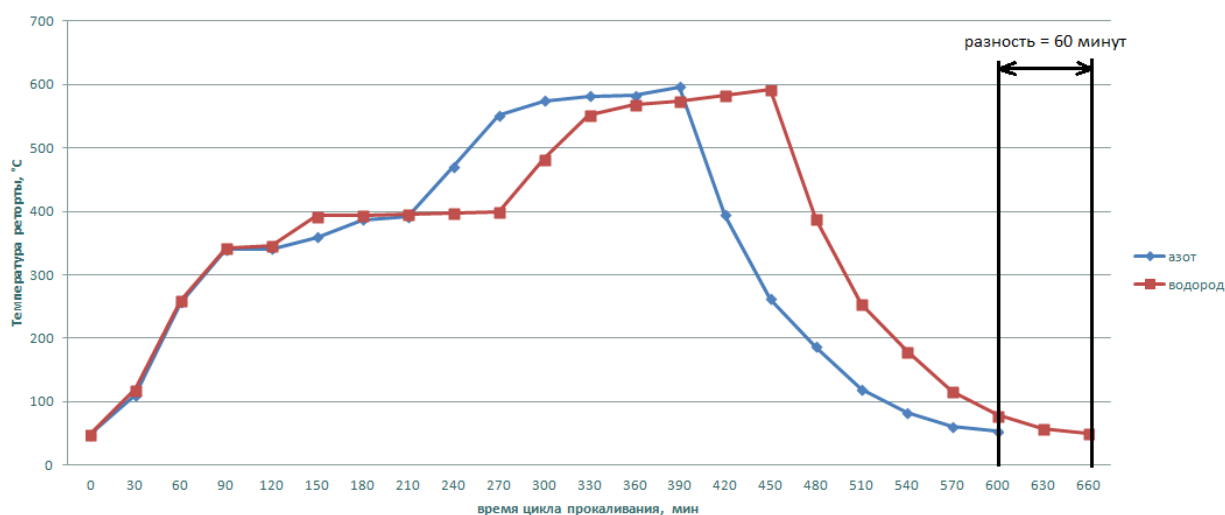


Рисунок 2.6 – Температурный режим прокаливания с подачей различных защитных газов

Следующие опыты проводили только в среде азота, изменяя время прокаливания. Температурные режимы представлены на рис. 2.7.

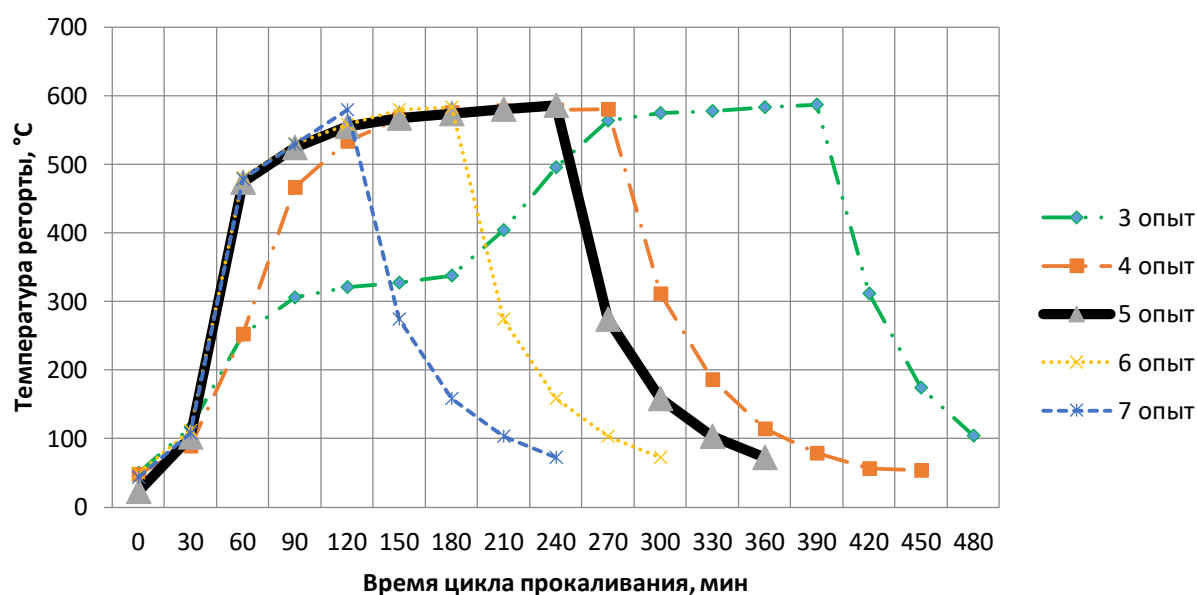


Рисунок 2.7 – Сравнительная диаграмма различных температурных режимов в среде азота

Сопоставляя рисунок 2.7 и данные таблицы 2.18, можно сказать, что оптимальным является опыт № 5, так как он соответствует наименьшему

времени цикла (360 минут прокаливания) ТФУ, при котором получается допустимая влажность продукта. Дальнейшее сокращение времени прокаливания (опыт 6 и 7) приводит к недостаточному удалению влаги из ТФУ.

Процесс прокаливания ТФУ в среде азота при температуре 600°C, в течении 6 часов позволяет получать ТФУ с содержанием воды порядка 0,06% массовых, что является допустимым согласно техническому условию по получению ТФУ. Прокаливание в среде азота позволяет обезопасить производство, поскольку из технологической схемы убирается подача водорода, который является взрывоопасным газом, и требует соблюдения особых требований безопасности при работе с ним. Сокращение времени прокаливания ТФУ повышает производительность общей схемы получения ТФУ и далее металлического урана. Время цикла сокращается от одиннадцати часов до шести и лаконично вписывается в трехсменный график работы участка. Сравнение параметров приведено в таблице 2.19.

Таблица 2.19 – Сравнение различных параметров при проведении процесса прокаливания ТФУ при разных защитных газах

Параметры	Цикл с водородом	Цикл с азотом
Время цикла, мин	660	360
Расход азота за цикл, м ³	6,6	7,2
Расход водорода за цикл, м ³	1,4	-
Затраты на газы, руб	149,2	86,4
Время нагрева, мин	450	240
Затраты на нагрев, руб	313,29	167,09

Исходя из вышесказанного, рассмотренный режим прокаливания ТФУ является перспективным.

Вывод: Был получен ТФУ в промышленных условиях. Этот ТФУ отвечает всем требованиям для промежуточного продукта в процессе изготовления металлического урана. На восстановительной плавке получен металлический уран с выходом в годное $\approx 99\%$, что превышает выход в годное полученный из ТФУ по «мокрой схеме» на $\approx 3\%$. Причиной увеличения в годное является полученный ТФУ с повышенным насыпным весом ($\approx 2 \text{ г/см}^3$), более мелкой структурой порошка ТФУ. Таким образом, в ходе работы достигнуто:

1. Снижение затрат на процесс получения (затраты на закупку реагентов, нагрев печи, переработку маточных растворов);
2. Повышение качества ТФУ, исключение брака по химическому составу (устранение концентрированных растворов соляной и фтористоводородной кислот, способствующие, в частности, повышению содержания химических примесей в ТФУ);
3. Упрощение технологического процесса (исключение множества операций (в том числе, трудоёмких): растворение диоксида урана, получение соли ТФУ, фильтрация пульпы);
4. Увеличение выхода годного продукта
5. Снижение безвозвратных потерь (исключение образования маточных растворов, отрицательно влияющее на величину выхода урана в ТФУ вследствие его уноса с данными растворами, и вызывающее необходимость трудоёмкой переработки указанных растворов);
6. Повышение производительности за счет сокращения времени прокаливания ТФУ;
7. Безопасность производства, путем замены защитного газа водорода на азот.

3 Социальная ответственность

3.1 Введение. Законодательство РФ по охране труда и окружающей среды

Охрана труда – система сохранения жизни и здоровья работников в процессе трудовой деятельности, включая правовые, социально - экономические, организационно - технические, лечебно - профилактические, реабилитационные и иные мероприятия [19].

Основными законодательными документами, лежащими в основе трудового законодательства и охраны труда, являются [20]:

- 1) Конституция РФ (ст.7. п.2. «В РФ охраняется труд и здоровье людей...», п.3. «Каждый человек имеет право на безопасный труд...», ст.39, ст.41, ст.42, ст.52, ст.58.);
- 2) Основное законодательство РФ об охране труда (ст.3, ст.4, ст.5, ст. 9, ст.20);
- 3) ФЗ "О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения" от 30 марта 1999г. №52-ФЗ (ст.25, ст.26, ст.27, ст. 34, ст.55);
- 4) ФЗ РФ от 10.01.2002г №7 – ФЗ «Об охране окружающей среды» (ст.11).
- 5) НРБ – 99/2009 и ОСП РБ – 2010.

3.2 Характеристика вредных и опасных факторов производства

К опасным производственным факторам при получении тетрафторида урана относятся [15]:

- возможность поражения или отравления химическими веществами (UO_2 , UF_4 , U_3O_8);
- возможность поражения электрическим током;
- возможность термического ожога;
- опасность механического травмирования (от движущихся деталей аппаратов);

- опасность возникновения пожаров и взрывов.

Кроме того, необходимо соблюдать санитарно-гигиенические нормативы на освещение и вентиляцию, шум и вибрацию.

Возможное воздействие опасных производственных факторов может быть обусловлено:

- нарушением герметичности производственного оборудования (фторопластовых контейнеров с тетрафторидом урана, муфельной печи для прокалики тетрафторида урана) вследствие коррозии, трещин, разгерметизации фланцевых соединений;
- недостаточностью или некачественным исполнением мероприятий, обеспечивающих безопасность ремонтных работ;
- нарушением правил эксплуатации теплоиспользующих установок и электроустановок;
- нарушением правил пользования СИЗ и спецодеждой;
- невыполнение положений инструкций по охране труда и технике безопасности.

3.3 Организационные мероприятия

К работе с источниками ионизирующих излучений допускают лиц не моложе 18 лет, не имеющих медицинских противопоказаний, после обязательного обучения инструктажа и проверки знаний по технике безопасности.

3.4. Анализ вредных факторов и мероприятия по снижению их воздействия

Вредным производственным фактором называется такой производственный фактор, воздействие которого на работающего, в определенных условиях, приводит к заболеванию или снижению трудоспособности.

3.4.1 Мероприятия по выполнению норм воздухообмена и отопления

Обеспечение нормальных метеорологических условий и чистоты воздуха на рабочих местах в значительной степени зависит от правильно организованной системы вентиляции. В данном производстве установлена общеобменная приточно-вытяжная вентиляционная система.

Метеорологические условия в производственном помещении:

- в холодное время года $t = 16 - 18^{\circ}\text{C}$;
- в теплое время года $t = 20 - 25^{\circ}\text{C}$.

Относительная влажность воздуха 40 - 60 %.

3.4.2 Требования по соблюдению норм естественного и искусственного освещения

Рациональное освещение производственных помещений и заводской территории имеет большое гигиеническое значение. Правильное освещение облегчает труд и снижает опасность травматизма.

Естественное освещение более благоприятно для зрения и более экономично. В производственном помещении предусмотрено естественное освещение, осуществляемое через оконные и другие остеклённые проёмы; искусственное – светильниками.

Для создания благоприятных рабочих условий, степень освещённости в производственных помещениях нормируется, норма освещения составляет 300 лк.

3.4.3 Требования по соблюдению норм по шуму

В химической промышленности часто оснащение предприятий мощными и быстродвижущимися машинами и механизмами приводят к тому, что человек постоянно подвергается воздействию шума все возрастающей интенсивности.

Минимальная сила звука, которая воспринимается ухом человека, называется порогом слышимости. Силу звука, приводящую к болезненным ощущениям, называют болевым порогом. Силу звука измеряют децибелами (дБ). Если порог слышимости оценить в 0 дБ, то болевой порог характеризуется силой звука, равной 80 дБ.

При конструировании машин и оборудования там, где это возможно, заменяют возвратно - поступательное движение на вращательное, применяют лучшие кинематические схемы с более равномерным ходом, ослабляют звучание ударных частей путем уменьшения размаха колебаний и ограничения размеров поверхностей, соударяющихся деталей. Вместо металлических деталей все шире применяются бесшумные пластмассовые.

В тех случаях, когда меры по уменьшению шума в источнике его образования исчерпаны, применяют меры снижения шума по пути его распространения. Агрегаты с повышенным уровнем шума и вибрации размещают в отдельных изолированных помещениях. Стены покрывают звукопоглощающими материалами (акустической штукатуркой, перфорированными панелями, стекловолокном и др.). Фундаменты для шумящих машин устанавливают независимо от фундамента здания и от полов, изолируют со всех сторон воздушным промежутком (акустические швы) или заполняют свободное пространство материалом, поглощающим вибрацию (пробка, войлок, шлак и др.).

Если не удастся добиться снижения шума до допустимого уровня, то применяют средства индивидуальной защиты. Их делят на три группы: наушники, вкладыши и шлемы [23].

3.5 Техника безопасности при работе с токсичными радиоактивными веществами

Диоксид урана (UO_2) – вещество тёмно-коричневого, почти чёрного, цвета. Ядовит. При попадании в организм уран действует на все органы, являясь общеклеточным ядом. В первую очередь поражаются почки

(появляются белок и сахар в моче). При хронической интоксикации возможны нарушения кроветворения и нервной системы. При получении ТФУ диоксид урана используется как исходное сырьё, с концентрацией, не превышающей нормы предельно допустимых концентраций (ПДК). ПДК диоксида урана – 0,075 мг/м³.

Тетрафторид урана (UF₄) – твердое нелетучее негигроскопическое вещество изумрудно-зеленого цвета, практически нерастворимое в воде (растворимость в воде менее 0,1 г/л). Термически и химически устойчивое соединение. Как и все соединения урана, слаборадиоактивен. ПДК ТФУ – 0,015 мг/м³. Неотложная терапия: Дезактивация кожи и слизистых оболочек водой с мылом или содовым раствором. Внутрь - раствор двузамещенного фосфата натрия, слизистые отвары, молоко, яичный белок. Рвотные средства, промывание желудка. Внутривенно – гипосульфит натрия (10 мл 30% раствора), глюкоза с витаминами В, С. Для ускорения выведения U из организма применяют петацин, пентафацин и фосфицин [21].

Соляная кислота (HCl) – бесцветная (техническая соляная кислота желтоватая из-за примесей Fe, Cl и др.), «дымящая» на воздухе, едкая жидкость. Максимальная концентрация при 20 °С равна 38% по массе. ПДК HCl в воздухе рабочей зоны 5,0 мг/м³. При попадании на кожу вызывает сильные ожоги, особенно опасно попадание в глаза. При открывании сосудов с соляной кислотой в обычных условиях образуется туман и пары хлороводорода, которые раздражают слизистые оболочки и дыхательные пути. III класс опасности.

Плавиковая кислота (HF) – бесцветная жидкость. II класс опасности. ПДК в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³. Плавиковая кислота ядовита. Обладает слабым наркотическим действием. Возможны острые и хронические отравления с изменением крови и кроветворных органов, органов пищеварительной системы, отёк легких. Обладает выраженным ингаляционным действием, раздражающим действием на кожу и слизистые оболочки глаз (вызывает болезненные ожоги и изъязвления); кожно-

резорбтивным, эмбриотропным, мутагенным и кумулятивным действием. При попадании на кожу в первый момент не вызывает сильной боли, легко и незаметно всасывается, но через короткое время вызывает отёк, боль, химический ожог и общетоксическое действие. Симптомы от воздействия слабо концентрированных растворов могут появиться через сутки и даже более после попадания их на кожу. При попадании в кровь через кожу связывает кальций крови и может вызвать нарушение сердечной деятельности. Ожоги площадью более чем 160 см² опасны возможными системными токсическими проявлениями.

Приготовление рабочих химических растворов должно осуществляться на специальных установках при работе вентиляции с использованием средств индивидуальной защиты. Кроме того, они являются источниками ионизации.

При работе с урансодержащими растворами применяют следующие меры защиты:

- все лица, работающие с радиоактивными веществами должны иметь спецодежду (льняные комбинезоны, перчатки и респираторы);
- средства защиты (резиновые перчатки, обувь кожаная или резиновая, бахилы, шапочки);
- средства индивидуальной защиты (для защиты глаз от мягкого β -излучения и α -излучения достаточны обычные стекла).

При работе с радиоактивными веществами очень важно соблюдать дисциплину труда, выполнять существующие защитные мероприятия, применять индивидуальные защитные средства. Самое серьезное значение должно придаваться соблюдению личной гигиены, знанию правил работы с радиоактивными веществами, правил дезактивации. В этом залог успеха обеспечения безопасного проведения работ, получения необходимых научных результатов без ущерба для здоровья.

В производственных условиях соединения естественного и обогащенного урана проникают в организм человека, главным образом, через органы дыхания в виде пыли и аэрозоли. Нерастворимые соединения урана, в

данном случае – UO_2 , U_3O_8 и UF_4 , оседают в основном в легких. При этом они действуют преимущественно на слизистую оболочку. Часть их переходит в кровь, почки и костную ткань и с периодом полувыведения 150-300 суток выводится из организма. Другая часть проникает в лимфатические узлы легких и остается там надолго. Растворимые соединения урана (азотнокислые соли урана) легко удаляются из легких, попадая в кровь, почки и с периодом полувыведения 15 суток выводится из организма [21].

Биологическое действие ионизирующих излучений на организм имеет ряд особенностей:

- неся в себе огромную опасность для здоровья и жизни, оно неощутимо человеком;
- существует скрытый (инкубационный) период проявления действия ионизирующего излучения, который может быть весьма продолжительным;
- одним из видов последствий облучения являются так называемые генетические эффекты – разнообразные наследственные заболевания, возникающие в результате мутаций (изменений) в половых клетках;
- получаемые человеком дозы излучений накапливаются в организме (кумулятивный эффект), поэтому вероятность возникновения заболеваний пропорциональна длительности воздействия радиации;
- наиболее чувствительны к облучению дети в период роста;
- степень чувствительности к облучению различных органов и тканей человека неодинакова;
- радиочувствительность живых организмов также весьма различна (смертельная доза для бактерий в 100 раз превышает дозу для млекопитающих).

Для внешнего и внутреннего облучения персонала А и Б основные пределы доз указаны в таблице 3.1.

Таблица– 3.1 Основные пределы доз

Нормируемые величины*	Пределы доз	
	Персонал (группа А)**	Население
Эффективная доза	20 мЗв в год в среднем за любые последовательные 5 лет, но не более 50 мЗв в год	1 мЗв в год в среднем за любые последовательные 5 лет, но не более 5 мЗв в год
Эквивалентная доза за год в хрусталике глаза***	150 мЗв	15 мЗв
коже	500 мЗв	50 мЗв
кистях и стопах	500 мЗв	50 мЗв

Примечания:

* Допускается одновременное облучение до указанных пределов по всем нормируемым величинам.

** Основные пределы доз, как и все остальные допустимые уровни воздействия персонала группы Б, равны 1/4 значений для персонала группы А. Далее в тексте все нормативные значения для категории "персонал" приводятся только для группы А.

*** Относится к дозе на глубине 300 мг/см.

3.6 Электробезопасность

Электробезопасность – это система организационных мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги и статического электричества [22].

При прохождении электрического тока через тело человека могут возникнуть повреждения организма. Действие тока на организм человека может быть местным и общим. Общее (рефлекторное) поражение – электрический удар, представляет для человека наибольшую опасность: нарушается работа центральной нервной и сердечно-сосудистой систем, что приводит к фибрилляции и параличу сердца, а также к остановке дыхания.

Характер и последствия поражения зависят от величины, частоты и пути прохождения тока; продолжительности воздействия.

Безопасной для человека является величина переменного тока –10 мА, постоянного – 50 мА, безопасное напряжение 12 В.

В соответствии с «Правилами устройств электроустановок» (ПУЭ), оборудование, используемое в цехе (электродвигатели, приборы и автоматика) питается от напряжения 220 и 380В, следовательно, оно относится к классу оборудования <1000 В. Производственные помещения, в которых осуществляется технологический процесс, относятся к помещениям без повышенной опасности.

Для обеспечения электробезопасности в цехе применяются отдельно или в сочетании друг с другом следующие технические меры:

1. Защитное заземление. Оно защищает от поражения электрическим током при прикосновении к металлическим конструкциям, которые вследствие нарушения изоляции оказались под напряжением [22];
2. Зануление;
3. Малое напряжение - напряжение не более 42 В, используемое для уменьшения опасности напряжения электрическим током;

4. Защитное отключение, обеспечивающее автоматическое отключение и снятие напряжения с электроустановки при возникновении опасности;

5. Изоляция токоведущих частей;

6. Оградительные устройства;

7. Предупредительная сигнализация, блокировка, знаки безопасности.

К индивидуальным средствам защиты от поражения электрическим током относятся:

1) основные – оперативные штанги и токоизмерительные клещи, диэлектрические перчатки, инструмент с изолирующими ручками и указатели напряжения;

2) дополнительные – диэлектрические галоши, коврики, плакаты.

3.7 Пожарная безопасность

Согласно [26], в зависимости от характеристики используемых в производстве веществ и их количества, по пожарной и взрывной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В, Г, Д. Так как помещение лаборатории по степени пожаровзрывоопасности относится к категории В, т.е. к помещениям с твердыми сгорающими веществами, необходимо предусмотреть ряд профилактических мероприятий.

Цех получения тетрафторида урана относится к помещениям класса Г, так как технологический цикл сопряжен с обработкой негорючих веществ и материалов, но в нем используется моторное масло для обеспечения работы насосов.

Возможные причины загорания:

- работа с открытой электроаппаратурой;
- короткие замыкания в блоке питания;
- несоблюдение правил пожарной безопасности;
- наличие горючих компонентов: документы, двери, столы, изоляция кабелей.

К огнетушащим составам и средствам тушения относят: воду, подаваемую в очаг горения сплошной струей или в распыленном состоянии и обеспечивающую главным образом охлаждающий эффект; химическую и различной кратности воздушно - механическую пены, оказывающие в основном изолирующее действие; инертные газы (диоксид углерода и водяной пар), оказывающие разбавляющее действие; галогенуглеводородные составы, обладающие свойствами химических ингибиторов.

Помещения должны быть оснащены огнетушителями ОХП –10, ОУ– 5 для тушения электрооборудования, пожарным щитом, ящиком с песком и системой пожарного водоснабжения. Кроме того, необходима организация специальных мест для курения [24].

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Для эффективного использования научного потенциала НИР необходимо прилагать усилия не только к непосредственно её разработке, но и к проведению её анализа с точки зрения экономических требований в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Для проведения анализа НИР в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения были рассмотрены следующие вопросы:

- оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения;
- планирование процесса управления НТИ;
- определение ресурсной (ресурсосберегающей) и финансовой эффективности исследования.

4.1 Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа потребителей результатов исследования настоящей работы был рассмотрен целевой рынок и проведено его сегментирование.

Целевой рынок – сегменты рынка, на котором будет продаваться в будущем разработка. В свою очередь, сегмент рынка – это особым образом выделенная часть рынка, группы потребителей, обладающих определенными общими признаками.

Сегментирование – это разделение покупателей на однородные группы, для каждой из которых может потребоваться определенный товар (услуга).

В зависимости от категории потребителей (коммерческие организации, физические лица) необходимо использовать соответствующие критерии

сегментирования. Из выявленных критериев целесообразно выбрать два наиболее значимых для рынка. На основании этих критериев строится карта сегментирования рынка [25].

В данной магистерской диссертации проводится разработка технологической схемы «сухого» способа получения ТФУ.

Целевым рынком для результатов проводимых исследований будет являться Госкорпорация «Росатом» и принадлежащие ей промышленные предприятия по получению ядерного топлива, предприятия по переработке радиоактивных отходов, проектные институты. Карта сегментирования рынка услуг по использованию результатов исследования представлена на рис. 4.1.

		Разработка технологической схемы «сухого» способа получения ТФУ		
		Предприятия по переработке радиоактивных отходов	Предприятия по получению ядерного топлива	Проектные институты
Потребность	Сильная			
	Слабая			

Рисунок 4.1 – Карта сегментирования рынка услуг по использованию результатов исследований

Из анализа карты сегментирования рынка (рис. 4.1) можно сделать вывод, что потенциальными потребителями результатов исследования могут быть предприятия по переработке радиоактивных отходов и проектные институты.

4.1.2 SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны),

Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT – анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта [25].

SWOT – анализ состоит из трех этапов. В первом этапе мы анализируем сильные и слабые стороны исследовательской работы (внутренняя среда), а также возможности и угрозы (внешняя среда). Описание выполняется с помощью факторов, не имеющих количественной оценки (Приложение Б, табл. Б1).

Второй этап состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений.

В рамках данного этапа построили интерактивную матрицу проекта (таблица 4.2). Ее использование помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей матрицы SWOT. Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-».

Таблица 4.2 – Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта							
Возможности проекта		C1.	C2.	C3.	C4.	C5.	C6.
	B1.	+	–	+	–	–	+
	B2.	+	+	+	0	+	+
	B3.	+	+	+	–	0	0
Угрозы проекта	У1.	–	+	–	+	–	+
	У2.	–	–	–	–	–	–
	У3.	–	+	–	+	–	+
Слабые стороны проекта							
		Сл1.	Сл2.	Сл3.	Сл4.		
Возможности проекта	B1.	–	–	+	–		
	B2.	–	+	–	+		
	B3.	–	+	–	–		
Угрозы проекта	У1.	+	–	–	–		
	У2.	+	–	–	+		
	У3.	+	–	–	0		

Третий этап заключается в составлении итоговой матрицы SWOT – анализа (Приложение Б, табл. Б2). Она заполняется, исходя из анализа таблицы 4.2.

Таким образом, из таблицы SWOT – анализа видно, что наиболее перспективным путем развития проекта является поиск заинтересованных предприятий разделительного производства как первоначального потребителя.

Из анализа можно сделать вывод, что создаваемая технология является перспективной при современном уровне развития технологий в данном секторе промышленности.

4.2 Планирование научно-исследовательской работы

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для выполнения научных исследований сформирована рабочая группа, в состав которой входят научный руководитель и дипломник.

Для оптимизации работ удобно использовать классический метод линейного планирования и управления. Результатом такого планирования является составление линейного графика выполнения всех работ. Порядок составления этапов и работ приведен в таблице Б3 (Приложение Б).

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения НИР

Трудоемкость выполнения НИР оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения, ожидаемого (среднего)

значения трудоемкости работ $t_{ож}$ используется следующая формула:

$$t_{ож i} = \frac{3t_{мин i} + 2t_{макс i}}{5}, \quad (4.1)$$

где $t_{ож i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, чел.-дн.;

$t_{мин i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.;

$t_{макс i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями. Такое вычисление необходимо для обоснованного расчета заработной платы, так как удельный вес зарплаты в общей сметной стоимости научных исследований составляет около 65 %.

$$T_{pi} = \frac{t_{ож i}}{Ч_i}, \quad (4.2)$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб.дн.;

$t_{ож i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.;

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел [25].

4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

Показатель технической готовности темы характеризует отношение продолжительности работ, выполненных на момент исчисления этого показателя, к общей запланированной продолжительности работ, при этом следует учесть, что дипломник выступает в качестве основного исполнителя.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}, \quad (4.3)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях;
 T_{pi} – продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях;
 $k_{\text{кал}}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (4.4)$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году;
 $T_{\text{вых}}$ – количество выходных дней в году;
 $T_{\text{пр}}$ – количество праздничных дней в году.

Рассчитанные значения в календарных днях по каждой работе T_{ki} округлены до целого числа.

$$k_{\text{кал}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} \approx 1.22.$$

Все рассчитанные значения сведены в таблицу 4.3.

Календарный план-график в виде диаграммы Ганта – горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

График строится на основе данных из таблицы 4.3 разбивкой по дням (декадам, месяцам) за период времени дипломирования. Работы на графике выделены различным цветом (штриховкой) в зависимости от исполнителей, ответственных за ту или иную работу. Календарный план – график в виде диаграммы Ганта приведен в таблице Б5 (приложение Б).

Таблица 4.3 – Временные показатели проведения научного исследования

Этап	Трудоёмкость работ			Исполнители	Длительность работ в рабочих днях T_{pi}	Длительность работ в календарных днях T_{ki}
	$t_{\min}$, чел-дни	$t_{\max}$, чел-дни	$t_{\text{ожид}}$, чел-дни			

1	0,83	1	0,90	руководитель	0,90	1
2	1,80	2	1,88	инженер	1,88	2
3	3,83	5	4,30	инженер	4,30	5
4	0,83	1	0,90	инженер	0,90	1
5	2,33	4	3,00	инженер	3,00	4
6	2,50	4	3,10	инженер	3,10	4
7	2,67	4	3,20	инженер	3,20	4
8	3,53	7	4,92	инженер	2,46	3
9	3,53	7	4,92	руководитель, инженер	2,46	3
10	4,20	6	4,92	инженер	4,92	6
11	5,60	8	6,56	инженер	3,28	4
12	7,03	12	9,02	инженер	9,02	11
13	12,62	20	15,57	инженер	15,57	19
Итого:			63,19		54,99	67

4.3 Бюджет НТИ

Целью планирования бюджета для проведения НТИ является экономически обоснованное определение величины затрат на ее выполнение.

При планировании бюджета НТИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения [25].

В бюджет НТИ включаются все затраты, связанные с ее выполнением. В настоящей работе в бюджет входят следующие затраты на её выполнение:

- материальные затраты;
- стоимость и амортизация основного оборудования;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды.

Произведен расчет этих затрат, которые далее будут представлены.

4.3.1 Расчет материальных затрат

К числу материальных затрат при проведении НТИ относятся:

- 1) затраты на освещение, вентиляцию, электроэнергию;
- 2) затраты на сырье;

Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам.

Затраты на освещение рассчитываются по формуле:

$$Z_{\text{осв}} = (27 \cdot S_{\text{п}} \cdot M \cdot T / 1000) \cdot Ц, \quad (4.5)$$

где $S_{\text{п}}$ – площадь пола, м^2 (270 м^2);

M – количество часов искусственного освещения в сутки (24 ч.);

T – число дней работы производства за период НИР (43 дня);

$Ц$ – тариф на промышленную электроэнергию, руб. (5,80 руб.).

$$Z_{\text{осв}} = (27 \cdot 270 \cdot 24 \cdot 43 / 1000) \cdot 5,80 = 43635 \text{ руб.}$$

Затраты на вентиляцию рассчитываются по формуле:

$$Z_{\text{вент}} = (0,5 \cdot V \cdot K \cdot T_{\text{кал}} / 1000) \cdot Ц, \quad (4.6)$$

где $T_{\text{кал}}$ – число дней работы производства за период НИР, ч. (1032 ч.);

V – внутренний объем помещения, м^3 (1080);

K – кратность обмена воздухом, час^{-1} (5 час);

$Ц$ – стоимость 1 кВт·ч электроэнергии, руб. (5,80 руб.).

$$Z_{\text{вент}} = (0,5 \cdot 1080 \cdot 5 \cdot 1032 / 1000) \cdot 5,80 = 16161,12 \text{ руб.}$$

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$Z_{\text{эн}} = Ц \cdot N_{\text{дв}} \cdot T_{\text{р.об.}}, \quad (4.7)$$

где $Ц$ – стоимость 1 кВт ч электроэнергии, руб. (5,80 руб.);

$N_{\text{дв}}$ – суммарная потребляемая мощность, кВт ч (20 кВт ч);

$T_{\text{р.об.}}$ – число дней работы производства за период НИР, ч (1032 ч).

$$Z_{\text{эн}} = 5,80 \cdot 20 \cdot 1032 = 119712 \text{ руб.}$$

Затраты на сырье:

Расчет затрат на бифторид аммония:

$$Z_{\text{NH}_4\text{F}_2} = T_{\text{NH}_4\text{F}_2} \cdot T_{\text{р.об.}} \cdot B, \quad (4.8)$$

где $T_{\text{NH}_4\text{F}_2}$ – стоимость 1 кг бифторида аммония, руб. (135 руб./кг);

$T_{\text{р.об.}}$ – число дней работы производства за период НИР (43 дня);

B – суточный расход NH_4F_2 , кг (15 кг/сут.).

$$З_p = 135 \cdot 43 \cdot 15 = 87075 \text{ руб.}$$

Расчет затрат на азот:

$$З_{N_2} = T_{N_2} \cdot T_{p.об.} \cdot B, \quad (4.9)$$

где T_{N_2} – стоимость 1 кг азота, руб. (10 руб./кг);

$T_{p.об.}$ – число дней работы производства за период НИР (43 дня);

B – суточный расход N_2 , кг (27 кг/сут.).

$$З_p = 10 \cdot 43 \cdot 27 = 11610 \text{ руб.}$$

4.3.2 Расчет стоимости оборудования

Стоимость оборудования приведена в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Стоимость оборудования

Наименование	Количество	Цена за ед, тыс.руб.	Цена, тыс.руб.	$H_a, \%$
Печь для восстановления U_3O_8	1	3000	3000	10
Мельница МШЛ	1	100	100	20
Муфельная откатная печь	1	500	500	14,29
Бокс радиохимический	2	500	1000	10
КИП	1	500	500	20
ИТОГО:			5100	

Амортизация начисляется равными долями в течении всего срока эксплуатации. Для расчета берется первоначальная стоимость оборудования, складывающаяся из всех затрат, понесенных в связи с приобретением объекта.

Расчет амортизационных отчислений производится по формуле:

$$A = \frac{C \cdot H_a}{100}, \quad (4.10)$$

где C – стоимость оборудования;

H_a – норма амортизации.

Норма амортизации – это показатель, определяющий какая часть

стоимости оборудования должна быть в течение года учтена в себестоимости продукции для компенсации износа оборудования.

Годовые амортизационные отчисления равны:

$$A1 = \frac{3000 \cdot 10}{100} = 300 \text{ тыс. руб.}$$

$$A2 = \frac{100 \cdot 20}{100} = 20 \text{ тыс. руб.}$$

$$A3 = \frac{500 \cdot 14,29}{100} = 71,45 \text{ тыс. руб.}$$

$$A4 = \frac{500 \cdot 10}{100} = 50 \text{ тыс. руб.}$$

$$A5 = \frac{500 \cdot 20}{100} = 100 \text{ тыс. руб.}$$

Амортизационные отчисления за период использования оборудования исчисляются по формуле:

$$A = \frac{C \cdot H_a}{100} \cdot \frac{T_{\text{раб}}}{\Phi_{\text{раб}}}, \quad (4.11)$$

где $\Phi_{\text{раб}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени;

$T_{\text{раб}}$ – период использования оборудования.

Тогда амортизационные отчисления за период использования оборудования равны:

$$A1 = 30000 \cdot \frac{43}{251} = 51394 \text{ руб.}$$

$$A2 = 20000 \cdot \frac{43}{251} = 3426 \text{ руб.}$$

$$A3 = 71450 \cdot \frac{14}{251} = 12240 \text{ руб.}$$

$$A4 = 50000 \cdot \frac{43}{251} = 8565 \text{ руб.}$$

$$A5 = 100000 \cdot \frac{43}{251} = 17131 \text{ руб.}$$

$$\sum A = 51394 + 3426 + 12240 + 8565 + 17131 = 185512 \text{ руб.}$$

4.3.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной

теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы окладов и тарифных ставок. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере от 20 до 30 % от тарифа или оклада.

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИИ, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату:

$$З_{зп} = З_{осн} + З_{доп}, \quad (4.12)$$

где $З_{осн}$ – основная заработная плата;

$З_{доп}$ – дополнительная заработная плата.

Основная заработная плата ($З_{осн}$) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$З_{осн} = З_{дн} \cdot T_p, \quad (4.13)$$

где $З_{осн}$ – основная заработная плата одного работника;

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$З_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$З_{дн} = \frac{З_m \cdot k_p \cdot M}{F_d}, \quad (4.14)$$

где $З_m$ – месячный должностной оклад работника, руб. (в качестве месячного оклада дипломника выступает оклад инженера, который составляет 23500 руб.);

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб. дней $M=10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

при отпуске в 56 раб. дня $M=11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (табл. 4.5);

k_p – районный коэффициент, равный 1,2 для Новосибирска.

Баланс рабочего времени представлен в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
-выходные дни	52	104
-праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени		
-отпуск	56	24
-невыходы по болезни	—	—
Действительный годовой фонд рабочего времени	243	223

Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Расчёт основной заработной платы

Исполнители	k_p	$З_m$, руб	$З_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$З_{осн}$, руб.
Руководитель	1,2	65000	3595	19	68305
Инженер	1,2	23500	1315	67	88105
Итого $З_{осн}$					156410

4.3.4 Дополнительная заработная плата

Дополнительная заработная плата включает оплату за непроработанное время (очередной и учебный отпуск, выполнение государственных обязанностей, выплата вознаграждений за выслугу лет и т.п.) и рассчитывается исходя из 10-15 % от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы:

$$З_{доп} = K_{доп} \times З_{осн} , \quad (4.15)$$

где $З_{доп}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$K_{доп}$ – коэффициент дополнительной зарплате ($K_{доп} = 0,12$ – среднее);

$З_{осн}$ – основная заработная плата, руб.

В таблице 4.3.4.1 приведен расчёт основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 4.7 – Заработная плата исполнителей НИР

Заработная плата	Руководитель	Инженер
Основная зарплата, руб	68305	88105
Дополнительная зарплата, руб	8196,6	1533,7
Зарплата исполнителя, руб	76501,6	89638,7
Итого по статье $C_{\text{зн}}$, руб	166140,3	

4.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

НИР выполнялся с 01.02.2017 по 31.04.2017. С 01.01.2010 страховые взносы осуществляются в государственные внебюджетные фонды. На 2017 г. в соответствии с Федеральным законом от 24.07.2009 №212-ФЗ установлен размер страховых взносов равный 30 %.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$З_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}), \quad (4.16)$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Таким образом, выплаты в страховые фонды составят:

$$З_{\text{внеб}} = 0,3 \cdot (166140,3) = 49842 \text{ руб.}$$

4.3.6 Формирование бюджета затрат НТИ

На основании полученных значений затрат разрабатывается бюджет на научно-техническое исследование, приведенный в таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Бюджет НТИ

Наименование статьи затрат	Сумма, руб.
1. Материальные затраты	463705,12
2. Затраты на оплату труда исполнителей НИР	166140,3
3. Страховые отчисления	49842
Итого	679687,42

4.4 Организационная структура НТИ

Организационная структура НТИ представляет собой временное структурное образование, создаваемое для достижения поставленных целей и задач НТИ и включающее в себя всех участников процесса выполнения работ на каждом этапе.

Данной ВКР соответствует функциональная структура организации. То есть организация рабочего процесса выстроена иерархически: у каждого участника НТИ есть непосредственный руководитель, сотрудники разделены по областям специализации, каждой группой руководит компетентный специалист (функциональный руководитель).

Иерархическая структура НТИ представлена на рисунке 4.1.

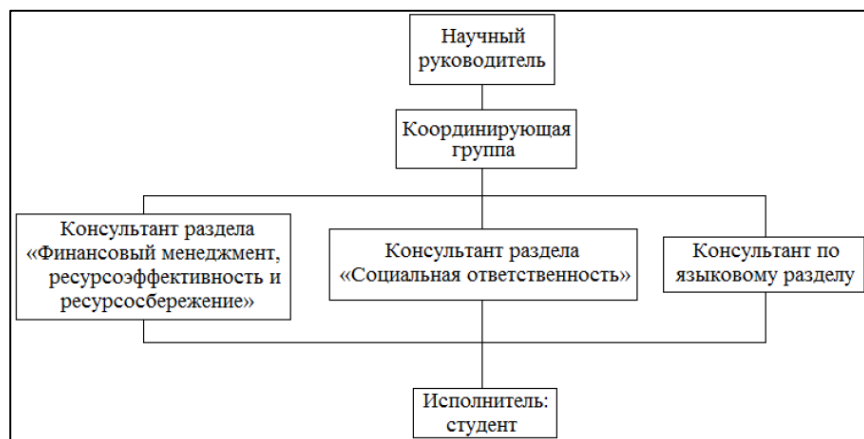


Рисунок 4.1 – Иерархическая структура НТИ

4.5 Матрица ответственности НТИ

Степень ответственности каждого члена команды за принятые полномочия регламентируется матрицей ответственности. Степень участия в проекте характеризуется следующим образом:

- а) ответственный (О) – лицо, отвечающее за реализацию этапа НТИ и контролирующее его ход;
- б) исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта. Утверждающее лицо (У) – лицо, осуществляющее утверждение результатов этапа НТИ (если этап предусматривает утверждение);

- в) согласующее лицо (С) – лицо, осуществляющее анализ результатов НТИ и участвующее в принятии решения о соответствии результатов этапа требованиям.

Матрица ответственности НТИ представлена в таблице Б4 (Приложение Б).

4.6 Оценка научно-технического эффекта

Социально-научный эффект проявляется в росте числа открытий, изобретений, увеличении суммарного объема научно-технической информации, полученной в результате выполнения НИР, создания научного «задела», являющегося необходимой предпосылкой для проведения в будущем прикладных НИР и выполнения работ по модернизации конструкций выпускаемых изделий. За последние годы появились предложения не только по качественной характеристике социального эффекта, но и по системе количественных показателей его оценки.

Элементом количественной оценки социально-научного эффекта следует считать определение научно-технического эффекта НИР. Коэффициент научно-технического эффекта НИР определяется на основе оценок признаков работы:

$$H_T = \sum_{i=1}^3 r_i \cdot k_i, \quad (4.17)$$

где r_i – весовой коэффициент i -того признака (определяется по таблице 4.9);

k_i – количественная оценка i -того признака.

Таблица 4.9 – Значения i -того признака

Признак научно-технического эффекта НИР (i)	Примерные значения весового коэффициента (r)
Уровень новизны	0,6
Теоретический уровень	0,4
Возможности реализации	0,2

Количественная оценка уровня новизны НИР определяется на основе значения баллов по таблице 4.10.

Таблица 4.10 – Значения баллов по уровню новизны НИР

Уровень новизны разработки	Характеристика уровня новизны	Баллы
Принципиально новая	Результаты исследований открывают новое направление в данной области науки и техники	8-10
Новая	По-новому или впервые объяснены известные факты, закономерности	5-7
Относительно новая	Результаты исследований систематизируют и обобщают имеющиеся сведения, определяют пути дальнейших исследований	2-4
Традиционная	Работа, выполненная по традиционной методике, результаты исследований носят информативный характер	1
Не обладающая новизной	Получен результат, который был ранее известен	0

Теоретический уровень полученных результатов НИР определяется на основе значения баллов, приведенных в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Значения баллов по теоретическому уровню НИР

Теоретический уровень полученных результатов	Баллы
Установление закона; разработка новой теории	10
Глубокая разработка проблемы: многоаспектный анализ связей, взаимозависимости между фактами с наличием объяснений	8
Разработка способа (алгоритм, программа мероприятий и т.п.)	6
Элементарный анализ связей между фактами с наличием гипотезы, симплексного прогноза, классификации, объясняющей версии или практических рекомендаций частного характера	2
Описание отдельных элементарных фактов (вещей, свойств и отношений); изложение опыта, наблюдений, результатов измерений	0,5

Возможность реализации научных результатов определяется на основе значений баллов по таблице 4.12.

Таблица 4.12 – Значения баллов по возможности реализации научных результатов

Время реализации	Баллы
В течение первых лет	10
От 5 до 10 лет	4
Более 10 лет	2
Масштабы реализации	Баллы

Одно или несколько предприятий	2
Отрасль (министерство)	4
Народное хозяйство	10
Примечание: Баллы по времени и масштабам реализации складываются	

Определены баллы на результаты исследований ВКР. Результаты исследований ВКР могут быть использованы при создании экономичной и качественной технологии получения ТФУ «сухим» способом вследствие чего определен уровень новизны разработки как относительно новый, т. е. $k_1 = 4$ (табл. 4.10).

В результате исследований был разработан «сухой» способ получения ТФУ, твердофазным фторированием диоксида урана бифторидом аммония Теоретический уровень ВКР $k_2 = 6$ (табл. 4.11).

Возможность реализации результатов разработки: по времени – в течение первых трех лет, по масштабам реализации – в атомной промышленности. В соответствии с таблицей 4.12 $k_3 = 10 + 4 = 14$.

Коэффициент научно-технического эффекта равен:

$$H_T = 0,6 \cdot 4 + 0,4 \cdot 6 + 0,2 \cdot 14 = 7,6.$$

Таблица 4.13 – Оценка уровня научно-технического эффекта

Уровень научно-технического эффекта	Коэффициент научно-технического эффекта
Низкий	1-4
Средний	5-7
Сравнительно высокий	8-10
Высокий	11-14

По коэффициенту научно-техническому эффекту определен уровень научно-технического эффекта, как средний (табл. 4.13).

Заключение

Результатом данной магистерской диссертации является следующее:

1. Проведен подробный анализ литературных данных о существующих методах получения ТФУ, выявлены их преимущества и недостатки;
2. Проведена оценка состояния существующей технологии процесса получения ТФУ в условиях цеха № 1 ПАО «НЗХК».
3. Определили оптимальные параметры ведения технологического процесса получения ТФУ посредством сухого фторирования диоксида урана БФА;
4. Получен ТФУ сухим способом в промышленных условиях, отвечающий всем требованиям для промежуточного продукта в процессе изготовления металлического урана.
5. Определены основные опасности и вредности, возникающие при производстве ТФУ, предложены меры по снижению их воздействия на рабочий персонал;

Список публикаций

1. «Квантово-механическое обоснование интенсификации магнитным полем амальгамного метода разделения изотопов», Мышкин В.Ф., Хан В.А., Задорожный В.Н., Семченко И.С., Ленский В.Н., Политематический сетевой электронный научный журнал кубанского государственного аграрного университета. 2015. № 111. С. 274-286.
2. «Бета-фактор соединений, находящихся во внешнем магнитном поле», Семченко И.С., Нейман В.А., Мышкин В.Ф., Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58. № 2-2. С. 84-87.
3. «Вывод уравнений кинетики плазмохимических процессов с участием изотопов в магнитном поле», Мышкин В.Ф., Хан В.А., Беспала Е.В., Ленский В.Н., Задорожный В.Н., Макаревич С.В., Семченко И.С., Цхе А.А., Политематический сетевой электронный научный журнал Кубанского государственного аграрного университета. 2016. № 123. С. 1863-1876.
4. «Процесс изотопного обмена во внешнем постоянном магнитном поле», Нейман В.С., Мышкин В.Ф., Хан В.А., Семченко И.С., Физико-технические проблемы атомной науки, энергетики и промышленности сборник тезисов докладов VI Международной научно-практической конференции. 2014. С. 135.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Галкин Н.П., Майоров А.А., Верятин И.Д. Химия и технология фтористых соединений урана, М.:Госатомиздат, 1961.
2. Ч.Харрингтон, А.Рюэле Технология производства урана, М.:Госхимиздат, 1961.
3. Андреев Г.Г, Дьяченко А.Н. Введение в химическую технология ядерного топлива, ТПУ, 2008.
4. Allen R.J., Petrow H. G., Whiteman A. Preparation of Dense, Metal Grade Uranium Tetrafluoride from Uraniferous Ores, p. 503, USA; Geneva, 1958.
5. Brodskiy M., Pagny P. Progres dans la Fabrication de Uranium le Cycle du Fluorure Double, p. 1260, France; Geneva, 1958.
6. Cacciari A., de Leone R., Fizzotti C, Gabaglio M. Preparation of pure Uranium metal in the C.N.R.N., p. 1399, Italy; Geneva, 1958.
7. Сенявин М. М., Сорочан А. М. Определение свободной кислоты в присутствии различных солей. Тр. комиссии по аналитической химии, VII (X) (1956).
8. Меерсон Г.А., Колчин О.П. «Атомная энергия», 3 (1957).
9. Seekamp W. Liebigs Ann., 122, 113—115 (1862).
10. Domange L., Wohlhuter M. Compt. rend. Acad, sci., 228, 1591—1592 (1949).
11. Dawson J.J. Chem. Soc, 1954.
12. Allen R.J., Petrow H. G., Whiteman A. Preparation of Dense, Metal Grade Uranium Tetrafluoride from Uraniferous Ores, p. 503, USA; Geneva, 1958.
13. Шевченко В.Б., Судариков Б.Н. Технология урана. М.: Атомиздат, 1961.
14. Галкин Н.П. и др. Химия и технология фтористых соединений урана. М.: Атомиздат, 1961.
15. Технологическая инструкция № 25000.00587. «Получение тетрафторида урана».

16. Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ: учеб. пособие для вузов, 4-е изд., М.: Химия, 2000.
17. Технологическая инструкция № 25000.00684. «Получение солей и окислов продукта 5500 на печи FRH-3».
18. Справочник химика. Т. 2. Основные свойства неорганических и органических соединений. Л.: Ленинградское отделение Госхимиздата, 1963.
19. Г.В. Макаров, А.Я. Васин. Охрана труда в химической промышленности. М.: Химия, 1989 г.
20. Трудовой кодекс РФ.
21. Н.С. Бабаев, В.Ф. Демин и др. Ядерная энергетика, человек и окружающая среда. М: Энергоиздат, 1981
22. Некрасова Н.М., Кацевич Л.С., Евтюкова И.П. Промышленные электротермические установки. – М.-Л., Госэнергоиздат, 1961.
23. Б.М. Злобинский. Производственная санитария. М.: Металлургия, 1969 г.
24. Критические параметры систем с делящимися веществами и ядерная безопасность. Справочник. М.: Атомиздат, 1966 г.
25. Финансовый менеджмент: теория и практика: Учебник / Под ред. Е.С. Стояновой, - М.: Перспектива, 1996.
26. MC Technology Оборудование для напыления [Электронный ресурс] – Режим доступа -http://www.mctse.ru/index.php?option=com_k2&view=item&id=146:монель-400-monel-400&Itemid=253#механические-свойства.
27. Eine vergleichende Untersuchung über die Darstellung von metallischem Uran, Hürzeler P., 1954, pp. 77;
28. Eine Untersuchung der Fluor- und Uranbestimmung in Uranylfluorid und Urantetrafluorid, Zimmer H., 1958, Zeitschrift für Analytische Chemie, 164(3), pp. 362;
29. Konversion von Uranylнитрат in Urantetrafluorid, Weinhold O., 1970, Kerntechnik, 12(8), pp. 338-340.

30. Госты и стандарты [Электронный ресурс] – Режим доступа - <http://standartgost.ru/ГОСТ%203022-80>

31. База данных ТКВ [Электронный ресурс] – Режим доступа - <http://www.chem.msu.su/>

Приложение А

Раздел 1 Literaturübersicht zum Thema «Urantetrafluoridverfahren»

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0AM5A	Семченко Игорь Сергеевич		

Консультант кафедры

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата

Консультант – лингвист кафедры ИЯ ИСГТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Плеханова М.В.	К.П.Н.		

Inhaltsverzeichnis

Einleitung

1 Versuche zur Darstellung von Uranmetall

1.1 Elektrolytisches Verfahren

1.2 Thermitreaktionen

Einleitung

In der früher bald für ein Zinkerz, bald für ein Eisenerz gehaltenen Pechblende vom böhmischen und sächsischen Erzgebirge fand Klaproth 1789 ein neues Metall, welches nach dem kurz vorher entdeckten Planeten Uranus «Uran» genannt wurde. Es handelte sich jedoch hierbei um ein Oxyd des Urans. Nach Muspratt gelang es erstmals Peligot (1841) aus dem Chlorid ein metallisches Pulver und später kompaktes Metall darzustellen.

Ursprünglich wurde die Pechblende in erster Linie zu Uranverbindungen aufgearbeitet, die in der Industrie zur Herstellung von Urangläsern, für Glasuren und Malereien auf Porzellan, sowie später in der Photographie als Verstärker und in Tonbädern Verwendung fand. Ferner dienten Verbindungen des Urans in geringem Masse als Färbemittel und Beizen für Textilfasern, Holz und Leder. Nach der Entdeckung des Radiums galt das Interesse an den Uranerzen fast nur noch ihrer Eigenschaft als Rohstoff für die Radiumgewinnung. Das dabei als Nebenprodukt anfallende Uran konnte nur noch zu einem kleinen Teil verwertet werden. In metallischer Form fand das Uran Eingang in die elektrotechnische Industrie (Herstellung von Glühfäden, Glühkathoden und Antikathoden für Röntgenröhren, sowie zum Teil auch als Gettersubstanz). Als weitere Verwendung wurde die Herstellung von Legierungen mit Eisen vorgeschlagen. Metallisches Uran katalysiert die Bildung von Ammoniak aus den Elementen. Heute sind es hauptsächlich die radioaktiven Zerfallsprodukte des Urans und seiner Isotopen, welche im Hinblick auf die Erforschung der Atomenergie besondere Bedeutung besitzen.

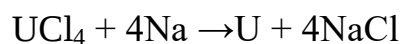
Das wichtigste Uranerz ist die nicht kristalline Uranpechblende, die in den Pegmatitgängen zinnerzuführender Granite vorkommt. Die Pechblende enthält das Uran als U_3O_8 , nebst kleinen Mengen Eisen, Blei, Calciumoxyd, Thoriumoxyd und seltenen Erden. In Norwegen vorkommende Abarten der Pechblende sind Cleveit und Bröggerit, Mineralien, die sich durch einen besonders hohen Gehalt an seltenen Erden und Thoriumoxyd auszeichnen. Thorianit ist ein auf Ceylon vorkommendes Gemisch von Thorium- und Uranoxyden, in welchem jedoch das Thoriumoxyd vorwaltet. Carnotit ist ein Uranoxyd enthaltendes Vanadiumerz, das z. B. in

UtahColorado in grösseren Mengen vorkommt. Monazit enthält neben seltenen Erden und Thoriumoxyd ebenfalls etwas Uran. Als weitere uranhaltige Mineralien seien noch Niobit (Columbit) und Euxenit genannt, welche beide auf Madagaskar vorkommen. Die Golderze Südafrikas enthalten ebenfalls Uran, welches in neuester Zeit als Nebenprodukt der Goldlaugerei gewonnen wird.

1 Versuche zur Darstellung von Uranmetall

1.1 Elektrolytisches Verfahren

Nach einigen orientierenden Vorversuchen, welche als Grundlage die Thermitreaktion:



hatten, wurde versucht, mittels Schmelzelektrolyse zum Uran zu gelangen. Im Prinzip wurden diese Versuche in einer Anordnung nach Fig. 11 durchgeführt. Ein Graphittiegel A diente als Anode. Um diesen vor übermässiger Oxydation zu schützen, wurde er von einer Eisenhülle B umschlossen, welche durch eine Verlängerung auch als Stromzufuhr benützt werden konnte.

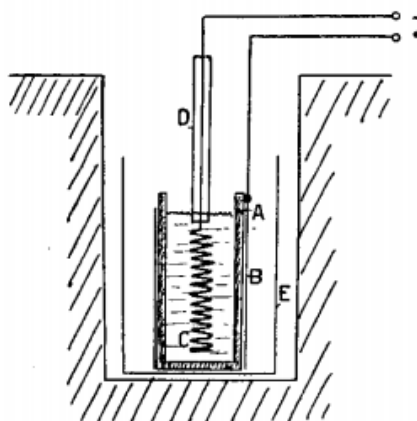


Fig. 11

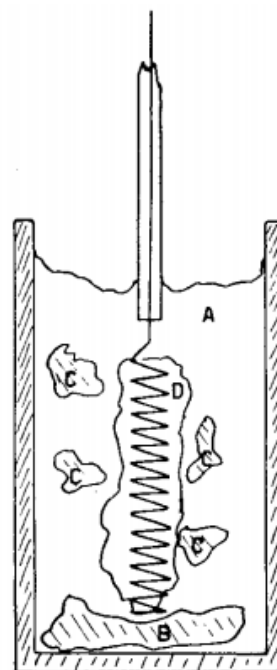


Fig. 12

Für die Kathode wurde aus einem Molybdändraht eine Spirale C geformt. Der aus der Schmelze ragende Teil des Drahtes wurde in den heissen Partien des Ofens durch ein Silimanitrohr D geschützt. Ein Eisengefäss E, welches die Elektrolysenapparatur umgab, diente als zusätzlicher Oxydationsschutz beim Arbeiten im Gasofen und zum Auffangen eventuell auslaufender Schmelze beim Arbeiten im Elektroofen. Die ersten Versuche wurden in einem Salvis-Tiegelofen für maximal 1000°C, spätere

Versuche in einem Gasofen durchgeführt, der die Anwendung höherer Temperaturen erlaubte [27].

In einem ersten Versuch wurden 150 g Natriumchlorid-Calziumchlorid-Gemisch (50 Gew. %) in den Graphittiegel gefüllt und geschmolzen. Sodann wurde die Kathode eingeführt, mit der Elektrolyse eingesetzt und sofort eine Portion KUF_5 -Pulver zugefügt. In Abständen von je 15 Min. wurden zwei weitere Portionen KUF_5 zugesetzt, sodass die gesamte Uransalzzugabe 5 g betrug. Die Elektrolyse dauerte, vom Einschalten des Stromes an gerechnet, 2 Stunden und wurde bei 20 V und einer Stromdichte von 300 A/dm² durchgeführt. Die an der Oberfläche der Schmelze gemessene Temperatur betrug 900°C. Nach beendeter Elektrolyse liess man die Schmelze erstarren und über Nacht auskühlen. Hernach wurde der Schmelzkuchen zertrümmert, um dessen Struktur feststellen zu können. Es zeigte sich, dass bei diesem ersten Versuche schwarze, stark uranhaltige Zonen entstanden, welche in der ganzen Schmelze verteilt waren. Diese wurden herausgelesen und mit Wasser ausgewaschen, wobei ein schwarzes, z. T. braunschwarzes Pulver erhalten wurde, welches sich jedoch als Oxyd erwies. Bei der Zugabe des KUF_5 vor der Elektrolyse wurde beobachtet, dass diese einige Zeit auf der Schmelze schwamm, bevor es von dieser aufgenommen wurde. Dies lässt vermuten, dass die Oxydation weitgehend schon in diesem Zeitpunkt stattgefunden hatte. Deshalb wurde für die nächsten Versuche das KUF_5 zu Pillen gepresst, um ein rasches Einsinken zu bewirken [27].

Im nächsten Versuche, der wiederum mit 150 g einer 50 Gew. %igen Schmelze von Natriumchlorid/Calziumchlorid bei 900°C durchgeführt wurde, setzte man mit der Elektrolyse (gleiche Stromdichte wie im ersten Versuche) 5 Min. vor der Zugabe des KUF_5 ein. Es wurden wiederum 5 g KUF_5 zugesetzt, jedoch in einer Portion. Während der ganzen Elektrolyse waren an der Oberfläche der Schmelze zeitweise ziemlich heftige Feuererscheinungen zu beobachten. Ebenso konnte ein schwacher Chlorgeruch wahrgenommen werden. Es scheint, dass bei der Elektrolyse vorerst Natrium oder Calzium abgeschieden wird, welches infolge des leichteren spezifischen Gewichtes an die Oberfläche getragen wird und dort verbrennt. Weniger wahrscheinlich ist, dass es sich hierbei um die Oxydation von aktiven kleinen

Uranpartikeln handelte. Nach einer Elektrolysendauer von drei Stunden konnte eine Eigenspannung der Schmelze von 1,8 V gemessen werden. Diese Eigenspannung wurde in derselben Grössenordnung in allen späteren Versuchen wiederum festgestellt, weshalb nun stets das Erkalten der Schmelze ohne Unterbrechung des Elektrolysenstromes erfolgte [27].

Die erstarrte Schmelze zeigte in diesem, wie auch in allen späteren Versuchen im Prinzip das Bild, wie es in Fig. 12 schematisch dargestellt ist. Die Schmelze A war praktisch weiss (in einem Versuch, bei dem infolge Durchoxydation der Kathode die Stromzufuhr vorzeitig unterbrochen wurde, war durchwegs ein grünlicher Schimmer festzustellen). Gegen den Boden des Tiegels in Zone B fand sich graues bis schwarzes Pulver, bei einigen Versuchen mit starkem braungefärbtem Anteil. Es scheint, dass sich vorerst Metall gebildet hatte, welches durch die von der Elektrolyse hervorgerufenen Gasentwicklung in die Höhe gerissen wurde, wo dann teilweise Oxydation stattfand. (Die Oberfläche selbst war denn auch in allen Fällen sehr stark von Oxyden durchsetzt.) Diese Vermutung wird bestärkt durch die Beschaffenheit der Einschlüsse C in den oberen Partien der Schmelze, die durchwegs dieselbe Zusammensetzung wie der Bodenkörper B aufwiesen. Das Produkt der Zonen B und C wies zudem einen ziemlich heftigen Carbidgeruch auf, was seinerseits auf Berührung des entstandenen Urans mit dem Graphit der Anode zurückzuführen ist. Die Zone D zeigte folgendes Bild: An der Molybdänspirale hatte sich in den meisten Fällen ein feiner metallischer Belag festgesetzt. Innerhalb der Spirale war bei allen Versuchen metallisches Natrium abgeschieden worden, was vermuten lässt, dass die Uranabscheidung als sekundäre Reaktion stattfindet. Rund um die Spirale war jeweils ein schwarzer Körper festzustellen, aus welchem in einigen Versuchen ein grauschwarzes Pulver gewonnen werden konnte. Im vorgängig beschriebenen Versuche, wie in wenigen anderen hatte es jedoch dieselbe Beschaffenheit wie das Material von Zone B und C [28].

Nach diesen ersten Erfahrungen wurde die Apparatur von Fig. 11 etwas abgeändert, indem der Graphittiegel mit einem dicht schliessenden Graphitrohr verlängert wurde, so dass die Menge der Schmelze verdoppelt werden konnte, wobei

jedoch die Kathode, wiederum mit einem Silimanitrohr versehen, auf dieselbe Tiefe wie in der ursprünglichen Anordnung geführt wurde zum Schutze des Kathodenmaterials gegen Oxydation. Gleichzeitig wurde der Salvis-Tiegelofen gegen einen Gasofen ausgetauscht und die Temperatur der Schmelze von 900° auf 1200°C heraufgesetzt, in der Hoffnung, das entstehende metallische Pulver würde sich in geschmolzenem Zustande zu grösseren Partikeln vereinigen. Es waren denn auch bei dem in späteren Versuchen erhaltenen Material feinste Metallteilchen in Tropfenform vorzufinden, hingegen fand eine Vereinigung zu grösseren Schmelzkörpern nicht statt [28].

Ein Versuch mit 300 g der 50 Gew. %igen Natrium-/Calziumchloridschmelze, in welche bei einer Temperatur von 900°C nach fünfminütiger Elektrolyse das erste Drittel von 10 g KUF₅, nach einer Stunde bei 1200°C das zweite Drittel und nach einer weiteren Stunde der Rest zugefügt wurde, ergab mit einer Gesamtelektrolysendauer von 3 Stunden in der erstarrten Schmelze im Prinzip das vorgängig beschriebene Bild. Die Zonen B, C und D der Schmelze wurden nun getrennt, mit Wasser ausgewaschen und das erhaltene Pulver anschliessend mit Alkohol und Äther sowie nachfolgender Vakuumbehandlung getrocknet. Sodann erfolgte Einwaage der Substanzen zur Analyse und Auflösung in Salpetersäure. Der unlösliche Anteil wurde abfiltriert, getrocknet und gewogen. Die Lösung wurde mit Schwefelsäure versetzt, im Cadmiumreduktor in die vierwertige Stufe übergeführt und deren Urangehalt durch potentiometrische Titration mit Kaliumpermanganat bestimmt.

Zone	Einwaage mg	unlöslich mg	löslich mg	Prozent Uran bezogen auf lösliche Produkte
B	138,8	4,0	134,8	76,5
C	94,4	30,5	63,9	80,25
D*	153,1	20,0	133,1	96,8
D**	104,4	22,9	88,5	94,3

Tabelle 2

Die Resultate dieser Analysen sind in Tabelle 2 zusammengestellt. Zu Vergleichszwecken gibt Tabelle 3 den Urangehalt der Oxyde an.

Oxyd	UO_2	88,15 % Uran
Oxyd	UO_3	84,80 % Uran
Oxyd	U_3O_8	83,22 % Uran

Tabelle 3

Zu Tabelle 2 ist folgendes zu bemerken: Es wurde vor der Einwaage zur Analyse absichtlich auf eine Abtrennung des unlöslichen Anteils verzichtet, um eine durch längere Behandlung mit Wasser usw. bedingte Oxydation zu vermeiden und so ein etwas besseres Bild der wirklichen Zustände erhalten zu können. Es bestanden Anzeichen dafür, dass bereits beim Auswaschen des wasserlöslichen Schmelzeanteils eine gewisse Oxydation stattfand, was später seine Bestätigung fand. (Bei Thermitversuchen entstandenes, feinpulvriges Material, welches längere Zeit mit Wasser in Kontakt war, erwies sich als stärker oxydhaltig, als unter gleichen Bedingungen erhaltene Präparate, die nur kurze Zeit mit Wasser in Berührung standen.) Ein Vergleich der Prozentgehalte an Uran, bezogen auf das salpetersäurelösliche Produkt der Zonen B und C, mit den Werten der Tabelle 3 zeigt, dass in diesen Partien, obwohl eine vorgängige mikroskopische Untersuchung Teilchen mit metallischem Glänze zeigte, kaum Metall vorhanden war, was wiederum die beim Beschrieb von Fig. 12 ausgesprochene Vermutung der Oxydation an der Oberfläche infolge der Zirkulation in der Schmelze bestärkt. Die Zone D wurde zur Analyse in zwei Partien aufgeteilt. D* wurde der engsten Umgebung der Kathode entnommen, während D** vom äusseren Rande der Zone stammt; der metallische Anteil ist also in nächster Kathodennähe etwas höher als in einer gewissen Entfernung von derselben. Unter der Annahme, dass es sich beim oxydischen Bestandteil um Urandioxyd handelte und einem mittleren Urangehalt der Zone D von rund 95% wird die Verteilung von metallischem Uran zu Uranoxyd im Verhältnis von 55,5 % U : 44,5 % UO_2 erhalten [28].

Wie dieses Resultat zeigt, ist die Durchführung der Darstellung metallischen Urans durch Schmelzelektrolyse bei günstigen Versuchsbedingungen wohl möglich. Auf eine genauere Beschreibung weiterer Versuche, die keine günstigeren Resultate zeigten, wird verzichtet. Einige Versuche, in denen durch Änderung in der

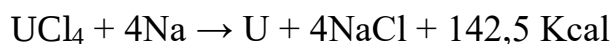
Zusammensetzung des Grundelektrolyten ein günstigeres Mischungsverhältnis zwischen Calciumchlorid und Natriumchlorid gesucht wurde, ergaben, dass in Bezug auf die Eigenschaften der Schmelze während der Elektrolyse und dem Erstarren das günstigste Verhältnis bei den in den ersten Elektrolysen angewandten 50 Gew. % liegt. In einem Versuch zur Depolarisation wurde während der Elektrolyse metallisches Natrium in die Schmelze eingetragen. Infolge seiner gegenüber der Schmelze geringen Dichte wurde es jedoch stets an die Oberfläche getragen, wo es verbrannte.

In der Zwischenzeit wurden Versuche mit Thermitreaktionen durchgeführt, aus deren Resultaten ersichtlich war, dass in dieser Weise eher reines metallisches Uran erhalten werden könnte. Aus diesem Grunde und auch infolge eines unverhältnismässig hohen Materialverschleisses wurden die schmelzelektrolytischen Versuche abgebrochen.

1.2 Thermitreaktionen

a) *Reduktion von Urantetrachlorid mit Natrium*

Es wurden zunächst Reduktionen nach der Gleichung



auf ihre Brauchbarkeit untersucht. Als Reaktionsgefäss (Fig. 13) diente ein Weicheisenrohr, in welches als Verschluss, um das Volumen der Reaktionskammer von Fall zu Fall der verwendeten Menge anpassen zu können, ein Weicheisenstab eingeschweisst wurde. Die Beschickung der Reaktionskammer erfolgte mit 16 g UCl_4 unter Anwendung eines 10-fachen Natriumüberschusses schichtenweise, d. h. ein Teil des Natriums wurde als unterste Schicht gut in die Kammer gepresst, darauf eine Schicht Urantetrachlorid, darüber wieder etwas Natrium usw. und zu oberst, zur Unschädlichmachung der eingeschlossenen Luftreste, der Rest des Natriums. Der Stab wurde so eingesetzt, dass im Rohr nur noch ein möglichst kleines Restvolumen an Luft vorhanden war. Nach dem Zuschweissen wurde die Reaktionskammer nun während einer Stunde auf 800°C erhitzt. Nach dem Abkühlen wurde festgestellt, dass sich der grösste Teil des überschüssigen Natriums im Zwischenraum Rohr-Stab an

den nicht erhitzten Partien angesammelt hatte. Ein Rest Natrium blieb im Reaktionsgut zurück und wurde durch Auswaschen mit Alkohol und Wasser entfernt. Die Trocknung des Reaktionsproduktes, das aus einem tiefschwarzen Pulver bestand, erfolgte durch Waschen mit Alkohol und Äther und nachfolgender Vakuumbehandlung. Die Analyse dieses Präparates ergab einen Metallgehalt von 71,4% und eine Verunreinigung an Eisen von 1,6%. Es schien, dass beim Auswaschen des Schlackenanteiles eine gewisse Oxydation stattgefunden hatte [28].



Fig. 13

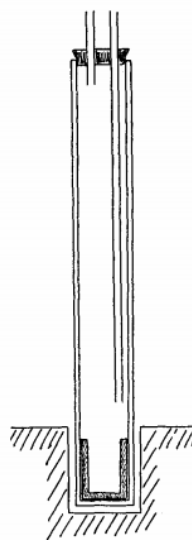


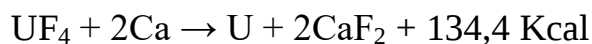
Fig. 14

Bei einem weiteren, mit 11 g UCl_4 in gleicher Weise durchgeführten Versuche wurde die Entfernung des Natriumchlorides durch Destillation versucht. Hierzu wurde der Vakuumofen nach Mauderli, mit einem Kohlerohrwiderstand als Heizung, verwendet. Die Wegsublimation der verunreinigenden Schlacke gelang, indessen erfolgte eine starke Oxydation des bei der Reaktion erhaltenen Pulvers, welche auf Entgasung des als Heizelement verwendeten Kohlerohres, sowie auch auf zu geringe Leistungsfähigkeit des Pumpenstandes zurückgeführt wurde; bei der Beheizung konnte ein starkes Ansteigen des Druckes beobachtet werden. Der Gehalt dieses Präparates an metallischem Uran betrug nur 31,9%, die Eisenverunreinigung 1,09%. Dass in beiden Fällen eine nachträgliche Oxydation stattgefunden hatte, konnte durch mikroskopischen Vergleich der beiden Präparate festgestellt werden. Die Produkte wurden vor und nach der Entfernung der Schlacke auf ihr Aussehen hin untersucht, wobei festgestellt wurde, dass diese Reinigungsoperationen eine

Veränderung des Materiales bewirkten. Diese ersten Versuche hatten bestätigt, dass UCl_4 mit Natrium im kleinen in der angegebenen Weise reduziert werden kann. Es wurden nun weitere Thermitreaktionen in Vakuumapparaturen und in Argonatmosphäre unternommen, in welchen jedoch anstelle des sehr hygroskopischen Urantetrachlorides UF_4 verwendet wurde, welches man mit dem leichter zu behandelnden Calcium reduzierte. Die Wärmetönung dieser Reaktion ist nur um rund 8 Kcal kleiner als die der vorgängig beschriebenen Reduktion, sodass auch hier positive Resultate zu erwarten sind [28].

b) Reduktion von Urantetrafluorid mit Calcium

Die bei den im folgenden beschriebenen Versuchen erhaltenen Produkte wurden bis auf wenige nicht analysiert. Bei den in Pulverform anfallenden Präparaten geschah dies, weil allein schon in der mikroskopischen Voruntersuchung ein Überwiegen der oxydischen Anteile festgestellt werden konnte. Bei den Versuchen in den Apparaturen nach Fig. 17 und nach Fig. 19 wurden von den grösseren, geschmolzenen Partikeln eine Analyse durchgeführt, deren Resultat an den entsprechenden Stellen erwähnt ist. Die Abtrennung von der Schlacke, bestehend aus dem wasserunlöslichen Calciumfluorid, konnte nicht mit gutem Erfolg durchgeführt werden. Bei den Produkten, die in fein verteilter Form vorlagen, wurde versucht, dies durch Schlämmen zu erreichen, was nur zum Teil gelang. Mit den feineren Calciumfluoridteilchen wurden auch die feinen Oxyd- und Metallflitterchen weggespült; in den grösseren Metallflitterchen blieben stets auch noch einige grössere Calciumfluoridsplitterchen liegen. Einem feineren Vermählen derselben waren die gegenüber dem Pistill widerstandsfähigeren Metallflitter derselben Grösse hinderlich. Von Versuchen zur Aufarbeitung der als Pulver erhaltenen Präparate zu Metall wurde demzufolge abgesehen; sie wurden zu Ausgangsprodukten für neue Versuche aufgearbeitet. Von den Präparaten, in denen sich grössere geschmolzene Partikel vorfanden, wurden diese herausgelesen und in den meisten Fällen zu Umschmelzversuchen verwendet. Der Rest, bestehend aus feinen Partikeln, wurde ebenfalls zu Ausgangsprodukten aufgearbeitet. Für die ersten Versuche mit der Reaktion



diente ein Eisenrohr nach Fig. 14, welches mittels eines Gummistopfens verschlossen wurde. Mit Hilfe der beiden durch diese eingeführten Eisenrohre erfolgte Argonspülung, das nach der im betreffenden Abschnitt beschriebenen Methode von Fremdgasen befreit wurde. Das Rohr wurde zur Beheizung in einen Tiegelofen placiert. Anfänglich wurde mit Calciumoxyd-, später mit Calciumfluoridtiegeln gearbeitet. Ein erster Versuch mit 5 g UF_4 vermischt mit einem 20%-igen Überschuss an Calcium wurde in einem Calciumoxydtiegel durchgeführt. Nachdem das in die Apparatur gefüllte Argon gereinigt war, wurde das Reaktionsgemisch während einer Stunde auf 1000°C , gemessen an der Aussenwand des Eisenrohres mit einem Pyrometer, erhitzt. Hierbei resultierte ein stark verunreinigtes oxydisches Produkt mit geringem metallischem Anteil. Im weiteren wurden nun jeweils über und unter dem das Reaktionsgemisch enthaltenden Tiegel je ein Tiegel mit metallischem Calcium gefügt. Zudem wurde für die nächsten Versuche die Aussentemperatur des Rohres auf 1200°C erhöht. Ein Versuch mit 5 g UF_4 und einem 10%igen Calciumüberschuss ergab auf diese Weise einen grauen, leicht gesinterten Schlackezapfen, in welchem metallische Kügelchen eingeschlossen waren. Ein analoger Versuch, jedoch mit Natrium im 10%igen Überschuss ergab ein ähnliches Bild. Der Metallanteil war wenig grösser und die Sinterung der Schlacke weniger fest.

Die Versuche zeigten, dass Thermitreaktionen auf dieser Basis mit so geringen Mengen nicht zum gewünschten Erfolg führen. Aus diesem Grunde wurde in einem grösseren Eisengefäss A nach Fig. 15 gearbeitet. Der Verschluss erfolgte durch einen Schraubendeckel B, durch den die Ansatzstutzen C für die Argonspülung geführt wurden und der ein Schauglas D aufwies. Das Reaktionsgemisch wurde in einen Calciumfluoridtiegel E eingefüllt, welcher seinerseits in Calciumfluoridpulver F gelagert war. Es wurden Ansätze von 100–150 g Urantetrafluorid mit einem 10%igen Calciumüberschuss durch Aufheizen im Tiegelofen zur Zündung gebracht. Bei beginnender Rotglut der äusseren Wandung des Eisenrohres setzte die Reaktion fast explosionsartig ein. Die ausserordentliche Heftigkeit ist nur zu einem geringen Teil auf die Aufheizung des gesamten Reaktionsgutes zurückzuführen und hat ihren

Grund in der anfänglich unzulänglichen Trocknung des UF_4 . In dem nicht aus dem Tiegel geschleuderten inhomogenen Gemisch fanden sich nebst viel Oxyd grössere Mengen leicht gesinterten Metalles [29].

Es wurde nun versucht, die Thermitmischung mittels einer Zündpille, ohne Aufheizung des Gemisches, auf elektrischem Wege zur Reaktion zu bringen und zwar in einem offenen, zur Hälfte mit Calciumfluorid gefüllten Gefäss im Calciumfluoridtiegel. Vor der Zündung wurde das Gefäss mit nicht gereinigtem Glühlampenargon gefüllt, nach erfolgter Reaktion sofort mit einer Glasplatte gedeckt und erneut mit Argon gefüllt. Die Mischungen bestanden aus Urantetrafluorid und Calcium im 10%igen Überschuss. In allen Ansätzen von 20–40 g zeigten sich in der Schlacke geschmolzene, metallische Kügelchen, zum Teil in Stecknadelkopfgrösse, zum Teil bis zu 2 mm Durchmesser, nebst vielen oxydischen Bestandteilen. Dies weist auf die Möglichkeit hin, bei grossen Ansätzen metallisches Uran im offenen Thermit, der in Argonatmosphäre ausgekühlt wird, zu erhalten. Ausbeutemässig wird jedoch diese Methode auch bei technischen Ansätzen ungünstig sein. Die beschriebenen Versuche erfolgten in Anlehnung an die Publikation von Eichner, Goldschmidt und Vertes (19), welche in ähnlichem Verfahren Mengen von 35–40 kg reduzieren, das Verfahren jedoch auch als nicht unbedingt wirtschaftlich bezeichnen.

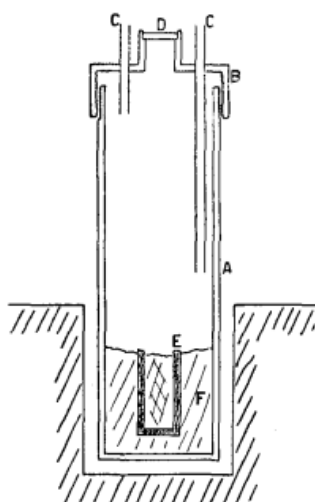


Fig. 15

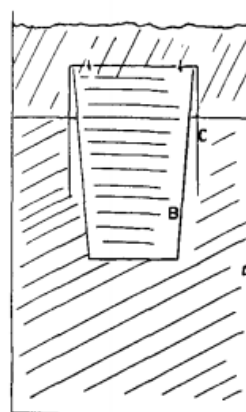


Fig. 16

Im Gefäss nach Fig. 15 wurde nun das Schauglas durch eine verschraubbare Zündöffnung ersetzt. Ein Ansatz von 150 g UF_4 und Calcium (10% Überschuss)

eingefüllt und ohne Beheizung von aussen zur Reaktion gebracht. Zur Entlüftung des den Tiegel umgebenden Calciumfluoridpulvers wurde das Gefäss mehrmals evakuiert und mit Glühlampenargon gefüllt. Nach Herstellung eines geringen Argonüberdruckes wurde die Zündöffnung aufgeschraubt, eine elektrische Zündvorrichtung eingeführt und die Thermitmischung gezündet. Während des ganzen Vorganges, wie auch während der heftig erfolgenden Reaktion wurde dauernd mit Argon gespült, anschliessend die Zündöffnung wieder verschraubt und im Argonüberdruck bis zum Erkalten stehengelassen. In der gesinterten Schlacke fand sich ein grosser Teil an Metall in der Form von kleineren und grösseren Kügelchen, von welchen einige über 2 mm Durchmesser aufwiesen.

Um die Heftigkeit der Reaktion herabzusetzen erfolgte in einem weiteren Ansatz gleicher Menge die Beimischung von 10% Calciumfluoridpulver. Die weitere Behandlung erfolgte analog obigem Versuch, wobei eine langsamere und weniger heftige Reaktion festgestellt werden konnte. Es zeigte sich jedoch, dass die Bremsung der Reaktion einerseits zu stark war, andererseits durch das beigemischte Calciumfluorid zu viel Wärme aufgenommen wurde. Im Reaktionsprodukt fand sich nebst relativ viel Oxyd nur metallisches Pulver; geschmolzene Kügelchen konnten keine gefunden werden.

Die beschriebenen Versuche zeigten, dass nur dann in nicht absolut reiner Argonatmosphäre gearbeitet werden kann, wenn die Reaktion genügend rasch erfolgt und die Möglichkeit besteht, dass das Reaktionsgut genügend lange seine Hitze beibehält, bis der metallische Anteil zu grösseren Partikeln zusammengeflossen ist. Eine Reaktionsbremse, die nicht nur für die thermischen Verhältnisse ungünstig, sondern dem Zusammenfliessen entstandenen Metalles, rein räumlich betrachtet, hinderlich ist, darf nicht unbedingt beigefügt werden. Die Ausführung von Thermitversuchen mit derart kleinen Mengen bereitet besondere wärmetechnische Schwierigkeiten [29].

Eine andere Art der Fernhaltung atmosphärischer Gase wurde in einer Versuchsreihe mit der Anordnung von Fig. 16 durchgeführt. In einem Gefäss A, das zu $\frac{3}{4}$ mit Calciumfluoridpulver gefüllt war, wurde der Reaktionstiegel B mit einem

zweifach durchbohrten Tiegel bedeckt. Nach dem Einfüllen von UF_4 mit 10% Überschuss an Calcium wurde geschmolzenes Calciumchlorid über die beiden Tiegel und das sie umgebende Calciumfluoridpulver gegossen. Dies hatte einerseits den Zweck, das Reaktionsgut von der Atmosphäre abzuschliessen, andererseits die Mischung mittels des heissen, durch die Öffnungen des Tiegels C eindringenden Calciumchlorides zur Reaktion zu bringen. Mit Ansätzen von 20 g UF_4 konnten so metallische Körner erhalten werden. Ein grösserer Ansatz in entsprechend dimensionierten Behältern scheiterte daran, dass infolge der grösseren Masse des Schmelzgutes bei dessen Abkühlen eine zu starke Kontraktion eintrat, sodass es sich vom Rande des Gefässes A losriss wodurch Luft eindringen konnte. Zudem wirkte auch die in den Zwischenräumen des Calciumfluorides enthaltene Luft, die sich infolge der Erwärmung durch Schmelzmasse und Reaktion ausdehnte, ungünstig aus [29].

Inzwischen war eine Apparatur, wie sie Fig. 17 veranschaulicht, zu Thermitreaktionen im Vakuum mit elektrischer Zündung entwickelt worden. Auf einer Messingplatte A befand sich ein Stahlzylinder B in welchem ein weiterer Stahlzylinder C mit einem keramischen Gefäss D sowie dem Reaktionstiegel E untergebracht waren. Durch die in F durchbohrte Messingplatte wurden zwei Aluminiumstäbe mittels Gummistopfen eingeführt, an deren oberem Ende ein Widerstandsdraht G befestigt werden konnte, mit welchem in H eine in das Reaktionsgemisch eingeführte Zündpille gezündet werden konnte. Es wurden Ansätze von 100–150 g UF_4 mit 10% Überschuss an Calcium in den Calciumfluoridtiegel E eingefüllt, Zündpille und Widerstandsdraht angebracht und nach Aufsetzen des Stahlzylinders B die Apparatur evakuiert. Sodann erfolgte dreimaliges Ausspülen mit Argon, wonach der Druck auf 2 cm Hg gebracht und die Reaktion in Gang gesetzt wurde.

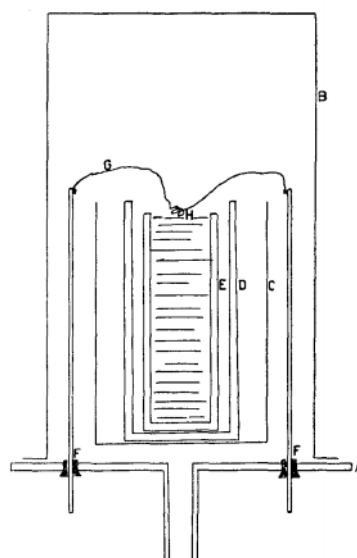


Fig. 17

Anschliessend wurde bis zum vollständigen Erkalten dauernd evakuiert. Auf diese Weise konnte ein Schmelzkuchen, bestehend aus einem inhomogenen Gemisch von Schlacke und geschmolzenem Metall, dieses jedoch auch hier als kleinere und grössere geschmolzene Körner, erhalten werden. Zudem waren wiederum die unvermeidlichen oxydischen Bestandteile vorhanden. Wiederholungen des Versuches, bei denen nach mehrmaliger Argonspülung die Reaktion bei einem Druck der Grössenordnung 10^{-3} mm Hg erfolgte, ergaben dasselbe Bild. Bei einem Ansatz von 150 g wurden, wie eingangs erwähnt, die grösseren Partikel mittels einer Pincette herausgelesen. Es konnten auf diese Weise ca. 25 g Metalles, zum Teil mit einer Oxydhaut bedeckt, erhalten werden, was eine Ausbeute von 21,9% der Theorie an brauchbarem Material ausmacht. Eine polarographische Urangehaltsbestimmung ergab 99,5 % [28].

Es zeigte sich bei allen Thermitreaktionen, die ohne Erwärmung des Gemisches durch elektrische Zündung und Zündpillen zur Reaktion gebracht wurden, bei den in der vorliegenden Arbeit verwendeten Mengen, dass die Eigenwärme nicht ausreicht, um einen kompakten Regulus zu erhalten. Da zudem der stets vorhandene oxydische Anteil auf eine Undichtheit im System oder auf ungenügende Evakuierung hinwies, wurden die nächsten Thermitversuche in einem Rohr A nach Fig. 18 durch Beheizung im Tiegelofen gezündet. Das Reaktionsgemisch befand sich in einem Calciumfluoridtiegel B.

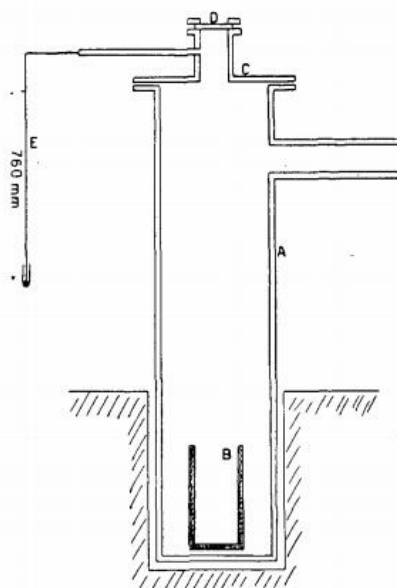


Fig.18

Die Vorgänge während der Reaktion konnten durch ein Schauglas D im Deckel C beobachtet werden. Ein Quecksilbermanometer E diente weniger der Druckkontrolle denn als Überdruckventil für unvorhergesehene Zwischenfälle. Eine Charge von 100 g UF_4 mit Calcium im 10% igen Überschuss wurde eingetragen und die Apparatur auf einen Druck der Grössenordnung 10^{-4} evakuiert. Alsdann wurde das Rohr A bis zur erfolgenden Zündung aufgeheizt, welche bei beginnender Rotglut der Rohrwandung erfolgte. Durch nachfolgende Temperaturerhöhung wurde versucht nach Möglichkeit ein Zusammenschmelzen des gebildeten Metalles herbeizuführen. Das Eisenrohr wurde bei diesen Temperaturen sehr stark angegriffen. Es konnte eine Verzunderung der äussersten Schichten bis zu 2 mm Dicke festgestellt werden, was die Vakuumdichtheit bei dem für diese Versuche verwendeten Druck stark beeinträchtigte. So war denn auch das bei der Reaktion gebildete Metall zum grössten Teil wieder oxydiert [27].

Ein analoger Versuch wurde in einem auf der äusseren Seite vernickelten Eisenrohre durchgeführt. Hierbei wurde beobachtet, dass nach einer einmaligen Aufheizung der Nickelbelag sich noch nicht löste, während nach der zweiten Aufheizung bereits ein Abblättern desselben festzustellen war. Nach einer dritten Verwendung des betreffenden Rohres wurden wiederum starke Verzunderungserscheinungen festgestellt. Der Versuch im vernickelten Eisenrohr

wurde mit 75 g UF_4 und einem 20%igen Calciumüberschuss angesetzt. Nach der Evakuierung erfolgte Beheizung des Reaktionsgutes bis zur Zündung, welche wiederum bei beginnender Rotglut des Reaktionsrohres einsetzte. Während der Reaktion konnte ein Zusammenfliessen des Thermitgemisches beobachtet werden, wobei eine Temperatur von ca. 1200°C (sofort nach der Reaktion) mittels eines Pyrometers durch das Schauglas gemessen wurde. Nach dem Erkalten der Masse wurde an der inneren Tiegelwandung eine dünne, mit vielen grösseren Tropfen inkrustierte Schicht, bestehend aus einem Gemisch von Metall und Schlacke festgestellt. Gegen den Boden des Tiegels hatte sich ein grösserer, unregelmässiger Schmelzkörper gebildet, der dieselbe Zusammensetzung aufwies. Der metallische Anteil wurde als Uran-Calciumgemisch identifiziert. Nach Auflösung des Calciums in Wasser blieb ein graues Pulver zurück, welches als Gemenge von Uranmetall und Calciumfluorid erkannt wurde. Ein kompakter Uranregulus konnte auf diese Weise nicht erhalten werden.

c) Reduktion von Uranoxyd mit Calcium

Mit derselben Reaktionsanordnung von Fig. 18 wurde ein Versuch unternommen, 97 g Urandioxyd in 50%igem Calciumüberschuss zu reduzieren. Nach erfolgter Evakuierung wurde aufgeheizt, wobei eine bedeutend höhere Zündtemperatur als beim Urantetrafluorid festgestellt werden konnte. Ein Beginn der Reaktion wurde erst wahrgenommen, nachdem die ganze Thermitmischung helle Rotglut angenommen hatte. Gewisse Schwierigkeiten bot die Mischung des Oxydes mit den Calciumspänen, da diese volumenmässig die grössere Menge bilden und bedeutend leichter sind, sodass bei geringen Erschütterungen des Tiegels und des Reaktionsrohres teilweise Entmischung auftrat. Darin scheint auch der Grund zu liegen, dass die Reaktion nicht durchgehend war. Vom erhaltenen Produkt konnten zum Teil noch unveränderte, lediglich an der Oberfläche etwas angegriffene Calciumspäne entnommen werden. Zudem fand weder ein festeres Zusammenbacken noch eine Sinterung statt. Das im obigen Versuche erhaltene Gemenge wurde nun verrieben und gut vermischt. Einem Teil davon setzte man 10% des auf Urandioxyd berechneten Calciums zu, um zu versuchen, in Calciumfluoridschiffchen einen

Schmelzfluss zu erhalten. Dies erfolgte in einem Porzellanrohr A in das zu dessen Schutz vor Calciumdämpfen und -Spritzern ein Eisenrohr B eingeführt wurde in der Anordnung nach Fig. 19. Wasserstoff wurde über eine Waschflasche C durch einen Kupferturm D zur Befreiung von Sauerstoffresten geleitet, wonach in einer mit Schwefelsäure beschickten Waschflasche E und einem U-Rohr F, welches Magnesiumperchlorat enthielt, die Trocknung erfolgte.

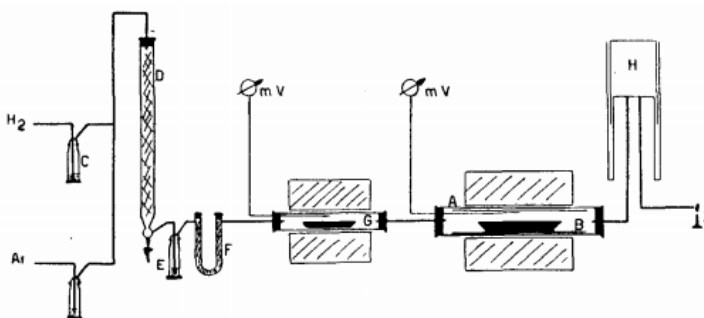


Fig. 19

Das beheizbare Eisenrohr G wurde erst nach diesem Versuch zwischengeschaltet und diente der Argonreinigung. Ein Gasometer H besorgte den Druckausgleich und bei J wurde der überschüssige Wasserstoff an einer Gasflamme verbrannt. Die Temperaturmessung erfolgte durch ein Pyrometer an der Aussenwand des Porzellanrohres A. Obige Mischung wurde in einem Calciumfluoridschiffchen in die Apparatur eingeführt und diese mit Wasserstoff gefüllt. Während dem Erhitzen und beim Abkühlen wurde mit einer Geschwindigkeit von 1 Blase pro Sekunde Wasserstoff durchgeleitet. Die Temperatur wurde während einer Stunde auf 1200°C gehalten. Es entstand allerdings nicht das erwartete geschmolzene Produkt, sondern ein feines, grauschwarzes Pulver, welches sich an der Luft sofort entzündete und aus einem Gemisch von Uran und Calcium sowie deren Hydriden bestanden haben muss, welche alle in dieser äusserst fein verteilten Form sehr aktiv sind [29].

Auf Grund obiger Erfahrungen wurde folgender Versuch angesetzt: 10 g Urandioxyd wurden mit einem 30%igen Überschuss an Calcium versetzt und im Calciumfluoridschiffchen in Wasserstoffatmosphäre in derselben Apparatur während VA Stunden auf $1200\text{--}1250^{\circ}\text{C}$ erhitzt. Nun wurde der Wasserstoff durch Argon verdrängt, welches in dem aus Fig. 19 ersichtlichen Rohre G über erhitztem Lithium

gereinigt wurde. Die Temperatur des Porzellanrohres wurde nun während weiteren VA Stunden auf 1250°C gehalten, um sämtliches bei der Aufheizung entstandenes Hydrid vollständig zu zerstören. Um eine Abkühlung im Rohrrinnern durch den Gasstrom zu vermeiden, wurde dieser auf das durch das Bombenventil bedingte bestmögliche Minimum reduziert. Nach dem Abkühlen wurde das Eisenrohr mit dem Schiffchen und dem Reaktionsgemisch aus der Apparatur entfernt und dessen Inhalt in einem mit Argon gefüllten Topf entleert. Das Reaktionsprodukt erwies sich als tiefschwarzes Pulver von grosser Feinheit. Eine Selbstentzündung an der Luft fand nicht mehr statt. Eine mikroskopische Untersuchung zeigte, dass sich darin grössere Mengen äusserst fein verteilter Metalltröpfchen befanden. Das so gewonnene Pulver wurde nun noch einmal mit etwas Calcium (5 % berechnet auf UO_2) vermischt und erneut der Hitzebehandlung in Argonatmosphäre unterzogen, wobei jedoch die Temperatur auf 1300–1350°C erhöht wurde. Hierbei konnte ein geschmolzenes metallisches Uranstäbchen mit geringen Calciumoxydeinschlüssen erhalten werden. Oberflächlich wurden wenig Uranoxyde nachgewiesen, Einschlüsse derselben konnten nicht gefunden werden. In einem weiteren Versuch mit einem Ansatz von 10 g Uranoxyd mit einem 10%igen Calciumüberschuss wurde die Temperatur bereits nachdem die Apparatur mit Wasserstoff gefüllt war auf 1300°C gebracht, nach 1 Stunde mit der Argonspülung begonnen und nach 2 weiteren Stunden Beheizung das Reaktionsgemisch erkalten gelassen. Der Urangehalt der auf diese Weise erhaltenen metallischen Stücke ergab 99,5 % [27].

Zusammenfassung

Aus Uranylнитrat und Uranylacetat wurde durch Verglühen U_3O_8 dargestellt und aus diesem mittels Wasserstoffreduktion bei 1000°C Urandioxyd, welches als Ausgangsprodukt für die Darstellung wasserfreien Urantetrachlorids durch Chlorierung in einem CCl_4 -beladenen CO_2 -Strom bei 650°C diente.

Es wurden Versuche zur Reduktion von Uran-VI-Lösungen durch Elektrolyse, mit Natriumhyposulfit und mittels Cadmiumreduktion durchgeführt. Aus den erhaltenen Uran-IV-Lösungen wurde mit HF Urantetrafluorid gefällt und mit KCl-Zusatz KUF_5 erhalten. Trocknungsversuche des so erhaltenen, kristallwasserhaltigen UF_4 in HF-haltiger Wasserstoffatmosphäre bei reduziertem Druck ergaben ein leidlich wasserfreies Produkt mit geringem Oxydgehalt.

Zur Darstellung des reinen, trockenen Urantetrafluorides wurde die Fluorierung von U_3O_8 und UO_2 mit Freon 12 bei $350\text{--}400^\circ\text{C}$ durchgeführt, wobei ein UF_4 mit geringem Chloridgehalt entstand. Die Versuche werden zur Darstellung feiner Cadmiumflitter für Reduktionszwecke durch elektrolytische Fällung, die Herstellung von Tiegelmaterial aus reinem Calciumfluorid, die Reinigung von 95%igem Glühlampenargon, die Darstellung von Kaliumhydrofluorid sowie die Destillationsversuche des handelsüblichen Calciums besprochen [].

In Graphittiegeln (Anode) wurden mit Molybdänkathoden Elektrolysen einer 50 Gew. % igen Natrium-Calciumchloridschmelze unter KUF_5 -Zusatz bei 900°C durchgeführt, welche ein oxydhaltiges, mit Karbidgeruch behaftetes Uranpulver ergaben. Durch Erhöhung der Versuchstemperatur konnten keine grösseren Partikel erhalten werden.

Es wurde versucht, UCl_4 mit Natrium zu reduzieren und das Reaktionsprodukt durch Auswaschen sowie durch Abdestillation der Schlacke zu reinigen. Das erhaltene feine und aktive Metallpulver wurde zur Hauptsache bei der Aufarbeitung durch Oxydation wieder zerstört. Die Versuche zeigten, dass die Reduktion im kleinen auf diese Weise durchgeführt werden kann. Die dabei gemachten Erfahrungen wurden bei der Reduktion von UF_4 mit Calcium ausgewertet, welche in verschiedenen Versuchsanordnungen durchgeführt wurde. Infolge der

geringen angewandten Mengen konnte ein kompakter Uranregulus nicht erhalten werden. Es wurden nebst metallischem und oxydischem Pulver, Körner verschiedener Grössen und einem Urangehalt von 99,5% (polarographische Bestimmung) erhalten. Die Versuche der Reduktion von UO_2 mit Calcium im Wasserstoffstrom ergaben anfänglich ein äusserst aktives, pyrophores Pulver, welches durch nachträgliches Erhitzen auf 1300°C in Argonatmosphäre zu einem kompakten metallischen Stück von einem Urangehalt von 99,5 % zusammengeschmolzen werden konnte.

Im weiteren sind die Versuche zur Aufarbeitung der Rückstände aus den Thermitreaktionen zu reinem Uranylнитrat beschrieben.

Приложение Б

Таблица Б1 – Матрица SWOT – анализа НИП

Сильные стороны	Слабые стороны
С1. Экономичность и энергоэффективность технологии. «Сухой» способ получения ТФУ не требует большой производственной площади, затрат на реагенты.	Сл1. Отсутствие инжиниринговой компании, способной построить производство промышленных установок под ключ.
С2. Экологичность и безопасность технологии. При работе на установке все выделяемые вещества находятся, в пределах ПДК, не происходит загрязнения окружающей среды. Отсутствуют агрессивные кислоты.	Сл2. Получение ТФУ «сухим» способом протекает более длительное, чем «мокрым». Необходим принудительный нагрев при смешивании двух реагентов.
С3. Достигается одностадийность процесса и высокая скорость получения конечного продукта.	Сл3. Не полностью проработан вопрос по получению ТФУ «сухим» способом напрямую из закиси-окиси урана минуя передел восстановления до двуокиси.
С4. Не имеющая аналогов технология.	
С5. Обеспечение химической чистоты и высокого насыпного веса получаемых порошков. Увеличение выхода в годное конечного продукта.	
С6. Наличие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца.	
С7. Исключение образования маточных растворов, их дальнейшая трудоемкая переработка.	
Возможности	Угрозы
В1. Возможность полной автоматизации и автономности (кроме электропитания) работы технологического процесса.	У1. Недоверие к новой технологии производства обусловленное ее уникальностью.
В2. Заинтересованность в разработке со стороны предприятий атомной промышленности.	У2. Ограниченность средств на проведение НИОКР на предприятиях.
В3. Повышение налогов за производственные выбросы в окружающую среду и стоимости электроснабжения значительно повышают привлекательность данного проекта по отношению к применяемым технологиям.	У3. Отсутствие опыта промышленной эксплуатации разрабатываемой технологии.

Таблица Б2 – Итоговая матрица SWOT – анализа НИП

	Сильные стороны: С1. Экономичность и энергоэффективность технологии. С2. Экологичность и безопасность технологии. С3. Достигается одностадийность процесса и высокая скорость получения конечного продукта. С4. Не имеющая аналогов технология. С5. Обеспечение химической чистоты получаемых порошков. С6. Наличие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца. С7. Исключение образования маточных растворов, их дальнейшая трудоемкая переработка.	Слабые стороны: Сл1. Отсутствие инжиниринговой компании, способной построить производство промышленных установок под ключ. Сл2. Получение ТФУ «сухим» способом протекает более длительное, чем «мокрым». Необходим принудительный нагрев при смешивании двух реагентов. Сл3. Не полностью проработан вопрос по получению ТФУ «сухим» способом напрямую из закиси-оксида урана минуя передел восстановления до двуоксида.
Возможности: В1. Возможность полной автоматизации и автономности (кроме электропитания) работы технологического стенда. В2. Заинтересованность в разработке со стороны предприятий атомной промышленности. В3. Повышение налогов за производственные выбросы в окружающую среду и стоимости электроснабжения значительно повышают привлекательность данного проекта по отношению к применяемым технологиям.	В1С1С3С6; В2С1С2С3С5С6; В3С1С2С3. Из данной комбинации видим, что вышеперечисленные сильные стороны благотворно влияют на возможность создания полной автоматизации и автономности работы установки по получению целевых продуктов из составов на основе ОГФУ и на заинтересованность со стороны предприятий атомной промышленности.	В1Сл3; В2Сл2Сл4; В3Сл2. Анализ показывает, что возможность заинтересованности со стороны предприятий положительно влияет на слабые стороны проекта, так как они могут улучшить разрабатываемую установку и повысить скорость переработки твердофазного сырья.
Угрозы: У1. Недоверие к новой технологии производства обусловленное ее уникальностью. У2. Ограниченность средств на проведение НИОКР на предприятиях. У3. Отсутствие опыта промышленной эксплуатации разрабатываемой технологии.	У1С2С4; У3С2С4С6. Анализ показывает, что сильные стороны проекта могут существенно понизить процент угроз исследования	У1Сл1; У2Сл1Сл4; У3Сл1. Анализ показывает, что слабые стороны проекта могут повысить срок внедрения результатов исследования на долгий период

Таблица БЗ – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Категория	Этап	Содержание работ		Должность исполнителя
Разработка ТЗ на ВКР	1	Составление и утверждение технического задания		руководитель
Выбор направления исследования	2	Изучение проблемы и подбор литературы		инженер
	3	Изучение литературы и выбор методов решения проблемы		инженер
	4	Календарное планирование работ по теме		инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Разработка принципиальной технологической схемы процесса на производственной площадке	Разработка предполагаемой схемы процесса получения ТФУ «сухим» способом. Определение оптимальных режимов процесса	инженер
	6		Сравнительный анализ «сухого» и «мокрого» способов получения ТФУ.	
	7		Изучение процесса получения металлического урана. Получение металлического урана. Отбор и анализ проб. Обработка полученных результатов.	
	8	Планирование и проведение экспериментальных исследований	Получение ТФУ «сухим» способом в лабораторных условиях. Отбор и анализ проб.	инженер
	9		Получение ТФУ «сухим» способом в лабораторных условиях. Отбор и анализ проб.	
	10	Анализ и обработка полученных результатов		инженер
	11	Оценка эффективности полученных результатов		руководитель, инженер
Обобщение и оценка результатов	12	Оформление пояснительной записки и графических работ		инженер
	13	Подготовка к защите темы		инженер

Таблица Б4 – Матрица ответственности

Этапы НТИ	Научный руководитель	Консультант раздела «Финансовый менеджмент»	Консультант раздела «Социальная ответственность»	Консультант по иностранной части	Студент
Составление и утверждение технического задания	О				
Изучение проблемы и подбор литературы					И
Изучение литературы и выбор методов решения проблемы	С				И
Календарное планирование работ по теме	О				И
Разработка принципиальной технологической схемы процесса на производственной площадке					И
Планирование и проведение экспериментальных исследований	С				И
Выполнение оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения		С			И
Выполнение раздела по социальной ответственности			С		И
Выполнение перевода части работы на немецкий язык				С	И
Анализ и обработка полученных результатов					И
Оценка эффективности полученных результатов	С				И
Оформление пояснительной записки и графических работ	С				И
Подготовка к защите	О				И

Таблица Б5 – Календарный план-график проведения НИР

№ работ	Вид работ	Исполнители	Тк, кал. дн.	Продолжительность выполнения работ						
				Февраль						
				01	03 – 04	05 – 10	11	12 – 16	17 – 21	22 – 26
1	Составление и утверждение технического задания.	руководитель	1							
2	Изучение проблемы и подбор литературы.	инженер	2							
3	Изучение литературы и выбор методов решения проблемы.	инженер	5							
4	Календарное планирование работ по теме.	инженер	1							
5	Изучение технологической схемы процесса получения ТФУ «мокрым» способом. Определение оптимальных режимов процесса. Оценка удельных энергозатрат на процесс получения ТФУ «мокрым» способом.	инженер	4							
6	Получение ТФУ «мокрым» способом. Отбор и анализ проб. Обработка полученных результатов. Изучение процесса получения металлического урана. Получение металлического урана. Отбор и анализ проб. Обработка полученных результатов.	инженер	4							

Продолжение таблицы Б5

№ работ	Вид работ	Исполнители	Тк, кал. дн.	Продолжительность выполнения работ						
				Март					Апрель	
				01 – 04	05 – 08	09 – 12	13 – 19	20 – 31	03 – 14	15 – 30
7	Разработка предполагаемой схемы процесса получения ТФУ «сухим» способом. Определение оптимальных режимов процесса.	руководитель, инженер	4							
8	Получение ТФУ «сухим» способом в лабораторных условиях. Отбор и анализ проб. Анализ и обработка полученных результатов.	инженер	3							
9	Оценка эффективности полученных результатов.	руководитель, инженер	3							
10	Разработка технологической схемы процесса получения ТФУ «сухим» способом. Определение оптимальных режимов процесса. Оценка удельных энергозатрат на процесс получения ТФУ «сухим» способом.	инженер	6							
11	Получение ТФУ «сухим» способом. Отбор и анализ проб. Обработка полученных результатов. Получение металлического урана. Отбор и анализ проб. Обработка полученных результатов. Анализ и обработка полученных результатов.	инженер	14							
12	Оценка эффективности полученных результатов.	руководитель, инженер	11							
13	Оформление пояснительной записки и графических работ. Подготовка к защите темы.	инженер	19							



– руководитель



– инженер



– совместная работа