

нить образованием слоя задержанных частиц на поверхности и в объеме фильтрующего материала и повышением роли ситового эффекта в процессе задержки дисперсных частиц.

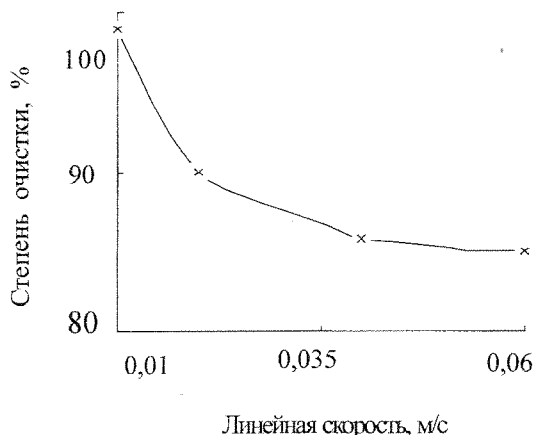


Рис. 2. Влияние линейной скорости газа на эффективность очистки газовых выбросов от диоксида кремния при толщине слоя фильтрующей перегородки 2 мм, диаметре фильтра 50 мм, плотности укладки волокнистого материала в фильтре 250 г/м³

Характеристики фильтрационных материалов, полученных из отходов полиэтилена и полипропилена, заметно выше, чем у волокон, полученных из товарных полимеров, что, вследствие высокотемпературного способа получения волокон на воздухе, может объясняться структурными изменениями на молекулярном уровне. Это связано с увеличением удельной поверхности и поверхностной энергии получаемого полимерного

волокна, а также появлением на его поверхности карбонильных и гидроксильных функциональных групп, которые придают волокну свойства ионообменников.

Предлагаемые волокнистые материалы по своим физико-химическим характеристикам выгодно отличаются от традиционно применяемых и поэтому могут быть рекомендованы для использования в системах субмикронной очистки воздуха от загрязнителей природного и антропогенного происхождения. Высокая стойкость этих волокнистых полимерных материалов ко всем видам ионизирующих излучений показывает прямую целесообразность их использования в атомной промышленности.

Литература

1. Патент РФ №2160332, МКИ 7 D 01. Установка для получения волокнистого материала из утиля и отходов термопластов / В.В. Бордунов, В.С. Дмитриев, Г.Н. Гладышев, И.А. Соболев, Н.С. Индаков. Оpubл. 10.12.2000 в БИ, № 34.
2. Теория формования химических волокон / Под ред. А.Т.Серкова. — М.: Химия, 1975. 280с.

УДК 661.15:022.402

СИНТЕЗ ГЕКСАФТОРИДА ТЕХНЕЦИЯ

И.И. Жерин, Е.И. Сачкова, Ю.Б. Торгунаков*, В.Ф. Усов, А.Ю. Водянкин

Томский политехнический университет,
*ФГУП "Сибирский химический комбинат"

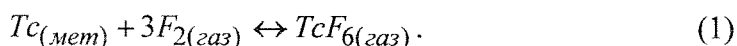
Описана лабораторная схема синтеза гексафторида технеция из элементарных фтора и технеция. Показано, что при температуре 400 °С при трехкратном избытке фтора в замкнутом объеме в течение трех часов получен гексафторид технеция. Выход продукта составил 66,5 % мас. от теоретического, что связано с образованием побочного продукта пентафторида технеция.

В тепловыделяющих элементах энергетических реакторов с глубоким выгоранием через год после разгрузки реактора содержится достаточно много продуктов

деления урана, одним из которых является изотоп Tc^{99} . Основной технологией переработки твелов является водно-экстракционная технология. При этом основная масса продуктов деления оказывается в сбросных растворах. Небольшие количества некоторых продуктов деления, в частности технеция, остаются в уране и при фторировании до гексафторида урана сопутствуют ему. Установлено, что в гексафториде урана может содержаться до 10-15 мг Тс на 1 кг урана [1]. На этой стадии очистки гексафторида урана возможны сорбционные методы.

Для разработки приемлемого сорбента необходимо провести лабораторные исследования, для чего возникает задача синтеза гексафторида технеция, необходимо для приготовления модельных смесей с гексафторидом урана.

Синтез гексафторида технеция [2] проводится фторированием порошка металлического технеция элементарным фтором по реакции, которую можно представить уравнением



Получение TcF_6 проводили на лабораторной установке (рис. 1.), выполненной из никеля и меди, сборник гексафторида технеция 4 из нержавеющей стали. В предварительно отпассивированный фтором трубчатый никелевый реактор 1 помещали навеску порошка металлического технеция в пассивированной фтором никелевой лодочке 3. Герметично закрывали реактор. Вакууммировали систему до 10^{-2} мм рт.ст., напускали в реактор очищенный фтор из ёмкости в трёхкратном избытке (300 мм рт.ст. по оптическому манометру 8). Нагревали трубчатую печь 2 до $400^\circ C$ в течение часа и выдерживали ещё два часа при этой температуре. Контроль за температурой осуществлялся с помощью двух ХА – термопар. Одна из них помещалась внутри реактора в непосредственной близости от равновесной зоны с выводом на КВП 1, другая – снаружи реактора с выводом на регулирующий потенциометр КСП 3 – П. За ходом реакции следили по изменению давления по показаниям оптического манометра 8. В газовой фазе наряду с образовавшимся TcF_6 находился избыток фтора, поэтому десублимацию в сборник 4, охлаждаемый в спиртовом термостате до $-80^\circ C$, проводили чередуя с десублимацией несколько раз. Избыток фтора улавливался в системе защиты насоса. Затем сборник с TcF_6 отсоединяли от системы, нагревали до комнатной температуры, взвешивали и по разности масс определяли выход TcF_6 . Затем в сухом боксе в атмосфере азота взвешивали в лодочке остаток желтого цвета. В работе [3] отмечается, что при прямом фторировании металлического технеция образуется необычный продукт жёлтого цвета – пентафторид технеция. Исходя из вышесказанного, материальный баланс по всему процессу фторирования порошка металлического технеция газообразным фтором показал, что выход гексафторида технеция составил 66,5 % мас., остаток на лодочке – 23,4 % мас. и ≈ 10 % мас. составили потери в процессе очистки TcF_6 от фтора (десублимация – сублимация). Для оценки чистоты полученного TcF_6 по экспериментальным значениям давлений паров TcF_6 при различных температурах ($0 \div 374^\circ C$) работы [4] нами выведено уравнение

$$\lg P = 8,5349 - \frac{1845,9}{T}, \quad (2)$$

где P – давление паров TcF_6 , мм рт.ст; T – температура, К.

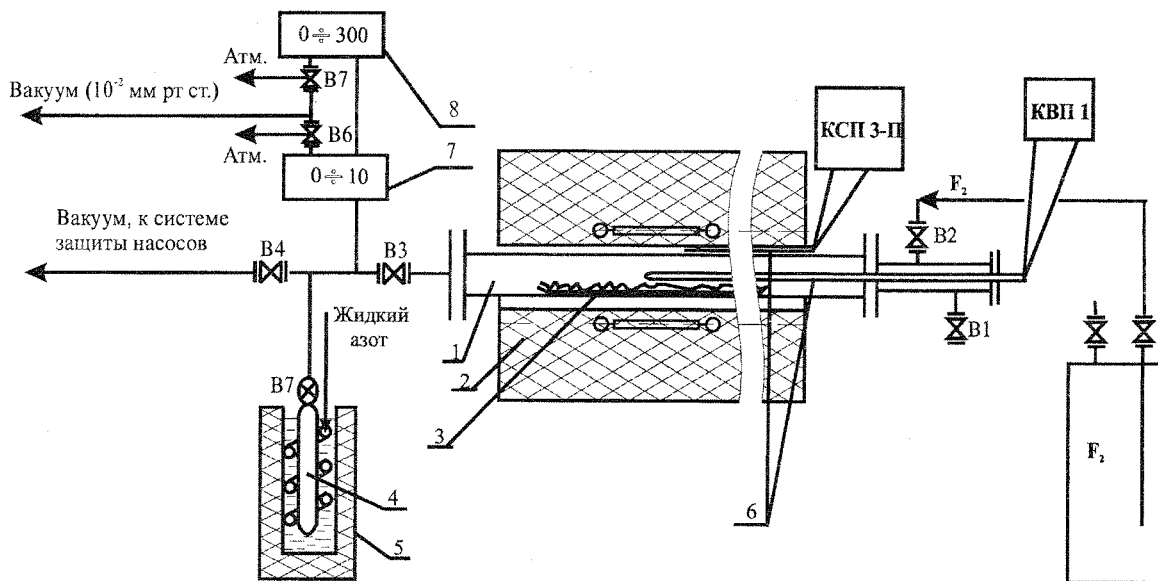


Рис. 1. Схема экспериментальной установки синтеза TcF_6
1—реактор; 2—трубчатая печь; 3—никелевая лодочка; 4—сборник TcF_6 ; 5—термостат; 6—термопара ХА; 7—оптический манометр (0÷10 мм рт.ст.); 8— оптический манометр (0÷300 мм рт.ст.).

Давление паров полученного гексафторида технеция измеряли при комнатных температурах: 17,6 и 19,2 °С в статических условиях на лабораторной установке (рис. 1.). Для этого использовали её узел, ограниченный вентилями В3 и В4, т.е. сборник TcF_6 и манометры 7, 8. Узел предварительно вакууммировали через В4 при закрытых вентилях В5 и В3. Затем, убрав термостат 5, выдерживали при комнатных условиях в течение 10-12 ч. и, открыв вентиль В5, ещё 5-6 ч. до установления равновесия: твёрдый TcF_6 и его пар. Измеренные и рассчитанные по уравнению (2) давления паров TcF_6 при температурах 17,6 и 19,2 °С представлены в таблице.

Таблица

Давления паров при различных температурах

Температура		Давление, мм рт.ст.		ΔP , мм рт.ст.	Ошибка, % отн.
°С	К	рассчитанная	экспериментальная		
17,6	290,75	153,5	156,0	-2,5	-1,6
19,2	292,35	166,3	168,5	-2,2	-1,3

Из приведённых данных видно, что нами получен гексафторид технеция достаточно высокой чистоты.

Литература

1. Спицын В.И., Кузина А.Ф. Технеций. — М.: Наука, 1981. 147с.
2. Selig H., Chernick C.L., Malm I.G. // I. Inorg. Nucl. Chem.. 1961. V.19. № 3,4. P. 377.
3. Edwards A.I., Hugill D., Peacock R.D. // Nature. 1963. V.200. № 672. P. 672.
4. Selig H., Malm I.G. // I. Ynorg. Nucl. Chem. 1962. V.24. P. 641.

SYNTHESIS OF TECHNETIUM HEXAFLUORIDE

I.I. Zherin, E.I. Sachkova, Yu.B. Torgunakov*, V.F. Usov, A.Yu. Vodyankin

Tomsk polytechnic university,
*FSUE "Siberian chemical combine"

Laboratory synthesis scheme of technetium hexafluoride from element fluorine and technetium is described. It is shown, that the technetium hexafluoride was prepared in closed volume at fluorine excess and temperature 400 °C for three hours. The product yield is 66,5 % of theoretical because of technetium pentafluoride formation.

УДК 546.682.81.832.54-131

СИНТЕЗ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ОКСИДА ИНДИЯ, ЛЕГИРОВАННОГО
ОЛОВОМ

Ю.П. Егоров¹, Т.Д. Малиновская¹, Е.П. Найден¹,
В.И. Сачков², Е.И. Сачкова²

¹Сибирский физико-технический институт,
²Томский политехнический университет

В работе представлены сравнительные исследования процессов фазообразования и электронных свойств индийоловооксидных материалов, получаемых в различных условиях твердофазного синтеза. Показано, что наиболее оптимальным способом получения материалов с высоким значением концентрации свободных носителей является гидролитический способ с использованием солянокислых растворов.

Поликристаллический оксид индия, легированный оловом, широко применяется в качестве газочувствительного материала сенсорной электроники, катализатора органического синтеза, проводящего материала в виде керамики или толсто пленочных электродов. Для его получения используется метод твердофазного синтеза при повышенных температурах из реакционных смесей, полученных либо механическим смешением ингредиентов, либо гидролитическим способом [1].

В настоящей работе представлены результаты изучения фазообразования и изменения концентрации свободных электронов (Ne) в индийоловооксидной системе в процессе термообработки соосажденных гидроксидов индия и олова из азотно- и солянокислых растворов щелочным реагентом при pH = 7, а также смеси нитратов индия и олова (табл. 1) .

Таблица 1

Составы исходных веществ и продуктов гидролитического осаднения In-Sn-O системы

Исходные вещества	Продукты гидролитического осаднения
Sn+In ₂ O ₃ +9MHNO ₃ NH ₄ OH (3-6M)	Продукт I In(OH) ₃ /NO ₃ ⁻ [{SnO ₂ }Sn(OH) ₄]
Sn + In ₂ O ₃ +9MHCl NH ₄ OH (3-6M)	Продукт II In(OH) ₃ /Cl ⁻ +Sn ₃ O ₂ (OH) ₂
Sn(NO ₃) ₂ +In(NO ₃) ₃	-
Примечание: концентрация Sn ⁴⁺ составляла от 0,01 до 14 ат. %	