



(51) МПК

*C01G 43/06* (2006.01)*B01D 53/24* (2006.01)*B01D 7/00* (2006.01)*B01D 3/10* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007100496/15, 09.01.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
09.01.2007

(43) Дата публикации заявки: 20.07.2008

(45) Опубликовано: 20.01.2009 Бюл. № 2

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Н.П.ГАЛКИН и др. Химия и технология фтористых соединений урана. - М.: Госатомиздат, 1961, с.154-170. RU 2159658 С1, 27.11.2000. GB 1171998 В2, 26.11.1969. GB 1302044 В2, 04.01.1973. Справочник химика. - М.: ГХИ, 1963, с.12, 13, 104, 105, 228, 229, 232, 233, 238, 239, 240, 241.

Адрес для переписки:

624130, Свердловская обл., г. Новоуральск,  
ул. Дзержинского, 2, ФГУП УЭХК, технический  
отдел, С.Б. Афанасьеву

(72) Автор(ы):

Сапрыгин Александр Викторович (RU),  
Ворох Иван Владимирович (RU),  
Таманова Татьяна Сергеевна (RU),  
Пирогов Владимир Дмитриевич (RU),  
Куркин Александр Юрьевич (RU),  
Козин Вячеслав Валерьевич (RU),  
Наливайко Андрей Витальевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

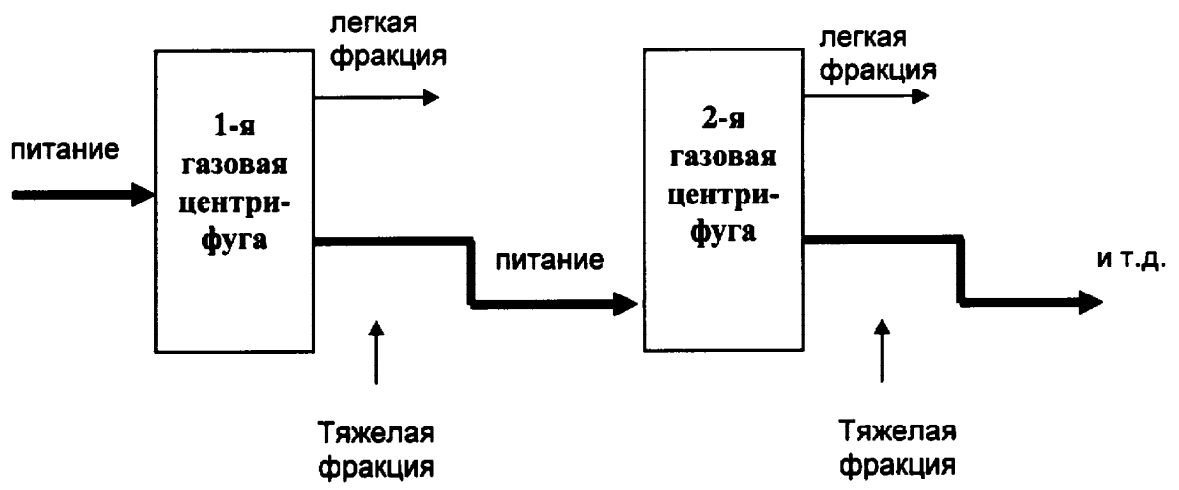
Федеральное государственное унитарное  
предприятие "УРАЛЬСКИЙ  
ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ КОМБИНАТ" (RU)

## (54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ ГЕКСАФТОРИДА УРАНА ИЗ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии выделения гексафторида урана из многокомпонентных газовых смесей, содержащих гексафторид урана, фтористые соединения фосфора, хрома, фтороводород и компоненты воздуха. Изобретение касается способа, включающего в себя частичную вакуумную отгонку легких примесей при температуре 223...243К до уровня 16...35% мин. Полученную газовую смесь, содержащую гексафторид урана и остаточные легкие примеси,

разделяют на газовых центрифугах при их загрузке по величине потока питания на уровне 40...60% от максимально допустимой величины потока питания по чистому гексафториду урана. Способ позволяет получить гексафторид урана высокой чистоты, не требует применения громоздкого оборудования и высоких температур, а также позволяет решить проблему получения чистого гексафторида урана из многокомпонентных уран-фторсодержащих смесей, в которых доля гексафторида урана находится на уровне  $\leq 10\%$  мол. 2 табл., 1 ил.



RU 2344082 C2

RU 2344082 C2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

**C01G 43/06** (2006.01)**B01D 53/24** (2006.01)**B01D 7/00** (2006.01)**B01D 3/10** (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2007100496/15, 09.01.2007**(24) Effective date for property rights: **09.01.2007**(43) Application published: **20.07.2008**(45) Date of publication: **20.01.2009 Bull. 2**

Mail address:

**624130, Sverdlovskaja obl., g. Novoural'sk,  
ul. Dzerzhinskogo, 2, FGUP UEhKhK,  
tehnicheskij otdel, S.B. Afanas'evu**

(72) Inventor(s):

**Saprygin Aleksandr Viktorovich (RU),  
Vorokh Ivan Vladimirovich (RU),  
Tamanova Tat'jana Sergeevna (RU),  
Pirogov Vladimir Dmitrievich (RU),  
Kurkin Aleksandr Jur'evich (RU),  
Kozin Vjacheslav Valer'evich (RU),  
Nalivajko Andrej Vital'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe unitarnoe  
predprijatje "URAL'SKIJ EhLEKTROKhIMICHESKIJ  
KOMBINAT" (RU)**

(54) **METHOD OF URANIUM HEXAFLUORIDE LIBERATION FROM MULTICOMPONENT GAS MIXTURES**

(57) Abstract:

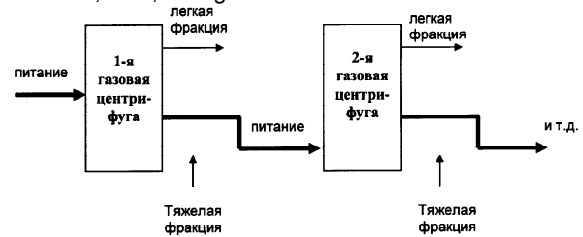
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention refers to technology of uranium hexafluoride liberation from multicomponent gas mixtures containing uranium hexafluoride, phosphorus, chrome and hydrogen fluorides, and air components. Invention concerns method including partial vacuum distillation of light impurities at temperature 223...243 K to level 16...35% min. Prepared gas mixture containing uranium hexafluoride and residual light impurities is separated in gas centrifuges as loaded in feeding flow at 40...60% of maximum allowed feeding flow of pure uranium hexafluoride.

EFFECT: production of high-purity uranium

hexafluoride, does not require bulky equipment and high temperature, and enables to solve problem of production of pure uranium hexafluoride from multicomponent uranium-fluorine-containing mixtures with uranium hexafluoride content  $\leq 10\%$  moles.

6 ex, 2 tbl, 1 dwg



Заявляемый способ относится к технологии переработки многокомпонентных газовых смесей, содержащих гексафторид урана (ГФУ), фтористые соединения фосфора, кремния, хрома, фтороводород и компоненты воздуха - кислород, азот, диоксид углерода и др.

Содержание гексафторида урана ( $UF_6$ ) в газовых смесях находится на уровне  $\leq 10$  мол.%,  
5 фтороводорода (HF) - до 90 мол.%, пentaфторида фосфора ( $PF_5$ ) - до 12 мол.%,  
оксифторида фосфора ( $POF_3$ ) - до 2,5 мол.%, тетрафторида кремния ( $SiF_4$ ) - до 6 мол.%,  
оксифторида хрома ( $CrO_2F_2$ ) - до 1 мол.%, азота ( $N_2$ ) - до 2 мол.%, кислорода ( $O_2$ ) - до  
0,5 мол.%, диоксида углерода ( $CO_2$ ) - до 10 мол.%.

Газовые смеси указанного состава образуются в осадительных емкостях (работающих  
10 при температуре  $\sim 77$  К за счет охлаждения жидким азотом) конденсационно-  
испарительных установок в процессе центрифужного разделения изотопов урана.

Переработка таких газовых смесей имеет целью выделение ценного компонента -  
гексафторида урана и обезвреживание или утилизацию остальных фторсодержащих газов.

Известен способ восстановления ГФУ четыреххлористым углеродом ( $CCl_4$ )  
15 [Н.П.Галкин, А.А.Майоров и др. Химия и технология фтористых соединений урана. М.  
Госатомиздат.1961, с.230-236]. В результате реакции газообразных ГФУ и  $CCl_4$  образуется  
твердый гексафторид урана ( $UF_4$ ) и газообразные продукты реакции - хлор ( $Cl_2$ ) и фреон  
( $CCl_3F$ ). Приведенный способ имеет существенные недостатки:

во-первых, способ рассчитан на работу с чистым ГФУ, не содержащим другие  
20 фторсодержащие примеси, и не может быть применен для переработки  
многокомпонентных газовых смесей, в которых доля примесей составляет более 90 мол.%;

- во-вторых, известный способ требует больших трудозатрат, связанных с переводом  
ГФУ в тетрафторид урана и обратно;

- в третьих, в процессе реализации способа происходит коррозия оборудования,  
25 вследствие образования  $HCl$  и  $Cl_2$  при взаимодействии  $CCl_4$  с HF;

- при этом известный способ требует применения громоздкого оборудования.

Известен способ переработки смеси гексафторида урана и фтороводорода ( $UF_6+HF$ ),  
основанный на различии температуры кипения фтороводорода и температуры сублимации  
ГФУ [Галкин, там же, стр.167]. Способ основан на вакуумной отгонке фтороводорода при  
30 температуре 193...213 К. Однако в заявляемом случае этот способ не может быть  
применен, так как рассчитан на использование бинарной смеси ( $UF_6+HF$ ).

Известен также способ переработки смеси ГФУ с фтороводородом [патент РФ,  
№2159742, кл. C01G 43/06, заявл. 21.05.1999, опубл. 27.11.2000] путем их совместной  
35 десорбции на фториде натрия. При этом десорбцию фторида натрия проводят в две стадии:  
десорбат на первой стадии (при температуре 423...463 К) направляют на сорбцию на  
фториде лития, а несорбированные газы возвращают на сорбцию на фториде натрия; и  
только при десорбции на 2-й стадии (при температуре 573...673 К) получают очищенный  
ГФУ. Недостатки указанного способа:

- способ может быть применен только для бинарной газовой смеси ( $UF_6+HF$ );

40 - даже в случае бинарной смеси способ не обеспечивает получения гексафторида урана  
требуемой чистоты, т.к. в нем остается до 60 мол.% HF;

- в случае применения указанного способа для очистки гексафторида урана от примесей  
из многокомпонентных газовых смесей глубина очистки ГФУ от легких примесей  
значительно ниже.

45 Целью предлагаемого изобретения является создание способа выделения  
гексафторида урана из многокомпонентных газовых смесей, содержащих гексафторид  
урана, фтористые соединения фосфора, кремния, хрома, фтороводород и компоненты  
воздуха - кислород, азот, диоксид углерода, позволяющего получать гексафторид урана  
со степенью чистоты ГФУ не менее 99,0 мол.%, без использования высоких температур и  
50 громоздкого оборудования.

Поставленная задача решается тем, что в известном способе, основанном на различии  
температуры кипения фторида водорода и температуры сублимации гексафторида урана,  
включающем предварительное отделение из газовой смеси основной части легких

примесей путем вакуумной отгонки, вакуумную отгонку легких примесей ведут при температуре 223...243 К до величины 16...35 мол.%, при этом окончательное выделение гексафторида урана из оставшейся газовой смеси осуществляют с помощью газовых центрифуг, позволяющих разделять газовые смеси с большой разностью молекулярных

5 масс компонентов, подачей газовой смеси в трассу питания первой по ходу газа центрифуги, поток тяжелой фракции (гексафторид урана) подают в трассу питания следующей центрифуги и т.д., загрузку газовых центрифуг устанавливают на уровне 40...60% от максимально допустимого потока питания чистого гексафторида урана (чертеж).

10 В результате получают гексафторид урана высокой чистоты, содержание легких примесей в котором  $\leq 1,0$  мол.% Способ не требует применения громоздкого оборудования и высоких температур.

Примеры осуществления вакуумной отгонки:

Пример 1:

15 Берут исходную емкость вместимостью 24 л, содержащую около 6 кг многокомпонентной газовой смеси, охлаждают емкость до температуры  $243 \pm 5$  К с применением охлаждающего агента - смеси сухого льда с химически инертной жидкостью, имеющей температуру замерзания не ниже 220 К; производят вакуумную отгонку легких примесей в поглотительную установку или в осадительную емкость, охлаждаемую жидким азотом,

20 давление перед которой поддерживают на уровне 4...6 мм рт.ст. Отгонку прекращают при уменьшении давления в исходной емкости до 1...2 мм рт.ст.; производят отбор газовых проб. Результаты очистки приведены в таблице 1 (опыт №1).

Примеры 2...6:

25 Берут исходную емкость вместимостью 24 л, содержащую 5...6 кг газовой смеси, охлаждают в опытах 2, 4 до температуры  $238 \pm 5$  К, в опыте 3 - до температуры  $243 \pm 5$  К, в опытах 5, 6 - до температуры  $233 \pm 5$  К; производят вакуумную отгонку легких примесей в осадительную емкость, охлаждаемую жидким азотом, давление перед которой поддерживают в пределах 4...8 мм рт.ст. Результаты опытов приведены в таблице 1 (опыты №2...6).

30

		Таблица 1 Состав газовых смесей после вакуумной отгонки легких примесей												
№ опыта	Характеристика газовой пробы	Давление газовой пробы, мм рт.ст	Содержание, мол.%											
			UF <sub>6</sub>	HF	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO	COF <sub>2</sub>	SiF <sub>4</sub>	PF <sub>5</sub>	POF <sub>3</sub>	NO	CrO <sub>2</sub> F <sub>2</sub>	
35	После вакуумной отгонки легких примесей	140	78,0	21,4	0,13	0,05	0,12	<0,01	0,01	0,06	0,01	0,01	0,1	
	Легкие примеси	100	< 0,1	76,7	0,34	0,10	0,42	2,8	6,0	12,4	0,30	0,50	0,20	
40	После вакуумной отгонки легких примесей	10	74,0	25,5	0,15	0,05	0,10	<0,01	0,10	0,01	0,01	< 0,01	<0,01	
	Легкие примеси	100	< 0,1	96,0	0,25	0,10	3,0	<0,01	0,30	0,01	0,1	0,01	<0,01	
45	После вакуумной отгонки легких примесей	70	65,0	33,1	0,24	0,20	0,90	-	0,03	0,02	-	-	-	
	Легкие примеси	180	< 0,1	90,9	0,72	0,20	7,8	-	0,04	0,40	-	-	-	
50	После вакуумной отгонки легких примесей	12	84,0	15,4	0,15	0,04	0,18	0,01	0,01	-	-	-	-	
	Легкие примеси	200	< 0,1	90,0	0,37	0,10	3,2	0,04	0,15	-	-	-	-	
55	После вакуумной отгонки легких примесей	10	70,5	28,1	0,34	0,10	0,52	-	0,03	0,1	0,1	-	-	
	Легкие примеси	100	< 0,1	93,6	0,70	0,18	2,1	-	0,15	3,0	0,15	-	-	
60	После вакуумной отгонки легких примесей	108	79,4	19,5	0,70	0,20	0,05	-	0,01	0,01	-	-	<0,01	
	Легкие примеси	126	< 0,1	92,0	1,9	0,36	5,5	-	0,10	0,04	-	-	0,1	

Полученные результаты, приведенные в таблице 1, показывают, что проведение

вакуумной отгонки при температуре 223...243 К приводит к увеличению содержания ГФУ до 70,5...84,0 мол.%, снижению содержания HF до 21,4...33,1 мол.% и остальных легких примесей (PF<sub>5</sub>, POF<sub>3</sub>, SiF<sub>4</sub>, CrO<sub>2</sub>F<sub>2</sub>, COF<sub>2</sub>, CO<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> и т.д.) - до уровня 0,01...0,90 мол.%, позволяющего производить последующее разделение газовой смеси с помощью

5 газовых центрифуг.

Содержание примесей в емкостях конденсации легких примесей находилось на высоком уровне:

- HF - от 76,7 до 96,0 мол.%;
- SiF<sub>4</sub> - от 0,04 до 6,0 мол.%;
- 10 • PF<sub>5</sub> - от 0,01 до 12,4 мол.%;
- POF<sub>3</sub> - от 0,10 до 0,30 мол.%;
- CrO<sub>2</sub> - F<sub>2</sub> от 0,01 до 0,20 мол.%;
- COF<sub>2</sub> - от <0,01 до 2,8 мол.%;
- 15 • NO - от 0,01 до 0,50 мол.%
- компоненты воздуха: N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> - от 0,10 до 1,9 мол.%, CO<sub>2</sub> - от 0,42 до 7,8 мол.%.

При этом гексафторид урана в емкостях конденсации легких примесей практически отсутствовал.

Приведенные величины наглядно подтверждают реальную возможность вакуумной отгонки легких примесей из многокомпонентных газовых смесей до уровня, позволяющего производить дальнейшее разделение ГФУ и остаточных легких примесей с помощью

газовых центрифуг.

Продолжение примеров осуществления способа:

Исходные емкости после вакуумной отгонки основной части легких примесей поочередно подключают к трассе питания газовых центрифуг, при этом поток газовой смеси из исходной емкости подают в трассу питания первой по ходу газа газовой центрифуги; поток тяжелой фракции первой по ходу газа газовой центрифуги (очищенный от легких примесей ГФУ) подают в трассу питания следующих центрифуг (для более качественной очистки ГФУ от легких примесей); поток тяжелой фракции последней по ходу

газа центрифуги подают в емкость конденсации, охлаждаемую сухим льдом до температуры 195 К; легкие примеси улавливают в последовательно установленной емкости, охлаждаемой жидким азотом до температуры 77 К. Загрузку газовых центрифуг по величине потока питания устанавливают на уровне ~40...60% от предельно-допустимой величины потока питания чистого гексафторида урана. Разделение газовой смеси с помощью газовых центрифуг прекращают при снижении давления в исходной емкости до 1...2 мм рт.ст. Производят отбор газовых проб.

Результаты опытов по разделению ГФУ и остаточных легких примесей с помощью

газовых центрифуг приведены в таблице 2. В каждом из опытов №7...10 на газовые центрифуги поступала газовая смесь после проведения вакуумной отгонки легких примесей

40 в опытах №1...4, в опыте №11 - суммарная газовая фаза после опытов №5, 6.

№ опыта	Давление в отборнике, мм рт.ст.	Содержание, мол.%								
		UF <sub>6</sub>	HF	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	COF <sub>2</sub>	SiF <sub>4</sub>	PF <sub>5</sub>	
7	80	99,1	0,76	0,03	0,01	0,03	0,01	0,01	0,01	
8	85	99,2	0,70	0,04	0,01	0,01	<0,01	<0,01	<0,01	
9	88	99,0	0,80	0,07	0,02	0,03	0,01	0,05	0,01	
10	84	99,6	0,30	0,02	0,01	0,01	<0,01	0,01	<0,01	
11	100	99,3	0,60	0,04	0,01	0,01	<0,01	<0,01	<0,01	

Полученные результаты, приведенные в таблице 2, показывают, что во всех примерах содержание гексафторида урана в переработанном продукте находится в диапазоне 99,0...99,6 мол.%, то есть практически получен очень чистый гексафторид урана. В среднем выход гексафторида урана в товарный продукт составляет ~99,4 мол.%, содержание фтороводорода в продукте составляет от 0,30 до 0,76 мол.%, содержание

остальных легких примесей находится на уровне от <0,01 до 0,07 мол. %.

Заявляемый способ позволяет решить проблему получения чистого гексафторида урана из многокомпонентных уран-фторсодержащих газовых смесей, в которых доля гексафторида урана находится на уровне  $\leq 10$  мол. %. Легкие примеси могут быть

5 переведены в твердую фазу после их улавливания на поглотительной установке или сконденсированы в осадительных емкостях. Способ не требует высокотемпературных установок и громоздкого оборудования.

Использованные источники

1. Н.П.Галкин, А.А.Майоров и др. Химия и технология фтористых соединений урана. М. Госатомиздат. 1961.
- 10 2. Патент РФ, №2159742, кл. C01G 43/06, заявл. 21.05.1999, опубл. 27.11.2000.

#### Формула изобретения

Способ выделения гексафторида урана из многокомпонентных газовых смесей, включающий в себя предварительное отделение большей части легких примесей путем вакуумной отгонки, основанной на различии температур кипения легких примесей и температуры сублимации гексафторида урана, отличающийся тем, что вакуумную отгонку производят при температуре 223-243 К до содержания легких примесей 16-30 мол. %, при этом окончательное выделение гексафторида урана осуществляют с помощью газовых центрифуг, обеспечивающих разделение газовых смесей с большой разностью молекулярных масс компонентов, при загрузке газовых центрифуг по величине потока питания на уровне 40-60% от максимально допустимой величины потока питания по чистому гексафториду урана.

25

30

35

40

45

50