

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕГЕНЕРАЦИИ ИОДА ИЗ ГАЗОВЫХ ПОТОКОВ ПРИ ИОДИДНОМ РАФИНИРОВАНИИ

Н.С. Величкина, инженер 1-ой категории, И.В. Кузнецов, инженер 1-ой категории, Т.Б. Юдина, ведущий научный сотрудник, А.Ю. Иевлев, инженер 1-ой категории, К.В. Сотсков, ведущий инженер, В.Ю. Кольцов, начальник отдела

ОАО «ВНИИХТ»

e-mail: ivan7501966@mail.ru

**Р**ассмотрена возможность улавливания паров элементарного иода из отходящих газов участка рафинирования циркония угольными сорбентами различных типов российского производства. Испытания сорбентов проведены на лабораторных установках и непосредственно на производственном участке. Подобран оптимальный вид сорбента. Определены показатели извлечения иода из насыщенных сорбентов. Выданы рекомендации конструкции фильтра.

The article considers the possibility of recovering elemental iodine vapor from the waste gas in the zirconium refining section. Carbon sorbents of various types produced in Russia were used for the refining. The sorbents were tested in laboratory units and directly in the production area. The optimal sorbent kind was found. The characteristics of iodine recovery from saturated sorbents were determined. Recommendations on the filter design are given.

**Ключевые слова:** иод, цирконий, сублиматор, сорбция, кассета, уголь, фильтр.

**Key words:** iodine, zirconium, sublimation appliance, adsorption, cartridge, charcoal, filter.

### Введение

Производство циркония ядерной чистоты для нужд атомной промышленности осуществляется в России методом иодидного рафинирования. Для этой операции используют стружку металлического циркония и элементарный иод технический 1 – го сорта. Высокие требования, предъявляемые к качеству иода при иодидном рафинировании, приводят к необходимости его сублимационной очистки от примесей. На стадии сублимации часть иода (порядка 1200 кг в год) теряется с отходящими газами. Экономический ущерб предприятия за счет таких потерь составляет около полутора миллиона рублей в год. Кроме того, иод относится к веществам 2 класса опасности, и его ненормативный сброс в атмосферу наносит экологический ущерб [1]. Отсюда возникает необходимость улавливания иода и возвращения его в технологический цикл.

Улавливание иода из газовой фазы возможно методом сорбции на различных твердых носителях. Учитывая опыт предприятий атомной отрасли [2], в качестве сорбента нами выбраны активированные угли.

Цель настоящей работы – разработка способа улавливания иода из газовых потоков участка сублимации сорбцией на угольных сорбентах и возвращения его в технологический процесс рафинирования. Для достижения указанной цели предстояло решить следующие задачи:

- изучить свойства современных угольных сорбентов с точки зрения их способности сорбировать иод и выявить ресурс их использования;
- выдать обоснованные рекомендации по использованию сорбента в условиях производства.

### Экспериментальная часть

В качестве сорбентов в работе использовали следующие угли: КТ–6а, NG, ВСК–1, ВСК–2, ВСК–4, СКТ–6а, АГ–95. Свойства сорбентов приведены в табл. 1.

Лабораторная установка для насыщения углей иодом представлена на рис. 1. Она состоит из: предварительного подогревателя воздуха, испарительной колонки с иодом (1), поглотительной колонки с углём (2), дрекселя – индикатора проскока иода (4), предохранительной ловушки, жидкостного расходомера (5), регулятора расхода воздуха (6), вакуумного насоса (7). Вся система термостатирована (циркуляционный криотермостат LKB Bromma 2219 Multitemp II, позиция 3). Все соединительные шланги оборудованы электрообогревом во избежание конденсации в них кристаллического иода. Скорость воздушного потока во всех опытах составляла 3 дм<sup>3</sup>/мин, температура – 40°C. Проскок паров иода в поглотительной колонке контролировали по изменению окраски раствора тиосульфата натрия и крахмала (резкое окрашивание в синий цвет) в дрекселе.

Десорбцию иода с насыщенного сорбента проводили раствором Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> с концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>. Процесс десорбции вели в одну стадию по варианту агитационного выщелачивания. Условия выщелачивания: Т:Ж = 1:3; τ = 1.5 ч.

### Результаты и их обсуждение

Результаты экспериментов представлены в табл. 1. Из результатов видно, что угли марок ВСК-1, ВСК-2, ВСК-4, СКТ-6а имеют высокую сорбционную емкость. На первых шести циклах сорбции – десорбции поглощенный иод извлекается из этих сорбентов на 99%, т.е. практически полностью. Наибольшей сорбционной

способностью обладает уголь марки ВСК-4 (максимальная ёмкость – 1.85 г/г сорбента, средняя рабочая ёмкость 1.06 г/г сорбента),

который и выбран для дальнейших испытаний, а наименьшей – АГ-95 (максимальная ёмкость – 0.35 г/г, средняя рабочая ёмкость 0.17 г/г).

Таблица 1. Характеристики угольных сорбентов [3, 4]

Основные показатели	Марка угля					
	СКТ-6а	NG	ВСК-1	ВСК-2	ВСК-4	АГ-95
Исходное сырье	Торф	Скорлупа кокосового ореха				Каменный уголь
Тривиальные сферы применения	Воздушные фильтры АЭС для улавливания радиоактивных изотопов иода	Разделение смеси водорода и природного газа	Фильтры для адсорбции сивушных масел в технологии производства алкогольных напитков			Сорбция золота из пульпы выщелачивания
Производитель	Более не производится	Ахенс, США	ЭНПО «НЕОРГАНИКА», г. Электросталь			
Фракционный состав, мм	0.5 – 2.8	3.5	1.0–2.0	0.5–1.5	0.1–0.5	0.5–3.6
Прочность при истирании, %	70	94–99	>80	>75	>80	>75
Насыпная плотность, г/дм <sup>3</sup>	400	400–520	>400	>380	450	410–500
Предельный объем адсорбционного пространства, см <sup>3</sup> /г	0.9–1.1	0.7–1.3	>0.6	>0.8	>0.65	>0.8
Массовая доля золы, % не более	20	–	7.0	2–4	2.0	10–12
Удельная поверхность микропор, м <sup>2</sup> /г	1200–1500	700–1500	–	–	–	–
Объем микропор, см <sup>3</sup> /г	0.15–0.25	–	0.35	0.6	0.4	0.3–0.35
Угол естественного откоса, град	25	–	20	22	25	24
Влажность, %	15	–	12	12	13	11

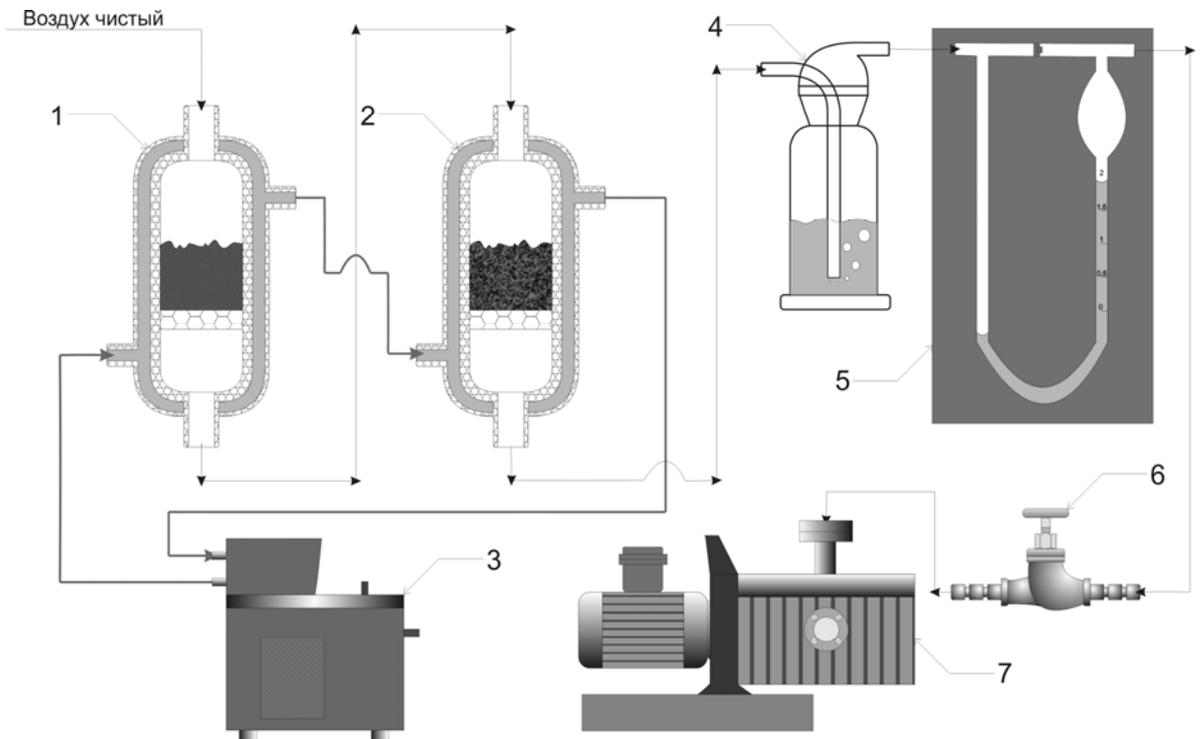


Рис. 1. Аппаратурная схема экспериментальной установки:  
 1 – испарительная колонка с иодом; 2 – поглотительная колонка с углём; 3 – термостат;  
 4 – дрель; 5 – жидкостной расходомер; 6 – регулятор расхода воздуха; 7 – вакуумный насос.

На участке сублимационной очистки иода в реальных условиях проведены укрупнённые испытания на угольной кассете. Результаты представлены на рис. 2. Проведенные испытания показали, что активированный уголь после пятнадцати полных циклов сорбции–десорбции сохраняет сорбционную способность, не теряет ёмкость по иоду, выдерживает механические нагрузки и не изменяет свою структуру (не подвергается измельчению и разрушению), то есть обладает высоким ресурсом.

Провал на 1–4 циклах объясняется тем, что кривая построена по данным сорбции. На пер-

вом цикле насыщения происходит насыщение наиболее мелких и глубоко залегающих пор сорбента, при десорбции иод оттуда почти не извлекается, то есть на первых циклах сорбции часть иода улавливается безвозвратно, соответственно, снижается и фактическая ёмкость сорбента. Безвозвратный «захват» йода можно оценить, сопоставив первые точки кривых сорбции и десорбции. Как видно, кривая десорбции не имеет подобного «провала», и ёмкость сорбента после первого цикла радикально не меняется. Как видно из табл. 2, эффект «первых циклов» присущ всем углям.

Таблица 2. Изменение ёмкости угольного сорбента в циклах сорбции-десорбции

Марка угля	№ цикла	Сорбция		Десорбция	
		ёмкость г/г		масса иода г/г	извлечение иода от $\sum_{\text{иод}}$ , %
		стадийная	средняя		
ВСК-1	1	1.25	0.64	0.44	9.70
	2	0.39		0.82	18.2
	3	0.50		0.76	16.8
	4	0.81		0.83	18.4
	5	0.83		0.90	20.0
	6	0.73		0.75	16.6
	$\sum_{\text{иод}}$	4.51		4.5	99.7
ВСК-2	1	1.40	0.90	0.54	9.98
	2	0.59		0.75	13.8
	3	0.60		0.99	18.5
	4	0.92		1.06	19.6
	5	1.05		1.04	19.2
	6	0.85		1.02	18.8
	$\sum_{\text{иод}}$	5.41		5.40	99.8
ВСК-4	1	1.85	1.06	0.69	10.8
	2	0.51		0.95	14.8
	3	0.88		1.05	16.4
	4	1.04		1.19	18.6
	5	0.84		1.20	18.8
	6	1.26		1.25	19.6
	$\sum_{\text{иод}}$	6.38		6.33	99.0
СКТ-6а	1	1.30	0.87	0.54	12.3
	2	0.53		0.99	22.6
	3	0.9		0.97	22.1
	4	0.65		0.85	19.4
	5	1.00		1.02	23.3
	$\sum_{\text{иод}}$	4.38		4.37	99.7
АГ-95	1	0.37	0.17	0.15	21.7
	2	0.10		0.06	8.70
	3	0.10		0.10	14.4
	4	0.12		0.11	15.9
	$\sum_{\text{иод}}$	0.69		0.42	60.7
NG	1	0.64	0.27	0.25	18.6
	2	0.11		0.19	14.2
	3	0.13		0.20	14.9
	4	0.14		0.21	15.7
	5	0.32		0.48	35.8
	$\sum_{\text{иод}}$	1.34		1.33	99.2

### Выводы

На основании выполненных исследований установлено, что выбранные для поглощения иода угли марок ВСК-1, ВСК-2, ВСК-4, СКТ-6а полностью сохраняют сорбционную способность за шесть циклов сорбции–десорбции. Наибольшей сорбционной способностью обла-

дает уголь марки ВСК-4, а наименьшей – АГ-95. Угли марки ВСК-4 рекомендованы для проведения испытаний по улавливанию иода при его сублимационной очистке.

На основании выданных рекомендаций в настоящее время узел сублимационной очистки иода оснащается угольным фильтром типа СУФ.

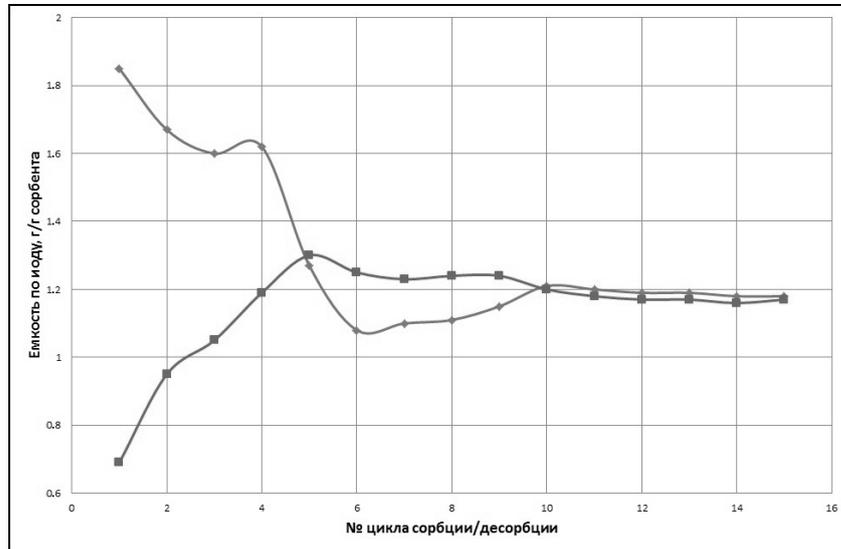


Рис. 2. Зависимость емкости сорбента ВСК-4 от количества циклов сорбции–десорбции. Обозначения кривых:  $\blacklozenge$  – сорбция  $\blacksquare$  – десорбция.

### ЛИТЕРАТУРА:

1. Бандман А.Л., Волкова Н.В., Грехова Т.Д., Гудзовский Г.А., Давыдова В.И., Дворкин Э.А., Дубейковская Л.С., Ивин Б.А., Кацельсон Б.А., Кратов Ю.А., Минкина Н.А., Михеев Н.И., Неизвестнова Е.Н., Русин В.Я., Селюжицкий Т.В., Семенова В.В., Филов В.А. Вредные химические вещества. Т. 2. Неорганические соединения V-VIII групп: справ. изд. / Под общ. ред. В.А. Филова. – Л.: Химия, 1989. 592 с.
2. Колобродов В.Г., Хажмурадов М.А., Григорова Т.К., Сергеев В.П., Клевцов В.Н., Плыгань Е.П. Исследование возможности использования активированных углеродных волокнистых материалов «Днепр» в системах вентиляции спецгазоочистки АЭС // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 2006. Т. 89. № 1. С. 64–70.
3. Мухин В.М., Тарасов А.В., Клушин В.Н. Активные угли России / Под общ. ред. А.В. Тарасова. – М.: Металлургия, 2000. 352 с.
4. По материалам интернет-ресурса <http://neorganika.ru/index.php/products/carbon.html>. Информация в свободном доступе.