

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА РАСПЛАВЛЕННОЙ СОЛЕВОЙ СИСТЕМЫ $KCl - AlCl_3 - ZrCl_4$ КАК ВОЗМОЖНЫЙ КРИТЕРИЙ ОЦЕНКИ ЭФФЕКТИВНОСТИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Ившина А.А.<sup>1</sup>, Денисова О.В.<sup>1</sup>, Чукин А.В.<sup>1</sup>, Половов И.Б.<sup>1</sup>, Ребрин О.И.<sup>1</sup>,  
Панфилов А.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», г.  
Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup>) АО «ТВЭЛ», г. Москва, Россия  
E-mail: a.a.ivshina@urfu.ru

## DETERMINATION OF THE PHASE COMPOSITION OF THE MOLTEN SALT SYSTEM $KCl - AlCl_3 - ZrCl_4$ AS A POSSIBLE WAY FOR THE ESTIMATION OF THE TECHNOLOGICAL PROCESS

Ivshina A.A.<sup>1</sup>, Denisova O.V.<sup>1</sup>, Chukin A.V.<sup>1</sup>, Polovov I.B.<sup>1</sup>, Rebrin O. I.<sup>1</sup>,  
Panfilov A.V.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

<sup>2</sup>) JSC «TVEL», Moscow, Russia

The phase composition identification combined with the methods of elemental analysis is the prospective way to control the optimal conditions of the zirconium and hafnium chlorides separation processes by rectification and distillation technological operations.

Метод экстрактивной ректификации зарекомендовал себя как наиболее перспективный и эффективный способ получения хлоридов циркония и гафния высокой степени очистки для дальнейшего получения металлов этих элементов в компактном виде. Ключевым фактором эффективности экстрактивной ректификации выступает выбор экстрагента носителя. В качестве экстрагента применяется расплав  $AlCl_3 - KCl$  с мольным соотношением  $AlCl_3/KCl = 1,04 - 1,10$ [1]. Наибольшее влияние на технологическую эффективность процессов экстракции и ректификации оказывает мольное отношение  $AlCl_3/KCl$ [2].

Идентификация фазового состава в совокупности с методами элементного анализа является значимым способом контроля оптимальной композиции рабочей среды для проведения технологических процессов ректификации и отгонки. Наличие рефлексов сторонних фаз в пробах технологических расплавов может выступать одним из критериев, характеризующих качество расплава.

Ранее методом рентгеновского фазового анализа было показано, что основной фазой замороженных хлоралюминатных плавов является  $KAlCl_4$ , а в зависимости от точки пробоотбора в пробах идентифицируются фазы  $ZrCl_4$ ,  $AlCl_3$  и  $K_2ZrCl_6$  [3].

Однако, при выборочном анализе проб, отобранных с различных участков технологической схемы разделения хлоридов циркония и гафния, было выявлено

наличие не охарактеризованной ранее в литературе «х-фазы» (рис.1а). Параметры обнаруженной фазы отсутствуют в кристаллографических базах данных. Важно отметить, что появление данной фазы совпадало со снижением эффективности отгонки тетрахлорида циркония и уменьшением мольного отношения алюминия к калию в технологических расплавах.

Несмотря на отсутствие данных о химическом составе «х-фазы» методами математической обработки удалось определить ее дифрактометрический профиль (рис. 1б), что позволит в дальнейшем количественно учитывать ее присутствие в пробах. Модельная дифрактограмма открывает принципиальную возможность определения пространственной группы, элементов симметрии, типа кристаллической решетки неизвестной фазы.

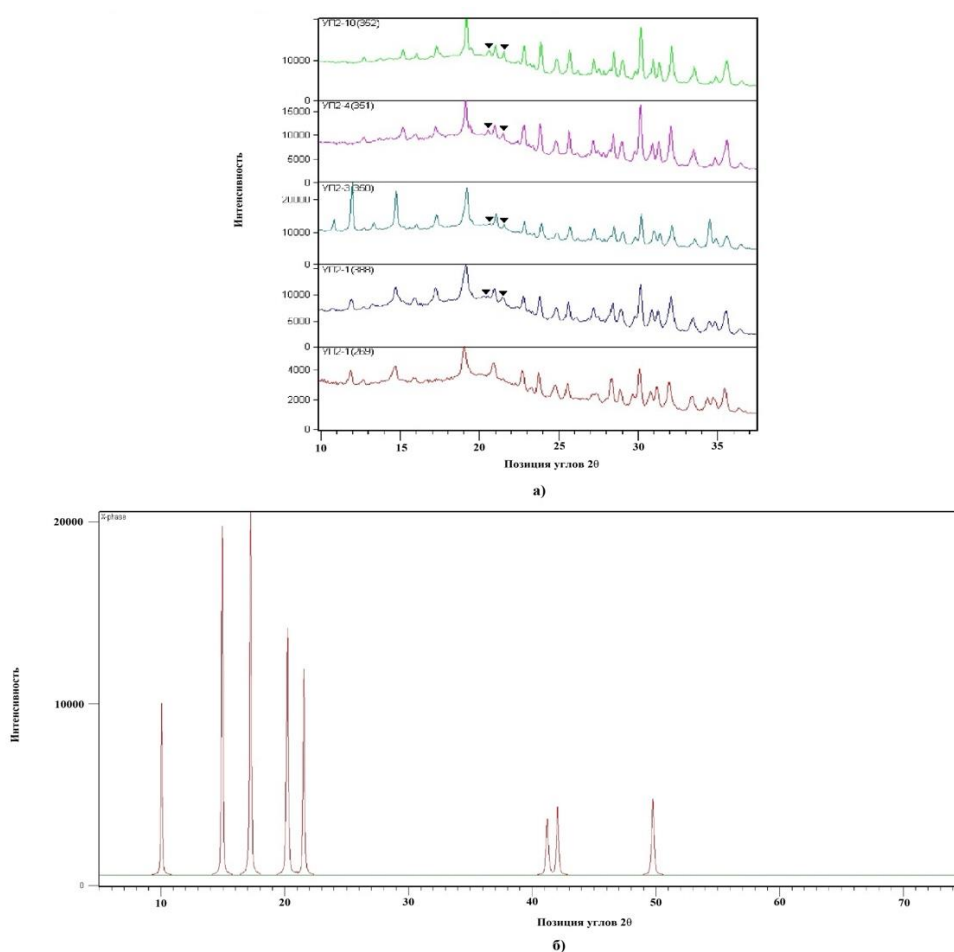


Рис.1 - а) Дифрактометрические максимумы «х-фазы», обозначенные треугольником, на фоне рефлекса основной фазы  $KAlCl_4$  б) Дифрактометрический профиль «х-фазы»

1. US Pat. 4021531. Process for the separation of zirconium and hafnium tetrachlorides from mixtures thereof. Paul Besson, Jean Guerin, Pierre Brun, Michel Bakes. - Publ. 03.05.1977.
2. Delpech, S. Molten salts for nuclear applications. In F. Lantelme, & H. Groult (Eds.), Molten salt chemistry: from lab to applications USA: Elsevier, 2013. pp. 497–520.

3. Изучение состава расплава  $KCl - AlCl[под]3 - ZrCl[под]4 - HfCl[под]4$  применительно к экстрактивной ректификации хлоридов циркония и гафния / А. В. Панфилов, А. В. Коробков, В. В. Бузмаков [и др.] // Физическая химия и электрохимия расплавленных и твердых электролитов: Сборник материалов XIX Российской конференции, посвященной 65-летию Института высокотемпературной электрохимии Уральского отделения РАН, Екатеринбург, 17–21 сентября 2023 года. – Екатеринбург: Издательский Дом «Ажур», 2023. – С. 118-122. – EDN IULMSF.