تحضير وتنقية اليورانيوم الطبيعي بطريقة الايودين

*جهاد عبد طعيس**

تاريخ قبول النشر 2008/1/11

الخلاصه:

يتضمن البحث تصنيع منظومه زجاجيه –معدنيه مختبريه لتحضير وتنقية معدن اليورانيوم الطبيعي من الشوائب محليا ومبدا عمل هذه المنظومه هو تفاعل رايش اليورانيوم مع بخار اليود بدرجة حراره 500C داخل مفاعل مغلق مكونا رابع يوديد اليورانيوم المتطاير والاخير يتفكك على سلك ساخن متوهج حرارته 1100C تقريبا حيث يترسب اليورانيوم النقي على السلك ويعود بخار اليود ليتفاعل ثانية مع الماده الاوليه رايش اليورانيوم الموجود في قعر المفاعل وكذلك يتضمن البحث تصنيع منظومه زجاجيه مختبريه استخدمت لتحضير رابع يوديد اليورانيوم وبنقاوه اكثر من 99.9% وتم تصنيعها من مواد محليه داخل القطر ومبدا عملها هو تفاعل رايش اليورانيوم مع بخار اليود وفي درجه حراره 550C-580C مكونا رابع يوديد اليورانيوم الذي يترسب في الطرف الثاني للمفاعل البارد (درجة حرارته 350C) بشكل بلورات صلبه نقيه حساسه جدا للرطوبه .

المقدمه:

المقصود بتنقية اليورانيوم هو ازالة الشوائب مثل الحديد ,المغنيسوم ,الكاليسيوم,وغيرها من العناصر الاخرى التي تتواجد في المعدن الناتج من اختزال رابع فلوريد اليورانيوم بواسطة المغنيسيوم او الكالسيوم وتصل نسب هذه الشوائب الى 2- 3 % اي نقاوة الماده الاوليه بحدود 97-98 % ولغرض الحصول على نقاوه عاليه تصل الى اكثر من 99 % ثم البحث عن طرق كيميائيه قد تفي بالغرض المختبري ومن المعلوم لدى العاملين في هذا المجال عدم توفر المصادر العلميه في المكتبات العراقيه لاسباب معروفه للجميع لان سر المعرفه محصور بين الدول العظمى وعليه تم اختيار طريقتين:

ا- طريقة الايودين او السلك الساخن: استخدمت هذه الطريقه من قبل الباحث Van-Arke(5-1) لتنقية عناصر عديده مثل Ti,w,Mo,Ta وغيرها من العناصر حيث تم اجراء تجارب اوليه على معدن التيتانيوم لتثبيت الظروف التشغيليه وامكانية تطبيقها على معدن اليورانيوم بالرغم من وجود اختلاف في بعض هذه الظروف من حيث درجة الحراره لكن يوجد تشابه مهم جدا من حيث تكوين الماده المتسامیه وتفككها مع اليورانيوم كما مبين في المعادلات ادناه:

$$Ti(s)+2I_2(g) \longrightarrow TiI_4(g) \text{ --------(1)}$$

$$TiI_4(g) \longleftrightarrow Ti(s)+2I_2(g) \text{--------(2)}$$

وكذلك من المتوقع ان يكون تفاعل اليورانيوم بنفس الطريقه مع الاخذ بنظر الاعتبار درجة حراره التفكك لمركب UI_4على السلك الساخن وترسب المعدن عليه وهي عادة تكون اقل ممن درجة انصهار معدن اليورانيوم بحدود 1100C

$$UI_4(S) \longleftrightarrow U(S) + 2I_2 \text{ ---------(3)}$$

ب-الطريقه الكهروكيميائيه: ان التنقيه بالطريقه الكهروكيمائيه هي احدى الطرق المستخدمه في تنقية المعادن الثقيله مثل التيتانيوم واليورانيوم ويكون الناتج على شكل شجرات وليس منصهرات وتحدث هذه العلميه من خلال امرار تيار كهربائي محدد في منصهر املاحها في جو مفرغ من الهواء وتحت ضغط منخفض جدا فتحدث عمليات اكسده لانود الماده المراد تنقيتها وتترسب على السطح الكاثودي على شكل حبيبات او شجيرات يتم جمعها وتنظيفها وحفظها للاستخدام المطلوب(7,6)

من مميزات هذه الطريقه يكون الناتج بنقاوه عاليه جدا ومن مساوئها هو عدم توفر المواد التصنيعيه لها لكون المواد المتفاعله عادة تكون كلوريدات او فلوريدات هذه العناصر المراد تنقيتها وتبقى المشكله قائمه بعدم توفر مصادر واضحه تعطي ظروف تشغيليه او تصميم منظومه لتنقية اليورانيوم و تم تصنيع عدد من المنظومات الزجاجيه والمعدنيه لاختبار صحة المعلومات النظريه وتطبيقها على اليورانيوم بعد تجربيتها على معدن التيتانيوم

المراحل العمليه :

ا-منظومة الايودين (السلك الساخن)

تتم عملية تنقية معدني التيتانيوم واليورانيوم في هذه المنظومه بعدة مراحل وهي كما يلي:

اولا: تهياة الماده الاوليه (رايش)

حيث يتم تنظيفها وازالة طبقة الاوكسيد الموجود على سطح معدن اليورانيوم وذلك باستخدام حامض النتريك (7M) ثم الغسل بالماء والاسيتون لغرض ازالة اثار الحامض والتجفيف .اما بالنسبة للتيتانيوم لايحتاج هذه العمليه لانه مسحوق .

*جامعة الانبار /كلية التربيه/قسم الكيمياء

ثانيا:التعبئه
يـتم شـحن المنظومـه بـالمواد الاوليـه بعـد تفريـغ المنظومه من الهواء وبوجود جو من الاركون
ثالثا:التشغيل
تثبيت الظروف التشغيليه التاليه :

جدول رقم(1) يبين الظروف التشغيليه المستخدمه لتنقية معدني اليورانيوم والتيتانيوم على التوالي :-

	Titanium	Uranium
Temp.of Reacter	500C	580C
Temp.of Filament	1050C-1100C	1200C-1500C
Vacuum pressure	10^{-3}mbar	10^{-3} mbar
Iodine Temp	50C-70C	50C-70C

رابعا: التفاعل
تفاعل اليود (يضخ اليود يتم الى داخل المفاعل بشكل Batch بتسخينه الى درجة حراره (50c-70c) مع اليورانيوم لتكوين مركب وسطي هو رابع يوديد اليورانيوم
خامسا:التسامي والتفكك
حيث يتسامى رابع يوديد اليورانيوم متفككا على سطح الفتيله الى يورانيوم مترسب على السلك ويود متحرر ونفس العمليه تسري على التيتانيوم .
حيث تستخدم مادة UI4 كماده اوليه بدلا من اليورانيوم في منظومة السلك الساخن .
ب-منظومـة تحضـير رابـع يوديـد اليورانيـوم او التيتانيوم :
المراحل اولاوثانيا ورابعا وخامسا تعاد نفسها في منظومة الايودين اما ثالثا :التشغيل يتم بتثبيت الظروف التشغليه التاليه لمعدني اليورانيوم والتيتانيوم

جدول رقم (2) يبين الظروف التشغيليه لتحضير رابع يوديد اليورانيوم والتيتانيوم على التوالي :-

Temp of Reactor	550C	450C	350C
Vaccum pressure			10^{-3} mbar
Iodine Temp			50C-70C

وصف المنظومات:

ا-منظومة الايودين (منظومة السلك الساخن):
تتكون من الاجزاء المبينه في المخطط رقم (1) وكما يلي :

اولا:المفاعل Reactor
ويتكون من جزئين جزء زجاجي مصنوع من البـــاريركس بقطـــر (100mm) وبطـــول (250mm)ومسدود من احدى طرفيه اما الطرف الاخر فمفتوح ويربط بالفلنجه المعدنيه وهي الجزء الثاني من المفاعل وهي على جزئين ايضا حيث تتكون من فلنجه رئيسيه مصنوعه من مادة S.S316L وتحتوي ضمن هيكلها العام على قطبي تنكستن يحملان الفتيله Filament كماتتضمن على فلنجتين من نوع KF-16 احدهما لوصل المفاعل بمضخة التفريغ والاخرى لدخول اليود اما الفلنجه الاخرى فهي مكمله لعمل الفلنجه الرئيسيه لعمل الاحكامات ولضمان ثبات الجزء الزجاجي بالجزء المعدني ويعمل هذا المفاعل تحت درجة حراره 500C-550Cوضغط 10^{-3} mbar .
ثانيا:حاوية اليود
عباره عن Conical Flask بسعة 150mlمصنوع من زجاج البايركس حيث يوضع بداخلها اليود .
ثالثا:الفرن الحراري
فرن لتسخين المفاعل من نوع Crucible Furnace
رابعا:مضخة تفريغ
عباره عن مضخة سحب لاجراء عملية تخلخل في الضغط داخل المفاعل وهي نوع Roughing pump or Roughing of combination
خامسا:مصيدة غازات وابخره
مصيده زجاجيه مصنوعه من مادة البايركس بسعة 250ml او 150ml
ب- منظومة تحضير رابع يوديد اليورانيوم :
تتكون من الاجزاء المبينه في المخطط رقم (2)
اولا:المفاعل :مكون من انبوب زجاجي بطول 100cmوقطر 7cm مقسم الى ثلاث مناطق حراريه 350C,450C,550C ومصنوع من مادة البايركس ويرتبط بالطرف الاول حاوية اليود واسطوانة الاركون ومسدود الانبوب الرئيسي بفلنجه زجاجيه اما الطرف الاخر يرتبط بمضخة التفريغ ومسدود بفلنجه زجاجيه ايضا .
ثانيا:حاوية اليود بنفس المواصفات السابقه
ثالثا:الفرن الحراري مكون من ثلاث ملفات تسخين من نوع كروم واير ذات تدرج حراري مسيطر عليه
رابعا: مضخة التفريغ بنفس المواصفات السابقه .
خامسا:مصيدة غازات بنفس المواصفات السابقه في المنظومة (ا)

اجهزة القياس والسيطره:

تتم السيطره والقياس على المنظومتين كما مبين في المخطط رقم (1,2) كمايلي :

أ- المفاعل:-
اولا:مؤشر ومسيطر لدرجة الحراره يستلم اشارته من متحسس حراري .
ثانيا:مؤشر لقراءة الضغط داخل المفاعل يستلم اشارته من متحسس لضغط مربوط على المفاعل

ثالثا:تتم السيطره على حرارة السلك بواسطة مجهز قدره وتتم قراءة الفولتيه المجهزه بواسطه فولتميتر اما قياس حرارة السلك فتتم بواسطة جهاز pyrometer

ب- حاوية اليود

تتم السيطره على معدل جريان اليود بتسخينه بواسطة حمام مائي وقياس درجه الحراره بواسطة ثرموميتر,ونفس هذه الاجهزه استخدمت لمنظومة تحضير رابع يوديد اليورانيوم عدا عدم وجود اجهزة قياس درجات الحراره للسلك لانه غير موجود

طريقة العمل او التشغيل:

ا-منظومة السلك الساخن :تتم تشغيل المنظومه وفق المراحل التاليه :

اولا:يوضع المعدن المراد تنقيته (التيتانيوم,يورانيوم)داخل المفاعل

ثانيا:بعد اكمال ربط اجزاء المنظومه يتم تشغيل مضخة التفريغ ثم يفتح الصمام المربوط بالمضخه لتفريغ المنظومه مع غلق الصمام الخاص باليود ويستمر التفريغ لمدة ساعتين حتى الوصول الى ضغط اقل من mbar 10^{-3}حيث تتم قراءة الضغط بواسطة مؤشرقياس الضغط

ثالثا:يتم تشغيل الفرن الحراري لتسخين المفاعل الى درجه حراريه تتراوح بحدود 520C-550C ويستمر التسخين لمدة ساعه واحده

رابعا:بعد الوصول الى الظروف التشغيله من حراره وضغط يغلق الصمام الخاص بالمضخه ويفتح الصمام الخاص باليود لدخول اليود الذي يكون مسخن اثناء ذلك الى درجه حراريه تتراوح بين 5min-10min وبعد الانتهاء من ضخ اليود يغلق الصمام الخاص باليود .تسخين اليود يتم بواسطة Hot plate

خامسا:يتم اشعال الفتيله Filament الى درجه حراريه تتراوح بين 1050C-1100Cويتم التحكم بها بواسطة مغير الفولتيه المربوط الى مؤشر الفولتيه وتتم قراءة الحراره بواسطة pyrometer .

سادسا:عند انتهاء التجربه يفتح الصمام الخاص بالمضخه لغرض سحب اليود الموجود داخل المفاعل بشكل غاز وجمعه بواسطة مصيده باستخدام سائل النتروجين .

سابعا:يغلق الصمام الخاص بالمضخه وتقطع مصادر الطاقه الكهربائيه جميعها للوصول الى ظروف اعتياديه (درجه حراره 25C).

ثامنا: تفتح اجزاء المنظومه وتقطع الفتيله وتوضع في انبوله مملؤه بالاركون اما اليورانيوم المتبقي فيعامل معه وفق الحاله الكيميائيه له

المراحل الانفه الذكر تطبق ايضا عند استعمال التيتانيوم لغرض تنقيته مع اختلاف في بعض الظروف من بينها تكون درجه حراره الفتيله بحدود 1300ؤ1400C-.

ب-منظومة تحضير رابع يوديد اليورانيوم او التيتانيوم

يتم تشغيل المنظومه حسب المراحل التاليه :

اولا:يوضع المعدن المراد تنقيته داخل المفاعل الجزء الحار منه

(550C)

ثانيا:تعاد نفس الفقره ثانيا في المنظومه ا

ثالثا:يتم تشغيل الافران الحراريه الثلاثه لغاية الوصول للدرجات المذكوره ويستمر التشغيل لمدة ساعه واحده

رابعا : تعاد الفقره رابعا في المنظومه ا.

خامسا: تعاد الفقره سادسا في المنظومه ا

سادسا:تعاد الفقره سابعا في المنظومه ا

سابعا:تفتح المنظومه بوجود الاركون ويجمع الناتج في انبوله مملؤه بالاركون .

المواد الاوليه المستخدمه:

تم استخدام معدن اليورانيوم بشكل رايش مواصفاته مثبته في جدول رقم 2 ,3

اليود ماده صلبه مستورده canining companyEngland

غاز الاركون بنقاوة 99.9 % Al- Mansoor company ,Iraq

اسيتون تجاري مستورد BDH chemical LTD ,England

حامض النتريك النقي مستورد , fluka chemical AG switzer land

معدن التيتانيوم (fluka swiitzer land) على شكل مسحوق ناعم مواصفاته مثبته في جدول رقم 1

النتائج والمناقشه:

تم اجراء العديد من التجارب المختبريه في منظومة السلك الساخن على معدن التيتانيوم وتم الحصول على عدة نماذج من ترسبات المعدن على الفتيله كما مبين في الجدول رقم (4).تتضح من هذا الجدول بان مجموع الشوائب لاتتجاوز 20 p.p.m بينما مجموع الشوائب بالماده الاوليه لمسحوق التيتانيوم اكثر من 500 p.p.m وهذا يعني ان الماده الناتجه النهائيه تم رفع نقاوتها الى 99.98% وهذه النتيجه هي افضل بكثر من النتائج المستحصله من قبل باحثين اخرين (6,5) وعلى ضوء هذه النتائج استخدمت هذه المنظومه وبظروف تشغيليه جديده لتنقية معدن اليورانيوم الذي نقاوته الاوليه بحدود 98% حيث تم اختزال نسب الشوائب الى اقل p.p.m 100 بينما كانت سابقا في الماده الاوليه بحدود p.p.m 2000 كما مبينه في جدول رقم (5) يجب الاشاره الى ان كفاءة المنظومه تصل 70% بالنسبه الي معدن التيتانيوم وكمية الماده المنتجه بالوجبه الواحده بحدود 100 gm\8ساعات بينما كفاءة نفس المنظومه بالنسبه

لمعدن اليورانيوم بحدود 30% وكمية الماده المنتجه كمعدل 3gm\3ساعات تشغيل ويعود السبب الى ان الماده الاوليه لليورانيوم كانت على شكل قطع كبيره من الرايش وعدم توفر مسحوق هذه الماده لفعاليته الشديده ومخاطره الكيمياويه اضافة الى ذالك صعوبة قياس درجة الحراره المظبوطه للفتيله باستخدام الناظور البصري بسبب تكثف ابخرة الايودين على السطح الداخلي للمفاعل وصعوبة الحصول على تجانس حراري داخل المفاعل مما يؤدي الى تفكك رابع يوديد المعدن على السطوح البارده لانبوبة التفاعل. ان الهدف الاساسي لهذه التجارب هو اختبار مدا صحة نجاح التكنيك المستخدم لغرض تنقيه اليورانيوم بغض النظر عن درجة النقاوه المستحصله ومقارنة المعلومات النظريه المتوفره مع النتائج العمليه ومن اسباب استخدام التيتانيوم في هذه المنظومه يرجع لتشابه الخواص مع اليورانيوم من حيث تكوين المركبات الطياره وتفككها حراريا . من المشاكل التي تواجه هذا العمل هو حدوث حالة تسمم لمعدن اليورانيوم المترسب على سلك التنكستن مما يسبب قطع السلك اثناء التفاعل لذلك نقترح ان يستخدم سلك من اليورانيوم النقي وهو غير متوفر ابدا.

لغرض معالجة مشكلة عدم توفر مسحوق اليورانيوم الناعم تم تصنيع منظومه زجاجيه لتحضير مادة رابع يوديد اليورانيوم لغرض استخدامه كبديل للرايش كماده اوليه وبنفس الوقت رفع نقاوة اليورانيوم الناتج من تفكك UI4 .اجريت عدة تجارب لتحضير مادتي رابع يوديد التيتانيوم , ورابع يوديد اليورانيوم باستخدام المنظومه شكل رقم (2) وكانت الماده الناتجه على شكل بلورات بنيه بلوريه وهي مركبات حساسه جدا للرطوبه حيث يتاكسد بسرعه عاليه مكون اكاسيد هذه المعادن وكانت كفاءة هذه المنظومه تصل الى 80% للتيتانيوم وبحدود 50% لليورانيوم .عدة اغرامات حضرت من المادتين وتم تحليل نموذج واحد من كلا المادتين بسب صعوبة التعامل معها كما مبين في الجدول رقم (6) ويتضح من هذا الجدول بان نقاوة الماده المنتجه كانت عاليه جدا وهي مشابه لحد كبير لنتائج المستحصله من قبل الباحثين في هذا المجال (8,6) ويمكن استخدامه كماده اوليه لانتاج المعدن النتقي في منظومة السلك الساخن.

افضل ظروف تشغيليه التي تم الحصول فيها على راسب لمعدني التيتانيوم واليورانيوم على سطح السلك الساخن هي على التوالي

جدول رقم (3) الظروف التشغيليه لمعدني التيتانيوم واليورانيوم على التوالي

Temp of Reactor	580C
Pressure Indicator	10^{-3} mbar
Temp of Filament	1200C-1400C

Temp of Reactor	520C
Pressure Indicator	10^{-3} mbar
Temp of Iodine container	4C-10C
Temp of Filament	1030C-1100C

جدول رقم (4) يبين نسب الشوائب لمعدن التيتانيوم قبل وبعد التنقيه

Ti-metal impurities in p.p.m		Ref..[5,6] *	Ti-deposition	Impurities	in	p.p.m
Element		معدن التيتانيوم المنقى	Ex.No 1	Ex.NO 2	EX.NO 3	EX.NO4
Fe	190	35	2.0	3.0	6.0	2.0
Cr	24	55	1.5	1.0	Nil	Nil
Ca	2.5	17	Nil	Nil	Nil	Nil
Ni	70	49	3.5	4.0	2.0	1.5
Mn	20	15	2.0	1.0	Nil	1.3
Mg	10	7	Nil	Nil	Nil	Nil
Pb	3.0	3	Nil	Nil	Nil	Nil
AL	100	70	5.0	4.0	2.0	2.3

***استخدم المصدر نفس مواصفات الماده الاوليه لمسحوق معدن التيتانيوم قبل التنقيه .**

جدول رقم (5)يبين نسب الشوائب لمعدن اليورانيوم قبل وبعد التنقيه

U-metal impurities in p.p.m		U-deposition	Impurities	in	p.p.m
Element		Ex.No 1	Ex.NO 2	EX.NO 3	EX.NO4
Fe	1250	35	20	25	16
Cr	240	17	22	7	13
Ca	50	9	2.5	5	2.5
Ni	70	16	17	10	9
Mn	20	7	3.5	4	7.1
Mg	70	11	7.2	13	4.5
Pb	18	1.9	2.3	2.7	2.1
AL	112	13	27	22	15

جدول رقم (6) يبين نسب الشوائب لمعدني اليورانيوم والتيتانيوم واملاحهما

U-metal impurities p.p.m	p.p.m	UI4-impurities p.p.m	Ti- metal impurities p.p.m	TiI_4[5,6,7] – impurities p.p.m	TiI4 – impurities p.p.m
Si	77	1.6	2	9	Nil
Fe	1200	3.5	180	7	2.1
Cr	260	1.5	24	5	2.7

Ca	70	Nil	17	44	Nil
Ni	95	1.5	6.5	11	1
AL	130	4.7	3	25	1.7

نقاوة معدن التيتانيوم الماده الاوليه المستخدمه في المصدر كانت 99%

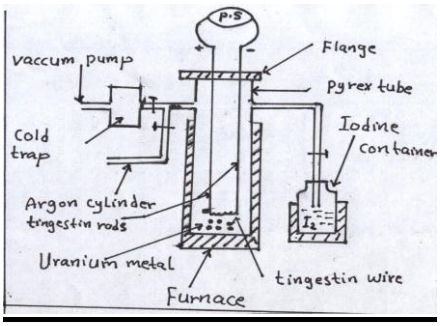

Fig (1) Schematic diagram of the Van –Arkel-method

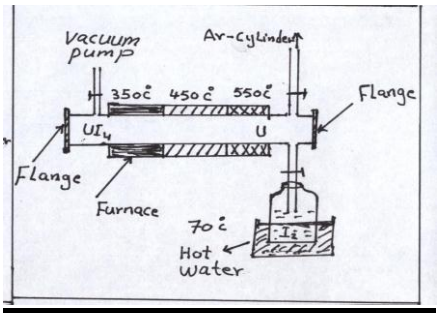

Fig (2) Schematic drawing of the apparatus used for preparing of UI_4

المصادر:

1. Matthew ,J .Donachia ,Jr 1988 .Titanium :ATechnical Guide, Metals Park,OH:ASM international , chapter 4 ISBN 0871703092
2. Chen,GeorgeZheng,Fray,DerekJ, Farthiny TomW. 2002 "Direct electrochemical reduction of titanium dioxide to titanium in moltencalciumchloride"nature407:36 1-64 .
3. Matthew ,J .Donachia ,Jr 1988 .Titanium :ATechnical Guide, Metals Park,OH:ASM international,p-16,Appendix J ISBN 0871703092 .
4. Matthew ,J .Donachia ,Jr 1988 .Titanium :ATechnical Guide, Metals Park,OH:ASM international, page 13-16 ,Appendices H and J .ISBN 08717030392 .
5. Lerner.R.w, 2002 .Titanium trichloride handling techniques .Anderson Chemical Div.,Stavffer Chemical Co .53(12):148-168.
6. Aurelian Cahus ,Arv 1979 .Electrodeposition of metal powder ,New Yourk ,Amstrdam ,part 3 ,p-320 -330.
7. Robert.S.N,B.N John , 1987 ,Preparation of crystal titanium by Iodine process .Inorganic Chemistry act ,10(2):166-176.
8. Sharpe .A.G. ,1981 Longman Group limited United States ,New Yourk ,p566.

Preparation and Purification of natural uranium metal by Iodine method.

*Jehad.A.Taies**

*University of Anbar ,Edducation college chemistry department

Abstract

In this work ,glass-metal apparatus was designed and manufactured which used for preparing ahigh purity uranium. The reaction is simply take place between iodine vapour and uranium metal at 500C in closed system to form uranium tetra iodide which is decomposed on hot wire at high temperature around 1100C. Also another apparatus was made from Glass and used for preparing ahigh purity of UI_4 more than 99.9% purity.