



**Программа содействия развитию МП в НТС «СТАРТ-2011»  
№ 9078р/14911  
по теме:**

**«Создание макропористых катализаторов гидротермального окисления для переработки жидких радиоактивных отходов»**

Руководитель:

с.н.с. лаб. сорбционных процессов, к.х.н. Папынов Е.К.

Исполнители:

зав. отделом сорбционных процессов, д.х.н., член-корр. РАН Авраменко В.А.

зав. лаб. сорбционных процессов, д.х.н. Братская С.Ю.

н.с. лаб. сорбционных процессов, к.х.н. Майоров В.Ю.

н.с. лаб. сорбционных процессов, к.х.н. Егорин А.М.

н.с. лаб. сорбционных процессов, к.х.н. Голуб А.В.

2011-2012 гг.



**ФОНД СОДЕЙСТВИЯ РАЗВИТИЮ**

малых форм предприятий в научно-технической сфере

## **ПРОГРАММА «СТАРТ-2011»**

*Государственная поддержка малых инновационных предприятий, стремящихся разработать и освоить производство нового товара, изделия, технологии или услуги с использованием результатов своих научно-технологических исследований, находящихся на начальной стадии развития и имеющих большой потенциал коммерциализации.*

**Согласно основным требованиям проекта были выполнены следующие условия:**

- ***В соответствии с 217 ФЗ (датированного 2 августа 2009), создано малое инновационное предприятие :***

**Общество с ограниченной ответственностью**

**«ДАЛЬХИМКАТ»**

**ИНН/КПП 2539112290/253901001**

**Пр-т 100-лет Владивостоку, 159; тел.: (423)2737-616; факс.: (423)2313-583**

**E-mail: Dalhimkat@mail.ru**



- ***Организована рабочая группа в лице молодых ученых (7 человек), как из числа сотрудников Института химии ДВО РАН, так и сторонних исполнителей.***
- ***Заключен Гос.контракт № 9078р/14911 от 27 апреля 2011 г. на выполнение 1 этапа научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ.***

## **Цель НИР:**

Исследование и разработка темплатного метода получения макропористых катализаторов гидротермального окисления на основе оксидов вольфрама и молибдена.

## **Научно-техническая задача, на решение которой направлен проект:**

Создание металлоксидных катализаторов жидкофазного окисления устойчивых в гидротермальных условиях для окисления металлоорганических комплексов радионуклидов.

## Основные результаты полученные в ходе выполнения проекта:

1. Разработан способ темплатного синтеза макропористых оксидов вольфрама и молибдена. Предложена общая и принципиальная схемы синтеза.

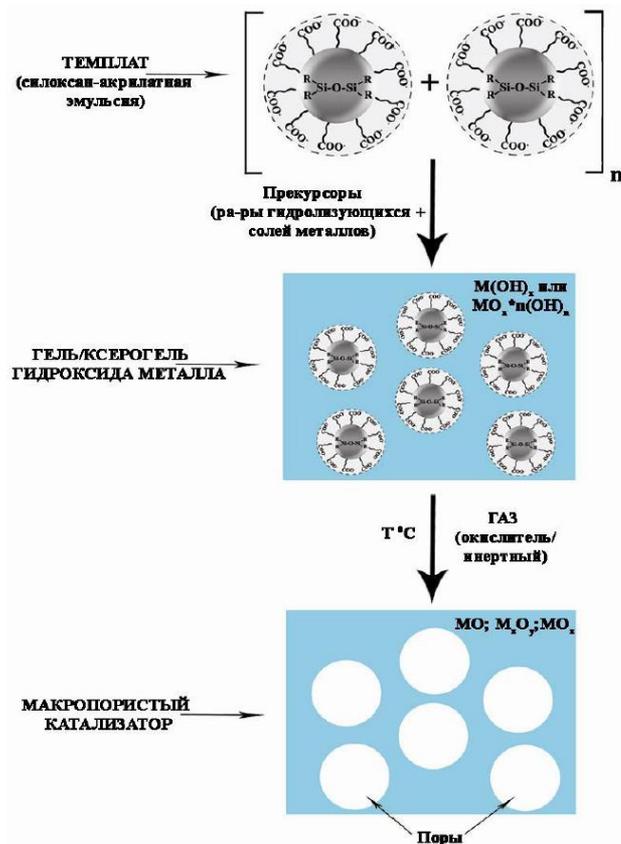


Рисунок 1. Общая и принципиальная схемы синтеза пористых оксидных материалов на основе вольфрама и молибдена.

2. Проведены физико-химические исследования структуры и химического состава лабораторных партий макропористых материалов. Выявлены оптимальные условия формирования развитой и устойчивой структуры катализатора.

Таблица 1. Характеристики макропористых материалов на основе оксидов вольфрама и молибдена.

Образец	Условия термообработки	Фазовый состав	$S_{уд.}$ , м <sup>2</sup> /г	$V_{макропор}$ , см <sup>3</sup> /г
<b>Макропористые материалы на основе оксидов вольфрама</b>				
W-400	400 °C, Ar	-	16.87	0.22
W-600	600 °C, Ar	WO <sub>2</sub> ;	18.12	0.35
W-800	800 °C, Ar	WO <sub>3</sub> ; WO <sub>2</sub> ;	18.81	0.32
W-900	900 °C, Ar	W; WO <sub>2</sub> ; WO <sub>3</sub>	7.7	0.19
W-1.1	600 °C, 21% O <sub>2</sub>	WO <sub>3</sub> ;	1	0.08
W-1.2	600 °C Ar; 300 °C, Ar + 2% O <sub>2</sub>	WO <sub>3</sub> ;	16.34	0.32
<b>Макропористые материалы на основе оксидов молибдена</b>				
Mo-400	400 °C, Ar	-	33.28	2.46
Mo-600	600 °C, Ar	-	114.14	2.81
Mo-800	800 °C, Ar	MoO <sub>2</sub> ; MoO <sub>3</sub>	78.19	2.41
Mo-900	900 °C, Ar	Mo <sub>2</sub> C;	68.06	1.25
Mo-1.1	600 °C, 21% O <sub>2</sub>	MoO <sub>3</sub> ;	0.32	1.20
Mo-1.2	600 °C, Ar; 300 °C, 21% O <sub>2</sub>	MoO <sub>3</sub> ;	0.53	3.65

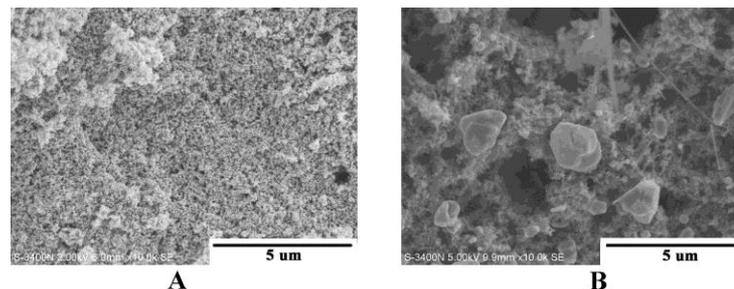


Рисунок 2. СЭМ изображения макропористых материалов на основе оксидов вольфрама.

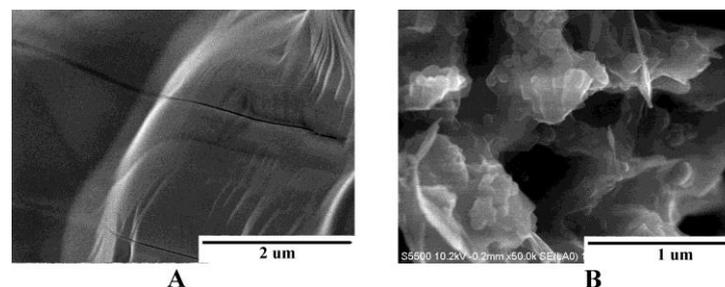


Рисунок 3. СЭМ изображения макропористых материалов на основе оксидов молибдена.

3. Проведены испытания катализаторов гидротермального окисления на основе оксидов вольфрама и молибдена в гидротермальных процессах переработки реальных кубовых остатков АЭС. Разработана лаб. установка гидротермального окисления растворов содержащих комплексы Со-Си-ЭДТА.

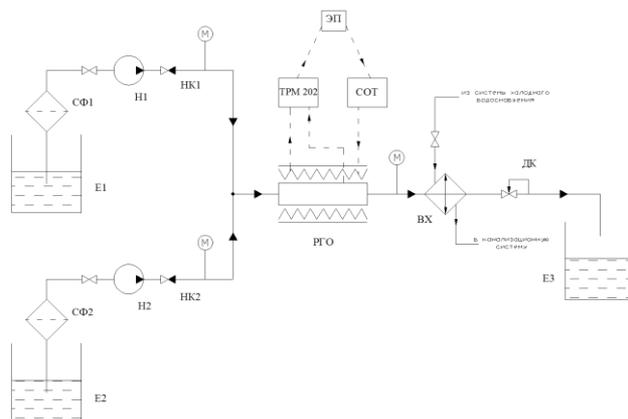


Рисунок 4. Принципиальная схема лабораторной установки для гидротермальной обработки: E1 – расходная емкость с модельным раствором; E2 – емкость с раствором окислителя; СФ1, СФ2 – сетчатые фильтры; Н1, Н2 – насосы дозирующие высокого давления; НК1, НК2 – невозвратные клапаны; ТРМ 202 – регулятор нагрева; А – автоматический регулятор напряжения; СОТ – силовой однофазный трансформатор; РГО – реактор для гидротермального окисления; ВХ – водяной холодильник; ДК – дроссельный клапан; Е3 – приемная емкость.

4. Разработка технологической и аппаратной схем пилотной установки получения катализаторов гидротермального окисления. Осуществлен монтаж и запуск установки. Отработаны режимы получения опытных партий катализаторов ГО.

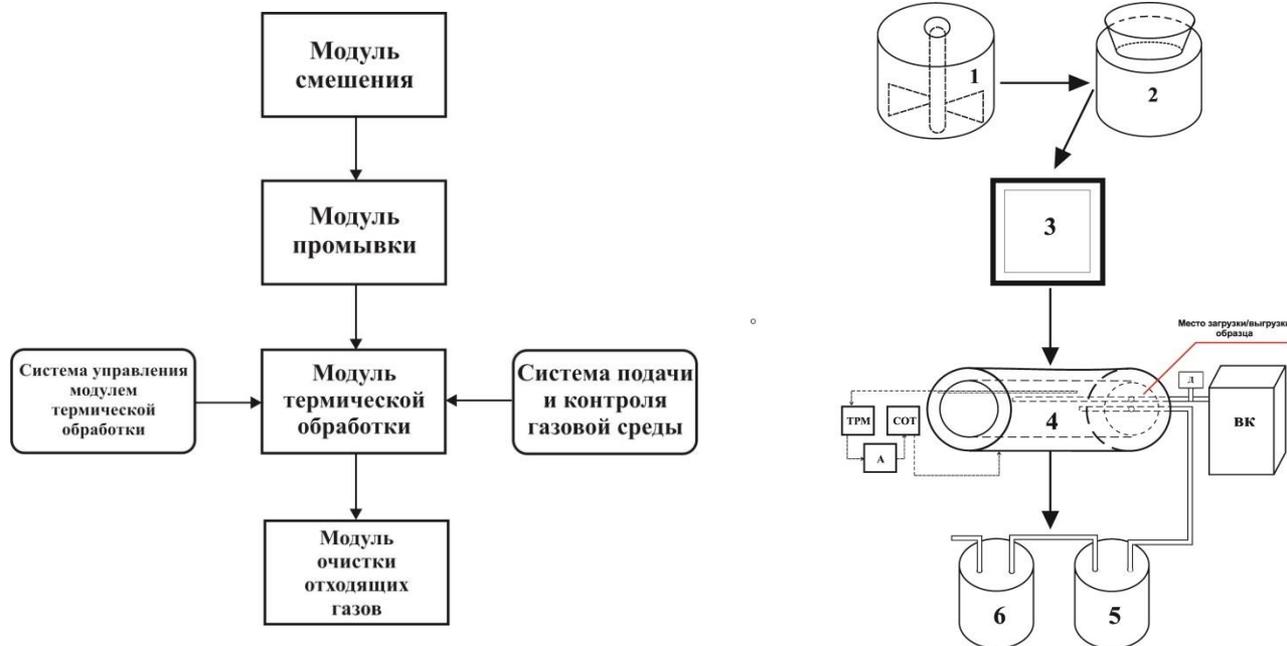


Рисунок 5. (А)- Технологическая схема установки получения катализаторов гидротермального окисления; (Б)- Аппаратурная схема установки получения катализаторов гидротермального окисления.

## **Степень новизны полученных результатов:**

Темплатным золь-гель синтезом получены новые катализаторы на основе оксидов вольфрама и молибдена с развитой макропористой структурой для жидкофазного окисления органических загрязнителей. В ходе испытаний каталитической эффективности макропористых катализаторов в реакциях гидротермального окисления металлорганических комплексов радионуклидов, представляющих основу ЖРО, установлено, что данные катализаторы снижают температуру гидротермального процесса минимум на 50 °С, тем самым снижают степень риска при обращении с РАО. Предлагаемые к разработке макропористые катализаторы наиболее перспективны для процессов гидротермальной переработки кубовых остатков АЭС и не имеют аналогов в мире.

## **Основные публикации по Проекту:**

### **Статьи:**

Папынов Е.К., Майоров В.Ю., Непомнящий А.В., Кайдалова Т.А., Авраменко В.А. Темплатный синтез макропористых материалов на основе оксидов вольфрама // Химическая технология, 2011, Т. 12, № 6. С. 367-373

Папынов Е.К., Майоров В.Ю., Паламарчук М.С., Шичалин О.О., Непомнящий А.В., Авраменко В.А. Темплатный синтез и исследование структурных характеристик материалов на основе оксидов вольфрама с развитой макропористой структурой // Вестник ДВО РАН. – Владивосток. - 2012. №5. – С. 83-93.

Papynov E.K., Mayorov V.Yu., Palamarchuk M.S., Bratskaya S.Yu., Avramenko V.A. Sol-gel synthesis of porous inorganic materials using "core-shell" latex particles as templates // Journal of Sol-Gel Science and Technology. - 2013. - Vol. 68, № 3. – P. 374-386.

### **Патент:**

Авраменко В.А., Папынов Е.К., Братская С.Ю., Зорин А.В. Патент РФ на изобретение «Способ получения макропористых материалов на основе оксидов вольфрама или макропористых оксидов вольфрама с частичным восстановлением вольфрама до металлической формы», номер охранного документа 2467795, дата приоритета 26.07.2011, решение о выдаче патента от 21.05.2012.

### **Техническое Условие:**

ТУ 2175-001-73263196-2012 Катализатор гидротермального окисления макропористый (марганцевый) КГМ-Мп В.А. Авраменко, Т.А. Сокольницкая, Е.К. Папынов.