

# 昇華法を用いたZrF<sub>4</sub>/HfF<sub>4</sub>の分離

③自然科学一般

小林真輝\*1、篠田隆文\*2、山本秀樹\*3

(\*1学部生) (\*2院生) (\*3環境都市工学部 エネルギー・環境工学科 教授)

## 研究概要・成果

### 1. 結言

**Zr** ジルコニウム(Zr)は熱中性子吸収断面積が最小であるので燃料棒の被覆管材料として最適な材料

**Hf** 被覆管材料としてZrに含まれるHfは熱中性子吸収断面積が大きく使用不可

自然界に存在しているジルコニウム(Zr)とハフニウム(Hf)は共にZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>Oとして存在

ジルコニウム(Zr)とハフニウム(Hf)は化学的・物理的な性質が類似、Hf/Zr=0.000001まで求められているが従来の溶媒抽出方法や晶析方法では非常に困難

ZrとHfをフッ化物にし、昇華温度の差を利用して昇華による分離

Table 1 The sublimation temperature of ZrF<sub>4</sub> and HfF<sub>4</sub>

ZrF <sub>4</sub> 昇華温度	HfF <sub>4</sub> 昇華温度
600°C	< 968°C

ZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>OからZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oを合成昇華実験により分離をICP評価

### 2.1 合成実験

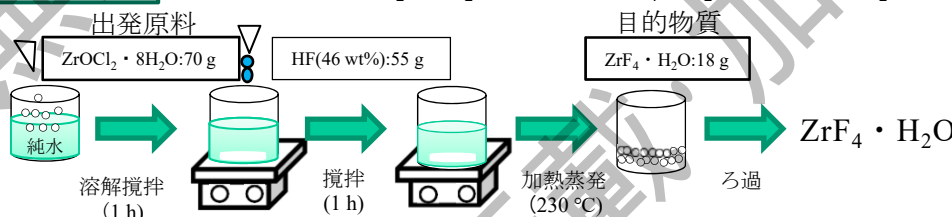
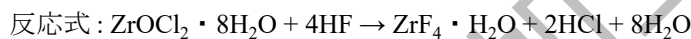


Fig. 1 Synthesis reaction of ZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>O

#### 実験内容

ZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>O(70 g)に純水を加え溶解

↓

HF(55 g)を加え、1 [h] 搅拌

↓

ホットスターラーで加熱し、蒸発

↓

合成して得られた固体をICPおよびXRD評価

### 2.2 昇華実験

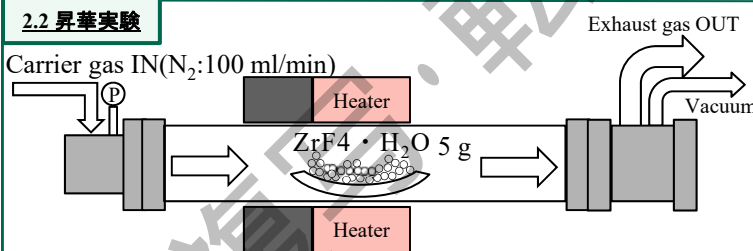


Fig. 2 Experimental apparatus

#### 実験内容

合成して得られた固体を焼成装置(Fig. 2)に5g仕込む

↓

Carrier gasの窒素で装置内を置換

↓

昇温温度を設定し、昇温を実行

↓

昇華して得られた固体をICPおよびXRD評価

#### 昇温条件

300°Cで1 [h] 保持  
水分を除去

↓

500°Cで1 [h] 保持  
水分を除去

↓

750°Cで45 [min] 保持  
Zrのみを昇華出来る温度で昇華

### 3. 実験結果及び考察

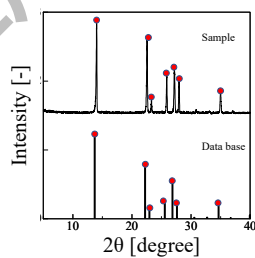


Fig. 3 Result of XRD analysis of product

#### XRD評価

ZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>Oから合成したZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>OをXRD評価

↓

ピーク位置からZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oであることを確認

Table 2 Result of ICP analysis of product

Sample	Zr [wt%]	Hf [wt%]	Hf/Zr [-]
ZrOCl <sub>2</sub> ・8H <sub>2</sub> O	33.2	0.858	0.0258
ZrF <sub>4</sub> ・H <sub>2</sub> O	58.0	1.278	0.0220
昇華した固体	80.6	0.942	0.0117

Hf/Zr dawn

#### ICP評価

ZrOCl<sub>2</sub>・8H<sub>2</sub>O、ZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oおよび昇華した固体をICP-AESを用いて評価し、Zr [wt%]およびHf [wt%]を算出

↓

算出したHf/Zr[-]の割合が昇華した固体において

**0.0258から0.0117に低減**

↓

昇華においてZrとHfが分離されることを確認

### 4. 結論

- 合成の実験からZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oが合成されることが確認
- ZrF<sub>4</sub>・H<sub>2</sub>Oを昇華させた固体のICP測定結果からHf/Zr=0.0258からHf/Zr=0.0117となり昇華によって分離できることを確認

### 応用分野、実用化可能分野

分離プロセス、材料開発、原子力

問合せ先: 関西大学 環境都市工学部 山本秀樹 E-mail: yhideki@kansai-u.ac.jp

関大ORDIST

先端科学技術推進機構

社会連携部 産学官連携センター、知財センター、イノベーション創生センター