

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОРОДА СУЛЬФАТА МЕТОДОМ ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

Тюфякова Д.С.¹, Данилов Д.А.¹, Ившина А.А.¹

¹⁾ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия
E-mail: tyufyakova02@mail.ru

DETERMINATION OF OXYGEN SULFATE CONTENT BY THE CARRIER GAS HOT EXTRACTION

Tyufyakova D.S.¹, Danilov D.A.¹, Ivshina A.A.¹

¹⁾ Urals Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,
Yekaterinburg, Russia

Oxygen at low concentrations in the LiF-NaF-KF system can form different anions. Sulfate's oxygen ion was analyzed by the carrier gas hot extraction.

Жидкосолевой реактор (ЖСР) – ядерный реактор, в котором солевой расплав служит тепловыделяющим элементом и теплоносителем. Одно из главных достоинств жидкосолевых реакторов – их безопасность. Поэтому, в настоящее время, создание и изучение ЖСР наиболее актуально. Основой для ЖСР может служить смесь солей LiF и BeF₂ (FLiBe) или LiF, NaF и KF (FLiNaK).

Фториды лития, натрия и калия (FLiNaK) – эвтектическая смесь, имеющая достаточно низкую температуру плавления 454°C. Актуальной задачей является как получение соли FLiNaK с низким содержанием кислорода, так и подтверждение этого аналитическими методами. В последнее время, одним из основных методов определения кислорода в таких системах является метод восстановительного плавления. При высоких содержаниях кислорода в замороженных плавах кислород образует соединения с одним из матричных компонентов, например Li₂O. Однако при достижении низких концентраций, соизмеримых с другими примесными неметаллами в системе, кислород может образовывать различные анионы, например SO₄²⁻, PO₄³⁻, NO₃⁻ [1]. Поведение кислорода в таких соединениях в методе восстановительного плавления практически не исследовалось.

Определение кислорода производилось методом восстановительного плавления в токе газа-носителя. Данный метод основан на выделении кислорода из пробы и его взаимодействии при высоких температурах с углеродом тигля с образованием монооксида углерода (CO), который детектируется с помощью инфракрасного датчика. Для измерения содержания кислорода была использована система определения газообразующих примесей HORIBA EMGA-620W/C. Анализ проводился в графитовых капсулах, в качестве газа-носителя был использован аргон.

В предварительно дегазированные графитовые капсулы было помещено по 50 мкл водного раствора с известным содержанием сульфат иона, так чтобы содержание сульфатного кислорода попадало в диапазон от 0.03 до 0.4 мг. Далее капсулы сушились при 90°C в течение 1 часа и отправлялись на анализ. Была получена зависимость «введено-найдено», свидетельствующая о количественной конверсии кислорода в СО.

Особое внимание было уделено процедуре измерения сигнала холостого опыта. Для этого исследовалось поглощение графитовой капсулой кислорода воздуха при различных температурах (30°C, 70°C, 90°C) и временных выдержках.

1. Guoqiang Zong, Zhi-Bing Zhang, Jia-Hong Sun, Ji-Chang Xiao, Preparation of highpurity molten FLiNaK salt by the hydrofluorination process, Journal of Fluorine Chemistry, (2017).