

АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ АНАЛИЗ КОМПОЗИЦИИ НА ОСНОВЕ РАСПЛАВА LiF-BeF₂ В ДУГОВОМ РАЗРЯДЕ

Бекмансурова Л.И.¹, Домбровская М.А.¹, Лисиенко Д.Г.¹

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

ATOMIC EMISSION ANALYSIS OF A COMPOSITION BASED ON A LiF-BeF₂ MELT IN AN ARC DISCHARGE

Bekmansurova L.I.¹, Dombrovskaya M.A.¹, Lisienko D.G.¹

¹) Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

A method for analyzing the fuel composition based on LiF-BeF₂ were developed. The excitation conditions of the spectra are optimized: alternating current arc discharge of 12 A, exposure time of 20 s, shot glass electrode. Metrological characteristics of the technique were evaluated.

В настоящее время является актуальной разработка технологии повторного использования отходов ядерной энергетики. Растворение U, Pu и продуктов их деления в расплавах фторидов лития и бериллия (FLiBe) – перспективный вариант реализации замкнутого ядерного топливного цикла [1]. FLiBe имеет двойное назначение: чистый расплав является теплоносителем, при растворении в расплаве UF₄ и/или PuF₄ – топливом реактора [2].

Состав расплава по основным компонентам – эвтектическая смесь LiF - BeF₂ с молярной долей солей 73 и 27 %. Контролируемыми примесями являются Al, B, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb, Si, и Zn с максимально допускаемой концентрации от 5 (для B) до 150 ppm (для Al). Работа посвящена разработке методики эмиссионного спектрального анализа с дуговым возбуждением топливной соли, содержащей UF₄ (массовая доля 5 %), и теплоносителя на основе расплава LiF-BeF₂. Метод позволяет определять примеси без дополнительных химических операций и длительной подготовки материалов.

В качестве базовых для установления состава FLiBe использованы действующие на предприятиях «Росатом» методики анализа Be и Li [3, 4]. Для возбуждения, регистрации спектров и обработки результатов использовали комплекс спектрального оборудования: спектрометр PGS-2 с многоканальным твердотельным детектором МАЭС, работающим в программном обеспечении (ПО) «Атом», и дуговой генератор «Везувий».

При регистрации излучения FLiBe и FLiBe + UF₄ в спектрах установлено наличие интенсивных молекулярных полос в области 282 – 330 нм. С использованием рентгенофазового анализа остатков проб из электродов на дифрактометре URD 6 в медном K_α излучении установлено, что источником молекулярных полос

является фторбериллат лития. Выбраны линии аналитов, свободные от наложений.

Характеризацию динамики испарения пробы выполнили по кривым выгорания при регистрации в режиме временной развертки спектра. Сравнивая временное распределение интенсивности линий для разных форм электродов и навески пробы, установили, что лучшие условия испарения обеспечивает электрод рюмка. Методом планирования на основе полного факторного эксперимента 2^3 выбраны оптимальные условия анализа. Изучено влияние следующих факторов: навеска пробы в кратере электрода, род и сила тока разряда. Параметры оптимизации – интенсивность линий аналитов (должна быть максимальной) и интенсивность молекулярных полос (должна быть низкой). Рекомендованы следующие условия возбуждения: дуговой разряд переменного тока 12 А, навеска 30 мг. Оценены метрологические характеристики методики для реальных проб в рекомендованных условиях: повторяемость, промежуточная прецизионность результатов и пределы обнаружения элементов. Алгоритм обработки результатов измерений соответствовал рекомендациям [5]. Хорошее согласование значений относительных показателей прецизионности разработанной и стандартизованных методик позволяет рекомендовать предложенную методику анализа в качестве рабочей для контроля примесного состава FLiBe.

1. Новиков В.М., Игнатъев В.В., Федулов В.И. и др. Жидкосолевые ЯЭУ: перспективы и проблемы / Атомная энергия. 2006. Т. 101. Вып. 4. С. 278-285.
2. Serrano-López R., Fradera J., Cuesta-López S. Molten salts database for energy applications. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification. V. 73, November 2013, P. 87-102.
3. ОСТ 95.505. Бериллий и его соединения. Методы спектрального анализа. – 1982.
4. И 25000.00946. Литий и литий хлористый. Спектральный метод измерения массовой доли примесей с переводом проб в углекислый литий. – Новосибирск, НЗХК. 2004.
5. РМГ 61-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартинформ, 2012.