

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОРОДА В ОБРАЗЦАХ НА ОСНОВЕ $AlCl_3$ -KCl

Данилов Д.А.^{*}, Карпов В.В., Онуфриева Т.А., Воинков А.Ю.

Уральский федеральный университет имени первого Президента России
Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

*E-mail: daniilinad@gmail.com

DETERMINATION OF OXYGEN IN SAMPLES BASED ON $AlCl_3$ -KCl

Danilov D.A., Karpov V.V., Onufriyeva T.A., Voinkov A.Y.

Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

The determination of oxygen by carrier gas hot extraction is applied for samples based on $AlCl_3$ -KCl. Good accuracy was achieved using graphite powder and tin bath saturated with silicon carbide.

Атомная энергетика является одной из наиболее наукоёмких отраслей промышленности. Постоянный поиск новых безопасных, экономичных, универсальных технологий требует применения надежных и точных методов контроля состава технологических продуктов.

Одним из бурно развивающихся направлений в атомной промышленности является использование расплавов солей как технологической среды для процессов разделения и концентрирования. Примером такой системы является эквимольная смесь хлоридов алюминия и калия ($AlCl_3$ -KCl). Свойства расплава позволяют использовать его в процессе рафинирования циркония или в качестве теплоносителя перспективных ядерных реакторов. Критически важной характеристикой такой системы является содержание кислорода.

В настоящее время аналитическая химия ограничена в выборе надёжного и доступного метода контроля содержания кислорода. Методы либо дороги, либо не позволяют добиться требуемых метрологических показателей.

При анализе содержания кислорода в металлах и сплавах зарекомендовал себя метод восстановительного плавления. В основе его лежит перевод кислорода из образца в газовую фазу в форме окиси углерода при плавлении в вакууме или в среде инертного газа в графитовом тигле.

Представляло интерес применить метод восстановительного плавления для определения содержания кислорода в образцах на основе $AlCl_3$ -KCl.

Задача осложняется рядом факторов:

- $AlCl_3$ -KCl гигроскопичен и поглощенная вода завышает содержание кислорода при анализе;
- Кислород в $AlCl_3$ -KCl в основном содержится в виде оксида Al_2O_3 . Сродство кислорода к алюминию одно из самых высоких среди металлов, что требует повышенных температур при анализе;

- При температурах анализа (2500-3000°C) в системе $\text{AlCl}_3\text{-KCl-Al}_2\text{O}_3\text{-C}_{\text{тигель}}$ происходит образование летучих субоксидов, оксикарбидов, оксихлоридов алюминия, способных вынести кислород из реакционной ячейки в не аналитически активной форме (CO);
- $\text{AlCl}_3\text{-KCl}$ в ходе анализа испаряется и конденсируется на холодных частях печи, газопроводах и т.д. Дальнейший гидролиз хлорида атмосферной влагой приводит к необратимому разрушению элементов установки.

Термодинамический анализ системы показал, что газообразный CO является единственным носителем кислорода в условиях равновесия. Поэтому основное внимание было уделено кинетическим факторам, т.е. созданию более тесного и продолжительного контакта компонентов пробы. Для этого в тигель над пробой помещался графитовый порошок. Вместе с этим для подавления образования летучих субоксидов алюминия предложено введение в систему под слой графитового порошка оловянной ванны, насыщенной карбидом кремния.

Данный подход позволил добиться показателя точности в 7 отн % для синтетических образцов $\text{AlCl}_3\text{-KCl-Al}_2\text{O}_3$ с содержанием кислорода от 1 до 5 мас %.

СОРБЦИЯ ПАЛЛАДИЯ(II) КОМПОЗИЦИОННЫМ СОРБЕНТОМ “КАТИОНИТ КУ-2×8-СУЛЬФИД СВИНЦА”

Бобылев А.Е.^{1*}, Марков В.Ф.^{1,2}, Маскаева Л.Н.^{1,2}

¹⁾ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

²⁾ Уральский институт ГПС МЧС России, г. Екатеринбург, Россия

*E-mail: boblv@el.ru

SORPTION OF PALLADIUM (II) ON COMPOSITE SORBENT "CATION EXCHANGE RESIN KU-2×8-LEAD SULFIDE"

Bobylev A.E.^{1*}, Markov V.P.^{1,2}, Maskaeva L.N.^{1,2}

¹⁾ Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

²⁾ Ural institute of Ministry for Emergency Situations of Russia, Yekaterinburg, Russia

Sorption of palladium by lead sulfide based composite sorbents from aqueous solutions containing palladium chloride 0.005 M and sodium chloride 0.1 M was studied in this work. The results obtained have shown the prospects of use of this composite sorbent for palladium and other PGMs separation from industrial solutions.

Наиболее перспективным методом концентрирования металлов платиновой группы, в том числе и палладия(II), из растворов сложного солевого состава является ионообменная сорбция. Наибольшую селективность по отношению к