

УДК 546.791;542.942

А.И. Комяк, Д.С. Умрейко, Е.В. Вилейшикова, А.П. Зажогин, С.Д. Умрейко

РАЗРАБОТКА ЛАЗЕРНЫХ УЛЬТРА ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРАНА В РАСТВОРАХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ИСКРОВОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ СО СДВОЕННЫМИ ЛАЗЕРНЫМИ ИМПУЛЬСАМИ

*Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030 Минск,
Беларусь
zajogin_an@mail.ru*

Технологический контроль процессов переработки жидких радиоактивных отходов, а также процессов кондиционирования их обеспечивается постоянным аналитическим сопровождением. Последнее, включает в себя, широкий спектр радиохимических, физических и физико-химических методов анализа. Применяемые методы анализа систематически модифицируются и множатся в соответствии с развитием и вновь возникающими потребностями технологических процессов. Растворы, подлежащие аналитическому контролю, представляют собой многокомпонентные системы. Хотя типичные концентрации растворов макрокомпонентов достаточно высокие (от $n\cdot\text{мг}/\text{л}$ и выше), задача многокомпонентного анализа таких растворов очень сложна. Кроме того, эта задача осложнена высокими уровнями радиоактивности.

Химические методы количественного определения урана, к которым относятся весовые и титrimетрические методы, отличаются большим разнообразием, обусловленным тем, что уран принадлежит к числу элементов, способных легко проявлять различную валентность, а также обладает ярко выраженной склонностью к образованию труднорастворимых соединений и комплексов с большим числом различных реагентов. Эти свойства урана находятся в тесной связи со строением его электронной оболочки, а также с легкой поляризуемостью его ионов. Все известные в настоящее время весовые методы определения урана основаны на осаждении его из растворов, в которых он находится в четырех- и шестивалентном состоянии. Кроме того, минимальная концентрация урана, при которой еще возможно его весовое определение с необходимой точностью, равна $0,05 \text{ мг}/\text{мл}$, что также является намного большей величиной, чем в случае применения других методов.

Существенным недостатком весовых методов определения урана является большая их продолжительность. Вследствие этого, несмотря на большое число разработанных весовых методов определения урана, они находят ограниченное практическое применение.

Целью данной работы являлась разработка методик определения содержания урана в растворах лазерным атомно-эмиссионным методом, обеспечивающих достаточную точность, высокую скорость и безопасность проведения анализов. Для повышения чувствительности анализа использовался метод осаждения иона уранила на бумажном фильтре с помощью ортофосфата калия. Растворимость ортофосфата уранила очень мала, так произведение растворимости его равно $6,2 \cdot 10^{-24}$ [1]/

Для проведения исследований использовался лазерный многоканальный атомно-эмиссионный спектрометр LSS-1. В качестве источника возбуждения плазмы в спектрометре используется двухимпульсный неодимовый лазер (модель LS2131 DM). Лазер обладает широкими возможностями как для регулировки энергии импульсов (от 10 до 80 мДж), так и временного интервала между импульсами (от 0 до 100 мкс).

Для проведения экспериментов кусочек бумажного фильтра диаметром 20 мм наклеивался на поверхность держателя образцов, а затем на поверхность фильтра наносилось и высушивалось по 10 мкл водных растворов 5% K_3PO_4 (в качестве осадителя урана). Затем поверх соли наносилось по 10 мкл растворов, содержащих различные количества уранилнитрата ($0,5\%, 0,1\%, 5 \cdot 10^{-2}\%, 10^{-2}\%, 5 \cdot 10^{-3}\%$ и $10^{-3}\%$ по урану). Все образцы помещались в герметичные стеклянные контейнеры, в которых и проводился анализ. Определение концентрации урана проводилось по одной из наиболее интенсивных в спектрах ионной линии U II ($\lambda=385,958$ нм). Для измерений использованы следующие параметры лазерных импульсов: интервал между импульсами 6 мкс, энергия импульсов 67 мДж.

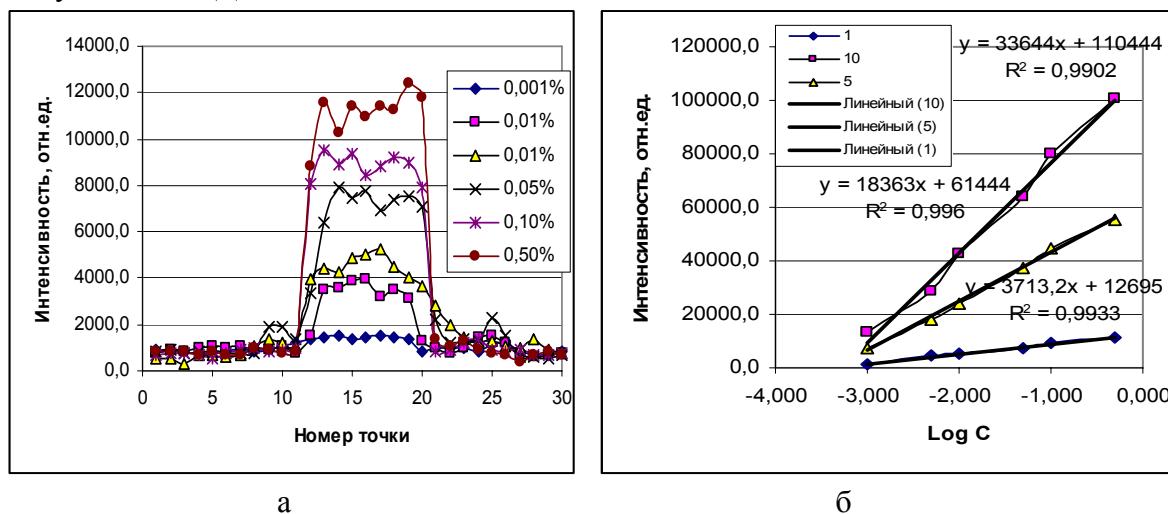


Рис.1. Зависимость интенсивности линии урана в спектрах от концентрации (а); градуировочный график - (б) по одной точке - 1, по сумме пяти – 5, по сумме десяти - 10

Как видно из рис. 1а, предварительное нанесение на подложку ортофосфата калия приводит к существенному уменьшению размера капли и соответствующему увеличению интенсивности линий. Наблюдается хорошая линейная зависимость между интенсивностью и концентрацией рис. 1б для результатов взятых по 1, 5 и 10 точкам.. Для повышения чувствительности можно суммировать результаты по большему количеству точек.

Проведенные исследования показали, что предварительное нанесение ортофосфата калия позволяет значительно уменьшить размеры зоны распределения и тем самым повысить интенсивность линий макроэлементов при их последующем нанесении. Использование фосфатов калия для увеличения интенсивности линий в спектрах высоких капель является перспективным направлением для разработки методик количественного анализа многокомпонентных водных растворов радиоактивных жидким отходов методом лазерной атомно-эмиссионной спектрометрии со сдвоенными лазерными импульсами.

Как видно из этих данных предлагаемая методика позволяет определять содержание урана в высушенных растворах при довольно низких концентрациях его.

- [1] Кобец Л. В., Умрейко Д. С. Фосфаты урана. // Успехи химии. - 1983. – Т. LII, вып. 6. – С. 897.