

ЦЕНТРАЛЬНАЯ ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ (ЦЗЛ) УРАЛЬСКОГО ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО КОМБИНАТА. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА УРАНОВОЙ ПРОДУКЦИИ И ЭКОАНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ

Г.С.Соловьев, А.В.Сапрыгин, В.М.Голик, И.С.Израилевич
Уральский электрохимический комбинат (УЭХК)
624130, Новоуральск, Дзержинского, 2

Соловьев Геннадий Сергеевич - зам. генерального директора УЭХК по научной работе и ядерной безопасности, кандидат физико-математических наук.

Область научных интересов: проблемы разделения изотопов и ядерного топливного цикла, вопросы контроля ядерной безопасности, аналитического контроля при переработке ядерных делящихся материалов.

Сапрыгин Александр Викторович - начальник ЦЗЛ Уральского электрохимического комбината, кандидат технических наук.

Область научных интересов: радиометрические и масс-спектрометрические методы анализа урановых материалов и объектов окружающей среды.

Голик Василий Михайлович - зам. начальника ЦЗЛ Уральского электрохимического комбината, кандидат технических наук.

Область научных интересов: аналитическая химия высокочистых веществ, атомная и атомно-абсорбционная спектрометрия и масс-спектрометрия с ИСП урановых материалов и объектов окружающей среды.

Израилевич Иосиф Семенович - доктор технических наук, ведущий инженер ЦЗЛ Уральского электрохимического комбината.

Область научных интересов: физические и химические методы определения содержания примесей, в том числе радиоактивных, в урановых материалах и объектах окружающей среды.

ЦЗЛ УЭХК была образована в ноябре 1946 г., вскоре после начала строительства первого в СССР завода по обогащению урана диффузионным методом.

На заводе, где впервые в стране закладывались основы совершенно новой отрасли промышленности, естественно должна была развиваться многоплановая научно-техническая деятельность. Проведение многочисленных и разнообразных исследований было необходимо в связи с буквально ежедневно появляющимися новыми, зачастую неожиданными вопросами, возникающими на производстве, как в период его создания, так и, как показал опыт, во все последующие времена. Кроме того, необходимо было во все увеличивающихся масштабах вести разнообразные исследовательские работы по совершенствованию только что возникшего нового технологического процесса: оптимизировать технологические схемы, исследовать причины коррозионных потерь и пути их уменьшения, исследовать и улучшать свойства диффузионных фильтров и др.

Для контроля, управления и совершенствования технологического процесса разделения изо-

топов урана требовалось развивать системы контроля рабочей среды - изотопного и химического анализа UF_6 .

В ЦЗЛ были образованы 10 лабораторий различного профиля. В 1988 г. технологические исследовательские лаборатории ЦЗЛ были переведены в состав отраслевого научно-производственного центра, образованного на предприятии.

В настоящее время аналитический центр ЦЗЛ включает в себя две лаборатории, специализирующиеся в области изотопного и химического анализа урана и экоаналитического контроля: масс-спектрометрическую, химико-аналитическую и Лабораторию охраны окружающей среды.

1. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

Лаборатория была организована в 1950 г., ее первым начальником был известный специалист в области масс-спектрометрии, разработчик первых отечественных масс-спектрометров, доктор технических наук Н.А.Шеховцев.

В настоящее время в состав лаборатории входят три группы: группа контроля технологичес-

кого процесса, группа контроля товарной продукции и разработки стандартных образцов изотопного состава урана, группа эксплуатации и наладки (эта группа занимается также разработкой и совершенствованием узлов масс-спектрометрической аппаратуры и программного обеспечения).

Лаборатория оснащена масс-спектрометрами типа МИ 1201 АГ отечественного производства, приборами фирмы FINNIGAN-MAT: MAT-281 для прецизионного анализа изотопного состава урана в гексафториде урана, MAT-262 для анализа изотопного состава урана в твердой фазе, приборами для элементного анализа: искровым масс-спектрометром JMS-01 BM-2 фирмы "JEOL" (Япония) и масс-спектрометром SOLA фирмы FINNIGAN-MAT.

Изотопный анализ может быть произведен и путем перевода твердофазных соединений урана в газовую фазу (UF_6) методом микрофторирования атомарным фтором, получаемым термокаталитическим способом в никелевых реакторах, встроенных в напускную систему масс-спектрометра МИ 1201 АГ.

Масс-спектрометрический метод используется в лаборатории и для анализа содержания летучих микропримесей в гексафториде урана. Пределы обнаружения на уровне от $1 \cdot 10^{-5} \%$ достигаются за счет использования различных методов концентрирования примесей (криогенного, сорбционного).

Разработаны методики анализа органических (фторорганических) примесей в гексафториде урана масс-спектрометрией на отрицательных ионах (с "мягкой" ионизацией низкоэнергетическими электронами, не приводящей к деструкции высокомолекулярных соединений).

Лаборатория является базовой отраслевой организацией по разработке и изготовлению стандартных образцов (СО) изотопного состава урана. Создана новая система СО, содержащая более 100 номиналов, аттестованных в качестве отраслевых и государственных стандартов. Система основана на использовании сверхчистых моноизотопных материалов: урана-238-99,99999% и урана-235-99,995%. Погрешность аттестации СО на содержание урана-235 не превышает 0,05% (относительных).

В лаборатории в настоящее время с участием Приборного завода комбината начаты работы по модернизации приборов МИ-1201 выпуска до 1983 г.

2. ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

Лаборатория была образована в 1950 г., ее первым начальником был известный химик-ана-

литик, профессор Ю.В.Карякин. Лаборатория состоит из четырех групп: спектрального, физико-химического, радиометрического методов анализа и группы анализа газов и органических веществ.

В группе спектрального анализа выполняются анализы качества готовой урановой продукции (слабообогащенного гексафторида урана) и различных полупродуктов. Кроме того, в группе производится большой объем аналитических работ в области экоаналитического контроля: определение содержания металлов в природных и сточных водах, пробах воздушной среды, почвах, растительных материалах и др.

Лаборатория имеет в своем распоряжении атомно-эмиссионный спектрометр с ИСП (индуктивно-связанной плазмой) PLASMA 2000 и масс-спектрометр ИСП ELAN 6000 фирмы Perkin-Elmer, атомно-абсорбционные спектрометры моделей 2100 и 5100 той же фирмы, а также ААС-4 фирмы Karl Zeiss, приборы с фотографической регистрацией спектров (ДФС-8, ДФС-13). Для пробоподготовки используется микроволновая печь MDS-2000. Имеется установка для ультраочистки воды серии ELGA MAXIMA (фирма Ströhlein, Германия). С помощью прибора ELAN 6000 кроме анализа урановой продукции выполняется анализ содержания 17 металлов в природных и сточных водах на уровне менее 0,1 мкг/л ($As < 0,01$ мкг/л, $Hg, Cd < 0,001$ мкг/л), 8 металлов в образцах почвы.

В группе физико-химических методов анализа выполняются анализы для аттестации качества готовой продукции: определение содержания урана в гексафториде урана и ряда примесей в гексафториде и закиси-оксида урана. Для определения микроколичеств урана в природных и сточных водах, а также для технологических анализов используется лазерно-люминесцентный метод, определяется содержание ряда анионов в воде, в пробах воздуха определяются диоксиды азота и серы, аммиак и фтор.

При спектрохимических измерениях используются спектрофотометры SPECOL-221, LAMBDA-20, СФ-46, при потенциометрическом титровании - титратор DL 70 фирмы Mettler, используются ионометры фирмы Mettler DELTA-350, МА-235 в комплекте с необходимыми ион-селективными электродами.

Для подготовки проб внешней среды (почва, растительность, донные отложения, овощи и др.) используется микроволновая техника, а также сжигание в установке "Апион" в суперокислительной среде при низких (не более $400^\circ C$) температурах (смесь O_2, O_3 , оксидов азота).

Группа радиометрических методов анализа

была организована в 1948 г. для проведения изотопного анализа урана по измерению альфа-активности образцов и путем регистрации продуктов деления при облучении образца нейтронами. В настоящее время для изотопного анализа здесь используется гамма-спектрометрический метод (регистрация гамма-излучения урана-235). Но большая часть задач связана с определением ряда радиоактивных примесей (уран-232, технеций-99, плутоний, нептуний, продукты деления урана) в товарной продукции и объектах окружающей среды.

В группе для гамма-спектрометрического анализа используется гамма-спектрометр фирмы Intertechnique (Франция) на основе полупроводникового детектора из особо чистого германия.

Для альфа-спектрометрического метода используются ионизационные альфа-спектрометры высокого разрешения с ионизационной камерой с сеткой, изготовленные на УЭХК.

Для альфа-радиометрических измерений проб объектов окружающей среды используются низкофоновые автоматические радиометры "Альфа", изготавливаемые Приборным заводом УЭХК.

Для бета-радиометрических измерений технеция-99 используется низкофоновый бета-радиометр "MINI-20" фирмы Intertechnique.

В группе анализа газов и органических веществ выполняются анализы содержания органических и фторорганических примесей в урановых материалах и пробах окружающей среды, анализы газов, выделяющихся из конструкционных материалов.

В группе используются ИК-спектрометры FTIR-1650, хромато-масс-спектрометр Q mass 910, газовые хроматографы серии 8700, AUTOSYSTEM XL, жидкостные хроматографы INTEGRAL-4000, газоанализаторы содержания углерода, водорода, азота ELEMENT CHN - все приборы фирмы Perkin-Elmer.

Определяется содержание нефтепродуктов во всех видах природных и сточных вод.

Разработана и используется методика анализа содержания растворимых газов в трансформаторном масле для определения состояния высоковольтного оборудования, производятся анализы всех видов смазочных материалов и топлива, включая определение давления насыщенных паров масел и определение содержания фреона-113 в масле.

С помощью ИК-спектрометрии производятся анализы соответствия ГОСТам масел и сорбентов на более высоком техническом уровне, чем по стандартным методикам.

В лаборатории имеется специальный участок

для расфасовки проб в виде жидкого гексафторида урана в лейкосапфировые и фторопластовые отборники на специальной автоматизированной установке. На этом участке были проведены исследования растворимости летучих и нелетучих примесей в жидком гексафториде урана, исследование электрических и других физико-химических свойств жидкого гексафторида урана. Здесь же находится оборудование для криохимического получения ультрачистой основы (закиси-окиси урана) для стандартных образцов химического состава урана. Криохимическим методом был изготовлен комплект СО закиси-окиси урана, аттестованной на содержание 21 примеси (СОУ-21), стандартные образцы закиси-окиси урана, аттестованные на содержание технеция-99, плутония и нептуния.

Химико-аналитическая лаборатория аттестована УНИИМ на выполнение измерений в области контроля объектов окружающей среды и имеет свидетельство УНИИМ об аттестации в области экоаналитического контроля. В настоящее время заканчиваются работы по аккредитации лаборатории в области экоаналитического контроля.

На 1999 г. запланировано проведение аккредитации масс-спектрометрической и химико-аналитической лабораторий в области контроля качества урановых материалов.

Масс-спектрометрическая и химико-аналитическая лаборатории ЦЗЛ выполняют большой объем анализов по аттестации качества урановой продукции, поставляемой УЭХК на экспорт (услуги по обогащению, слабообогащенный уран). В течение более 25 лет поставок не было ни одного обоснованного случая рекламации по качеству от заказчиков.

3. ЛАБОРАТОРИЯ ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Лаборатория состоит из трех групп: группы контроля выбросов и сбросов загрязняющих и радиоактивных веществ, группы разработки процессов и аппаратов обезвреживания газовых выбросов и группы регенерации и обезвреживания твердых и жидких отходов.

Группа контроля выбросов и сбросов производит отбор проб объектов окружающей среды по утвержденным и согласованным графикам и обобщение результатов (анализы выполняются в химико-аналитической лаборатории).

ЦЗЛ УЭХК имеет лицензию Областного комитета по охране природы на деятельность по проведению измерений и анализов в области экоаналитического контроля.