

— это стабильные мешающие элементы, то есть, которые могут влиять на результат анализа при определении радиоактивных изотопов. Важно, что мешающие элементы не всегда являются элементами матрицы проб, а могут быть элементами, которые входят в состав растворителя или реагента. Для определения мешающих элементов необходимо провести исследование, чтобы выделить из матрицы проб ионизированную массу, которая содержит информацию о мешающих элементах.

УДК 543.42

Чтобы изучить влияние мешающих элементов на результаты определения радиоактивных изотопов, было проведено исследование, в котором были изучены различные методы определения примесей в урановых материалах. Было установлено, что метод масс-спектрометрии с индуктивно связанным плазмой (ИСП-МС) является наиболее точным и чувствительным методом определения примесей в урановых материалах. Однако, для применения ИСП-МС для определения примесей в урановых материалах необходимо учитывать некоторые факторы, такие как температура плазмы, давление газа, концентрация ионов, а также наличие мешающих элементов в матрице проб.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕШАЮЩИХ ФАКТОРОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ПРИМЕСЕЙ В УРАНОВЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

А.В. Сапрыгин, В.М. Голик, Т.А. Кисель, С.А. Трепачев.

Уральский электрохимический комбинат

624130, Новоуральск Свердловской обл., Дзержинского, 2

czi@ueip.ru

В работе исследованы возможности метода масс-спектрометрии с индуктивно связанный плазмой для определения примесей в урановых материалах. Рассмотрены два варианта проведения анализа: прямое определение примесей в урансодержащих растворах и с предварительным отделением урана. Проведена оценка влияния компонентов матрицы пробы. Для обоих вариантов поведения анализов рассчитаны пределы обнаружения.

В настоящее время для контроля содержания летучих и нелетучих фторидов в урановых материалах применяется химико-спектральная методика анализа с экстракционно-хроматографическим отделением урана на колонке, заполненной фторопластом с нанесенным на его поверхность трибутилфосфатом (ТБФ) [1]. Методика обеспечивает достаточную чувствительность определения почти всех контролируемых элементов, но ее выполнение связано с длительными и трудоемкими операциями упаривания элюата, растирания проб, взятия навесок.

Новые возможности для замены рутинных спектральных методов анализа с фотографической регистрацией появились с развитием масс-спектрометрического с индуктивно связанный плазмой (ИСП-МС) метода анализа, который имеет уникальные характеристики для элементного и изотопного анализа различных объектов [2]. Опубликовано большое число работ, описывающих аппаратуру и аналитическое применение этого метода, и хотя количество публикаций, посвященных ИСП-МС методу анализа урановых материалов, пока не велико, такие публикации встречаются [3-5]. Общим для этих работ является то, что анализ выполнялся прямым методом без отделения урана, при его содержании в ра-

створе 500-1000 мг/л, несмотря на отмеченное подавление ионных аналитических сигналов в присутствии урана. Достигаемые пределы определения для различных элементов лежат в пределах 0,01-0,1 мкг/г урана. Во всех работах отмечались трудности при определении таких элементов, как Fe, Mg, K, Na, Ca, Si. Цель нашей работы состояла в исследовании возможности метода масс-спектрометрии с ИСП для определения стабильных примесей в урановых материалах с использованием масс-спектрометра "ELAN-6000".

Первоочередной задачей при разработке новых методик анализа является выявление и исследование факторов (прежде всего матричных эффектов), имеющих влияние на результаты анализа. В качестве матричных были выбраны компоненты, которые могут влиять на величину аналитического сигнала при анализе гексафторида урана ИСП-МС методом с различной подготовкой проб: при прямом определении из разбавленных растворов уранилфторида или с предварительным отделением урана методами экстракционной хроматографии и периодической экстракции. При прямом ИСП-МС анализе разбавленного уранилфторида основным мешающим компонентом матрицы является уран, так как его

концентрация в анализируемом растворе составляет 100-1000 мг/л при различном значении фактора разбавления. Концентрация плавиковой кислоты в исходном растворе гидролизата (раствора, полученного в результате гидролиза UF_6) может достигать 10 % об., но при разбавлении раствора до 100-1000 мг урана/л концентрация фтороводородной кислоты не будет превышать 0,1 % об.

Для химико-масс-спектрометрического определения примесей были использованы уже известные варианты экстракционно-хроматографического разделения и обычной периодической экстракции с использованием ТБФ [1, 6]. Другие экстрагенты, применяемые в анализе урановых материалов, не исследовались, так как они, в отличие от ТБФ являются менее универсальными.

Экстракцию урана трибутилфосфатом проводят в среде 5N азотной кислоты, поэтому основным мешающим компонентом матрицы при масс-спектральном определении становится достаточно концентрированный раствор азотной кислоты. Кроме азотной кислоты в этих растворах присутствуют остаточные количества урана и трибутилфосфата.

Для оценки остаточных количеств урана в водной фазе были проанализированы растворы после отделения 500 мг урана на хроматографической колонке и после одно- и двукратной периодической экстракции.

Приведенные в табл. 1 результаты расчетов коэффициентов распределения подтверждают, что по эффективности отделения урана экстракционная хроматография во много раз превосходит периодическую экстракцию.

Таблица 1

Сравнение методов отделения урана экстракцией с ТБФ (среда - 5N азотная кислота)

Способ отделения урана, навеска урана 500 мг.	Концентрация урана в водной фазе, мг/л	Остаточное количество урана в водной фазе, мг (объем элюата 25 мл)	Коэффициент распределения урана, K
Экстракционная хроматография	$\approx 0,070$	$\approx 0,003$	$\approx 170\ 000$
Периодическая 2-х кратная экстракция	≈ 20	≈ 1	$= 500$
Периодическая однократная экстракция	≥ 100	$4 - 10$	$50 - 120$

В этих же растворах методом ИК спектроскопии были определены остаточные количества экстрагента - ТБФ. Содержание ТБФ в водной фазе после прямой экстракции оказалось равным 0,5 г/л, а после экстракционно-хроматографического отделения урана - 0,25 г/л.

Таким образом, в качестве мешающих матричных компонентов были исследованы азотная и фтороводородная кислоты, трибутилфосфат и уран. Концентрация каждой примеси в модельных растворах составляла 10 мкг/л.

Содержания матричных компонентов варьировали:

- от 0 до 5 N для азотной кислоты, что соответствует 0-30 % об.;
- от 0 до 20 % об. для фтороводородной кислоты;
- от 0 до 2 % об. для трибутилфосфата;
- от 0 до 1 г/л для урана.

Концентрация азотной кислоты в растворах составляла 1 об. % при исследовании влияния урана и 2,5 N при исследовании влияния трибутилфосфата.

Экспериментальные зависимости влияния

азотной кислоты, трибутилфосфата и урана на величину аналитического сигнала для некоторых элементов приведены на рис. 1-3, для остальных элементов зависимости имеют такой же характер. Зависимости приведены в координатах $I(AH)/I(AHO) - C_m$, где: $I(AH)$ - сигнал аналита в присутствии матричного компонента; $I(AHO)$ - сигнал аналита без матричной составляющей; C_m - концентрация (содержание) матричного компонента в растворе.

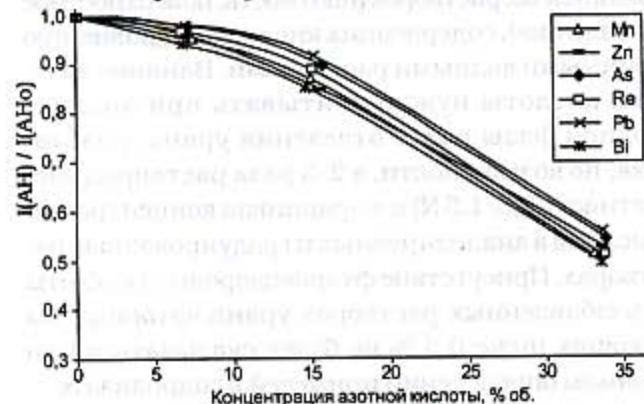


Рис.1. Влияние азотной кислоты на аналитические сигналы элементов

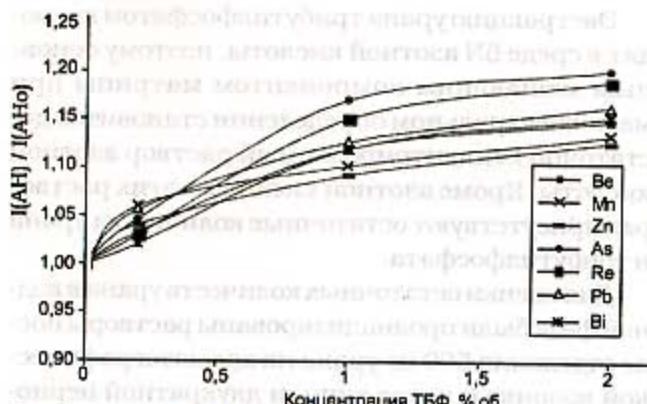


Рис.2. Влияние трибутилфосфата на аналитические сигналы элементов

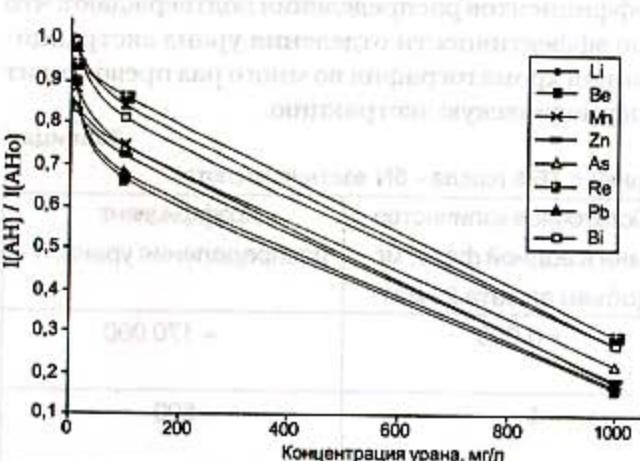


Рис.3. Влияние урана на аналитические сигналы элементов

Азотная и фтороводородная кислоты оказывают подавляющее влияние на аналитические сигналы всех определяемых элементов при их концентрации свыше 1-3% об. Подавляющее влияние более отчетливо проявляется для азотной кислоты, чем для фтороводородной (зависимости аналитических сигналов от концентрации кислоты в растворах аналогичны зависимостям, полученным в эксперименте с азотной кислотой, но подавляющее действие менее выражено) и связано с изменением физических свойств анализируемых растворов (плотность, поверхностное натяжение), содержащих кислоту, по сравнению с чистыми водными растворами. Влияние азотной кислоты нужно учитывать при анализе водной фазы после отделения урана, разбавляя, по возможности, в 2-3 раза растворы (кислотность 2,5-1,5 N) и выравнивая концентрации кислоты в анализируемом и градиуровочных растворах. Присутствие фтороводородной кислоты в разбавленных растворах уранилфторида на уровнях ниже 0,5 % не будет сказываться при прямом определении примесей в гидролизате.

Определяющим фактором "положительного эффекта" добавок ТБФ, по сравнению с водными

растворами, является, вероятно, уменьшение поверхностного натяжения и более высокая эффективность распыления аэрозоля (рис. 2). Присутствие 0,2 % об. ТБФ в анализируемом растворе увеличивает аналитические сигналы элементов на 5-10 %. Содержание остаточных количеств трибутилфосфата в водной фазе после экстракции значительно ниже (0,25-0,5 мг/л) и не будет сказываться на результатах анализа. Тем не менее, при проведении анализов необходимо следить за поверхностью анализируемых растворов, недопуская попадания ТБФ в систему ввода проб масс-спектрометра с ИСП.

Подавляющее влияние урана на аналитические сигналы определяемых элементов наблюдается уже при его концентрации в растворе 10 мг/л и возрастает с ее увеличением (рис.3). В эксперименте, кроме урана, исследовалось влияние Li и W на аналитические сигналы ряда элементов (рис. 4-7). Показано, что для трех матричных элементов Li, W и U степень подавления аналитических сигналов растет с увеличением атомной массы матричного элемента.

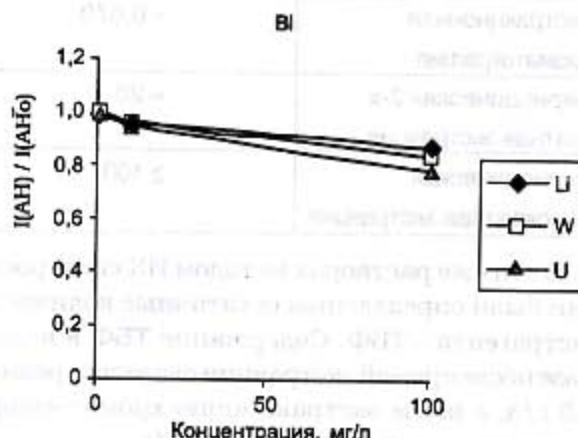


Рис.4. Изменение соотношения $I(AH)/I(AH_0)$ для Bi от концентрации матричного элемента (Li, W, U)

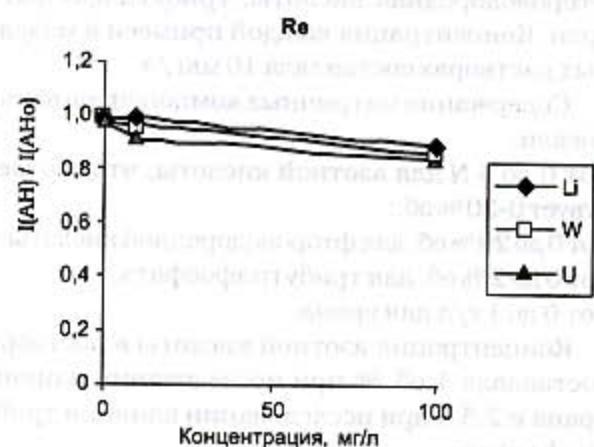


Рис.5. Изменение соотношения $I(AH)/I(AH_0)$ для Re от концентрации матричного элемента (Li, W, U)

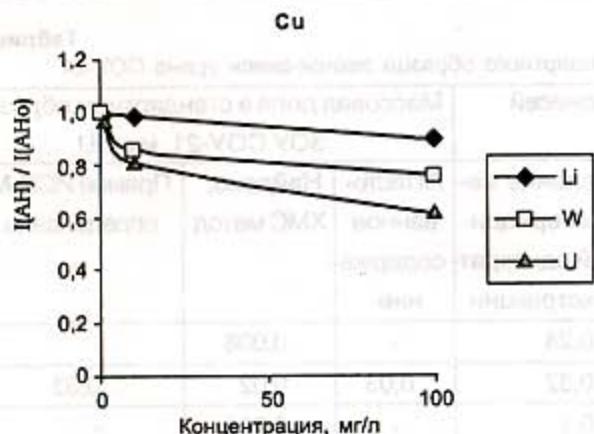


Рис.6. Изменение соотношения $I(AH) / I(AHo)$ для Cu от концентрации матричного элемента (Li, W, U)

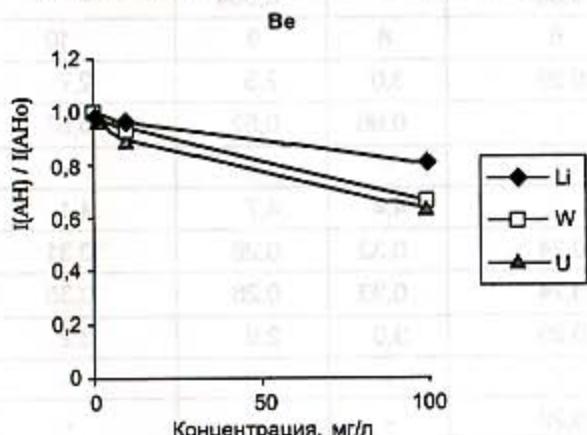


Рис.7. Изменение соотношения $I(AH) / I(AHo)$ для Be от концентрации матричного элемента (Li, W, U)

Высокую степень подавления аналитических сигналов в присутствии тяжелых матричных элементов (в частности урана) можно объяснить присутствием в плазме избытка ионов с высокой атомной массой. Ионная оптика масс-спектрометра "ELAN-6000" хорошо пропускает эти ионы, что увеличивает концентрацию ионов матрицы в ионном пучке и приводит к возрастанию объемного заряда. При этом снижается эффективность переноса ионов других элементов и, как следствие, наблюдается подавление аналитического сигнала [7]. Более низкую степень влияния W на величину аналитических сигналов определяемых элементов по сравнению с U можно объяснить не только более низкой массой ионов, но и существенно более высоким его потенциалом ионизации ($\phi(W)=7.98 \text{ эВ}; \phi(U)=6.2 \text{ эВ}$). Отчетливо проявляется зависимость степени подавления от атомной массы анализа. Зависимость степени подавления от потенциала ионизации элементов-аналитов не столь заметна.

Приведенные выше зависимости аналитического сигнала определяемых элементов от концентрации урана показывают, что прямая методика

определения примесей в гидролизате не позволит получить достоверных результатов без специальных растворов сравнения, содержащих уран, или использования метода внутреннего стандарта.

На основании проделанной работы были предложены 2 варианта масс-спектрометрического определения примесей в урановых материалах: прямой масс-спектрометрический метод и метод, предусматривающий предварительное отделение урана. Прямое определение содержания примесей проводилось из растворов, содержащих уран на уровне 1 г/л. Отделение урана от примесей в химико-масс-спектрометрическом методе проводилась тремя способами: однократной экстракцией, двукратной экстракцией и предварительной хроматографией. В ходе измерений применялись стандартные параметры работы масс-спектрометра с ИСП: мощность ВЧ генератора 1000 Вт, расход распыляющего газа 0,72 л/мин, система ионной оптики была настроена для работы в режиме динамической подстройки напряжения на ионной линзе в процессе сканирования масс-спектра "AutoLens".

Оценку возможностей химико-масс-спектрометрического и прямого варианта анализа урана проводили по результатам анализа аттестованных модельных растворов с концентрацией примесей 0,5 мкг/г U приготовленных на основе чистого по определяемым примесям гидролизованного гексафторида урана, введением расчетных количеств Государственных Стандартных образцов растворов металлов (ГСОРМ) и стандартных образцов ЗОУ (СОУ 21-1). Полученные результаты приведены в табл. 2. Хорошее совпадение результатов анализа и расчетных значений концентраций в модельных растворах ГФУ и образцах закиси-окиси урана показало возможность одновременного химико-масс-спектрометрического определения примесей в урановых материалах после отделения урановой матрицы методом экстракционной хроматографии. Двукратная экстракция урана ТБФ и последующее масс-спектрометрическое определение примесей так же дает удовлетворительные результаты, однако, проведение двукратной периодической экстракции более трудоемко, чем отделение урана на экстракционно-хроматографической колонке. Остаточных количеств урана в водной фазе больше, чем в элюате, поэтому дальнейших опытов с периодической экстракцией урана ТБФ не проводили. Результаты анализа, полученные после однократной экстракции урана ТБФ, сильно занижены по сравнению с введенными количествами примесей.

Таблица 2

Результаты анализа аттестованных растворов и стандартного образца закиси-окиси урана СОУ-21

Элемент	Масса изотопа	Результаты анализа аттестованных смесей (введено 0,5 мкг/г U)			Массовая доля в стандартном образце ЗОУ СОУ-21, мкг/г U		
		Разделение ме- тодом экстракци- онной хромато- графии	Разделение ме- тодом периоди- ческой двукрат- ной экстракции	Разделение ме- тодом периоди- ческой однократ- ной экстракции	Аттесто- ванное содеря- ние	Найдено, ХМС метод	Прямое ИСП-МС определение
As	75	0,52	0,66	0,24	-	0,008	-
Be	9	0,54	0,74	0,32	0,03	0,02	0,03
Bi	209	0,55	0,44	0,2	-	0,003	-
Cd	111	0,48	0,37	0,26	0,31	0,29	0,28
Co	59	0,52	0,66	0,50	-	0,004	-
I	127	4	5	6	8	9	10
Cr	52	0,53	0,38	0,26	3,0	2,5	2,7
Cu	65	0,50	1,04	-	0,66	0,52	0,57
Fe	56	0,65	-	-	-	-	-
K	39	0,60	-	-	4,4	4,7	4,1
Li	7	0,53	0,59	0,24	0,32	0,26	0,31
Mn	55	0,56	0,77	0,24	0,33	0,28	0,35
Mo	95	0,51	0,43	0,25	3,0	2,9	3,2
Na	23	0,30	0,72	-	-	-	-
Nb	93	0,53	0,43	0,20	-	-	-
Ni	60	0,47	0,64	-	3,2	3,4	2,9
Pb	207	0,48	0,27	0,26	3,2	3,0	2,9
Re	187	0,47	0,46	0,24	-	-	-
Ru	102	0,52	0,30	0,28	-	-	-
Sb	121	0,55	0,50	0,24	-	-	-
Ta	181	0,50	0,26	0,21	-	-	-
Tl	48	0,56	0,48	0,24	-	-	-
V	51	0,54	0,50	0,20	3,02	2,8	3,3
W	184	0,51	0,50	0,24	3,1	3,3	3,2
Zn	66	0,47	-	-	-	-	-
Zr	90	0,46	0,50	0,24	3,04	3,1	2,8

Исходя из представленных данных, в дальнейшей работе для разделения урана и примесей использовался метод экстракционной хроматографии. Его достоинства: достоверные результаты, достигаемые при анализе модельных растворов и реальных проб ГФУ, высокая степень разделения урана и примесей, меньшая трудоемкость при реализации по сравнению с методами периодической экстракции.

Для двух вариантов масс-спектрального анализа гидролизата: по прямой масс-спектрометрической методике после разбавления пробы

гидролизованного гексафторида урана водой и после отделения урана методом экстракционной хроматографии, были оценены пределы обнаружения. Для оценки пределов обнаружения (П.О.) при экстракционно-хроматографическом отделении урана на основе используемых реактивов были приготовлены эквивалентные фоновые пробы, с которыми выполняли все операции пробоподготовки и затем многократно ($n = 20$) измеряли фоновые сигналы при выбранных оптимальных условиях. Результаты расчетов, в сравнении с литературными данными, приведены в табл.3.

Таблица 3

Пределы обнаружения элементов при различных вариантах масс-спектрометрического определения

Элемент	Масса изотопа	П.О. для прямого МС определения мкг/г U (3σ критерий)	П.О. для МС определения с предварительным отделением урана (навеска 500 мг), мкг/г U	П.О. достигаемые в особо чистой урановой матрице (Perkin-Elmer), мкг/г U	П.О. для растворов уранилнитрата COGEMA, France (4σ критерий), мкг/г U
As	75	0,5	0,05	0,005	0,44
B	11	0,3	-	0,12	0,7
Be	9	0,02	0,006	-	0,8
Bi	209	0,03	0,001	0,02	0,28
Cd	111	0,03	0,002	0,02	0,4
Co	59	0,02	0,004	-	0,28
Cr	52	0,9	0,08	0,07	0,28
Cu	65	0,5	0,05	0,03	0,24
Fe	56	50	0,6	-	29
K	39	50	0,6	1,1	-
Li	7	0,1	0,002	0,003	0,5
Mg	24	2,0	0,7	-	0,3
Mn	55	0,4	0,06	0,03	0,2
Mo	95	0,04	0,003	0,01	0,4
Na	23	4	0,07	0,01	0,4
Nb	93	0,01	0,003	0,001	0,2
Ni	60	0,24	0,06	0,03	0,4
Pb	207	0,02	0,02	0,03	0,3
Re	187	0,001	0,00006	-	-
Ru	102	0,02	0,0004	0,003	0,2
Sb	121	0,02	0,008	0,005	0,2
Ta	181	0,006	0,0008	0,001	0,9
Tl	48	1,0	0,08	0,01	0,3
V	51	0,5	0,05	0,0006	0,3
W	184	0,2	0,01	0,005	0,5
Zn	66	1,2	0,2	0,06	0,7
Zr	90	0,01	0,006	0,01	0,2

Пределы обнаружения химико-масс-спектральной методики с предварительным отделением урана на экстракционно-хроматографической колонке являются достаточными для того, чтобы определять чрезвычайно низкие концентрации элементов (на уровне 0,1 и 0,01 мкг/г урана), что гораздо ниже требований ASTM. Пределы обнаружения для прямой методики оценивали экспериментально-расчетным методом по 3σ-критерию с учетом подавления ураном аналитических сигналов определяемых элементов. Были многократно измерены ($n = 20$) и рассчитаны пределы обнаружения для матрицы, содержащей 1% об. HNO_3 в деионизованной воде, полученные значения скорректировали с учетом подавления

аналитических сигналов элементов и отнесли к урану.

Полученные расчетные значения П.О. достаточно для определения почти всех элементов (кроме Fe и K) из разбавленного раствора гидролизата, при условии, что подавляющее влияние урана на аналитический сигнал будет каким либо образом учтено. Данные достаточно хорошо согласуются с опубликованными в литературе кроме таких элементов, как Cr, Li, Tl, V, W и Zn, по которым пределы обнаружения, приведенные в этой работе, на порядок ниже.

Применение масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой позволило существенно снизить погрешность измерений по сравнению

со стандартной химико-спектральной методикой, где применяется аналогичный метод отделения урана. Относительное среднее квадратическое отклонение (S_R) не превышает ± 0.17 (для химико-спектральной методики с экстракционно-хроматографическим отделением урана S_R для разных элементов составляет 0,18-0,35, табл. 4).

Таблица 4
Сравнение метрологических характеристик химико-спектрального (ХС) и химико-масс-спектрального (ХМС) метода анализа ГФУ

Элемент	Относительное среднее квадратическое отклонение ХС метода	Относительное среднее квадратическое отклонение ХМС метода, 0,5 мкг/г U
As	0,26	0,15
Be	0,21	0,14
Bi	0,26	0,14
Cd	-	0,12
Co	0,29	0,14
Cr	0,33	0,17
Cu	0,27	0,15
Fe	0,23	-
Mg	-	0,22
Mn	0,18	0,15
Mo	0,21	0,15
Na	-	0,27
Nb	0,35	0,17
Ni	0,31	0,15
Pb	0,27	0,13
Re	0,23	0,16
Ru	0,33	0,17
Sb	0,26	0,16
Ta	0,25	0,18
Ti	0,3	0,15
V	0,26	0,17
W	0,3	0,16
Zn	0,2	-
Zr	0,27	0,19

Прямой масс-спектрометрический метод анализа гидролизованного гексафторида урана позволяет достоверно определять примеси только в случае использования образцов сравнения, приготовленных на основе урана; применение внутреннего стандарта не позволяет скорректировать подавляющее влияние урана на аналитические сигналы определяемых элементов. Этот метод может быть успешно применен для экспрессного определения примесей в урановых материалах.

Достоинство химико-масс-спектрометрического метода состоит в том, что за счет отделения урана от примесей и концентрирования при проведении пробоподготовки, достигаемые пределы обнаружения элементов значительно лучше, чем при прямом определении. Кроме того, отделение урана на хроматографической колонке позволяет значительно снизить загрязнение прибора ураном, что позволяет использовать масс-спектрометр для проведения изотопного анализа и определения урана как примеси в различных пробах. Тот факт, что метод разделения (по ТУ 95.1888) хорошо известен на предприятиях атомной отрасли, позволяет предположить, что методика может с успехом заменить традиционные спектральные методы анализа.

Результаты

1. Экспериментально изучены матричные влияния, проявляющиеся при анализе урановых материалов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанный плазмой. Влияние кислот и остаточных количеств органики проявляется на стадии подачи пробы в плазму и превращения в газ. При увеличении концентрации азотной кислоты в анализируемом растворе до 30 % об. величина аналитических сигналов определяемых элементов уменьшается на 45-50 %. Уменьшение сигналов связано с увеличением поверхностного натяжения и плотности раствора, содержащего кислоту, по сравнению с водным, и снижением эффективности распыления аэрозоля. Присутствие трибутилfosфата в растворах (0,1-0,5 % об.) уменьшает величину поверхностного натяжения анализируемого раствора и способствуют более эффективному распылению пробы, что приводит к увеличению аналитических сигналов определяемых элементов на 3-5 %. Содержание трибутилфосфата в пробах после проведения экстракции значительно ниже, поэтому его влиянием можно пренебречь при анализе элюата.

2. Влияние матричных элементов проявляется на стадии ионизации и зависит от массы матричных ионов. При исследовании влияния урана на величину ионных сигналов аналита было показано, что при его содержании в анализируемом растворе выше 10 мг/л проявляется сильный подавляющий эффект на все определяемые элементы. Эффект подавления связан с большой атомной массой урана, так как объемный заряд формируемый "тяжелыми" ионами матрицы снижает эффективность переноса ионов аналита.

3. Показано, что степень подавления анали-

тического сигнала аналита пропорциональна атомной массе матричного элемента и увеличивается в ряду Li,W,U; степень подавления аналитических сигналов в присутствии урана для таких элементов как Ta,W,Mo,Nb и Zr оказалась значительно ниже, чем для Li,Na,K,Mg и Be, что, по-видимому, связано с низкой эффективностью переноса "легких" ионов в присутствии "тяжелой" матрицы. Отчетливой связи потенциалов ионизации атомов аналита со степенью матричных влияний не прослеживается.

4. Опробованы на модельных растворах гидролизата, содержащих 0,5 мкг/г U определяемых элементов, 2 методики: химико-масс-спектральная с отделением урана на хроматографической колонке и прямое определение из разбавленного раствора гидролизованного гексафторида урана.

Показаны преимущества химико-масс-спектральной методики анализа: низкие пределы обнаружения, высокая эффективность отделения урана, хорошая сходимость результатов анализа, щадящий режим работы масс-спектрометра.

5. Химико-масс-спектральная методика использована для анализа чистого гексафторида урана и стандартного образца закиси-окиси урана СОУ 21-1. Показана высокая достоверность получаемых результатов. Впервые определены реальные массовые содержания нераспространенных стабильных примесей в особо чистом гексафториде урана отобранным из отвала разделительной цепочки (мкг/г U):

Ru-0.0007; Nb-0.03; Ta-0.02; Zr-0.06; W-0.04;
V-0.06; Re-0.0008; Sb-0.01; Li-0.006;
Be-0.001; Co-0.01; Cd-0.005; As-0.04; Bi-0.006.

ЛИТЕРАТУРА

1. ТУ 95.1888-89. Урана гексафторид. Методы анализа.
2. A. Montaser. Inductively coupled plasma mass spectrometry. Wiley-VCH, 1998.
3. P. Leprovost, R. Schott, A. Vian. Impurity Assay in Reprocessing Uranyl Nitrate // Application of Plasma Source Mass Spectrometry II / Royal Society of Chemistry. 1993. P. 213-221.
4. Denoyer E.R., Jacques M.D., Debrah E., Tanner S.D. Determination of Trace Elements in Uranium: Practical

- Benefits of a New ICP-MS Lens System // Atomic Spectroscopy. 1995. V.16, № 1. P.12-15
5. Annual Book of ASTM Standards. V.12.01, C1287-95.
6. Золотов Ю.А. Концентрирование микроэлементов. / Ю.А. Золотов, Н.М. Кузьмин М.: Химия, 1982. 288 с.
7. Пупышев А.А. Влияние матрицы в масс-спектрометрии с использованием индуктивно связанный плазмой / А.А. Пупышев, Н.Л. Васильева, С.В. Голик // Журнал прикладной спектроскопии. 1998. Т.65, №5. С.768-774.

* * * *

INVESTIGATION OF INFLUENCE OF INTERFERING FACTORS WHEN ANALYSING IMPURITIES IN URANIUM MATERIALS BY ICP-MS

A.V.Saprygin, V.M.Golik, T.A.Kisel', S.A.Trepachyov

The article shows the abilities of Mass Spectrometry with Inductively Coupled Plasma method to detect impurities in uranium substances. Two variants of analysis providing are considered: direct impurity detection in uranium-containing solutions, and detection in solutions with preliminary uranium isolation. Estimation of sample matrix component effect is carried out. Detection limits are determined for both variants of analysis.

Изучены возможности применения масс-спектрометрии с индуктивно связанным плазмой (ICP-MS) для определения примесей в урановых материалах. Рассмотрены две варианты анализа: прямое определение примесей в растворах, содержащих уран, и определение примесей в растворах, предварительно изолированных от урана. Оценена влияние компонентов матрицы на результаты анализа. Определены пределы обнаружения для обоих вариантов анализа.

Изучены возможности применения масс-спектрометрии с индуктивно связанным плазмой (ICP-MS) для определения примесей в урановых материалах. Рассмотрены две варианты анализа: прямое определение примесей в растворах, содержащих уран, и определение примесей в растворах, предварительно изолированных от урана. Оценена влияние компонентов матрицы на результаты анализа. Определены пределы обнаружения для обоих вариантов анализа.