

## РАЗРАБОТКА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ГЕКСАФТОРИДА УРАНА С ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ РАЗДЕЛЕНИЕМ УРАНА И ПРИМЕСЕЙ НА КОЛОНКЕ СО СМОЛОЙ UTEVA

**В.М. Голик, С.В. Голик, С.Л. Иванов, А.В. Просвирякова, А.В. Сапрыгин,  
С.А. Трепачёв**

ОАО «Уральский электрохимический комбинат»,  
624130, Новоуральск, ул. Дзержинского, 2  
[czl@ueip.ru](mailto:czl@ueip.ru)

Поступила в редакцию 4 апреля 2011 г.

Предложена методика определения содержания примесей, образующих летучие и нелетучие фториды в гексафториде урана, предполагающая хроматографическое разделение урана и примесей на колонке со смолой UTEVA и последующее масс-спектрометрическое с индуктивно-связанной плазмой определение. Пределы обнаружения большинства примесей по разработанной методике находятся в диапазоне от 0,001 до 0,01 мкг/г U. Установлено, что эффективность отделения урана не изменяется при проведении 100 циклов операций сорбции-десорбции.

**Ключевые слова:** твердофазный экстрагент, смола UTEVA, полипропиленовая колонка, масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой, гексафторид урана.

**Голик Василий Михайлович** – заместитель начальника ЦЗЛ ОАО «УЭХК» по контрольно-аналитическим работам, кандидат технических наук.

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

Автор более 80 публикаций.

**Голик Сергей Васильевич** – ведущий инженер группы технологического контроля масс-спектрометрической лаборатории ЦЗЛ ОАО «УЭХК».

**Область научных интересов:** масс-спектрометрический анализ урановых материалов и объектов окружающей среды.

Автор более 20 публикаций.

**Иванов Станислав Леонидович** – заместитель начальника химико-аналитической лаборатории ЦЗЛ ОАО «УЭХК», кандидат технических наук.

**Область научных интересов:** радиометрический и масс-спектрометрический с индуктивно-связанной плазмой анализ урановых материалов.

Автор более 10 публикаций.

**Просвирякова Анастасия Владимировна** – инженер-спектроскопист группы спектрального анализа химико-аналитической лаборатории ЦЗЛ ОАО «УЭХК», аспирант.

**Область научных интересов:** атомно-эмиссионный и масс-спектрометрический с индуктивно-связанной плазмой анализ урановых материалов.

**Сапрыгин Александр Викторович** – начальник ЦЗЛ ОАО «УЭХК», доктор технических наук, лауреат Государственной премии РФ, профессор кафедры ФХМА УрФУ.

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

Автор более 140 публикаций.

**Трепачев Сергей Александрович** – руководитель группы спектрального анализа химико-аналитической лаборатории ЦЗЛ ОАО «УЭХК», кандидат технических наук.

**Область научных интересов:** атомно-эмиссионный и масс-спектрометрический с индуктивно-связанной плазмой анализ урановых материалов.

Автор более 40 публикаций.

## Введение

На предприятиях по производству обогащенного гексафторида урана (ГФУ), используемого для производства топлива атомных электростанций, контроль качества ГФУ предполагает проведение широкого спектра аналитических работ по определению химического и изотопного состава продукта. Это необходимо для установления соответствия ГФУ требованиям международных стандартов Американского общества тестирования и материалов (ASTM) [1] (ASTM C 787-03, ASTM C 996-04), отраслевым техническим условиям (ТУ 95.466-83, ТУ 95.2523-94, ТУ 95.2524-94), а также дополнительным требованиям контрактов с зарубежными заказчиками. Одним из контролируемых показателей качества ГФУ является содержание примесей, образующих летучие<sup>1</sup> (Ti, V, Cr, Nb, Mo, Ru, Sb, Ta, W, As, Re) и нелетучие фториды (Li, Be, Mg, K, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, Bi, Zr, Al, Sn, Ba, Sr, Ag, Fe, Na, Ca) в гексафториде урана. Для контроля содержания перечисленных примесей в ЦЗЛ ОАО «УЭХК» применяются спектрофотометрические [2, 3] и масс-спектрометрические с индуктивно связанной плазмой (ИСП) методики анализа [4, 5]. Наилучшей, с точки зрения пределов обнаружения и метрологических характеристик, является химико-масс-спектрометрическая методика [4], основанная на предварительном хроматографическом разделении урана и примесей в азотнокислой среде на колонках, заполненных фторопластом-4Д и нанесённым на его поверхность трибутилфосфатом. Данная методика полностью удовлетворяет существующим требованиям [1], однако, имеет и некоторые недостатки, связанные с трудоемкостью и длительностью выполнения анализа, а также возможностью загрязнения пробы на стадии пробоподготовки.

За последние 15 лет на рынке сорбционных материалов появились новые высокоэффективные твердофазные экстрагенты произ-

<sup>1</sup> Примеси, образующие летучие фториды – элементы, фториды которых имеют давление более 1 атм. при температуре 300 °С

водства компании Eichrom Technologies (США), обладающие высокой селективностью по отношению к урану и ряду примесей [6-8]. Эти материалы могут быть использованы как в «классическом» варианте проведения хроматографического разделения, так и в системах, автоматизирующих процессы отбора, подготовки проб и ввода их в масс-спектрометр, типа PrepLab фирмы Thermo Fisher Scientific, FIAS-400 фирмы Perkin Elmer [9-13]. Твердофазные экстрагенты UTEVA, TEVA и TRU используются для исследования объектов окружающей среды [12, 13], радиоактивных отходов [8, 14], биологических объектов [10]. С их применением разработаны современные методики определения содержания примесей в урановых материалах, ставшие международными стандартами ASTM C 1647, ASTM C 1561 [1]. Наибольший интерес при исследовании урановых материалов представляет смола UTEVA, которая позволяет эффективно разделять уран и большое количество различных примесей.

В настоящей работе изучена возможность применения смолы UTEVA для разделения урана и 32 примесей при анализе ГФУ.

## Экспериментальная часть

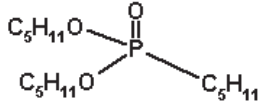
В качестве объекта исследования была выбрана смола UTEVA производства компании Eichrom Technologies (США), содержащая фосфорорганический экстрагент. Характеристики исследуемого материала представлены в табл. 1.

Для проведения экспериментов использовали модельные пробы – растворы уранилфторида с введёнными известными количествами определяемых примесей.

При выполнении экспериментов в статическом режиме в шесть полипропиленовых емкостей с закручивающимися крышками отбирали навески смолы UTEVA массой по 0,2 г и по 10 мл раствора HNO<sub>3</sub>, содержащего 5 мг урана и по 0,250 мкг каждой примеси. Концентрация HNO<sub>3</sub> в емкостях варьировалась и составляла 0,1; 1; 2,5; 5; 8 и

Таблица 1

Характеристики смолы UTEVA

Характеристика	Значение, название
Активное вещество	Диамилфосфонат
Химическая формула активного вещества	
Носитель	Amberchrom CG-71
Размер частиц, мкм	50-100
Массовая доля активного вещества, %	40
Ёмкость по урану, мг/мл смолы	37
Свободный объем, мл/мл смолы	0,65

10 моль/л. Подготовленные растворы перемешивали в аппарате для встряхивания в течение 1,5 часов. По окончании перемешивания давали раствору отстояться. В пробе, отобранной из осветленной части раствора, определяли содержание урана и примесей. По результатам определений рассчитывали коэффициенты распределения урана ( $K_d$ ) по формуле

$$K_d = \frac{(m_0 - m_\delta)}{m_\delta} \times \frac{V}{m_c}, \quad (1)$$

где  $m_0$  – масса урана в растворе до контакта со смолой, мг;  $m_\delta$  – масса урана в растворе после наступления равновесия, мг;  $V$  – объем раствора, мл;  $m_c$  – масса смолы, г.

Эксперименты в динамическом режиме проводили путем пропускания раствора объемом 0,5 мл с постоянной скоростью 1,5 мл/мин, используя перистальтический насос типа Gilson модель V1-10, через неподвижный слой смолы UTEVA, помещенной в полипропиленовую колонку с внутренним диаметром 1 см длиной 3 см вместимостью 2 мл (0,8 г смолы). Перед введением модельных растворов, содержащих 25 мг урана и по  $(0,125 \pm 0,005)$  мкг/г U примесей в среде 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ , через колонку пропускали 1 мл 5 М  $\text{HNO}_3$ . После прохождения пробы, колонку промывали 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ , элюат на выходе собирали порциями по 1 мл. Десорбцию урана проводили деионизированной водой. Эксперимент по изучению зависимости эффективности извлечения урана смолой UTEVA от количества введенного урана проводили в динамическом режиме, изменяя количество введенного в колонку урана от 7 до 60 мг.

Для определения периода, в течение которого смола UTEVA сохраняет свои сорбционные свойства на приемлемом уровне, оценивали первоначальное количество фосфора в колонке вместимостью 2 мл,  $N(P)$ , г по формуле

$$N(P) = \frac{M(P) \cdot m_c \cdot W_{\text{ДААФ}}}{M_{\text{ДААФ}} \cdot 100} = \frac{31 \cdot 0,8 \cdot 40}{292 \cdot 100} = 0,034, \quad (2)$$

где  $M(P)$  – молярная масса фосфора равная 31 г/моль;  $m_c$  – масса смолы равная 0,8 г;  $W_{\text{ДААФ}}$  – массовая доля диамиламилфосфоната в смоле, равная 40 %;  $M_{\text{ДААФ}}$  – молярная масса диамиламилфосфоната, равная 292 г/моль.

В полученных в ходе экспериментов растворах определяли содержание примесей и урана с помощью масс-спектрометра с индуктивно-связанной плазмой типа X Series 2 производства фирмы Thermo Fisher Scientific.

## Результаты и обсуждение

Полученные зависимости коэффициентов распределения урана ( $K_d$ ) от концентрации азотной кислоты представлены на рис. 1.

Из приведенных данных видно, что наибольшее значение коэффициента распределения урана достигается при концентрации азотной кислоты 5 моль/л. В табл. 2 приведены результаты эксперимента, в котором определяли массу примесей в растворе 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ , после равновесного распределения примесей между раствором и смолой в статическом режиме. Представленные в табл. 2 результаты показывают, что содержание примесей в растворе после сорбции смолой UTEVA составляет 90-100 % от введенного количества.

Далее на смоле UTEVA было исследовано поведение урана и примесей в динамических условиях с помощью модельных проб объемом 0,5 мл, содержащих 25 мг урана и 0,125 мкг каждой примеси, в среде 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ . Для исследования поведения примесей колонку промывали 5 моль/л  $\text{HNO}_3$  и на выходе собирали 6 порций элюата по 1 мл. На рис. 2 приведены зависимости «масса примеси – число свободных объемов колонки», учитывая, что 1,3 мл раствора эквивалентны одному свободному объему колонки.

Из приведенных на рис. 2 зависимостей видно, что при введении модельной пробы объемом 0,5 мл для вымывания всех примесей из колонки со смолой UTEVA необходим объем элюента (раствор 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ ) эквивалентный 3 свободным объемам колонки или 3,9 мл.

Эффективность разделения урана и примесей в динамическом режиме, оцененная по

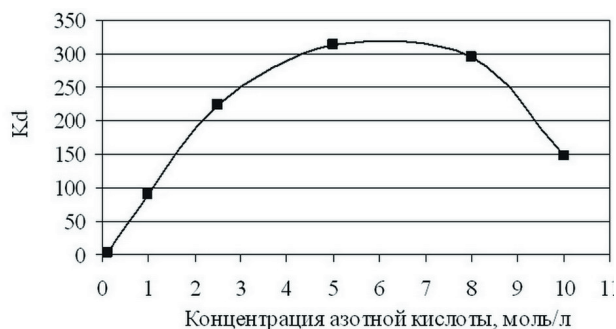


Рис. 1. Зависимость коэффициента распределения урана ( $K_d$ ) от концентрации  $\text{HNO}_3$

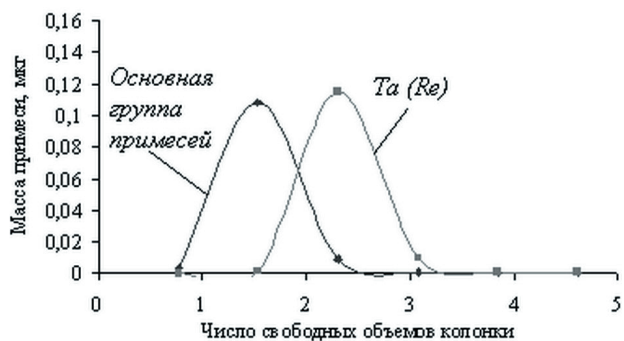


Рис. 2. Вид кривых элюирования примесей раствором 5 моль/л  $\text{HNO}_3$

Таблица 2

Результаты определения содержания примесей в модельных растворах в статическом (введено  $(0,250 \pm 0,010)$  мкг) и динамическом (введено  $(0,125 \pm 0,005)$  мкг) режимах сорбции

Элемент	Массовая доля примесей, мкг		Требования к содержанию [1], мкг/г U	Предел обнаружения, мкг/г U
	Статический режим,	Динамический режим, «введено»		
Li	$0,235 \pm 0,047$	$0,117 \pm 0,023$	100	0,005
Be	$0,225 \pm 0,045$	$0,117 \pm 0,023$	10	0,004
Mg	$0,233 \pm 0,047$	$0,120 \pm 0,024$	50	0,1
K	$0,227 \pm 0,045$	$0,123 \pm 0,025$	10	0,2
Ti	$0,250 \pm 0,050$	$0,123 \pm 0,025$	1	0,1
V	$0,233 \pm 0,047$	$0,115 \pm 0,023$	1,4	0,006
Cr	$0,243 \pm 0,049$	$0,120 \pm 0,024$	10	0,06
Mn	$0,237 \pm 0,047$	$0,117 \pm 0,023$	50	0,01
Co	$0,232 \pm 0,046$	$0,116 \pm 0,023$	10	0,002
Ni	$0,234 \pm 0,047$	$0,123 \pm 0,025$	100	0,06
Cu	$0,246 \pm 0,049$	$0,122 \pm 0,023$	25	0,03
Zn	$0,241 \pm 0,048$	$0,124 \pm 0,025$	50	0,5
Zr	$0,232 \pm 0,046$	$0,118 \pm 0,024$	10	0,06
Nb	$0,238 \pm 0,048$	$0,124 \pm 0,025$	1	0,05
Mo	$0,238 \pm 0,048$	$0,121 \pm 0,024$	1,4	0,01
Ru	$0,232 \pm 0,046$	$0,115 \pm 0,023$	1	0,001
Cd	$0,246 \pm 0,049$	$0,123 \pm 0,025$	0,5	0,004
Ta	$0,228 \pm 0,046$	$0,120 \pm 0,024$	1	0,002
W	$0,239 \pm 0,048$	$0,125 \pm 0,025$	1,4	0,007
Re	$0,241 \pm 0,048$	$0,124 \pm 0,025$	-	0,001
Pb	$0,245 \pm 0,049$	$0,124 \pm 0,025$	10	0,02
Bi	$0,252 \pm 0,050$	$0,119 \pm 0,024$	10	0,001
Sb	$0,245 \pm 0,049$	$0,120 \pm 0,024$	1	0,008
Al	$0,246 \pm 0,049$	$0,115 \pm 0,023$	30	0,7
Ag	$0,236 \pm 0,047$	$0,123 \pm 0,025$	2	0,004
Sn	$0,232 \pm 0,046$	$0,118 \pm 0,024$	10	0,01
Sr	$0,248 \pm 0,050$	$0,124 \pm 0,025$	10	0,1
Ba	$0,242 \pm 0,048$	$0,124 \pm 0,025$	100	0,1
As	$0,246 \pm 0,049$	$0,124 \pm 0,025$	3	0,02
Na	$0,246 \pm 0,049$	$0,124 \pm 0,025$	10	0,5
Fe	$0,246 \pm 0,049$	$0,124 \pm 0,025$	100	0,1
Ca	$0,239 \pm 0,048$	$0,124 \pm 0,025$	25	3

величине химического выхода определяемых элементов – примесей, была экспериментально доказана методом «введено-найденно». Для этого через колонку, заполненную смолой UTEVA, пропускали модельную пробу объемом 0,5 мл, приготовленную в среде 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ , содержащую 25 мг урана и по  $(0,125 \pm 0,005)$  мкг каждого из определяемых элементов. После прохождения пробы через колонку пропускали 5 моль/л  $\text{HNO}_3$  и на выходе из колонки собирали 4 мл элюата. Полученные результаты опыта «введено-найденно», представленные в табл. 2 (динамический режим), показали, что химический выход большинства элементов (Ti, V, Cr, Nb, Mo, Ru, Sb, W, As, Li, Be, Mg, K, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, Bi, Zr, Al, Sn, Ba, Sr, Ag, Fe, Na, Ca)

составил 92-99 %. Химическое поведение таких элементов, как Ta и Re, отличается от основной группы примесей, для них характерно более позднее вымывание из хроматографической колонки. Для полного выхода Ta и Re необходимо собрать не менее трёх свободных объемов колонки элюата в отличие от двух свободных объемов колонки для остальных примесей. При этом масса урана в собранном объеме элюата не превысила 0,01 мг, то есть в выбранных условиях на колонке удерживается более 99,98 % урана от введенного количества.

Кривые элюирования урана из хроматографической колонки, заполненной смолой UTEVA, представлены на рис. 3 в координатах «масса урана – число свободных объемов колонки».



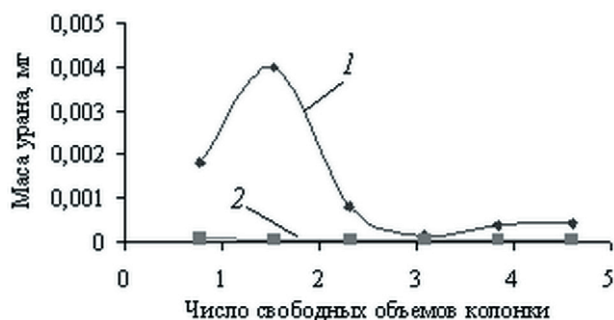


Рис. 3. Вид кривых элюирования урана раствором 5 моль/л  $\text{HNO}_3$ : 1 – ГФУ, 2 - закись-окись урана

Появление пика урана на кривой элюирования (крив. 1, рис. 3), связано, по нашему мнению, с присутствием фтор-ионов в данных порциях элюата, что подтверждается отсутствием такого пика при разделении урана и примесей в растворах, из которых предварительно удален фтор путем двукратного упаривания пробы с 10 моль/л  $\text{HNO}_3$  и в растворах, полученных из закиси-оксида урана (крив. 2, рис. 3). После проведения операции двойного упаривания содержания фтора не превышает 0,01 мг/пробу, что соответствует пределу обнаружения применяемого потенциометрического метода анализа [15]. Предварительное удаление фтора значительно не улучшает извлечение урана из азотнокислых растворов – независимо от присутствия (отсутствия) фтора на колонке удерживается 99,98 % урана.

Десорбцию урана из колонки со смолой UTEVA проводили деионизированной водой. Было показано, что полная десорбция урана достигается при пропускании 12 мл воды со скоростью 2 мл/мин, при этом содержание урана в промывном растворе не превышает 0,005 % от введенного количества. Кривая вымывания урана из хроматографической колонки, заполненной смолой UTEVA, представлена на рис. 4 в логарифмических координатах «lg массы урана – число свободных объемов колонки».

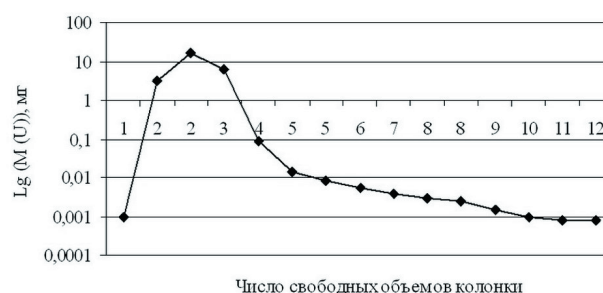


Рис. 4. Кривая вымывания урана деионизированной водой

Важной характеристикой изучаемого материала является его сорбционная емкость по урану. Заявленная производителем (табл. 1) емкость смолы UTEVA составляет 37 мг урана на 1 мл смолы. Учитывая, что объем колонки составляет 2 мл, максимальная масса урана вводимого в колонку не должна превышать 74 мг, при этом рекомендуемая загрузка урана не должна превышать 20 % от максимальной, что эквивалентно 15 мг урана [8]. Экспериментально было установлено, что при введении до 45 мг урана на колонке обеспечивается очистка от урана приблизительно в 2500 раз. При дальнейшем увеличении количества вводимого в колонку урана, его концентрация в элюате может превысить величину 10 мг/л, что может привести к подавлению аналитических сигналов определяемых элементов [16]. В табл. 3 приведены результаты эксперимента, полученные при оценке зависимости содержания урана в элюате от введенного количества урана (загрузки колонки). За полную загрузку колонки (100 %) была принята заявленная фирмой производителем максимальная ёмкость – 74 мг урана.

Хроматографическое поведение урана зависит от скорости пропускания раствора через колонку. За оптимальную скорость пропускания растворов при проведении операции по извлечению урана была выбрана максимальная

Таблица 3

Доля сорбированного урана при изменении загрузки колонки

Масса урана, вводимого в колонку, мг	Загрузка колонки, %	Масса урана в элюате (6 мл), мкг	Массовая концентрация урана в элюате, мг/л	Доля сорбированного урана, %	Степень очистки
60,8	80	855	143±13	98,59	70
45,6	60	18,5	3,1±0,3	99,96	2500
38	50	6,5	1,1±0,1	99,98	5800
30,4	40	3,3	0,60±0,09	99,99	9200
22,8	30	3,6	<0,1	99,99	-
15,2	20	3,2	<0,1	99,99	-
7,6	10	1,5	<0,1	99,99	-



Рис. 5. Блок-схемы методик определения содержания примесей в ГФУ: А - действующей химико-масс-спектрометрической методики [4], Б - разработанной методики с разделением урана и примесей на смоле UTEVA

скорость 1,5 мл/мин, при которой количество удерживаемого на колонке урана составляет 99,98 % от введенного количества (25 мг).

С учётом полученных экспериментальных данных методика хроматографического разделения урана и примесей на колонке со смолой

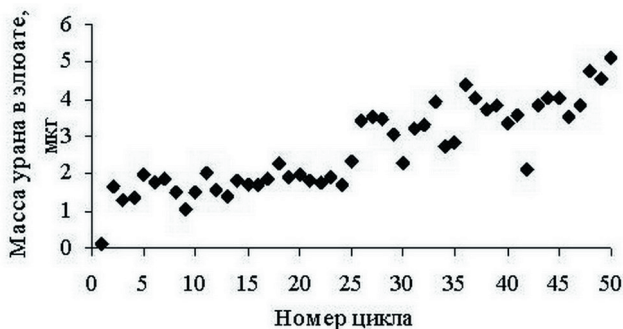
UTEVA объёмом 2 мл может состоять из следующего цикла операций:

- подготовка пробы гидролизата ГФУ массой 25 мг урана объёмом 0,5 мл;
- предварительная промывка колонки 1 мл 5 моль/л  $\text{HNO}_3$  при скорости пропускания 1,5 мл/мин (длительность 45 с);
- введение в колонку 0,5 мл пробы при скорости пропускания 1,5 мл/мин (длительность 20 с);
- элюирование примесей 3,5 мл 5моль/л  $\text{HNO}_3$  при скорости пропускания 1,5 мл/мин (длительность 2 мин. 20 с);
- сбор 4 мл элюата;
- промывка колонки 12 мл деионизированной воды при скорости пропускания 2 мл/мин (длительность 6 мин).

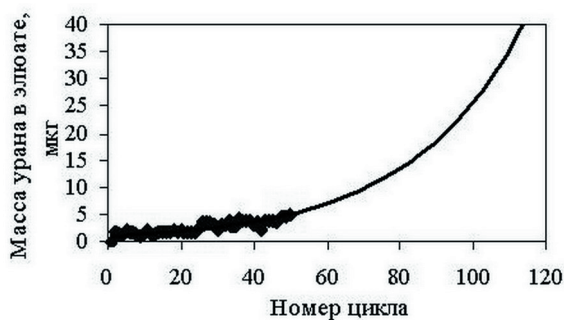
Предложенный цикл операций проведения хроматографического разделения урана и 32 примесей, перечень которых приведен в табл. 2, может быть положен в основу химико-масс-спектрометрической с ИСП методики определения примесей в ГФУ. На рис. 5 представлены блок схемы разработанной и используемой в настоящее время в ЦЗЛ ОАО «УЭХК» химико-масс-спектрометрической методик анализа.

Достоинством разработанной методики является значительное сокращение трудоёмкости и длительности процедур определения содержания примесей в ГФУ. Цикл операций предварительной подготовки проб значительно упростился, длительность процедуры разделения урана и примесей сократилась до 20 минут, в то время как пробоподготовка по химико-масс-спектрометрической методике занимает 7 часов. К другим достоинствам предложенной методики можно отнести возможность её автоматизации при помощи совместного использования авто-сAMPLера, перистальтического насоса, проточно-инжекционной системы с двухсекционным шестиканальным инжекционным клапаном и квадрупольного масс-спектрометра с ИСП.

При практическом применении методики необходимо знать период, в течение которого смола сохраняет свои сорбционные свойства



**А** – экспериментальные данные



**Б** – прогноз

Рис. 6. Остаточные количества урана в элюате на протяжении 50 циклов

на приемлемом уровне. Известно, что пропускание больших объемов растворов с высоким содержанием азотной кислоты приводит к вымыванию органического вещества из носителя. Проведенный нами эксперимент многократного (50 раз) повторения циклов сорбции-десорбции при определении содержания примесей в пробах ГФУ по вышеприведенной схеме позволил оценить потери органического вещества по содержанию фосфора в элюате и определить динамику снижения сорбционной ёмкости твёрдофазного экстрагента. Принимая во внимание то, что первоначально рассчитанное по формуле (2) количество фосфора в колонке вместимостью 2 мл составляет 34000 мкг и экспериментально установленное количество фосфора, вымываемого из колонки в среднем за один цикл, составляет в среднем 24 мкг фосфора, потери после 50 операций разделения составят 1200 мкг, что эквивалентно 3,5 % от первоначального количества фосфора в 0,8 г смолы. Учитывая постепенное снижение эффективности очистки от урана, графически представленное на рис. 6, А, и предполагая, что график зависимости содержания урана в элюате от количества циклов будет представлять экспоненциальную кривую (рис. 6, Б), а допустимое остаточное количество урана составляет 40 мкг (из расчёта предельно допустимой концентрации урана в растворе 10 мг/л [16]), можно предположить, что ресурс колонки должен хватить для проведения более чем 100 циклов сорбции-десорбции. Для сравнения ресурс колонок, заполненных фторопластом-4Д с нанесённым на его поверхность ТБФ, используемых в классическом варианте химико-масс-спектрометрической методики, составляет всего 15-20 циклов разделения.

### Основные выводы и заключение

Изучены сорбционные свойства селективного к урану твёрдофазного экстрагента UTEVA производства компании Eichrom Technologies в статическом и динамическом режиме. Выбраны оптимальные условия хроматографического разделения урана и примесей на колонке со смолой UTEVA объёмом 2 мл. Предложена ИСП-МС методика определения содержания примесей в ГФУ после предварительного хроматографического разделения урана и примесей на колонке со смолой UTEVA, которая может быть реализована на устройствах автоматического вода и подготовки проб к анализу.

Пределы обнаружения примесей для разработанной методики, рассчитанные по 3σ-критерию, оказались не хуже, чем для химико-масс-спектрометрической методики и достаточны для проведения контроля содержания примесей в ГФУ в соответствии с существующими требованиями. Рассчитанные

пределы обнаружения примесей, приведённые в табл. 2, находились в диапазоне от 0,001 до 3 мкг/г U. Суммарная погрешность определения содержания примесей по разработанной методике анализа не превысила 14 % отн., что сопоставимо с характеристиками химико-масс-спектрометрической методики.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Annual book of ASTM standards: nuclear, solar and geothermal energy. Section 12, Vol. 12.01. Nuclear Energy (I) / West Conshohocken, PA 19428-2959. 2001.
2. Отраслевая инструкция ОИ 001.461-2009 «Молибден. Методика спектрофотометрического определения в гексафториде урана». УЭХК. 2009. рсФР.31.2009.00451.
3. Отраслевая инструкция ОИ 001.463-2009 «Вольфрам. Методика спектрофотометрического определения в гексафториде урана». УЭХК. 2009. рсФР.31.2009.00453.
4. Голик В.М., Кисель Т.А., Трепачёв С.А. Определение содержания примесей в урановых материалах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Масс-спектрометрия. 2005. №2(4). С. 291-296.
5. Методы и аппаратура масс-спектрометрического контроля, используемые на УЭХК / А.В. Сапрыгин [и др.] // Аналитика и контроль. 2003. Т. 7, №4. С. 319-324.
6. Separation and Preconcentration of Actinides from Acidic Media by Extraction Chromatography / E. P. Horwitz [et al.] // *Analyt. Chim. Acta.* 1993. V. 281. P. 361-372.
7. Separation and preconcentration of actinides by extraction chromatography using a supported liquid anion exchanger: Application to the characterization of high-level nuclear waste solutions/ E.P. Horwitz [et al.] // *Analyt. Chim. Acta.* 1995. V. 310. P. 63-78.
8. Horwitz E.P. Separation and Preconcentration of Uranium from Acidic Media by Extraction Chromatography // *Analyt. Chim. Acta.* 1992. V. 266. P. 25-37.
9. Grudpan K., Jakmune J., Sooksamiti P. Spectrophotometric determination of uranium by flow injection analysis using U/TEVA.Spec<sup>TM</sup>chromatographic resin // *J. of Radioanalyt. and Nuclear Chemistry.* 1998. V. 229, № 1-2. P. 179-181.
10. Benkhedda K., Epov V.N., Evans R. D. Flow-injection technique for determination of uranium and thorium isotopes in urine by inductively coupled plasma mass spectrometry // *Analyt. and Bioanalyt. Chem.* 2005. V. 381, № 8. P. 1596-1603.
11. Hollenback M., Grohs J., Kroft M., Mamich S. Determination of <sup>230</sup>Th, <sup>234</sup>U, <sup>239</sup>Pu, and <sup>240</sup>Pu in soils by ICP-MS using flow-injection preconcentration // STP 1291. ASTM publication code number 04-012910-35. USA. P. 148.

12. Aldstadt J.H., Kuo J.M., Erickson M.D., Smith L.L. Determination of uranium by flow injection inductively coupled plasma mass spectrometry // *Analyt. Chim. Acta*. 1996. V. 319, № 1-2. P. 135-143.
13. Seki T., Oguma K. Determination of uranium in natural waters and high-purity aluminum by flow-injection on-line preconcentration and ICP-MS detection // *Bunseki Kagaku (Japan Analyst)*. 2004. V. 53, № 4. P. 353-357.
14. Rapid fingerprinting of  $^{239}\text{Pu}$  and  $^{240}\text{Pu}$  in environmental samples with high U levels using on-line ion chromatography coupled with high-sensitivity quadrupole ICP-MS detection / V.N. Eпов [et al.] // *J. of analyt. Atom. Spectrum*. 2007. V. 22. P. 1131-1137.
15. Инструкция предприятия ИП 16.302-2007 «Фторид-ионы. Методика потенциометрического определения в технологических растворах». УЭХК. 2007.
16. Сапрыгин А.В., Голик В.М., Трепачев С.А., Кисель Т.А. Исследование влияния мешающих факторов при определении примесей в урановых материалах методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // *Аналитика и контроль*. 2003. Т. 7, № 4. С. 340-348.

## USAGE OF UTEVA RESIN FOR SEPARATION OF URANIUM AND IMPURITIES PRODUCED NON-VOLATILE AND VOLATILE FLUORIDES IN URANIUM HEXAFLUORIDE

*V.M. Golik, S.V. Golik, S.L. Ivanov, A.V. Prosviryakova, A.V. Saprygin, S.A. Trepachev*

The article presents the Test Method for determination of impurities produced non-volatile and volatile fluorides in uranium hexafluoride ( $\text{UF}_6$ ) based on chromatographic separation of uranium and impurities by means of UTEVA resin column and followed by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) determination. The detection limits of the developed method are within 0,001 to 3  $\mu\text{g/g}$  U range. The study indicates that uranium separation efficiency remains stable during 100 separation cycles.

**Keywords:** solid-phase sorbent, UTEVA resin, polypropylene column, Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS), uranium hexafluoride ( $\text{UF}_6$ ).