

УДК 543.42.062: 539.183.2

© Т. В. Воронина, В. Г. Семенов

## ОРГАНИЗАЦИЯ КОНТРОЛЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ТЯЖЕЛОЙ ВОДЫ НА РЕАКТОРЕ ПИК МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОМЕТРИИ

Работа посвящена вопросам контроля изотопного состава тяжелой воды на реакторе ПИК. Показаны результаты спектроскопического исследования тяжелой воды с целью организации корректного изотопного анализа. Представлены методики, которые используются для оперативного контроля содержания протия и дейтерия ( $a_H, a_D$ ) в тяжелой воде в контурах реактора ПИК и на установках ПИЯФ по производству тяжелой воды. Предложено использовать ИК-спектрометрию для организации автоматического изотопного контроля тяжеловодных теплоносителей на реакторе ПИК.

*Кл. сл.:* тяжелая вода, протий, дейтерий, инфракрасная спектрометрия

### ВВЕДЕНИЕ

Тяжелая вода  $D_2O$ , обладающая высокой замедляющей способностью и прекрасными теплофизическими свойствами [1, 2], широко применяется в качестве замедлителя, отражателя и теплоносителя на ядерных энергетических установках и в исследовательских реакторах. Качество тяжелой воды как специального неядерного материала в первую очередь характеризуется содержанием в ней дейтерия. Разбавление тяжелой воды (снижение содержания дейтерия) ухудшает ее нейтроннофизические свойства, поэтому при эксплуатации тяжеловодных реакторов необходим постоянный контроль изотопного состава тяжеловодных теплоносителей. В частности, проблема контроля качества тяжеловодного теплоносителя стоит на исследовательском реакторе ПИК, который в настоящее время вводится в эксплуатацию в ПИЯФ РАН. Конструкция и параметры реактора ПИК выбраны таким образом, чтобы обеспечить максимальный нейтронный поток —  $1.2 \cdot 10^{15} \text{ n}/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$  [3]. Это на порядок больше, чем на действующих сегодня исследовательских реакторах в России. Одним из необходимых условий получения такого высокого нейтронного потока является использование в качестве отражателя концентрированной тяжелой воды (содержание дейтерия должно быть не ниже, чем 99.8 %). Для поддержания концентрации тяжелой воды в тяжеловодных контурах реактора ПИК на уровне 99.8 % в проекте предусмотрено создание установки изотопной очистки. В настоящее время в ПИЯФ создана и эксплуатируется экспериментальная установка депротиза-

ции и детритизации тяжелой воды ЭВИО<sup>\*</sup>) [4]. Разделительные характеристики колонны определяются путем измерения изотопного состава воды и газа в различных точках отбора по высоте колонны. Причем чем выше точность изотопного анализа, тем легче обеспечить оптимальное ведение разделительного процесса на установке.

Из соображений безопасности и экономичности для проведения такого анализа был выбран метод инфракрасной спектрометрии, который основан на зависимости показателя поглощения тяжелой воды от содержания в ней изотопов водорода — протия и дейтерия. Преимущество этого метода перед остальными заключается в том, что он позволяет организовать контроль тяжелой воды в проточном режиме и тем самым существенно снизить дозовую нагрузку по тритию на персонал радиохимической лаборатории реактора ПИК. Кроме того, этот метод выбран благодаря его высокой чувствительности, скорости, малому количеству необходимого для анализа вещества.

### ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ТЯЖЕЛОЙ ВОДЫ

Для того чтобы определить содержание дейтерия (протия) в тяжелой воде  $a_D$  ( $a_H$ ) методом инфракрасной спектрометрии, экспериментально измеряют спектр пропускания образца тяжелой воды  $T(\nu)$ . В основе всех количественных измерений по спектрам лежит закон Бугера—Ламберта—Бера, который связывает интенсивность падающего  $I_0$

<sup>\*</sup>) ЭВИО — электролиз воды и изотопный обмен

и прошедшего  $I$  света с толщиной слоя тяжелой воды  $d$  (толщина кюветы), концентрацией и поглощающей способностью тяжелой воды при данном волновом числе  $\nu$ :

$$T(\nu) = I(\nu) / I_0(\nu) = (\nu) \exp(-\alpha(\nu) d), \quad (1)$$

где  $d$  — толщина кюветы,  $\alpha(\nu)$  — показатель поглощения образца тяжелой воды.

Так как тяжелая вода широкого диапазона концентраций представляет собой смесь молекул  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{D}_2\text{O}$  и  $\text{HDO}$ , то показатель поглощения тяжелой воды представляет собой сумму молярных показателей поглощения соответствующих изотопных модификаций, умноженных на их молярные доли:

$$\alpha(\nu) = \varepsilon_{\text{H}}(\nu)[\text{H}_2\text{O}] + \varepsilon_{\text{HD}}(\nu)[\text{HDO}] + \varepsilon_{\text{D}}(\nu)[\text{D}_2\text{O}], \quad (2)$$

где  $\varepsilon_{\text{D}}$ ,  $\varepsilon_{\text{H}}$ ,  $\varepsilon_{\text{HD}}$  — молярные коэффициенты поглощения соответствующих изотопных модификаций тяжелой воды при определенной длине волны [5]. В работах [6–8] детально показаны расчеты, в соответствии с которыми

$$\alpha(\nu) = a_{\text{D}}(\varepsilon_{\text{D}} - \varepsilon_{\text{H}}) + x(\varepsilon_{\text{HD}} - 0.5(\varepsilon_{\text{H}} + \varepsilon_{\text{D}})) + \varepsilon_{\text{H}} = S a_{\text{D}} + G x + \varepsilon_{\text{H}}, \quad (3)$$

где  $a_{\text{D}}$  ( $a_{\text{H}}$ ) — атомная доля дейтерия (протия),  $x = [\text{HDO}]$ ,  $S = \varepsilon_{\text{D}} - \varepsilon_{\text{H}}$ ,  $G = \varepsilon_{\text{HD}} - 0.5(\varepsilon_{\text{H}} + \varepsilon_{\text{D}})$ .

В общем случае полученная зависимость  $\alpha(\nu)$  от концентрации тяжелой воды  $a_{\text{D}}$  нелинейная и с хорошей точностью может быть описана квадратичной зависимостью. Она становится линейной в двух случаях.

1) Если коэффициент  $G$  становится равным 0, т. е. если  $\varepsilon_{\text{HD}} = 0.5(\varepsilon_{\text{H}} + \varepsilon_{\text{D}})$ . Волновые числа  $\nu^*$ , при которых выполняется это условие, получили название "особых точек".

2) При содержании в тяжелой воде изотопа водорода H (или D) ниже 1 %

– для концентрированной тяжелой воды ( $a_{\text{H}} < 1$  ат.%)

$$\alpha = \varepsilon_{\text{D}}[\text{D}_2\text{O}] + \varepsilon_{\text{HD}}[\text{HDO}] = 2a_{\text{H}}(\varepsilon_{\text{HD}} - \varepsilon_{\text{D}}) + \varepsilon_{\text{D}} =$$

$$= S_{\text{D}} a_{\text{H}} + \varepsilon_{\text{D}}, \quad \text{где } S_{\text{D}} = 2(\varepsilon_{\text{HD}} - \varepsilon_{\text{D}}); \quad (4)$$

– для тяжелой воды с низким содержанием дейтерия ( $a_{\text{D}} < 1$  ат.%)

$$\alpha = \varepsilon_{\text{H}}[\text{H}_2\text{O}] + \varepsilon_{\text{HD}}[\text{HDO}] = 2a_{\text{D}}(\varepsilon_{\text{HD}} - \varepsilon_{\text{H}}) + \varepsilon_{\text{H}} = S_{\text{H}} a_{\text{D}} + \varepsilon_{\text{H}}, \quad \text{где } S_{\text{H}} = 2(\varepsilon_{\text{HD}} - \varepsilon_{\text{H}}). \quad (5)$$

Полученные расчеты были проверены на практике сначала на ИК-спектрофотометре Specord M80, а впоследствии на ИК-фурье-спектрометре Tensor 37.

## ПРАВИЛА РАБОТЫ С ТЯЖЕЛОЙ ВОДОЙ

Чтобы исключить ошибку изотопного анализа, связанную с разбавлением пробы тяжелой воды, необходимо исключить контакт пробы с воздухом. Для этого отбор пробы и заполнение кюветы производится при помощи медицинского стеклянного шприца. Колбы для хранения или транспортировки тяжелой воды должны быть герметично закрыты резиновой пробкой. Тяжелую воду из колбы следует отбирать, не открывая колбу, протыкая пробку иглой шприца. Заполнение кюветы следует проводить не менее трех раз, пока результаты измерений (спектр) предыдущего и последующего заполнения не совпадут. Температуру пробы тяжелой воды во время проведения анализа необходимо поддерживать постоянной (термостатировать) с точностью не хуже чем  $\pm 0.1$  °C.

## МЕТОДИКИ ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ТЯЖЕЛОЙ ВОДЫ, РАЗРАБОТАННЫЕ НА SPECORD M80

Технические характеристики Specord M80: спектральный диапазон (400–4000)  $\text{cm}^{-1}$ ; фотометрическая точность  $\pm 0.2$  %; фотометрическая воспроизводимость (СКО)  $\pm 0.05$  %. На рис. 1 представлены спектры тяжелой воды, полученные на Specord M80.

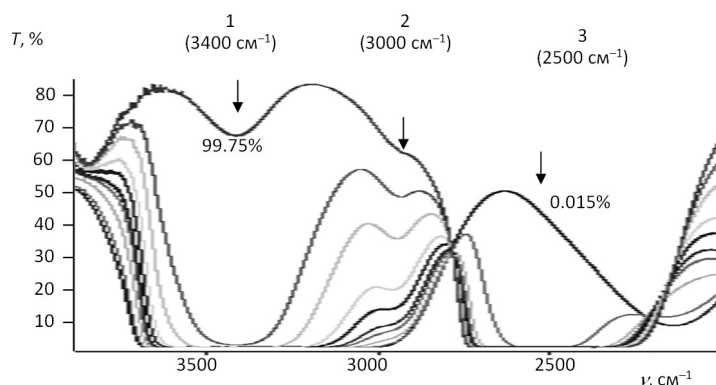


Рис. 1. Вид спектра тяжелой воды, полученный на Specord M80

### Анализ концентрированной тяжелой воды ( $a_H < 1\%$ )

Для изотопного анализа концентрированной тяжелой воды ( $a_H < 1\%$ ) была выбрана полоса поглощения валентного колебания ОН (полоса 1, рис. 1). Сначала градуировку прибора проводили методом градуировочного графика [7] по калибровочным растворам тяжелой воды. Однако пришли к заключению о значительной методической погрешности такого подхода, связанной с высокой гигроскопичностью тяжелой воды и с качеством имеющихся растворов тяжелой воды, концентрация которых была известна с точностью  $\pm 0.01\%$ . Чтобы снизить погрешность изотопного анализа тяжелой воды в области высоких концентраций, использовали следующий подход [8]. Так как зависимость  $\alpha(\nu)$  от  $a_H$  для концентрированной тяжелой воды линейная, то задача сводится к определению двух коэффициентов: тангенса угла наклона прямой линии, отвечающей данной зависимости на графике, к оси абсцисс, и свободного члена зависимости — натурального логарифма пропускания так называемой "100 % тяжелой воды". Для определения свободного члена зависимости необходимо было высокое концентрирование тяжелой воды (такое концентрирование тяжелой воды, чтобы остаточное содержание протия уже не могло быть измерено на нашем средстве измерения Specord M80). Измерение пропускания такой воды могло стать нулевой точкой для калибровки нашего прибора. Для получения так называемой "100 % тяжелой воды" была использована экспериментальная установка ЭВИО [4]. Для определения тангенса угла наклона была отработана процедура разбавления тяжелой воды [8]. Кроме того, было установлено, что из-за слегка различного поглощения кюветы при постановке в спектрофотометр разброс измерений пропускания одной и той же тяжелой воды при многократном заполнении кюветы составляет 0.5 %, что на порядок выше СКО прибора. Чтобы избежать этого, измерения проводили на проточной кювете в on-line режиме. В результате была разработана методика определения содержания протия в концентрированной тяжелой воде [9] с точностью  $\pm 1$  отн.%, которая в 2005 г. была аттестована во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Это позволило из растворов концентрированной тяжелой воды ( $a_D$  которых с высокой точностью устанавливали по методике [9]) и воды с природным содержанием дейтерия (0.015  $\pm$  0.002 %) весовым методом готовить аттестованные смеси тяжелой воды для отработки методик ежедневного оперативного анализа тяжелой воды различной концентрации.

Во время проведения ежедневного анализа тяжелой воды с установки условия измерения про-

пускания проб  $T(\nu)$  изменяются значительно, т. к. измерения проводят с перезаполнением кюветы. Для устранения погрешности, связанной со старением стекол кюветы, положением кюветы в луче и др., был использован "метод базовой линии" [8]. Согласно этому методу, пропускание образца тяжелой воды измеряется не только в точке максимума полосы поглощения ( $\nu_1$ ), но и в точках так называемой "базовой линии" ( $\nu_2$  и  $\nu_3$ ). Эти точки соединяют на спектре тяжелой воды и на полуценной "базовой линии" находят  $T_0(\nu_1) = (T(\nu_2) + T(\nu_3))/2$ . Тогда содержание протия (дейтерия) рассчитывается по формуле

$$a_H = kD + l, \quad (6)$$

где  $D = \lg(T_0(\nu_1) / T(\nu_1))$ ,  $k$  и  $l$  — коэффициенты калибровочной зависимости. Такая процедура приводит к компенсации всех изменений условий измерения. В результате для анализа концентрированной тяжелой воды на кювете толщиной 206 мкм с оптическими окнами из  $\text{CaF}_2$  была получена калибровочная зависимость, позволяющая находить содержание протия при ежедневном оперативном анализе концентрированной тяжелой воды с относительной погрешностью  $\pm 2\%$  [9]:

$$a_H (\text{ат.}\%) = 0.0276(6) + 1.204(5) \cdot D,$$

где

$$D = \lg[(T(3540 \text{ см}^{-1}) + T(3280 \text{ см}^{-1})) / 2T(3410 \text{ см}^{-1})].$$

### Анализ тяжелой воды с низким содержанием дейтерия ( $a_D < 1\%$ )

В данном случае при отработке методики также была использована линейность зависимости, но для определения свободного члена зависимости учитывали тот факт, что природное содержание дейтерия в воде известно и составляет 0.015  $\pm$  0.002 %. Для проведения анализа была выбрана полоса поглощения валентного колебания ОД (полоса 3, рис. 1). В результате на кювете толщиной 122 мкм с оптическими окнами из  $\text{CaF}_2$  для анализа воды с низким содержанием дейтерия была получена зависимость атомной доли дейтерия от величины  $D$ , позволяющая находить содержание дейтерия при оперативном анализе воды с погрешностью  $\pm 0.003$  ат. % [10]:

$$a_D (\text{ат.}\%) = -0.082(3) - 1.489(9) \cdot D,$$

где  $D = \lg(T(2500 \text{ см}^{-1}) / T(2700 \text{ см}^{-1}))$ .

### Анализ тяжелой воды в широком диапазоне концентраций

Для анализа тяжелой воды в широком диапазоне концентраций была выбрана полоса обертона деформационного колебания молекулы  $\text{HDO}$  (полоса 2, рис. 1). На Specord M80 методический под-

ход в широком диапазоне концентраций также опирался на линейность зависимости. На спектре тяжелой воды была установлена "особая точка":  $\nu^* = 2988.8 \text{ см}^{-1}$  [11]. По полученным данным методом наименьших квадратов были построены зависимости атомной доли дейтерия от величины  $D = \lg(T(2988.8 \text{ см}^{-1}) / T(2777.6 \text{ см}^{-1}))$  на кюветах толщиной 61 и 41 мкм с оптическими окнами из  $\text{MgF}_2$ :

на кювете 61 мкм —  $a_D (\text{ат.}\%) = 85.88(8) + 39.9(2) \cdot D$ ;

на кювете 41 мкм —  $a_D (\text{ат.}\%) = 85.67(6) + 59.7(1) \cdot D$ .

Методика позволяет находить содержание дейтерия при ежедневном оперативном анализе тяжелой воды ( $30\% < a_D < 100\%$ ) с точностью  $\pm 0.4 \text{ ат.}\%$  [11]. К сожалению, из-за сильного поглощения диапазон измеряемых концентраций тяжелой воды на Specord M80 составил от 30 % и выше. Таким образом, отработать методику, которая позволила бы анализировать тяжелую воду во всем диапазоне концентраций (от природной до концентрированной тяжелой воды) не удалось.

#### МЕТОДИКИ ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ТЯЖЕЛОЙ ВОДЫ, РАЗРАБОТАННЫЕ НА ИК-ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЕ TENSOR 37

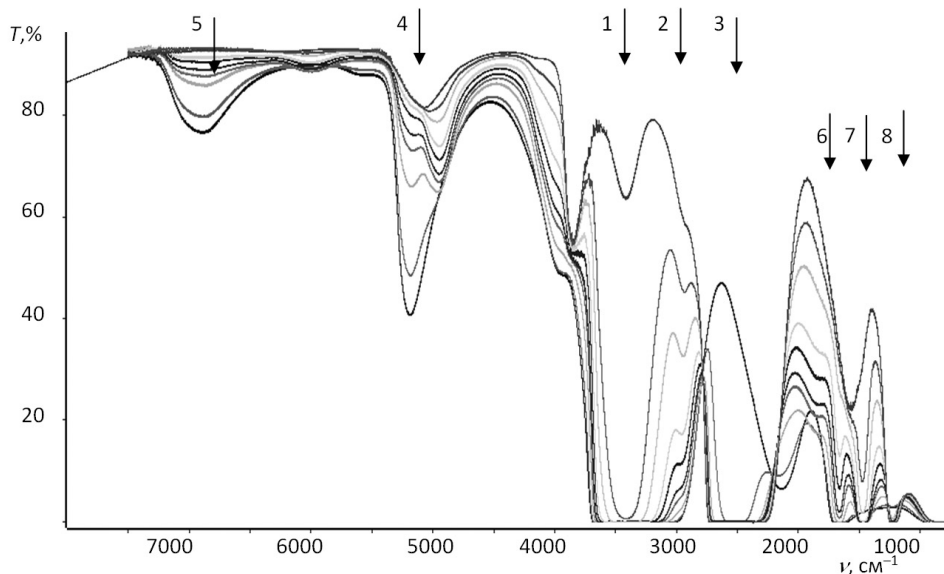
Технические характеристики ИК-фурье-спектрометра Tensor 37: спектральный диапазон —  $(400\text{--}7500) \text{ см}^{-1}$ ; фотометрическая точность  $\pm 0.1\%$ ; отношение сигнал/шум — 45000 при вре-

мени сканирования 1 мин (это соответствует фотометрической воспроизводимости 0.002 %). Спектральный диапазон Tensor 37 позволяет использовать не только полосы поглощения валентных и деформационных колебаний, но и их составных колебаний. На рис. 2 приведены спектры пропускания образцов тяжелой воды различной концентрации, полученные на ИК-фурье-спектрометре Tensor 37. Полученные данные обрабатывались при помощи специального пакета программ Quant 1. Калибровочные зависимости строились не от пропускания в отдельной рабочей точке спектра (как на Specord M80), а от площади пиков соответствующих полос поглощения. Для обработки пиков был выбран метод, по которому в выбранном диапазоне волновых чисел (от  $\nu_2$  до  $\nu_3$ ) вырезалась часть пика, площадь которой считалась над полученной "базовой линией" (от  $\nu_2$  до  $\nu_3$ ).

Для анализа концентрированной тяжелой воды была выбрана та же полоса поглощения валентного колебания ОН (полоса 1, рис. 2). Оптимальный диапазон интегрирования —  $(3200\text{--}3620) \text{ см}^{-1}$ . На Tensor 37 с кюветой толщиной 323 мкм с оптическими окнами из  $\text{CaF}_2$  была получена калибровочная зависимость  $a_D$  от  $S$  [11], которая имеет линейный вид:

$$a_D(\text{ат.}\%) = 99.9075(3) - 0.00249(3) \cdot S,$$

где  $S$  — площадь пика поглощения, посчитанная в диапазоне волновых чисел  $(3200\text{--}3620) \text{ см}^{-1}$ . Погрешность калибровки составила 0.002 ат.%; диапазон измеряемых концентраций — 1 ат.%.



**Рис. 2.** Спектры пропускания тяжелой воды, полученные на ИК-фурье-спектрометре Tensor 37. Кювета  $d = 60$  мкм. Калибровочные растворы: 0.02, 12.20, 39.21, 53.51, 60.61, 71.04, 78.96, 90.61, 95.38, 99.75 %

Для анализа тяжелой воды с низким содержанием дейтерия на ИК-фурье-спектрометре Tensor 37 была выбрана полоса поглощения валентного колебания OD (полоса 3, рис. 2). Оптимальный диапазон интегрирования:  $(2385-2680) \text{ см}^{-1}$ . На кюветках толщиной 216 и 54 мкм с оптическими окнами из  $\text{CaF}_2$  были получены калибровочные зависимости  $a_D$  от  $S$  [11], которые имеют линейный вид (рис. 3). На кювете 216 мкм:

$$a_D(\text{ат.}\%) = 0.407(2) + 0.0065(2) \cdot S;$$

на кювете 54 мкм:

$$a_D(\text{ат.}\%) = 0.399(3) + 0.0263(2) \cdot S,$$

где  $S$  — площадь пика поглощения, посчитанная в диапазоне волновых чисел  $(2385-2680) \text{ см}^{-1}$ . На кювете толщиной 216 мкм погрешность калибровки составила 0.002 ат.%; диапазон измеряемых концентраций — 1 ат.%. На кювете толщиной 54 мкм погрешность калибровки составила 0.03 ат.%; диапазон измеряемых концентраций — 10 ат.%. Для анализа тяжелой воды во всем диапазоне концентраций самой чувствительной оказалась полоса 4. Оптимальный диапазон интегрирования —  $(4500-5400) \text{ см}^{-1}$ . В результате во всем диапазоне концентраций тяжелой воды на кюветках различной толщины с оптическими окнами из  $\text{CaF}_2$  были получены калибровочные зависимости (рис. 4), которые имеют квадратичный вид [11]:

$$a_D = l + b \cdot S + c \cdot S^2,$$

где  $S$  — площадь пика поглощения, посчитанная в диапазоне волновых чисел  $(4400-5500) \text{ см}^{-1}$ ;  $l$ ,  $b$ ,  $c$  — коэффициенты зависимостей

$$\text{на кювете 54 мкм: } a_D(\text{ат.}\%) = 138.4(4) - 2.27(1) \cdot S + 0.0086(1) \cdot S^2;$$

$$\text{на кювете 127 мкм: } a_D(\text{ат.}\%) = 138.4(4) - 0.985(9) \cdot S + 0.00158(4) \cdot S^2;$$

$$\text{на кювете 216 мкм: } a_D(\text{ат.}\%) = 138.7(4) - 0.576(4) \cdot S + 0.00053(1) \cdot S^2;$$

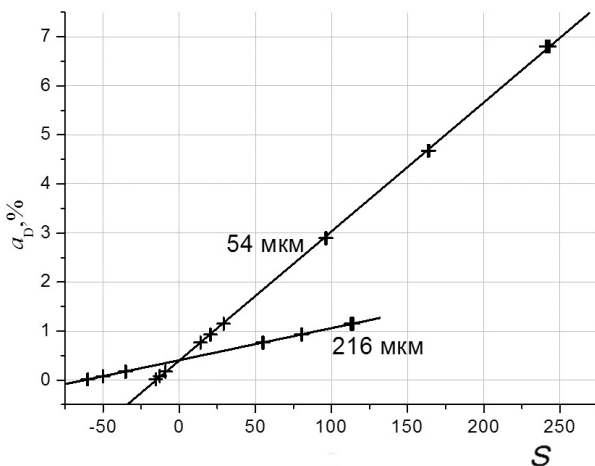
$$\text{на кювете 323 мкм: } a_D(\text{ат.}\%) = 138.6(4) - 0.384(2) \cdot S + 0.000239(4) \cdot S^2.$$

На кюветках толщиной 216 и 323 мкм погрешность калибровки составила 0.4 ат.%; на кювете толщиной 127 мкм — 0.5 ат.%; на кювете толщиной 54 мкм — 0.6 ат.%.

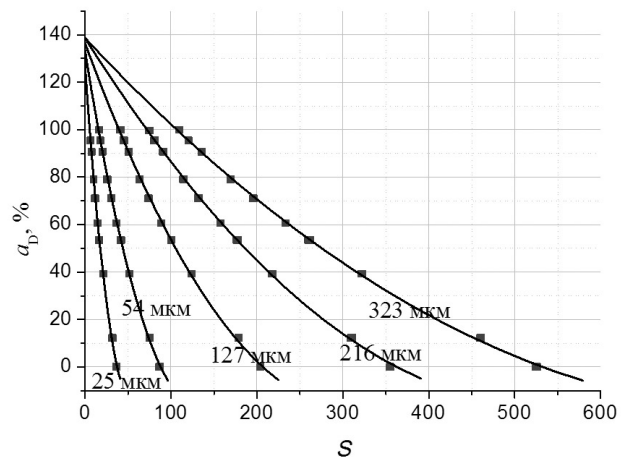
#### КОНТРОЛЬ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ТЯЖЕЛОВОДНОГО ТЕПЛОНОСИТЕЛЯ РЕАКТОРА ПИК НА ПРИНЦИПЕ ИК-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Анализ полученных калибровок показал следующее.

1) Свободные члены  $l$  совпадают (с точностью до погрешности) для кювет с оптическими окнами из одного материала ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{MgF}_2$ ).



**Рис. 3.** Зависимость  $a_D$  от  $S$  ( $\nu = 2385-2680 \text{ см}^{-1}$ ) для тяжелой воды с низким содержанием дейтерия. Кюветы:  $d = 54$  и  $216$  мкм, материал окон  $\text{CaF}_2$ ;  $t = 33 \text{ °C}$



**Рис. 4.** Зависимость  $a_D$  от  $S$  ( $\nu = 4500-5400 \text{ см}^{-1}$ ) для  $\text{D}_2\text{O}$  во всем диапазоне концентраций. Кюветы:  $d = 25, 54, 127, 216, 323$  мкм, материал окон  $\text{CaF}_2$

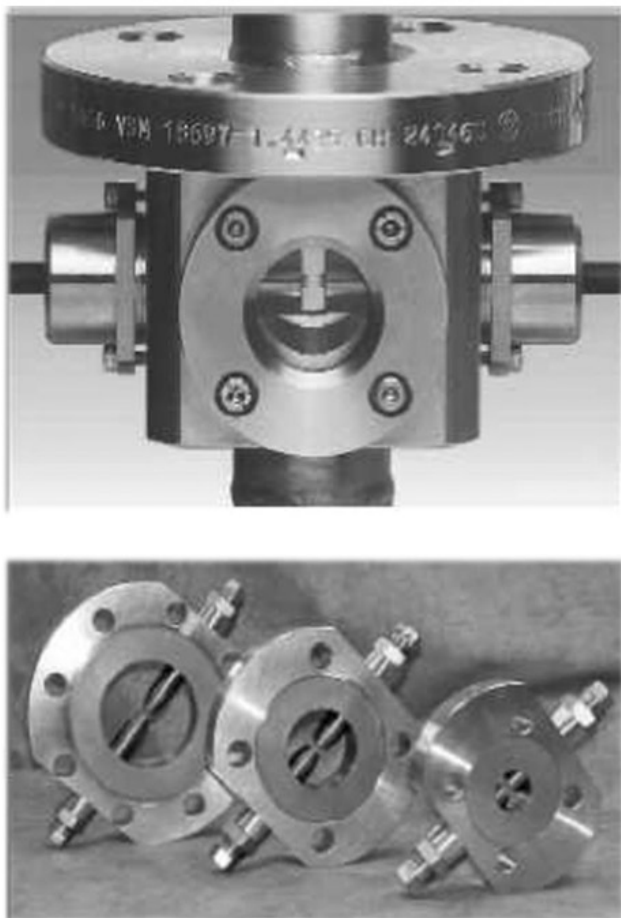


Рис. 5. Проточные ИК-спектрометрические кюветы различного диаметра для установки во фланец технологического трубопровода

2) Существует зависимость величин коэффициентов от толщины кюветы  $d$  (мкм), которая удовлетворяет следующим соотношениям:

– для случая линейной зависимости  $k_1 \cdot d_1 = k_2 \cdot d_2$ ;

– для случая квадратичной зависимости  $b_1 \cdot d_1 = b_2 \cdot d_2$ ;  $c_1 \cdot (d_1)^2 = c_2 \cdot (d_2)^2$ .

Таким образом, применение метода "базовой линии" позволяет разработать универсальную процедуру измерения концентрации тяжелой воды, результат которой не зависит от толщины кюветы. Эта процедура может быть легко адаптирована для измерений на любом инфракрасном спектрофотометре.

3) Погрешность изотопного анализа тяжелой воды составляет  $\pm(0.002-0.003)$  % в области высоких и низких концентраций,  $\pm 0.4$  % — во всем диапазоне концентраций.

Таким образом, разработанные методики позволяют организовать оперативный лабораторный контроль тяжелой воды на реакторе ПИК и установке ЭВИО. Важным преимуществом использования ИК-спектрометрии по сравнению с другими методами является возможность организовать измерения в on-line режиме на базе стандартных кювет промышленного изготовления (рис. 5) и обычного ИК-фурье-спектрометра. Это позволит контролировать содержание дейтерия в тяжелой воде непрерывно в автоматическом режиме, таким образом, снизить дозовые нагрузки на персонал тяжеловодной аналитической лаборатории реактора ПИК и исключить человеческий фактор. Опыт эксплуатации автоматического анализатора тяжелой воды "Анализ-3" уже есть на экспериментальной установке ЭВИО.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе показано, как может быть решена задача организации надежного, точного и оперативного изотопного анализа тяжелой воды методом инфракрасной спектрометрии. Предложенный подход основан на использовании линейности зависимости показателя поглощения тяжелой воды от содержания в ней дейтерия  $a_D$  (против  $a_H$ ) и метода "базовой линии". Методики, разработанные на базе ИК-спектрофотометра Specord M80 и фурье-спектрометра Tensor 37, в настоящее время используются для лабораторного контроля изотопного состава тяжелой воды в тяжеловодных контурах реактора ПИК и на установках ПИЯФ по производству тяжелой воды. ИК-спектрометрия позволяет организовать автоматический изотопный контроль тяжеловодных теплоносителей реактора ПИК.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Стукин А.Д. Тяжелая вода в ядерной энергетике // Новости ФИС. М.: ФГУП ЦНИИАТОМИНФОРМ, 2006. С. 8–10.
2. Стефенсон Р. Введение в ядерную физику. М.: Гос. изд-во технической литературы, 1956. 536 с.
3. Петров Ю.В. Выбор параметров реакторов для физических исследований. Препринт. Л.: ЛИЯФ, 1982. 802 с.
4. Alekseev I.A., Bondarenko S.D. et al. Heavy water deuterium by combined electrolysis catalytic exchange at the experimental industrial plant // Fusion Engineering and Design. 2003. V. 69. P. 33–37.
5. Юхневич Г.В. Инфракрасная спектроскопия воды. М.: Наука, 1973. 207 с.
6. Киришенбаум И. Тяжелая вода. М.: Изд. ИЛ, 1953. 438 с.

7. Аналитическая химия. Т. 3 / Под ред. Л.Н. Москвина. М.: Academia, 2010. 368 с.
8. Воронина Т.В., Федорченко О.А. Измерение содержания протия в высококонцентрированной тяжелой воде методом ИК-спектрофотометрии // Оптический журнал. 2003. Т. 70, № 2. С. 18–22.
9. МВИ № 1038Р. Свидетельство об аттестации № 242/133. 2005.
10. Воронина Т.В. Развитие метода инфракрасной спектрофотометрии для анализа изотопного состава низкоконцентрированной тяжелой воды // Сборник научных трудов "Технологии и системы обеспечения жизненного цикла ЯЭУ. Радиохимический контроль и экологический мониторинг в атомной энергетике". СПб.: Изд. Менделеев, 2004. С. 110–114.
11. Воронина Т.В., Слободов А.А. Спектроскопическое и термодинамическое исследование тяжелой воды // Оптический журнал. 2011. Т. 78, № 3. С. 3–9.

*Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова РАН, г. Гатчина, Ленинградская область (Воронина Т.В.)*

*Санкт-Петербургский государственный университет (Семёнов В.Г.)*

Контакты: Семенов Валентин Георгиевич,  
val\_sem@mail.ru

Материал поступил в редакцию 8.08.2011.

## ORGANIZATION OF ISOTOPIC MONITORING OF HEAVY WATER BY INFRARED SPECTROMETRY AT PIK REACTOR

T. V. Voronina<sup>1</sup>, V. G. Semenov<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*PNPI, Gatchina, Leningrad Region*

<sup>2</sup>*Saint-Petersburg State University*

This work is devoted to the problem of isotopic heavy water control on PIK reactor. The results of IR-spectroscopic heavy water investigation for the purpose of correct isotopic analysis are shown. The methods that are used for the laboratory control of deuterium concentration ( $a_D$ ) of heavy water in reactor system and heavy water installation of PNPI are presented. It is proposed to use infrared spectrometry for isotopic on-line control of heavy water coolant at PIK reactor.

*Keywords:* heavy water, protium, deuterium, infrared spectrometry