ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА Dy_2O_3, TiO_2, HfO_2 И СИНТЕЗИРВАННЫХ ИЗ НИХ ГАФНАТА И ТИТАНАТА ДИСПРОЗИЯ МЕТОДОМ МАССПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

С. А. Ванжа, *Д. В. Кутний, В.М. Грицина, И.А. Чернов, Н.В. Рудь*

Национальный Научный Центр

Харьковский Физико-Технический Институт

ТЕХНІЧНЕ ЗАВДАННЯ

на розробку, виготовлення, випробування і постановку
на виробництво ПС СУЗ для реакторів ВВЕР-1000 України

4 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

4.1 Вимоги Законів, нормативних та конструкторських документів

Дане Технічне завдання передбачає виконання робіт по проекту розробки ПС СУЗ ВВЕР-1000 з урахуванням діючих в Україні норм і вимог законодавчих, нормативних та конструкторських документів, а саме:

1 Закон України «Про використання ядерної енергії та радіаційну безпеку».

2 ДСТУ ISO 9001:2009 «Система управління якістю. Вимоги».

3 ДСТУ 3974-2000 Система розроблення та поставлення продукції на виробництво. Правила виконання дослідно-конструкторських робіт. Загальні положення.

4 ГОСТ 15.001-88 «Система разработки и постановки продукции на производство. Продукция производственного назначения».

5 СОУ НАЕК 081:2015 «Система оцінки відповідності продукції. Випробування і приймання продукції для АЕС.

6 НП 306.2.141.2008 «Загальні положення безпеки атомних станцій».

7 НП 306.2.145-2008 «Правила ядерної безпеки реакторних установок атомних станцій з реактором з водою під тиском».

8 НП 306.1.190-2011«Загальні вимоги до системи управління діяльністю у сфері використання ядерної енергії».

9 НП 306.2.106-2005 «Вимоги до проведення модифікацій ядерних установок та порядку оцінки їх безпеки».

10 Типовой технологический регламент безопасной эксплуатации энергоблоков АЭС с реакторами ВВЭР-1000 РГ-Б.0.03.179-13.

11 Типовая инструкция по эксплуатации реакторной установки энергоблоков с ВВЭР-1000/В-320 АЭС ГП «НАЭК «Энергоатом» ИЭ-И.0.03.203-15.

9

4.2 Технічні вимоги до виробів

4.2.2 Вимоги до поглинаючої здатності ПС СУЗ та до поглинаючих матеріалів

Характеристики порошку титанату диспрозію.

Масова частка диспрозію (68…72) %.

Масова частка титану (9…13) %.

Таблиця 4.2.2 - Масова частка домішок у % не більше

Найменування	Значення	Найменування	Значення
Mo	2,0	Eu	0,01
Fe	0,5	Gd	0,01
Si	0,5	Sm	0,01
Al	0,5		

Щільність упруски по диспрозію не менше $3{,}54 \cdot 10^3$ кг/м^3.

Масова частка суми домішок самарію, європію, гадолінію повинна бути менше 0,1 %, при цьому масова частка європію повинна бути менше 0,01 %.

Характеристики порошку гафнату диспрозію.

Вимоги до вмісту основних елементів та домішок в гафнаті диспрозію наведено у таблицях 4.2.3 та 4.2.4.

Таблиця 4.2.3 - Основні елементі та домішки в гафнаті диспрозію

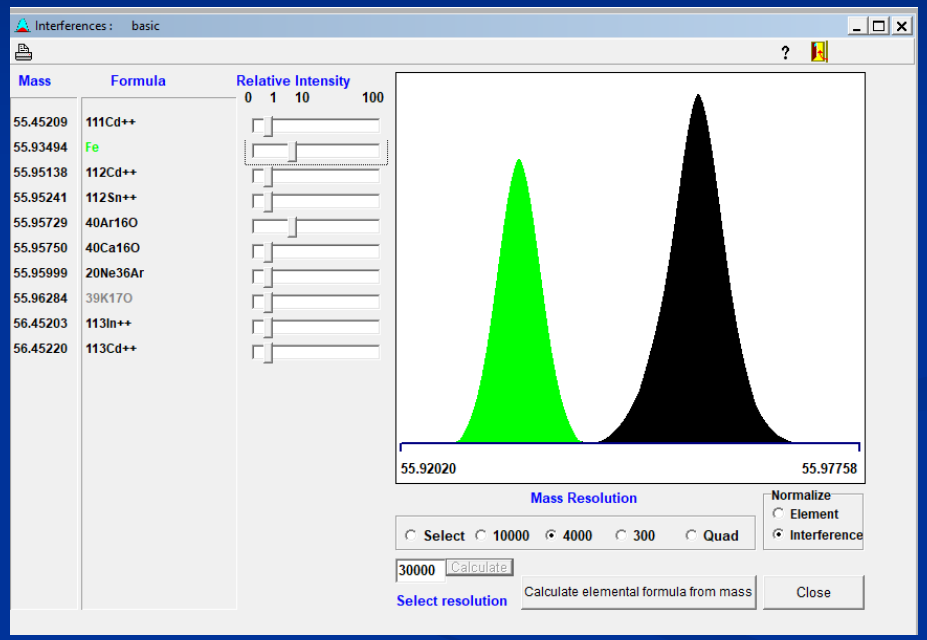
Найменування	Значення
Dy	55,0-60,0
Hf	29,0-34,0

Таблиця 4.2.4 - Масова частка домішок у % не більше

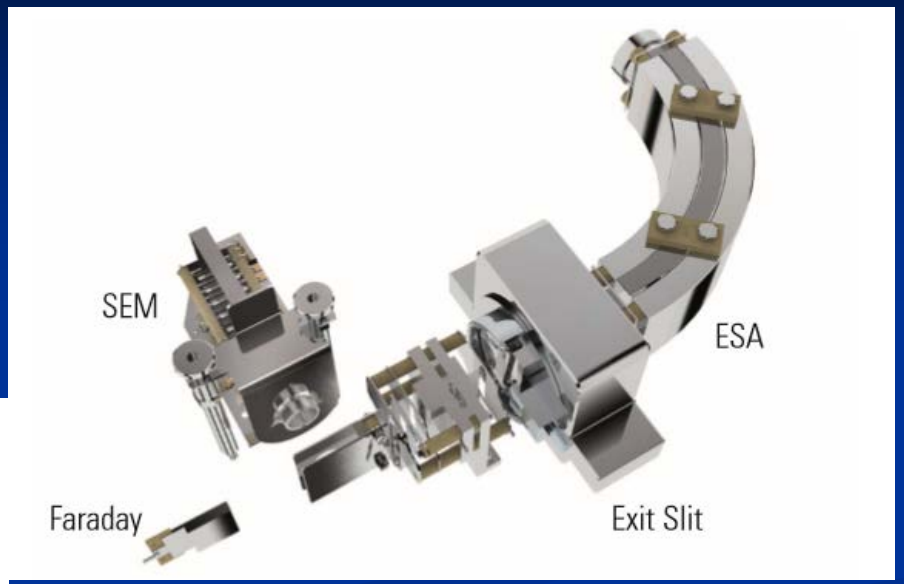
Найменування	Значення	Найменування	Значення
Zr	2,0	Al	0,5
Mo	2,0	Eu	0,01
Fe	0,5	Gd	0,01
Si	0,5	Sm	0,01

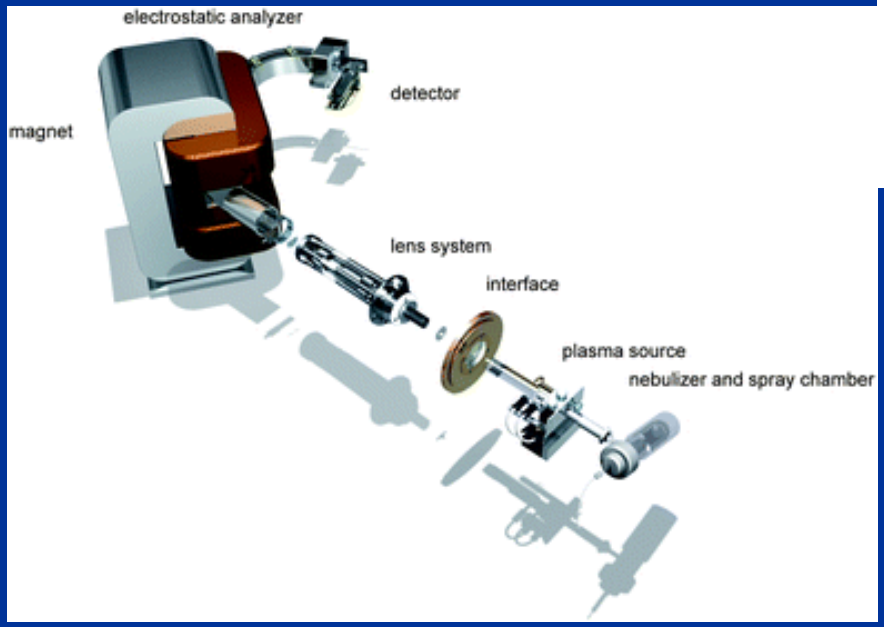
10

Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой

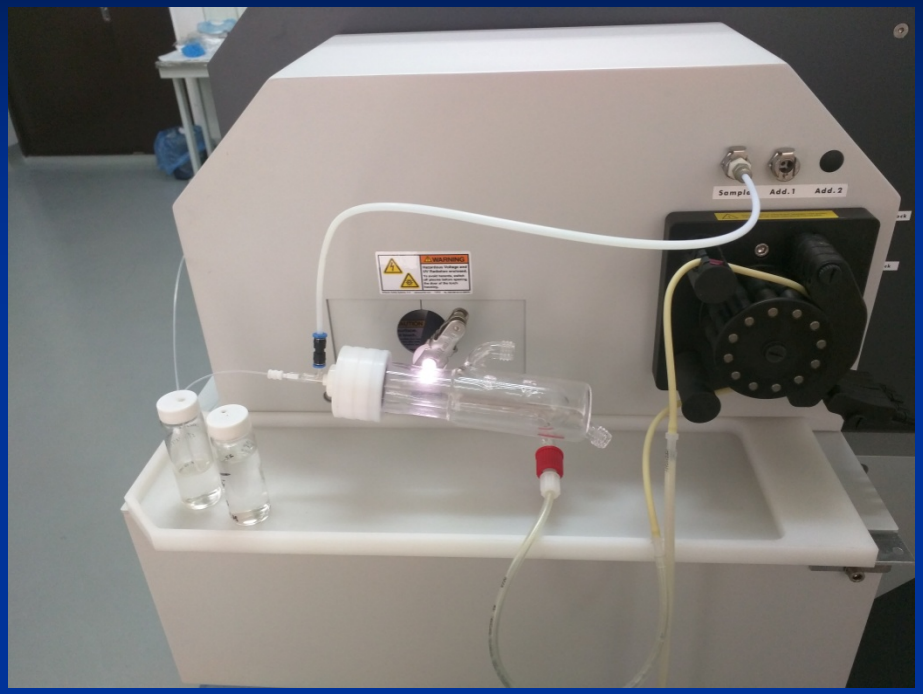


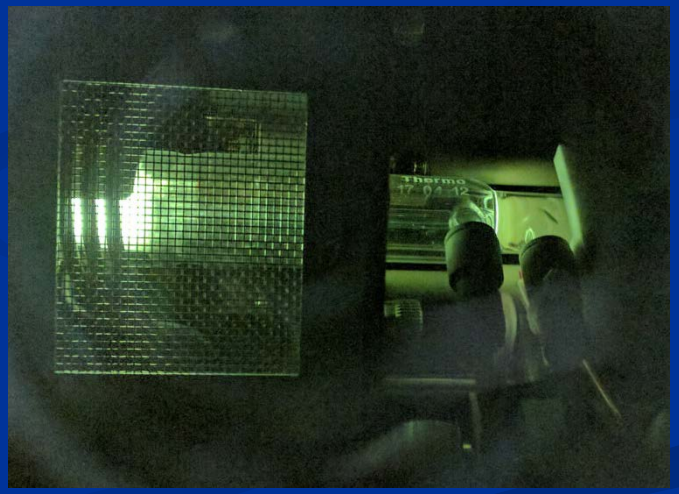
Принцип работы масс-спектрометра



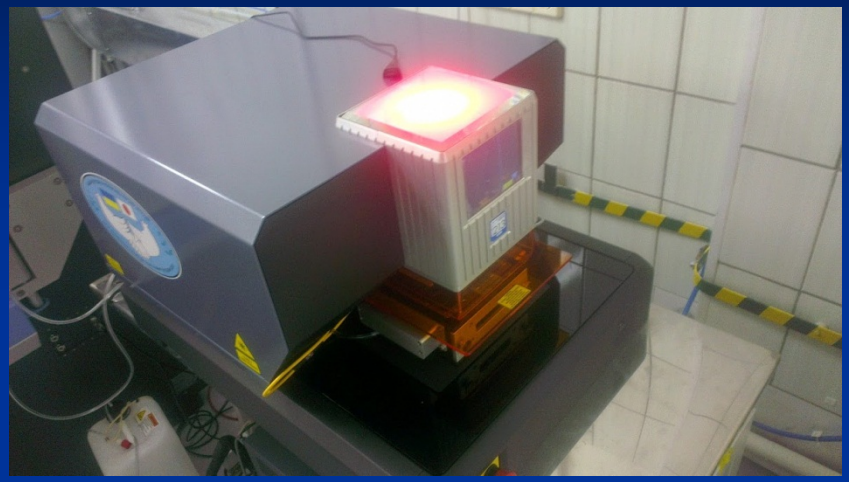


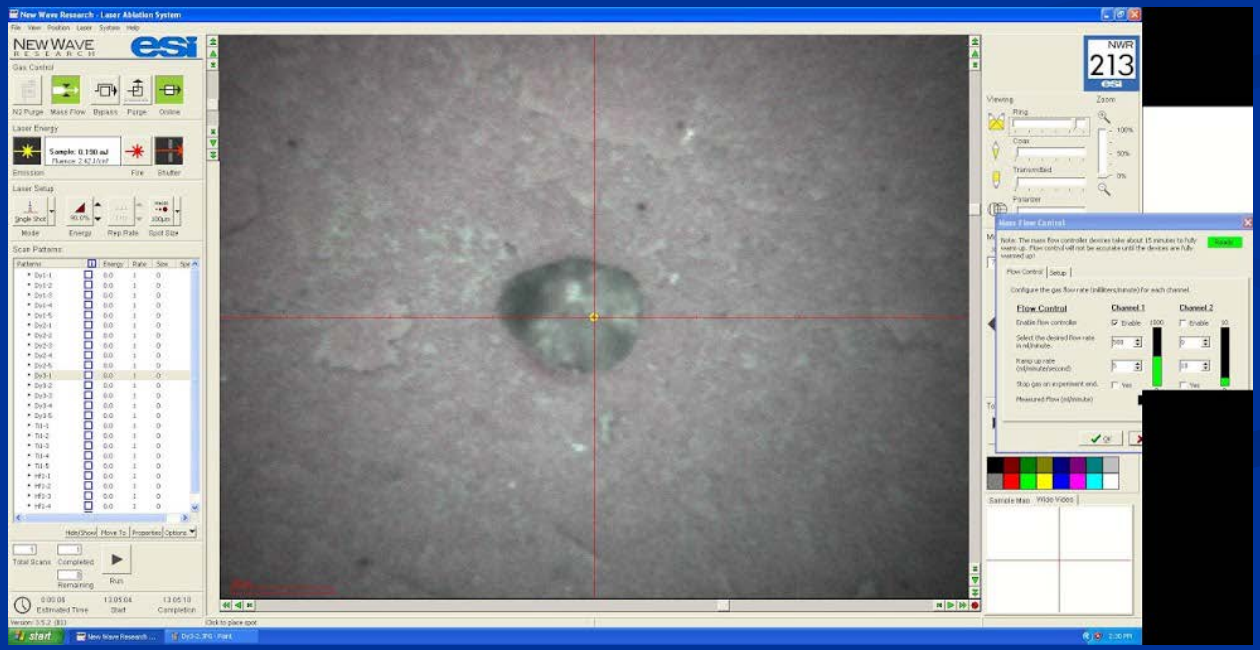
Исследование жидких проб





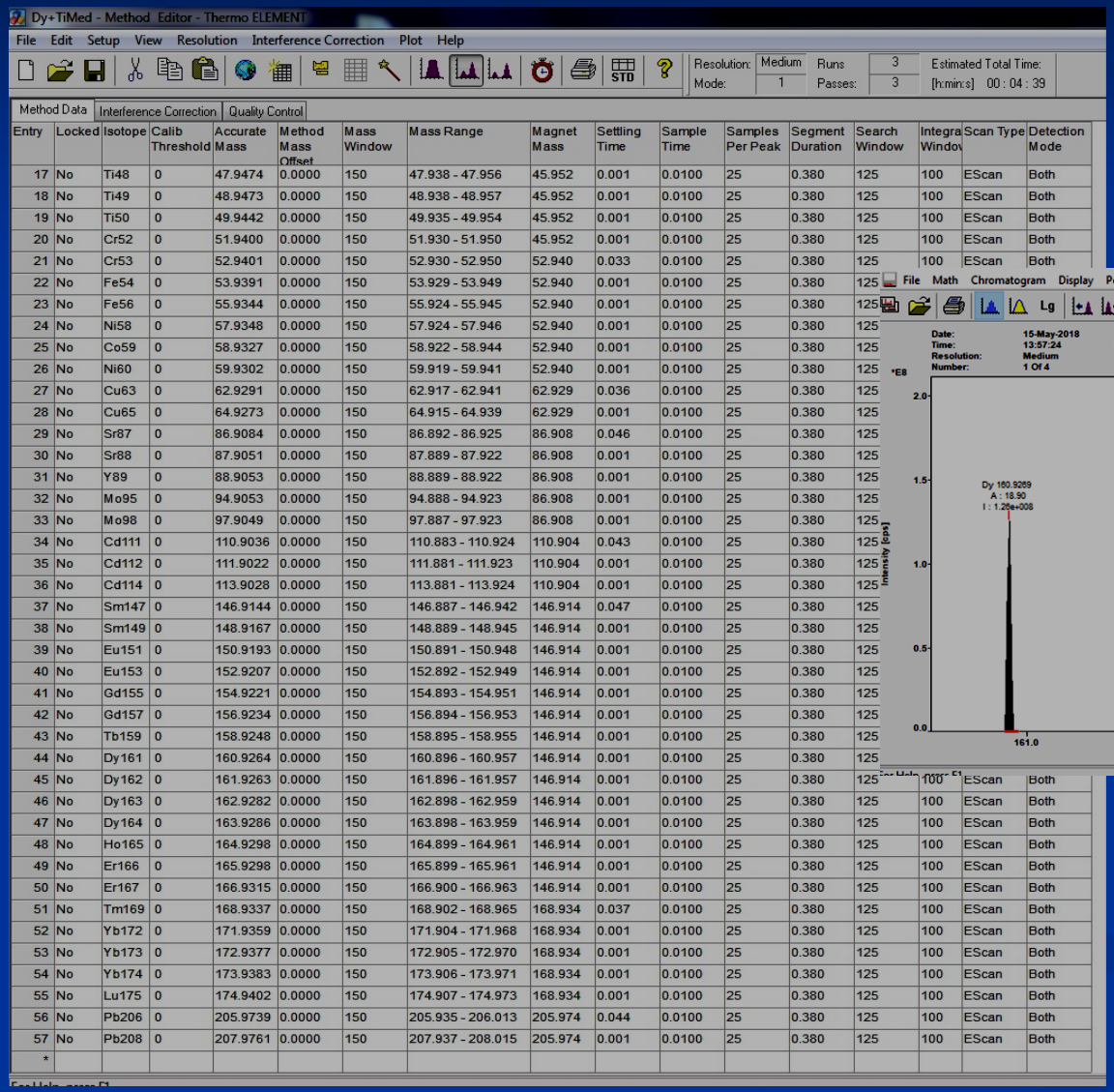
Исследование твердых проб



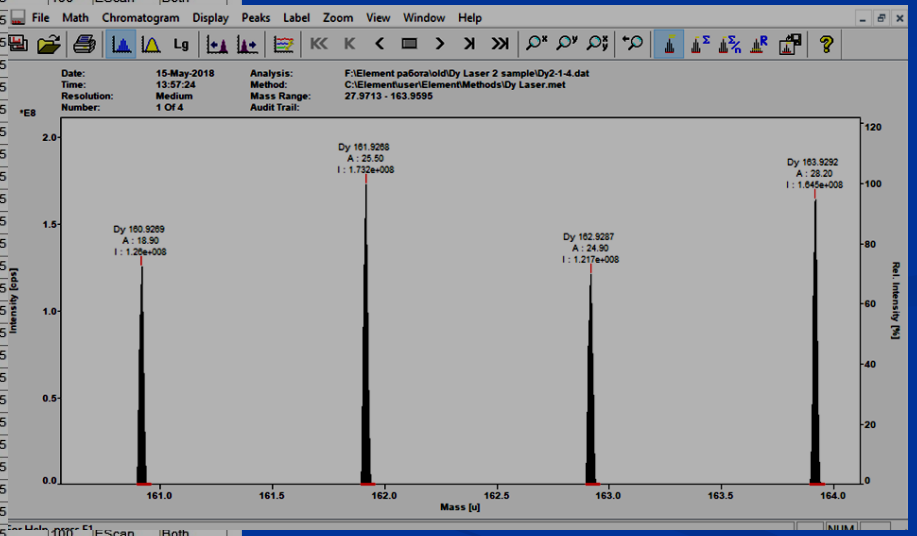


Стандартные образцы предприятия

Рабочие окна программ Method Editor и Show



Entry	Locked	Isotope	Calib Threshold	Accurate Mass	Method Mass Offset	Mass Window	Mass Range	Magnet Mass	Settling Time	Sample Time	Samples Per Peak	Segment Duration	Search Window	Integra Windov	Scan Type	Detection Mode
17	No	Ti48	0	47.9474	0.0000	150	47.938 - 47.956	45.952	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
18	No	Ti49	0	48.9473	0.0000	150	48.938 - 48.957	45.952	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
19	No	Ti50	0	49.9442	0.0000	150	49.935 - 49.954	45.952	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
20	No	Cr52	0	51.9400	0.0000	150	51.930 - 51.950	45.952	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
21	No	Cr53	0	52.9401	0.0000	150	52.930 - 52.950	52.940	0.033	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
22	No	Fe54	0	53.9391	0.0000	150	53.929 - 53.949	52.940	0.001	0.0100	25	0.380	125			
23	No	Fe56	0	55.9344	0.0000	150	55.924 - 55.945	52.940	0.001	0.0100	25	0.380	125			
24	No	Ni58	0	57.9348	0.0000	150	57.924 - 57.946	52.940	0.001	0.0100	25	0.380	125			
25	No	Co59	0	58.9327	0.0000	150	58.922 - 58.944	52.940	0.001	0.0100	25	0.380	125			
26	No	Ni60	0	59.9302	0.0000	150	59.919 - 59.941	52.940	0.001	0.0100	25	0.380	125			
27	No	Cu63	0	62.9291	0.0000	150	62.917 - 62.941	62.929	0.036	0.0100	25	0.380	125			
28	No	Cu65	0	64.9273	0.0000	150	64.915 - 64.939	62.929	0.001	0.0100	25	0.380	125			
29	No	Sr87	0	86.9084	0.0000	150	86.892 - 86.925	86.908	0.046	0.0100	25	0.380	125			
30	No	Sr88	0	87.9051	0.0000	150	87.889 - 87.922	86.908	0.001	0.0100	25	0.380	125			
31	No	Y89	0	88.9053	0.0000	150	88.889 - 88.922	86.908	0.001	0.0100	25	0.380	125			
32	No	Mo95	0	94.9053	0.0000	150	94.888 - 94.923	86.908	0.001	0.0100	25	0.380	125			
33	No	Mo98	0	97.9049	0.0000	150	97.887 - 97.923	86.908	0.001	0.0100	25	0.380	125			
34	No	Cd111	0	110.9036	0.0000	150	110.883 - 110.924	110.904	0.043	0.0100	25	0.380	125			
35	No	Cd112	0	111.9022	0.0000	150	111.881 - 111.923	110.904	0.001	0.0100	25	0.380	125			
36	No	Cd114	0	113.9028	0.0000	150	113.881 - 113.924	110.904	0.001	0.0100	25	0.380	125			
37	No	Sm147	0	146.9144	0.0000	150	146.887 - 146.942	146.914	0.047	0.0100	25	0.380	125			
38	No	Sm149	0	148.9167	0.0000	150	148.889 - 148.945	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
39	No	Eu151	0	150.9193	0.0000	150	150.891 - 150.948	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
40	No	Eu153	0	152.9207	0.0000	150	152.892 - 152.949	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
41	No	Gd155	0	154.9221	0.0000	150	154.893 - 154.951	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
42	No	Gd157	0	156.9234	0.0000	150	156.894 - 156.953	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
43	No	Tb159	0	158.9248	0.0000	150	158.895 - 158.955	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
44	No	Dy161	0	160.9264	0.0000	150	160.896 - 160.957	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125			
45	No	Dy162	0	161.9263	0.0000	150	161.896 - 161.957	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
46	No	Dy163	0	162.9282	0.0000	150	162.898 - 162.959	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
47	No	Dy164	0	163.9286	0.0000	150	163.898 - 163.959	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
48	No	Ho165	0	164.9298	0.0000	150	164.899 - 164.961	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
49	No	Er166	0	165.9298	0.0000	150	165.899 - 165.961	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
50	No	Er167	0	166.9315	0.0000	150	166.900 - 166.963	146.914	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
51	No	Tm169	0	168.9337	0.0000	150	168.902 - 168.965	168.934	0.037	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
52	No	Yb172	0	171.9359	0.0000	150	171.904 - 171.968	168.934	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
53	No	Yb173	0	172.9377	0.0000	150	172.905 - 172.970	168.934	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
54	No	Yb174	0	173.9383	0.0000	150	173.906 - 173.971	168.934	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
55	No	Lu175	0	174.9402	0.0000	150	174.907 - 174.973	168.934	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
56	No	Pb206	0	205.9739	0.0000	150	205.935 - 206.013	205.974	0.044	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
57	No	Pb208	0	207.9761	0.0000	150	207.937 - 208.015	205.974	0.001	0.0100	25	0.380	125	100	EScan	Both
*																



Методики измерений

МЕТОДИКА ВИМІРЮВАНЬ
масової частки елементів в оксидах диспрозію методом мас-спектрометрії з індуктивно-зв'язаною плазмою

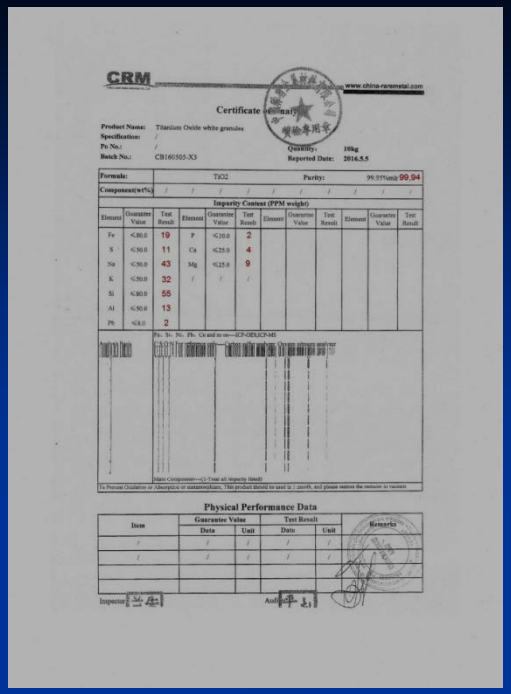
Элемент	Массовая часть, %	Погрешность определения, %	Элемент	Массовая часть, %	Погрешность определения, %
Dy	80 – 90	< 5	Sm	0.0001 – 0.05	< 5
Si	0.0005 – 0.5	< 5	Eu	0.0001 – 0.05	< 5
Fe	0.0005 – 0.5	< 5	Gd	0.0001 – 0.05	< 5

МЕТОДИКА ВИМІРЮВАНЬ
масової частки елементів в оксидах титану методом мас-спектрометрії з індуктивно-зв'язаною плазмою

Элемент	Массовая часть, %	Погрешность определения, %	Элемент	Массовая часть, %	Погрешность определения, %
Ti	55 – 65	< 5	Mg	0.0001 – 0.5	< 5
Al	0.0001 – 0.5	< 5	Si	0.0001 – 0.5	< 5
Fe	0.0001 – 0.5	< 5	Pb	0.0001 – 0.5	< 5

Результаты

Dy2O3			TiO2		
	Сертификат ppm	Измеренное ppm		Сертификат ppm	Измеренное ppm
Dy2O3	99.65 %	99.68 %	TiO2	99.95 %	99.94 %
La2O3	< 50	17	Fe	< 80	19
CeO2	< 50	4	Na	< 50	43
Pr6O11	< 50	3	K	< 50	32
Sm2O3	< 50	6	Si	< 80	55
Eu2O3	< 50	2	Al	< 50	13
Gd2O3	< 50	7	Pb	< 8	2
Ho2O3	< 50	47	Ca	< 25	4
Tm2O3	< 50	2	Mg	< 25	9
Yb2O3	< 50	19			
Tb4O7	< 50	1			
Y2O3	< 50	56			


CRM

Certificate (Summary)

Product Name: Titanium Oxide white granules
Specification:
Po No.:
Batch No.: CB160505-X3
Quantity: 10kg
Reported Date: 2016.5.5

Formula:	TiO2	Purity:	99.95(min) 99.94

Component(wt%)

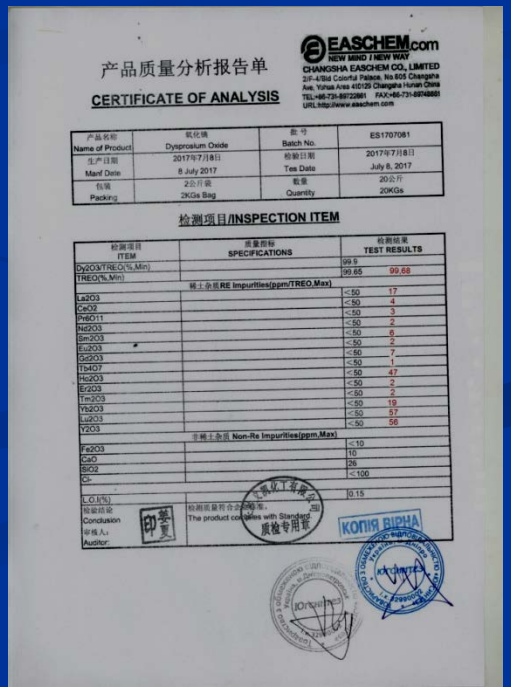
Impurity Content (PPM weight)

Element	Guarantee Value	Test Result	Element	Guarantee Value	Test Result	Element	Guarantee Value	Test Result	Element	Guarantee Value	Test Result
Fe	≤80.0	19	P	≤10.0	2						
S	≤50.0	11	Ca	≤25.0	4						
Na	≤50.0	43	Mg	≤25.0	9						
K	≤50.0	32	/	/	/						
Si	≤80.0	55									
Al	≤50.0	13									
Pb	≤8.0	2									

Physical Performance Data

Item	Guarantee Value		Test Result		Remarks
	Data	Unit	Data	Unit	

Inspector: Auditor:


产品质量分析报告单

CERTIFICATE OF ANALYSIS

EASCHEM.com
NEW MIND / NEW WAY
CHANGSHA EASCHEM CO., LIMITED
2/F-4/Bld Colorful Palace, No.805 Changsha Ave, Yuhua Area 410125 Changsha Hunan China
TEL:+86-731-88722861 FAX:+86-731-88748861
URL:http://www.easchem.com

产品名称 Name of Product	氧化镝 Dysprosium Oxide	批号 Batch No.	ES1707081
生产日期 Manf Date	2017年7月8日 8 July 2017	检验日期 Test Date	2017年7月8日 July 8, 2017
包装 Packing	20公斤袋 20KGs Bag	数量 Quantity	20公斤 20KGs

检测项目/INSPECTION ITEM

检测项目 ITEM	质量指标 SPECIFICATIONS	检测结果 TEST RESULTS
Dy2O3/TREO(%,Min)	99.9	
TREO(%,Min)	99.65	99.68
稀土杂质RE Impurities(ppm/TREO,Max)		
La2O3	<50	17
CeO2	<50	4
Pr6O11	<50	3
Nd2O3	<50	2
Sm2O3	<50	6
Eu2O3	<50	2
Gd2O3	<50	7
Tb4O7	<50	1
Ho2O3	<50	47
Er2O3	<50	2
Tm2O3	<50	2
Yb2O3	<50	19
Lu2O3	<50	57
Y2O3	<50	56
非稀土杂质 Non-Re Impurities(ppm,Max)		
Fe2O3	<10	
CaO	10	
SiO2	26	
Cl-	<100	
L.O.I(%)	0.15	

Conclusion: 检验结论: 检测质量符合合同标准。 The product complies with Standard
Auditor: 审核人: 质检专用章

Спасибо за внимание!