



小型高压离子交换装置及其在超铀元素 分离中的应用

陈敏伯 张秀福 李河萍 魏连生

一、前 言

近十年来,应用高压离子交换技术分离镧系和锕系元素获得了显著成就。

在高压离子交换技术中,由于采用粒度极细的树脂,大大提高了元素的分离效率,因而离子交换设备的尺寸可大大缩小,并在高压输液计量泵的配合下,加快了洗脱速度,缩短了分离时间。同时,在离子交换过程中产生的气体,很容易被排除。此外,在高压下操作稳定,易于实现自动控制和流线监测,使镧系和锕系元素的生产面貌大大改观。

随着高压离子交换技术的推广,离子交换设备的建立和完善就成了人们关注的问题。目前,国外报道了一些高压离子交换装置的流程^[1-3]。在国内已建成用于制备目的的5柱高压离子交换分离装置^[4]。

我们设计了一台用于超铀元素分离的小型高压离子交换装置。在文献[5]中,我们叙述了用高压阳离子交换淋洗色层法分离镭-钋的实验。使用情况表明,该装置具有结构简单,操作安全,使用方便和密封性良好等优点。装置配有放射性流线监测系统,为控制产品纯度和收率提供了简便手段。本文着重介绍高压离子交换装置的设计与结构特点,并略述该装置在超铀元素分离中的应用。

二、实 验 装 置

高压离子交换装置由离子交换树脂柱、高压输液计量泵和流线监测系统三部分组成,通过超细不锈钢管联接,用高压截止阀控制。

分离微居级镭-钋的装置示意图见图1,图2为装置实物照片。这是一个单柱高压离子交换系统。不锈钢柱长450毫米,内径2毫米,所有联接管线均为 $\phi 1.1 \times 0.3$ 毫米的超细不锈钢管,耐压密封联接采用卡套装置。高压输液泵采用1ZJ型柱塞式计量泵(河北化工学院化工机械厂生产),柱塞杆直径3.5毫米,最大流量为13.3毫升/分,最高压力达145公斤/厘米²。流线监测采用Si(Au)面垒 α 探测器($\phi 20$ 毫米)和NaI(Tl)薄晶体双探头低能 γ 射线探测器($\phi 50 \times 1$ 毫米)^[6]。

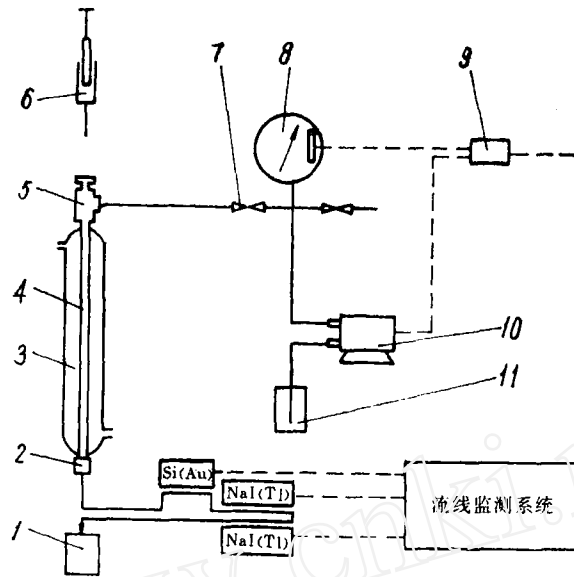


图 1 高压离子交换分离微量 Am-Cm 装置示意图

1—流出液收集器；2—柱接头；3—玻璃夹套；4—树脂柱；5—进样柱头；6—微量注射器；7—高压截止阀；8—耐酸压力表；9—水银继电器；10—1ZJ 柱塞泵；11—淋洗液贮罐。

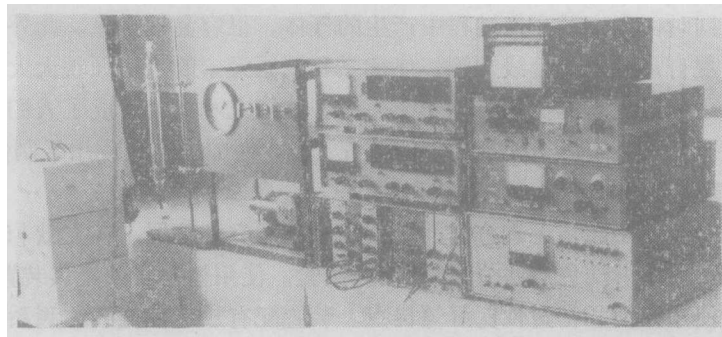


图 2 高压离子交换分离微量 Am-Cm 装置

对于高压离子交换技术来说，设备的耐腐蚀和耐压密封是关键。在设计中，我们全部选用不锈钢材料(1 Cr 18 Ni 9 Ti)，并尽量使部件小型化，以便于实验室或工作箱中操作。主要设备部件照片示于图 3。

1. 树脂柱

在高压离子交换分离中，树脂柱多由不锈钢管制成，也有的用内衬玻璃或内壁涂有各种有机涂料的金属管制成。当操作压力不高于 70 公斤/厘米²时，也可采用厚壁特种玻璃管。不锈钢管要粗细均匀，两端的孔径差一般应小于 1%。

管内壁的光洁度对降低理论塔板高度、提高分离效果有很大影响，所以对管内壁进行研磨抛光。我们用氧化铬膏手工抛光，管壁光洁度接近▽8。

树脂柱的尺寸由操作量决定。对于微量分离，吸附和分离步骤可在一根树脂柱上完成，柱内径在 2—3 毫米较为适宜。对于较大量分离，我们采用了专门设计的吸附柱^[7](图

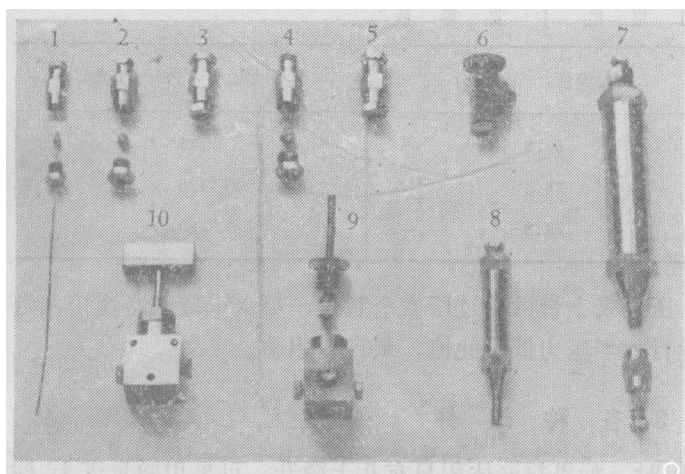


图3 高压离子交换设备部件
1—5——柱接头；6——微量进样柱头；7、8——吸附柱；
9、10——高压截止阀。

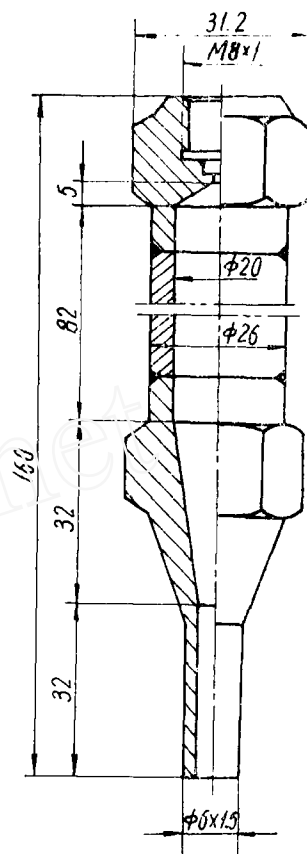


图4 吸附柱

4),以增加吸附量,分离柱采用不锈钢管(一根或多根)。

根据吉丁斯(J. G. Giddings)^[8]的综合非平衡理论,理论塔板高度与树脂颗粒直径的平方成正比,因此,采用小颗粒树脂是提高分离效果的重要手段。然而树脂颗粒过小,又会带来树脂柱压力降过大的问题^[9],所以,树脂粒度的选择要根据分离要求和设备所允许的压力降决定。一般选用直径为20—30微米的树脂。

我们在实验中使用的树脂为上海有机化学研究所合成的聚苯乙烯-二乙烯苯磺酸型强酸性阳离子交换树脂,交联度8(相当于Dowex 50×8),在显微镜下观察为完整的圆球。用水选法得到所需的粒度。

装柱采用自然沉降法:在树脂柱顶端接一同样粗细的延长柱并充满水,然后将浆状树脂注入延长柱顶端的漏斗中,树脂在自身重力作用下自然沉降。待树脂柱和延长柱中装满树脂后,用与淋洗时相近的压力将树脂层压紧,最后去掉延长柱。

在树脂柱底部装有烧结不锈钢片(北京钢铁研究院产品)支持树脂。

树脂柱用超级恒温槽循环水维持所需温度。

2. 高压输液泵

在离子交换分离中,对高压输液泵的要求,除达到一定压力外,还要求输出脉动小,流量稳定。因此,在运行过程中电源电压应力求稳定。此外,要避免在泵头内存有气泡,以免堵塞管道,影响溶液流通。在洗脱前,将泵头入口导管充满溶液,启动泵,打开放空阀,待管内可能存在的空气全部排出,流出溶液后,关闭放空阀,打开通往树脂柱的截止阀,开始淋洗。

我们采用的1ZJ型柱塞式计量泵,泵头内钢珠原为碳钢,后换成不锈钢珠。泵的主要参数见表1。

为保证安全,防止装置过压,在系统中装有耐酸压力表(承德压力表厂产品,分耐压

表 1 泵 的 主 要 参 数

杆 径, 毫米	最大流量, 毫升/分	最大压力, 公斤/厘米 ²
3.5	13.3	145
5	28.3	120
8	73.3	80

160, 100 和 60 公斤/厘米²三种), 压力表上带微动过压安全装置, 与水银继电器连接, 当压力超过预定值时, 泵自动停止运行, 当压力低于此值, 泵自行启动。

3. 各 种 部 件

(1)微量进样柱头 在进料吸附时, 如果料液体积只有几十微升, 可采用微量进样柱头。它由柱头体、压紧螺母、卡套、手旋螺母、压环和硅橡胶垫等部分组成(见图5)。硅橡胶垫置于手旋螺母和柱头体之间, 起耐压密封作用。

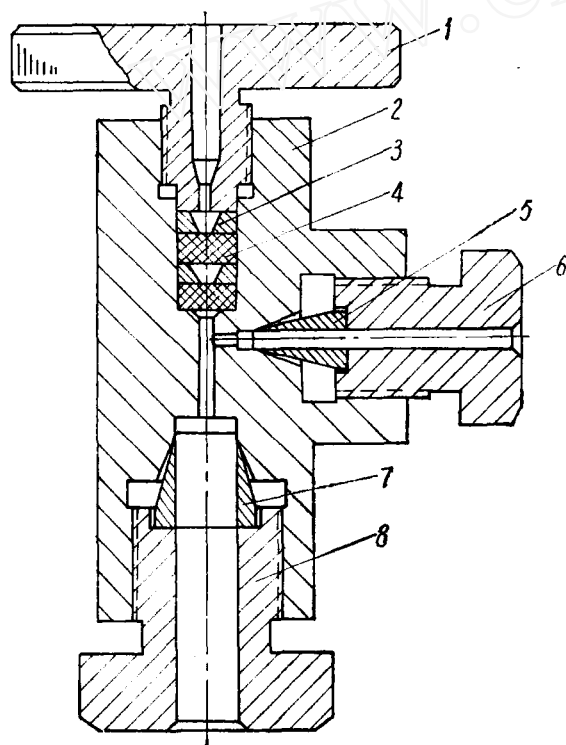


图 5 微量进样柱头

1—手旋螺母; 2—柱头体; 3—压环; 4—硅橡胶密封垫; 5—卡套; 6—压紧螺母; 7—卡套; 8—压紧螺母。

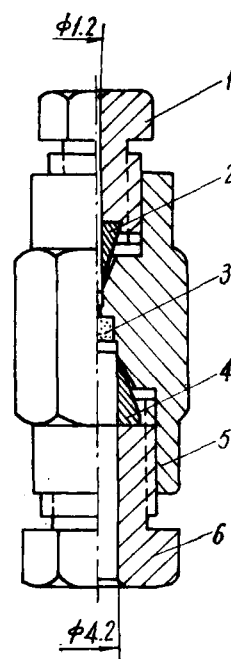


图 6 φ4-1 柱接头

1—压紧螺母; 2—卡套; 3—烧结不锈钢过滤片; 4—卡套; 5—柱接头体; 6—压紧螺母。

进样柱头装在树脂柱端部。进料时, 先将料液吸入微量注射器(上海注射器三厂产品, 分 10、50 和 100 微升三种), 然后注射器针头穿过硅橡胶垫插入树脂柱顶部, 注入料液。针头拔出后, 硅橡胶垫仍保持耐压密封, 工作压力加大到 100 公斤/厘米², 仍未发现

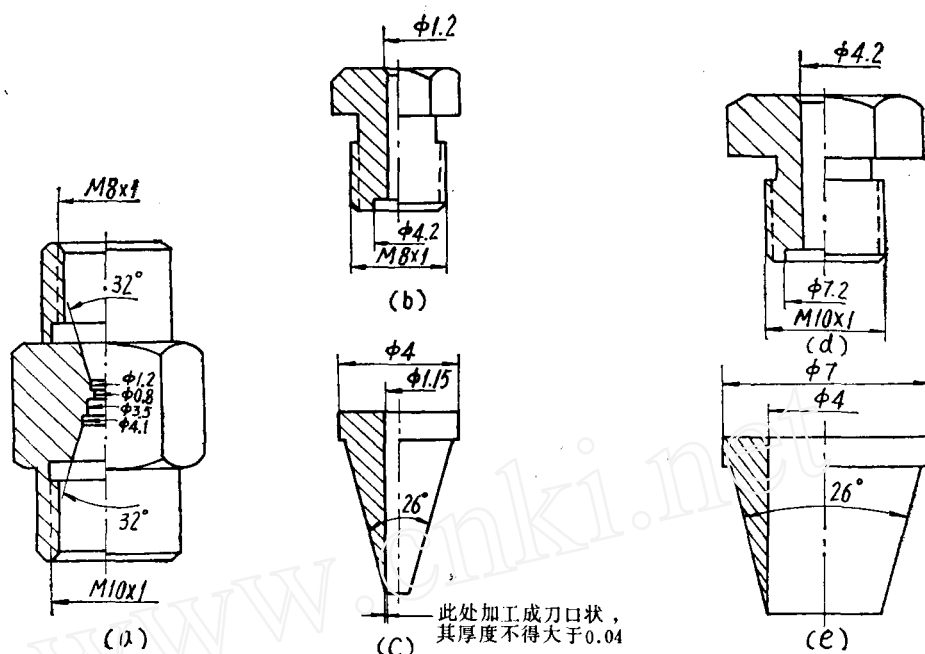


图7 卡套装置部件图
(a) φ4-1柱接头体; (b) 压紧螺母; (c) 卡套; (d) 压紧螺母; (e) 卡套。

有溶液漏出。

如果进料液体积较大,亦可采用滑板式进样阀^[10]或柱塞泵。我们设计了一台手摇螺旋推进柱塞泵^[7],液缸体积为75毫升。此泵体积小,操作灵活,适合于工作箱操作。

(2) 卡套联接装置 在高压离子交换中,系统的耐压密封联接是分离成败的关键。在超细不锈钢管与树脂柱、柱塞泵和阀门之间通常采用卡套联接装置。关于卡套联接装置的结构和特点,我们曾做过介绍^[11]。它由压紧螺母、卡套和接头体三部分组成(见图6,7)。

(3) 高压截止阀 整个离子交换系统由高压截止阀控制。图8为二通阀,图9为三通阀。阀杆上套有3—4个聚四氟乙烯垫圈,以保持阀体的耐压密封。

(4) 高压止逆阀 在操作放射性溶液时,需要在管路中安装止逆阀,以防溶液倒流引起污染。高压止逆阀的结构图见图10。其核心部分是不锈钢珠和不锈钢弹簧。

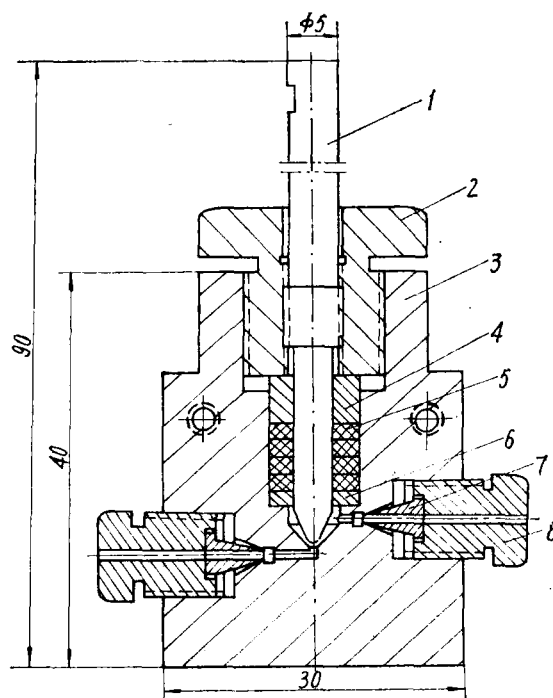


图8 二通高压截止阀
1—阀杆; 2—压紧螺母; 3—阀体; 4—上压环;
5—聚四氟乙烯垫圈; 6—下压环; 7—卡套;
8—压紧螺母。

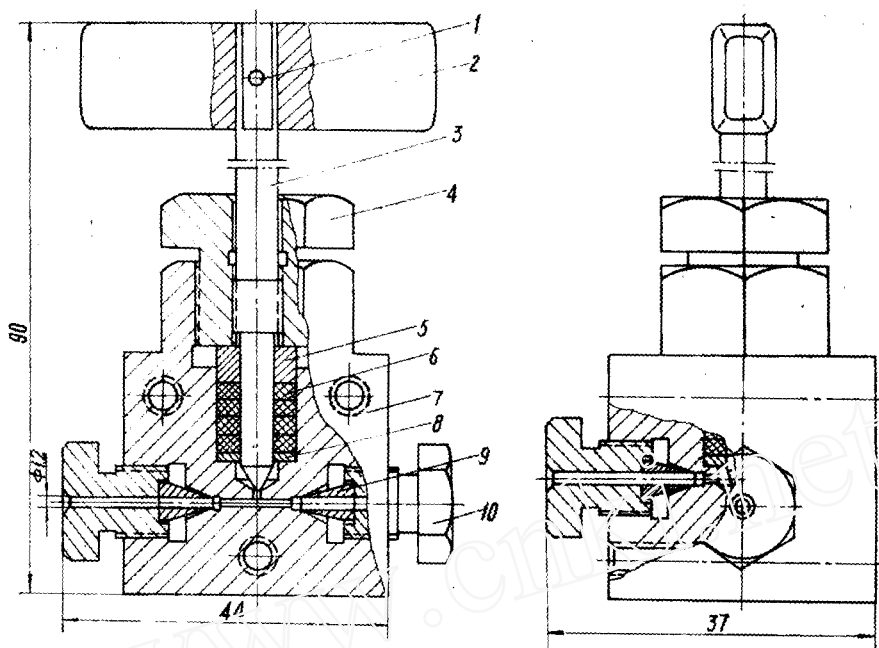


图 9 三通高压截止阀

1—圆柱销 $\phi 1.5 \times 7$; 2—手柄; 3—阀杆; 4—压紧螺母; 5—上压环; 6—聚四氟乙烯垫圈; 7—阀体; 8—下压环; 9—卡套; 10—压紧螺母。

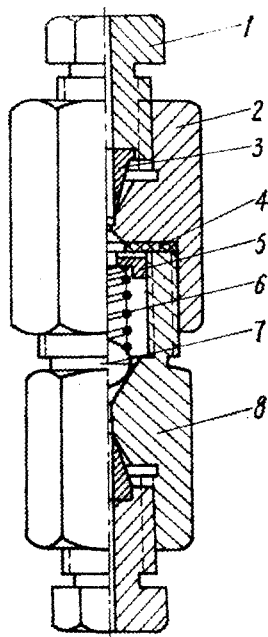


图 10 止逆阀

1—压紧螺母; 2—双头螺母; 3—卡套; 4—聚四氟乙烯垫圈; 5—调压螺母; 6— $\phi 0.5$ 不锈钢丝弹簧; 7—不锈钢珠; 8—阀体。

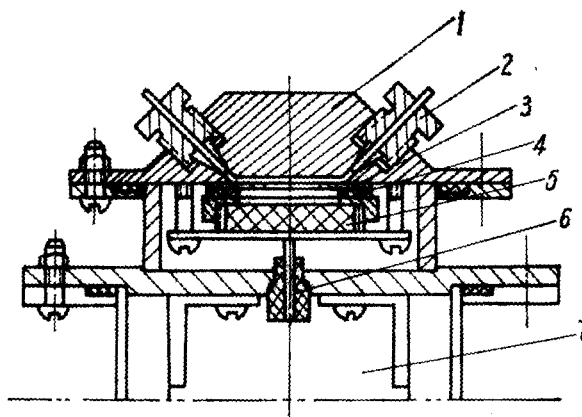


图 11 Si(Au) α 探测器装置图

1—接头座; 2—接头; 3—准直器; 4—垫圈; 5—Si(Au)探测器; 6—绝缘子; 7—电荷灵敏前置放大器。

当用泵向系统输入溶液时, 溶液推开不锈钢珠, 压迫弹簧, 溶液便进入系统。当停止输液时, 弹簧将不锈钢珠推回, 封住进口, 断绝了溶液倒流的通路。

4. 放射性流线监测系统

在高压离子交换分离中, 流线监测是探测被分离元素是否穿透, 控制产品纯度和收率不可缺少的手段^[12-14]。采用核物理流线分析系统连续监测淋洗过程, 可及时将各产品流分收集于相应的容器中。

在高压离子交换分离纯化镅、镔时, 我们使用了下述流线监测系统^[6]。

(1) Si(Au)面 α 探测器。探测器装置图示于图 11。在不锈钢接头座平面上开有一个宽 1.8 毫米、长 20 毫米、深 0.5 毫米的沟槽, 上面复盖一层 8 微米厚的聚脂薄膜, 构成流动液体的取样槽, 借助于约 100 微米厚的聚乙烯薄膜垫圈, 将探测器封压在取样槽表面, 在取样槽和探测器之间装有准直器, 在接头座背面有二个 $\phi 0.5$ 毫米的小孔, 采用卡套联接法使与 $\phi 1.1 \times 0.3$ 毫米的超细不锈钢管连通。

(2) NaI(Tl)薄晶体双探头低能 γ 射线探测器。在离子交换流出液迴路中串接一个 $8 \times 45 \times 200$ 毫米的取样盒, 盒内盘绕 $\phi 2 \times 0.5$ 毫米的聚乙烯管。在取样盒上下各装一个 NaI(Tl)探头。

(3) Ge(Li)半导体探测器。用 400 道分析器收集 γ 射线脉冲高度谱。

(4) 苾晶体 $n-\gamma$ 分辨快中子探测器($\phi 40 \times 40$ 毫米)。

三、在超铀元素分离中的应用

1. α -羟基异丁酸(AHIB)-高压阳离子交换淋洗色层分离微居级 Am-Cm^[5] 装置见图 1。用 0.400 M AHIB(pH 3.84)做淋洗液, 在 50.0°C 以 15.0 厘米/分的速度淋洗, 结果示于图 12。Am, Cm 的收率均为 99%, 对 Pu, Eu 和 Ge 的净化系数 $> 10^3$, 对 Zr-Nb, Ru 的净化达 10^2 。

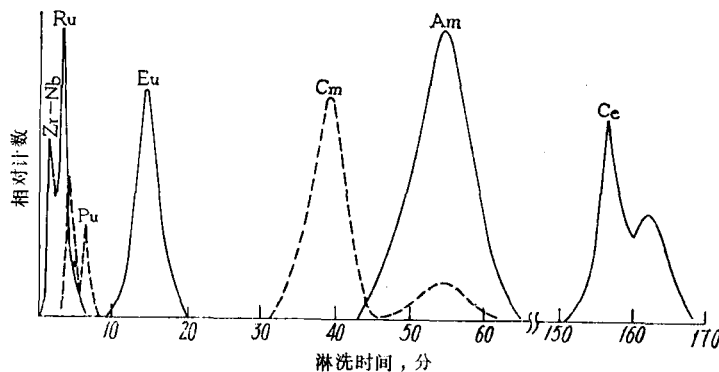


图 12 高压阳离子交换淋洗色层分离 Am-Cm 树脂; 上海有机所 X 8 树脂 (24—36 微米); 柱子: $\phi 2 \times 450$ 毫米; 淋洗液: 0.400 M AHIB (pH 3.84); 温度: 50.0°C; 流速: 15.0 厘米/分。---- α ; —— γ 。

2. 百居级 ^{242}Cm 的最终纯化^[7] 装置示意图见图 13, 柱子情况见表 2。

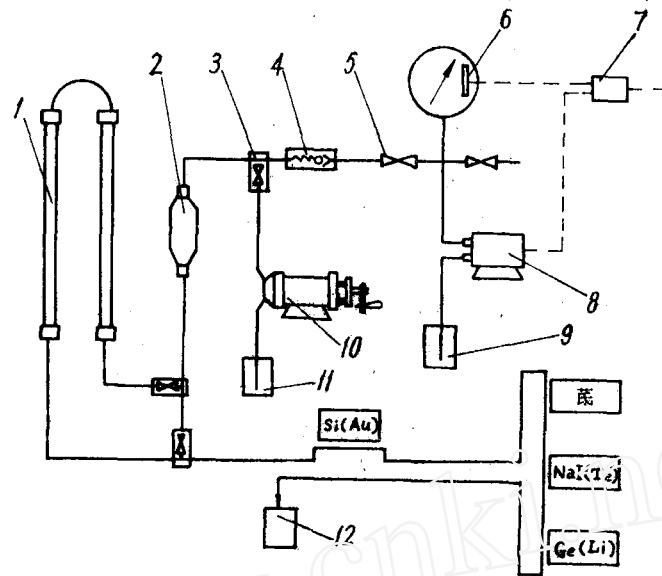


图 13 高压离子交换分离、纯化毫克量 ^{242}Gm 装置示意图

1—分离柱；2—吸附柱；3—三通阀；4—止逆阀；5—二通阀；6—耐酸压力表；
7—继电器；8—12J 柱塞泵；9—淋洗液贮罐；10—手摇柱塞泵；11—料液罐；
12—流出液收集器。

表 2 柱子情况

柱名	尺寸, 毫米	柱体积, 毫升	树脂粒度, 微米
吸附柱	见图 4	30.5	45~60
1*分离柱	$\phi 6(\text{内径}) \times 550$	15.6	24~36
2*分离柱	$\phi 6(\text{内径}) \times 550$	15.6	12~33

用手摇螺旋推进柱塞泵进料吸附, 用 17J 型柱塞泵压淋洗液通过树脂柱, 当分离柱中淋洗液流速为 9 厘米/分时, 系统工作压力约为 50—60 公斤/厘米²。用 0.400 MAHIB (pH 3.74) 淋洗, 当 ^{242}Gm 收率为 95% 时, ^{241}Am 的去污系数达 3.6×10^2 , 与国外同类工作相比^[15], 结果是令人满意的。

四、小 结

1. 所介绍的小型高压离子交换装置的使用情况表明: 该装置结构简单、操作方便、密封性良好。
2. 装置配备了放射性流线监测系统, 为控制操作, 准确掌握产品纯度和收率提供了简便手段。
3. 本装置已成功地应用于分离和纯化超铀元素。

放射性流线监测系统的设计、安装和调试由朱荣保、王时举、张增瑞、徐颖璞同志完成。

参 考 文 献

- [1] L. G. Farrar et al., *Anal. Chem.*, **40**, 1602 (1968).
 [2] D. O. Campbell, *Ind. Eng. Chem., Process. Des. Develop.*, **9**, 95 (1970).
 [3] G. A. Burney et al., *Radiochim. Acta.*, **16**, 63 (1971).
 [4] 陈励权等, 一套多柱系统高压离子交换设备的建成和运转经验, 待发表。
 [5] 魏连生等, AHIB-高压阳离子交换淋洗色层分离 Am 和 Cm, 内部资料 (1978).
 [6] 朱荣保等, 原子能科学技术, **4**, 315 (1977).
 [7] 原子能所, 百居里级 ^{242}Cm 的提取, 内部资料, (1977).
 [8] J. C. Giddings, *Dynamics of Chromatography, Part 1*, Marcel Dekker Inc., New York (1965).
 [9] R. B. Bird, et al., *Transport Phenomena*, Wiley, New York, p. 200.
 [10] 长春应化所, SPY-85 高速液体色谱仪说明书, (1978).
 [11] 李河萍, 原子能科学技术, **3**, 371 (1977).
 [12] W. Weinlandcn, et al., *Kerntchnik*, **10**, 563 (1968).
 [13] S. F. Peterson et al., Presented at the 160th National Meeting of the ACS, 1970.
 [14] W. A. Wakat et al., *Nucl. Technol.*, **17**, 49 (1973).
 [15] S. Specht et al., *J. Radioanal. Chem.*, **21**, 167 (1974).

一个用于快中子实验的角分布仪装置

田永福 廖少华 顾以藩 江文勉

在快中子实验中, 无论研究带电粒子引起的核反应所产生的中子, 或是研究快中子与原子核进行弹性和非弹性散射相互作用产生的中子, 常常涉及角分布测量。在这些测量中, 中子探测器如果采用庞大笨重的屏蔽(重量常以吨计), 工作很不方便。为了提高实验工作的效率以及保证测量数据的质量, 建造灵活方便的角分布仪装置是十分必要的。

在原子能研究所 1.2 米回旋加速器上应用脉冲中子束飞行时间方法进行快中子能谱测量工作^[1]的过程中, 1963~1964 年间设计制造了一台大型精密角分布仪装置。多年来使用情况表明, 这个装置的设计是成功的, 它在各类快中子实验中发挥了卓有成效的作用。顺便指出, 美国宇航实验室于 1974 年报道了相似的角分布仪装置^[2], 作为七十年代这类装置的代表。本工作(早一个年代所建)与之相比, 在基本性能方面, 处于同一水平。

本文就所设计、建造的角分布仪装置(连同大屏蔽体)作一简单介绍。

图 1 为角分布仪示意图。定心座 1 中心固定一轴, 轴的露出端有向心轴承, 轴承装有外套, 外套与大架 7 固定, 就这样确定了角分布仪的回转中心。在回转中心处装有分度盘 16, 用来观察角分布仪的回转角, 其偏差不大于 0.1 度。定心座底下设六个托座, 安装时用来调整定心座的水平和高低。定心座用六个地脚螺栓固定。水箱式屏蔽体 2, 直径 1400 毫米, 长 1500 毫米, 重 3500 公斤, 中心孔各段不同轴度偏差不大于 0.02 毫米, 十字孔道装有 50 毫米厚的铅屏蔽。托架 3 设置有 8 个螺栓, 以调整屏蔽体的径向位置, 调整量为 ± 20 毫米。千斤顶 4 可调整屏蔽体的水平和高低, 调整量为 40 毫米。径向运动小车 5 通过丝杠传动装置 6 和手柄 8 使屏蔽体在角分布仪的径向上运动, 其运动范围为 1200 毫米。径向运动小车在大架 7 的双轨上运动。双轨固定在大架上后, 其顶面经过精加工, 平直度偏差不大于 0.08 毫米。在径向运动小车和大架间装有导向器, 保证屏蔽体在大架上运动时屏蔽体轴心与角分布仪定心座轴心相交, 其偏差不大于 0.1 毫米。径向运动小车和大架间