



CN9900334

CNIC-01263

BICM-0017

# 中国核科技报告

## CHINA NUCLEAR SCIENCE AND TECHNOLOGY REPORT

萃取过程中有机相铀浓度  
在线分析仪的研制

DEVELOPMENT OF AN ON-LINE ANALYZER  
FOR ORGANIC PHASE URANIUM  
CONCENTRATION IN EXTRACTION PROCESS

*(In Chinese)*

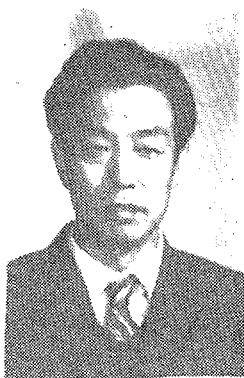


中国核情报中心  
原子能出版社

China Nuclear Information Centre  
Atomic Energy Press

30-12

L



董炎武：核工业北京化工冶金研究院高级工程师（研究员级）。1963年毕业于中国科学技术大学原子核物理和原子核工程系。

Dong Yanwu: Professor of Beijing Research Institute of Chemical Engineering and Metallurgy. Graduated from the Nuclear Physics and Engineering Department of China Science and Technology University in 1963.

CNIC-01263

BICM-0017

# 萃取过程中有机相铀浓度 在线分析仪的研制

董炎武 宋愉芬 朱耀坤 丛培元 崔松如

(核工业北京化工冶金研究院, 北京)

## 摘 要

介绍了萃取工艺过程中有机相铀浓度在线分析仪的工作原理、构成、性能, 以及浸入式探头、数据处理系统、检验标准器的研制特点。仪器经实验室长期模拟运行考核, 性能稳定可靠, 不受温度影响, 抗干扰性强, 样品测量重现性好。同一有机相样品连续四个月不停机监测, 数据差别 $< \pm 1\%$ 。根据所需测定范围, 选择合适池长, 精度可做到 $(100 \pm 1) \text{ g/L}$ 。仪器的测量下限为 $(50 \pm 10) \text{ mg/L}$ 。仪器可随时显示和定时打印出液流中铀的浓度值, 并能给出与浓度成比例的 $4 \sim 20 \text{ mA}$  电流信号, 实现连续控制和计算机管理。仪器用于现场扩大试验, 对萃取饱和有机相中铀的连续自动监测, 运行良好。

# Development of an On-line Analyzer for Organic Phase Uranium Concentration in Extraction Process

DONG Yanwu SONG Yufen ZHU Yaokun CONG Peiyuan CUI Songru  
(Beijing Research Institute of Chemical Engineering and Metallurgy, CNNC)

## ABSTRACT

The working principle, constitution, performance of an on-line analyzer and the development characteristic of immersible sonde, data processing system and examination standard are reported. The performance of this instrument is reliable. For identical sample, the signal fluctuation in continuous monitoring for four months is less than  $\pm 1\%$ . According to required measurement range by choosing appropriate length of sample cell the precision of measurement is better than  $1\%$  at uranium concentration 100 g/L. The detection limit is  $(50 \pm 10)$  mg/L. The uranium concentration in process stream can be automatically displayed and printed out in real time and  $4 \sim 20$  mA current signal being proportional to the uranium concentration can be presented. So the continuous control and computer management for the extraction process can be achieved.

# 引言

随着科技进步和计算机的广泛应用，在线分析技术在冶金、化工、医药、食品加工等行业中取得较快发展<sup>[1~9]</sup>。在国内，核工业系统在线分析工作开展较早<sup>[10~13]</sup>，在生产中发挥了一定作用。但由于稳定性、可靠性欠佳，使用和维护不便，特别是智能化不足等因素，推广应用受到限制。Meredith、小野威等人也专门著文讨论了这些问题<sup>[14,15]</sup>。根据铀萃取纯化工工艺的需要，对于有机相铀浓度的在线分析进行了研究。所要解决的技术关键仍然是上述这些问题。作者采用射线吸收法<sup>[16]</sup>，将材料学、核电子学和计算机等最新技术集于一体，研制成功 RAIA 型在线自动分析仪。

## 1 方法的工作原理

RAIA 型在线自动分析仪是根据  $\gamma$  射线通过物质时与物质相互作用而被吸收的原理研制的。由于重元素质量吸收系数大，当溶液中仅含一种待测重元素，而其他共存元素少（或体系变化小）时，可用射线吸收法测定其浓度<sup>[16]</sup>。

## 2 仪器的组成和特点

全套仪器由信号采集、能谱分析、数据处理、高压和低压电源等部分组成。仪器框图示于图 1。

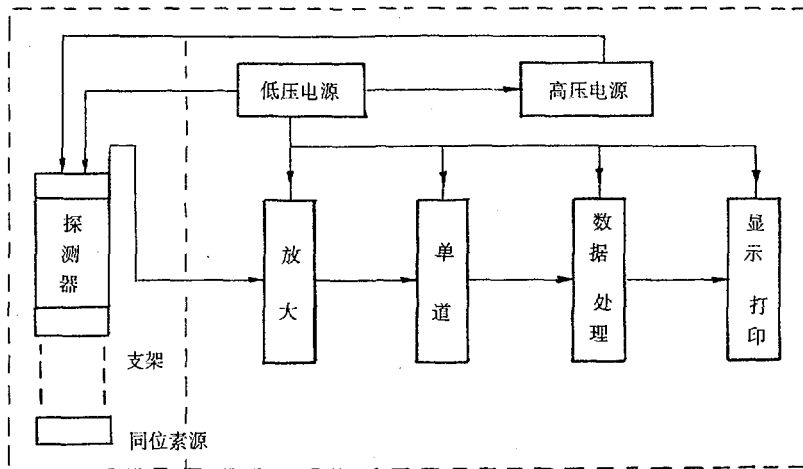


图 1 RAIA 型仪器框图

信号采集系统置于现场溶液中，主机放在控制室，两者之间用 50~200 m 特制电缆连接。RAIA 型在线自动分析仪有两种型号，即 I 型仪和 II 型仪。I 型仪的能谱分析系统和电源为外购产品，数据处理系统是自行研制的，各部分均为标准 NIM 插件，同装于一标准 NIM 机箱中。I 型仪的特点是通用性强，便于组件更换检修。II 型仪除信号采集系统外，主机的其他部分合为一体，制成专用设备，强化专用功能，减小体积，降低成本，使用更简单、方便。两种型号的仪器既可上架作为工艺控制仪表，又可放在实验室作为精密分析测

量仪器。

### 3 信号采集系统的研制

信号采集系统由探测器、放射源、防护支架套筒和跟随器组成。为减小探测器尺寸，减小取样量（实验室取样分析时），选用 GDB 23 型光电倍增管和  $\phi 20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$  NaI (Tl) 晶体。根据被测对象确定<sup>[16,17]</sup>所用同位素源种类和强度以及源与探测器间的距离，探测器套筒、放射源防护罩以及支架用聚氯乙烯、聚丙烯或不锈钢等材料制做，适用于各种类型酸、碱溶液，并解决了防腐、防漏、防潮等问题。信号采集系统和主机之间用型号为 WEYV  $2 \times 0.3 + 1 \times 0.3$  的特制电缆连接。

### 4 数据处理系统的研制

由自行设计的单片机完成。

#### 4.1 硬件

采用 8031 单片机的扩展系统。框图示于图 2。

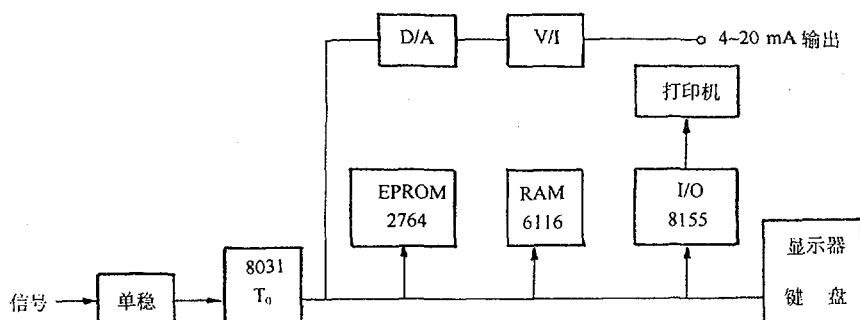


图 2 RAIA 型仪器数据处理系统框图

由信号采集系统出来的脉冲信号，经放大、整形、甄别后进入单稳态电路，进一步整形形成幅度为 5 V，宽度为  $2 \mu\text{s}$  的脉冲，之后进入 8031 的  $T_0$  输入端口。8031 内部的计数器  $T_1$  设置为定标器方式，每 50 ms 发一次中断， $T_0$  设置成 16 位计数器，计满 65535 个脉冲发一次中断。

#### 4.2 软件

设计思想是定标器  $T_1$  作为时钟，每一秒钟读一次脉冲计数器  $T_0$  的数值，这个数值就是计数率。也可根据程控的定标时间（1~180 s 之间分十档）来读  $T_0$  的数值，再把读得的数值除以定标时间，即得到计数率。根据空白液和不同浓度溶液的测得数据计算出有关参数后就可进行未知样品的浓度测定。

#### 4.3 软件特点

- 仪器一开机，可作为计数率计用，也可作为定标器用，且定标时间可随时更改。
- 样品测定时，根据计数的多少自动判断选择合适的测量积分时间，以满足测量精度要求。
- 可作为无人监守的工业实时监测计，随时显示溶液浓度，并可定时打印，记录浓度

值和时间。测定时间间隔可在 5~90 min 内分十档任意设定。

d. 能给出和浓度成比例的 4~20 mA 电流信号, 控制二次仪表。

## 5 仪器的性能与调试

### 5.1 温度试验

为考查温度对测量结果的影响, 进行了温度试验。仪器开机工作, 整套设备从 9℃ 开始升温, 在 5 小时内分段升至 45℃, 然后恒温在 45℃, 又连续测试 8 小时。I 型仪的测试数据在  $(155.4 \pm 0.7)$  g/L 范围内, II 型仪的测试数据在  $(163.2 \pm 0.8)$  g/L 范围内。降温升温反复进行试验, 数据稳定。试验结果示于图 3 和图 4。

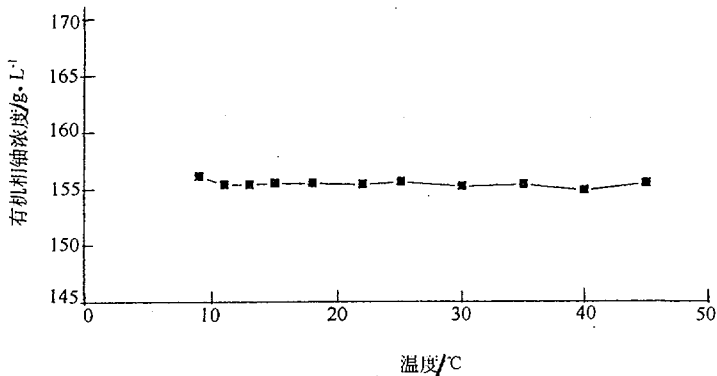


图 3 I 型仪的温度试验结果

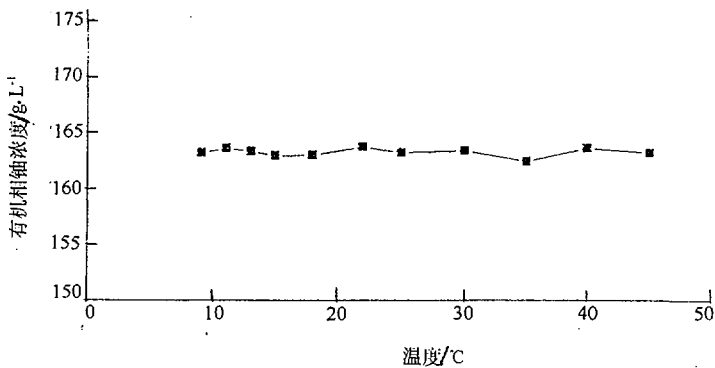


图 4 II 型仪的温度试验结果

### 5.2 稳定性考核

仪器研制成功后, 对同一样品进行了长期不间断的连续自动监测, 监测结果令人满意。四个月不停机监测, 数据差别  $< \pm 1\%$ 。仪器短时间或长时间关机后, 重新开机, 数据仍然重现。表 1 和表 2 分别给出了 I、II 型仪实验室的连续监测结果。

表 1 I 型仪实验室连续 6 天的监测结果

测量日期	时间	序号	浓度/g·L <sup>-1</sup>	测量日期	时间	序号	浓度/g·L <sup>-1</sup>
4 月 10 日	7:55	140	84.74	4 月 13 日	7:55	084	84.71
	8:55	142	84.79		8:55	086	84.38
	9:55	144	84.78		9:55	088	85.06
	10:55	146	84.57		10:55	090	84.53
	11:55	148	84.42		11:55	092	84.72
	12:55	150	84.72		12:55	094	84.74
	13:55	152	84.74		13:55	096	84.62
	14:55	154	84.65		14:55	098	84.67
	15:55	156	84.66		15:55	100	84.82
	16:55	158	84.61		16:55	102	84.94
	·			·			
	·			·			
	·			·			
4 月 11 日	7:55	188	84.75	4 月 14 日	7:55	132	84.56
	8:55	190	84.62		8:55	134	84.71
	9:55	192	84.51		9:55	136	84.35
	10:55	194	84.62		10:55	138	84.66
	11:55	196	84.84		11:55	140	84.76
	12:55	198	84.75		12:55	142	84.80
	13:55	000	84.84		13:55	144	84.50
	14:55	002	84.75		14:55	146	84.46
	15:55	004	84.80		15:55	148	84.50
	16:55	006	84.74		16:55	150	84.39
	·			·			
	·			·			
	·			·			
4 月 12 日	7:55	036	84.30	4 月 15 日	7:55	180	84.62
	8:55	038	84.79		8:55	182	84.41
	9:55	040	84.61		9:55	184	84.66
	10:55	042	84.91		10:55	186	84.57
	11:55	044	84.82		11:55	188	84.53
	12:55	046	84.57		12:00	190	84.74
	13:55	048	84.49		13:55	192	84.74
	14:55	050	84.84		14:55	194	84.57
	15:55	052	84.56		15:55	196	84.45
	16:55	054	84.70		16:55	198	84.42
	·			·			
	·			·			
	·			·			



表 2 II 型仪实验室连续 6 天的监测结果

测量日期	时间	序号	浓度/g · L <sup>-1</sup>	测量日期	时间	序号	浓度/g · L <sup>-1</sup>
8月23日	8:00	192	67.46	8月26日	8:00	136	67.11
	9:00	194	67.39		9:00	138	67.30
	10:00	196	67.29		10:00	140	67.44
	11:00	198	67.48		11:00	142	67.54
	12:00	000	67.45		12:00	144	67.27
	13:00	002	67.21		13:00	146	67.44
	14:00	004	67.26		14:00	148	67.45
	15:00	006	67.37		15:00	150	67.51
	16:00	008	66.95		16:00	152	67.69
	17:00	010	67.03		17:00	154	67.44
	·			·			
	·			·			
	·			·			
8月24日	8:00	040	67.37	8月27日	8:00	184	67.65
	9:00	042	67.10		9:00	186	67.43
	10:00	044	67.34		10:00	188	67.54
	11:00	046	67.31		11:00	190	67.37
	12:00	048	67.07		12:00	192	67.24
	13:00	050	67.18		13:00	194	67.23
	14:00	052	67.38		14:00	196	67.38
	15:00	054	67.54		15:00	198	67.67
	16:00	056	67.48		16:00	000	67.41
	17:00	058	67.40		17:00	002	67.61
	·			·			
	·			·			
	·			·			
8月25日	8:00	088	67.36	8月28日	8:00	032	67.49
	9:00	090	67.26		9:00	034	67.58
	10:00	092	67.33		10:00	036	67.51
	11:00	094	67.26		11:00	038	67.26
	12:00	096	67.73		12:00	040	67.42
	13:00	098	67.34		13:00	042	67.46
	14:00	100	67.45		14:00	044	67.42
	15:00	102	67.59		15:00	046	67.29
	16:00	104	68.01		16:00	048	67.54
	17:00	106	67.48		17:00	050	67.31
	·			·			
	·			·			
	·			·			

### 5.3 抗干扰试验

为使仪器的输出信号不受外界大用电量的影响,增强仪器的抗干扰性,把仪器原输出给计算机的 0~5 V 电压信号改为 4~20 mA 电流信号,电压与电流之间的转换用 WS251 隔离式转换模块完成。改装后仪器与计算机联试,输出信号不受任何干扰影响。在生产现场的工作表明,外界任何用电量大的设备启动和停止都不干扰仪器的正常输出,输出信号稳定可靠。

### 5.4 浓度与输出信号的关系

仪器随时显示,定时打印出液流中铀的浓度,并输出与浓度成比例的 4~20 mA 电流信号。仪器测定的浓度与输出电流信号之间的线性关系见图 5。

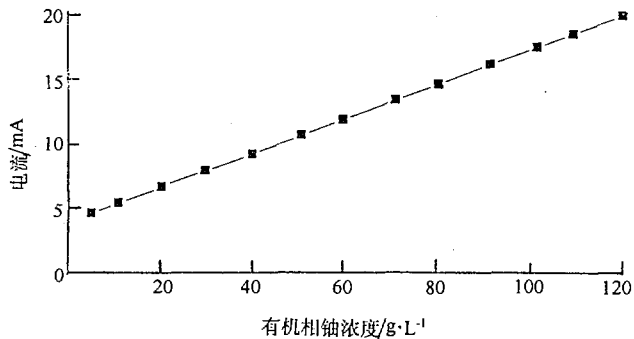


图 5 有机相铀浓度与输出电流的关系

### 5.5 仪器的调试

将信号采集系统置于一容器中(放射源和探测器之间的空隙必须充满被测溶液),主机安装在控制室,两者之间用特制长电缆连接。开机稳定仪器。根据待测溶液的浓度范围,配制五个标准溶液。将信号采集系统置于配好的标准溶液中,先调好仪器的高压和放大器的放大倍数,选择合适的道宽,缓慢调节阈值,测量能谱图。再根据谱图,固定阈值和道宽,即可得到待测溶液峰下积分计数。固定以上参数,根据设定的标定程序,对各标准溶液进行标定。单片机运算后打印出测量标样的线性系数  $a$ 、 $b$  和相关系数  $R$  值。

## 6 检验标准器的制备

仪器标定刻度后,在待测溶液中长期使用。在使用过程中要检验仪器的稳定性和可靠性,需要有相应的标准来检验。检验方法要方便、快捷、准确,以减少仪器的标定刻度次数。副标准为一检验标准器,每次检验时插入标准器的几何位置可能有差异。这就要求检验标准器插入时有较好的重现性,并且使用方便可靠。经过不断试验,将支架槽口加工成特定的形状,便于标准器的插入定位。检验标准器的材质经多次反复试验,选定紫铜或不锈钢,其厚度根据所需监测浓度而定。检验方法为:仪器经标定刻度后,将探头从溶液中取出,洗净支架中残留溶液,插入检验标准器,按下定标键,仪器自动对标准器连测三次,并打印测量数据。软件将此三次数据的平均值储存,以后每隔一周或需要检验时,重复以上操作,仪器打印二次测量浓度值,第三次测量后软件计算出平均值,并与标定值相比较,打印出比较参数。此后测定溶液时,该参数参入运算,若比较参数变化在  $\pm 1\%$  以内,仪器工作正常,超出此范围时,仪器需重新刻度。

检验标准器制备后，在仪器标定刻度后的实测中，多次检验标准器的性能和检验方法，对一选定材质的标准器，数据变化小，重现性好。检验方法简便可靠。比较参数在  $1.000 \pm 0.005$  范围内，测试结果示于表 3。

表 3 检验标准器的检验数据

检验序号	比较参数	检验序号	比较参数	检验序号	比较参数
1	1.000	10	1.001	19	0.997
2	0.999	11	0.997	20	1.000
3	1.000	12	0.998	21	0.999
4	0.997	13	0.997	22	0.998
5	1.002	14	0.998	23	0.999
6	0.998	15	1.001	24	0.997
7	0.998	16	0.999	25	1.000
8	0.999	17	0.998	26	0.998
9	0.999	18	0.998	27	0.999

## 7 在萃取饱和有机相中的应用

仪器研制成功后，用于高浓度铀萃取纯化工艺，在现场对饱和有机相中的铀进行连续自动监测。仪器经运输、搬运、安装，开机运行均未发生故障，仪器运行正常，数据稳定可靠，测量误差在工艺要求范围之内。在  $34 \sim 124 \text{ g/L}$  范围内 II 型仪与化学分析（电位滴定法）共核对过 19 个样品，只有两个偏差超过 1%。I 型、II 型仪对比结果示于表 4、表 5。

表 4 I 型仪的监测对比结果

样品序号	有机相铀浓度/ $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$		相对偏差/%
	化学分析	仪器分析	
1	111.63	111.84	0.2
2	102.01	102.67	0.6
3	90.70	90.43	-0.3
4	68.83	69.24	0.6
5	122.51	122.60	0.1
6	63.57	62.94	-1.0
7	101.98	101.73	-0.2
8	123.92	122.98	-0.8
9	88.02	87.97	-0.1
10	34.27	34.28	0.0
11	42.47	42.40	-0.2
12	50.30	50.23	-0.1
13	115.80	114.58	-1.1

表5 II型仪的监测对比结果

样品序号	有机相铀浓度/ $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$		相对偏差/%
	化学分析	仪器分析	
1	111.63	111.93	0.3
2	102.01	101.75	-0.3
3	90.70	91.26	0.6
4	68.83	68.85	0.0
5	56.15	56.54	0.7
6	74.33	74.13	-0.3
7	102.34	102.60	0.3
8	122.51	122.25	-0.2
9	63.57	63.50	-0.1
10	75.42	76.49	1.4
11	104.76	104.49	-0.3
12	101.98	103.00	1.0
13	123.92	123.40	-0.4
14	88.02	88.43	0.5
15	95.61	95.81	0.2
16	34.27	33.98	-0.8
17	42.47	41.96	-1.2
18	50.30	50.09	-0.4
19	115.80	115.34	-0.4

## 8 结论

a. 所研制的仪器, 根据铀的测量范围不同, 精度可达到  $(100 \pm 1) \text{g/L}$ , 下限可达到  $(50 \pm 10) \text{mg/L}$ 。

b. 探头尺寸小并制成浸入式, 直接置于被测溶液中, 主机放在控制室, 两者之间用  $50 \sim 200 \text{m}$  电缆相连。仪器可作为无人监守的工业实时监测计, 随时显示溶液中铀浓度, 并可定时打印记录浓度值和时间, 还能给出与浓度成比例的  $4 \sim 20 \text{mA}$  电流信号, 实现工艺的自动连续控制和计算机管理。

c. 所研制的仪器, 对环境适应能力强。温度在  $9 \sim 45^\circ\text{C}$  范围内变化对仪器的影响可忽略不计; 周围任何用电量大的设备关、启, 仪器不受干扰。

d. 所研究的仪器检验方法和检验标准器操作简单、使用方便可靠, 重现性好于  $\pm 0.5\%$ 。

e. 仪器性能稳定可靠, 同一样品连续四个月不停机监测, 数据差别  $< \pm 1\%$ 。仪器短时间或长时间关机后, 重新开机数据仍重现。

f. 在  $34 \sim 124 \text{g/L}$  范围内与化学分析法 (电位滴定法) 共核对 19 个样品, 只有两个样品偏差超过  $\pm 1\%$ 。

g. 该方法和仪器用于高浓度铀萃取纯化工艺现场扩大试验,对饱和有机相中铀浓度进行自动监测,为现场试验的控制及时提供了大量数据,结果表明本仪器在铀纯化工艺的工业生产中应用是可行的。

## 致 谢

黄伦光、牛玉清、徐莱丽、王海生等同志对本项目做了大量工作,在此一并表示感谢。

## 参 考 文 献

- 1 Waston E Jr. On-line analysis of trace contaminants in process streams. Amer Lab, 1988, 20 (11): 97
- 2 Vourvopoulos G. Industrial on-line bulk analysis using nuclear techniques. Nucl Instrum & Meth in Phys Res, 1991, B 56/57: 917
- 3 中国人民解放军信息工程学院. 固体密度智能测量装置. 中国专利. CN90204288. 2. 1991, 8. 7
- 4 核工业二院. 跨限 X 射线吸收浓度分析仪. 中国专利. CN88106307. X. 1990, 2. 28
- 5 葛纫秋. 一种智能化全馏程在线质量分析仪. 化工自动化及仪表, 1990, 17 (1): 54
- 6 Coates J, et al. On-line analyzers; Implementation of instrument technology. Amer Lab, 1992, 24 (18): 20c-20I
- 7 McIntosh B C, et al. Real-time waste stream monitoring. Amer Lab, 1991, 23 (18): 19
- 8 Crisp R G T. Process instrumentation in the confectionery industry. Meas & Contr, 1991, 24 (7): 201
- 9 天津市自动化仪表成套设计所. 啤酒发酵罐糖度在线检测仪. 中国专利. CN91218226. 1. 1992. 4. 8
- 10 流线分析编辑组. 流线分析 (交流资料选编). 北京: 原子能出版社, 1974
- 11 流线分析编辑组. 流线分析 (1974 年流线分析会议资料选编). 北京: 原子能出版社, 1976
- 12 流线分析编辑组. 流线分析 (1977 年流线分析会议资料选编). 北京: 原子能出版社, 1978
- 13 董炎武, 周其荣. 铀水冶厂淋洗液铀的巡回检测. 铀矿冶, 1984, 3: 39
- 14 Meredith W D. The engineering of on-line process analysers. Meas & Contr, 1987, 20 (2): 27
- 15 小野威. プロセス现场にすけみ浓度测定上の课题. 计装, 1990, 33 (9): 44
- 16 董炎武等. 用  $\gamma$  吸收法测定水冶厂饱和有机相和反萃取水相铀浓度. 见: 流线分析 (1977 年流线分析会议资料选编), 北京: 原子能出版社, 1978, 147
- 17 董炎武等. 利用改装后的 FXY-214 铀液监测仪自动监测饱和有机相和反萃取水相中铀浓度. 铀矿选冶, 1978, 3: 41

图书在版编目 (CIP) 数据

中国核科技报告 CNIC-01263 BICM-0017: 萃取过程中有机相铀浓度在线分析仪的研制/董炎武等著. —北京: 原子能出版社, 1998. 10

ISBN 7-5022-1915-3

I. 中... II. 董... III. 核技术-研究报告-中国 IV. TL-2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第32269号

萃取过程中有机相铀浓度在线分析仪的研制

董炎武等著

©原子能出版社, 1998

原子能出版社出版发行

责任编辑: 武洁

社址: 北京市海淀区阜成路 43 号 邮政编码: 100037

中国核科技报告编辑部排版

核科学技术情报研究所印刷

开本 787×1029 1/16 · 印张1/2 · 字数13千字

1998年10月北京第一版 · 1998年10月北京第一次印刷

定价: 5.00 元

# CHINA NUCLEAR SCIENCE & TECHNOLOGY REPORT

This report is subject to copyright. All rights are reserved. Submission of a report for publication implies the transfer of the exclusive publication right from the author(s) to the publisher. No part of this publication, except abstract, may be reproduced, stored in data banks or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording or otherwise, without the prior written permission of the publisher, China Nuclear Information Centre, and/or Atomic Energy Press. Violations fall under the prosecution act of the Copyright Law of China. The China Nuclear Information Centre and Atomic Energy Press do not accept any responsibility for loss or damage arising from the use of information contained in any of its reports or in any communication about its test or investigations.

ISBN 7-5022-1915-3



9 787502 219154 >