



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104694763 B

(45)授权公告日 2017.08.22

(21)申请号 201510099497.1

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2015.03.06

G22B 9/02(2006.01)

G22B 26/10(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104694763 A

审查员 李清燕

(43)申请公布日 2015.06.10

(73)专利权人 兰州空间技术物理研究所

地址 730000 甘肃省兰州市城关区雁兴路
108号

(72)发明人 马寅光 王骥 陈江 成大鹏

黄良育 朱宏伟 郑宁 杨军

刘苏民

(74)专利代理机构 甘肃省知识产权事务中心

62100

代理人 周立新

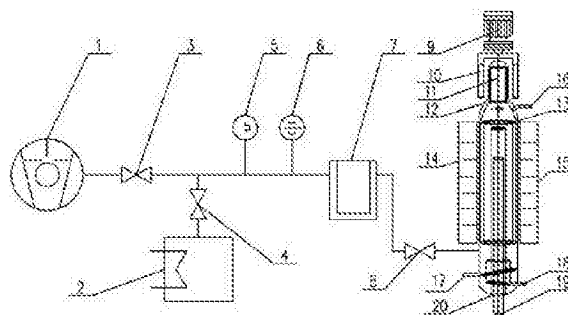
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法

(57)摘要

本发明属于金属提纯技术领域,具体涉及一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法,该方法包括以下步骤:工业级金属铯(95%)经过预处理后真空封装于真空进料器,金属铯纯度达到99%;初级纯化后的金属铯经过真空进料器输送至刮膜式分子蒸馏器的布料器上,经过布料孔均匀进入刮膜器,在蒸发壁面上形成均匀的液膜;设置蒸馏温度为250℃,真空度为 1×10^{-5} Pa,伺服电机在250~500r/min的转速条件下,金属铯蒸气从蒸发面蒸出,通过分子运动冷凝在冷凝管的表面,冷凝物料达到一定量后由于重力作用沿着冷凝管向下流动,经过物料收集口进入收集器中,获得高纯度金属铯。通过本发明方法生产的金属铯纯度高、收率大、成本低,且本发明工艺简单、易于产业化。



1. 一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法,其特征在于:该方法按照下述步骤进行:

(a):将质量百分数95%的工业级金属铯经过预处理后真空封装于进料装置中,预处理方法为真空蒸馏法、分子蒸馏法、薄膜蒸馏法中的一种,经过预处理后的金属铯纯度为99%;

(b):初级纯化后的金属铯经过进料装置输送至刮膜式分子蒸馏器的布料器上,经过布料孔均匀进入刮膜器,在蒸发壁面上形成均匀的液膜;

(c):设置分子蒸馏设备的蒸馏温度为 $220^{\circ}\text{C}\sim 250^{\circ}\text{C}$,真空度为 $5\times 10^{-5}\text{Pa}\sim 10^{-6}\text{Pa}$,伺服电机在 $100\sim 350\text{r}/\text{min}$ 的转速条件下,金属铯蒸气从蒸发面蒸出,通过分子运动冷凝在冷凝管的表面,冷凝物料达到一定量后由于重力作用沿着冷凝管向下流动,经过物料收集口进入收集器中,获得高纯度金属铯。

2. 如权利要求1所述的一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法,其特征在于:步骤(a)和步骤(b)中的进料装置均为真空进料器。

一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属提纯技术领域,具体一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法。

背景技术

[0002] 金属铯位于元素周期表第一主族,属于碱金属,其具有诸多独特的物理化学性质:熔点为 28.5°C ,沸点 705°C ;在空气中会发生氧化反应而自燃,遇水可发生爆炸;其导电性和导热性是所有已知材料中最好的;而电离电位为 3.87 eV ,是各族元素中最低的;最明显的物理性质是具有独特的光电效应,电子发射波长最大($0.80\mu\text{m}$),位于光谱的长波区域,电子逸出功最小(1.81eV);铯产生的辐射频率具有长时间的稳定性;由于含有不成对的s电子,其单质为顺磁性物质;具有强烈的光敏性,普通光线的能量就可以使之电离,放出价电子。基于金属铯的上述特性,铯被用于制造光电管、摄谱仪、闪烁计数器、无线电电子管外信号灯以及各种光学仪器和检测仪器中;还可用于制作铯原子钟、铯离子热电转换器、铯离子发动机、磁流体发电系统以及超临界蒸气发电系统等新能源研究中。金属铯在上述应用中均要求具有较高的纯度,杂质的存在会制约铯的应用。

[0003] 现有金属铯制备主要根据金属饱和蒸汽压的差异,采用普通真空蒸馏的方法,对金属铯中的杂质进行去除。

[0004] 现有真空蒸馏提纯金属铯的方法主要存在以下问题:

[0005] ① 蒸馏效率低,蒸馏时间长;

[0006] ② 蒸馏时金属蒸气呈弥散状态,除杂效果不理想,原料利用率低;

[0007] ③ 难于分离物理性质相近的物质。

[0008] 分子蒸馏技术是在真空条件下,依靠不同分子的平均自由程差异来实现物料的液-液分离。由于其具有传统蒸馏无可比拟的优点,如蒸馏温度低、蒸馏压强低、物料停留时间短、分离效果好等优点,适用于高分子量、高沸点、高粘度物质的浓缩和纯化,被广泛应用于石油化工、医药保健、食品工业等领域的物质提纯和分离。应用于高纯金属铯的制备,可以提高蒸馏效率和原料利用率,同时对于物理性质相似的同族元素具有较好的分离效果。

发明内容

[0009] 本发明的目的就是要提供一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法,该方法能够在无油真空环境下实现金属铯内同族杂质元素的分离,分离得到的产品成品纯度高,且在使用该方法分子蒸馏物料时能够防止物料氧化。

[0010] 本发明一种是通过以下技术方案来实现的:

[0011] 一种利用分子蒸馏设备制备高纯度金属铯的方法,该方法按照以下步骤进行:

[0012] 第一步,将质量百分数95%的工业级金属铯经过预处理后真空封装于真空进料器中,预处理方法为真空蒸馏法、分子蒸馏法、薄膜蒸馏法中的一种,预处理后的金属铯纯度达到99%;

[0013] 第二步,初级纯化后的金属铯经过真空进料器输送至刮膜式分子蒸馏器的布料器上,经过布料孔均匀进入刮膜器,在蒸发壁面上形成均匀的液膜;

[0014] 第三步,设置分子蒸馏设备的蒸馏温度为 $220^{\circ}\text{C}\sim 250^{\circ}\text{C}$,真空度为 $5\times 10^{-5}\text{Pa}\sim 10^{-6}\text{Pa}$,伺服电机在 $100\sim 350\text{r}/\text{min}$ 的转速条件下,金属铯蒸气从蒸发面蒸出,通过分子运动冷凝在冷凝管的表面,冷凝物料达到一定量后由于重力作用沿着冷凝管向下流动,经过物料收集口进入收集器中,获得高纯度金属铯。

[0015] 与现有技术相比较,本发明的有益效果在于:

[0016] 1、本发明对于金属铯等高沸点、热敏及易氧化金属物料提供了一种最佳分离方法—分子蒸馏。因为分子蒸馏在远低于物料沸点的温度下操作,而且物料停留时间短,因此对物料破坏小。

[0017] 2、本发明采用分子蒸馏可有效地去除原料金属铯中的其他金属、金属氧化物,尤其是对物理性质相近的同族碱金属,具有较好的除杂效果,蒸馏后的金属铯纯度可达到99.99%。

[0018] 3、本发明采用的无油真空抽气系统,在稳定抽速的同时,消除了油蒸汽的污染,有效提高了设备的真空度,可以实现易氧化物料的分离操作。

[0019] 4本发明的分馏过程是纯物理过程,因而可很好地保护被分离物质不受污染和侵害。

附图说明

[0020] 图1为超高真空分子蒸馏设备的结构示意图;

[0021] 图2为本发明实施例的使用状态图。

[0022] 图中:1.干泵、2.低温泵、3.电磁阀I、4.电磁阀II、5.电阻真空计、6.电离真空计、7.冷阱、8.玻璃球阀、9.伺服电机、10.磁传动外磁钢、11.磁传动内磁钢、12.玻璃外壳、13.刮膜器、14.蒸馏加热套II、15.蒸馏加热套I、16.进料口、17.重馏分出口、18.轻馏分出口、19.冷凝器入口、20.冷凝器出口、21.击破锤、22.真空安瓿瓶、23.产品收集器、24.残液收集器、25.加热介质出口I、26.加热介质入口I、27.加热介质入口II、28.加热介质出口II、29.真空抽气口、30.冷凝管、31.进气管。

具体实施方式

[0023] 下面对本发明做进一步描述:

[0024] 如附图1所示,一种超高真空分子蒸馏设备,包括超高真空系统和分子蒸馏器,该超高真空系统由抽气单元和真空测量单元组成,该抽气单元由作为前级泵的干泵1与低温泵2连接组成,该真空测量单元由位于低温泵2和液氮冷阱7之间的真空管道上设置的电阻真空计5和电离真空计6组成,该液氮冷阱7与分子蒸馏器之间设有调节球阀8;该分子蒸馏器整体为玻璃壳体结构,该蒸馏器由外壳体12、外壳体12上端一侧连接的进料口16、外壳体12下端两侧连接的重馏分出口17和轻馏分出口18、外壳体12外侧中段对称包覆的半圆筒状结构的蒸馏加热套II 14和蒸馏加热套I 15、设在外壳体12内的冷凝器、位于冷凝器上端的刮膜装置组成;该冷凝器为双层玻璃结构,该冷凝器由进气管19和包覆在进气管19外侧的冷凝管20组成,该冷凝管20上端密闭,下端与外壳体12密封连接,该进气管19上端开口,下端

与冷凝管20非密封连接;该刮膜装置由位于冷凝管20上端的刮膜器13、伺服电机9、磁钢10和内磁钢11组成,该刮膜器13由伺服电机9带动磁钢10通过磁传动驱动内磁钢11转动,进而带动与内磁钢11连接于一体的刮膜器13转动。

[0025] 其中,该进料口16外接有真空进料器,该真空进料器由置于玻璃管道内的击破锤21、真空安瓿瓶22组成。

[0026] 其中,该重馏分出口17和轻馏分出口18分别与产品收集器23和残液收集器24连接。

[0027] 其中,该蒸馏加热套Ⅱ14和蒸馏加热套I15为独立结构。

[0028] 其中,该冷凝器采用气体冷凝方式,冷凝气体通过进气管19进入,在冷凝管20上部热交换后从冷凝管20下部排除。

[0029] 其中,干泵11和低温泵24上分别设有电磁阀I3和电磁阀Ⅱ4。

[0030] 其中,该分子蒸馏器制成材料为硬质玻璃,与超高真空抽气系统采用可伐合金进行连接。

[0031] 如附图2所示,利用该设备制备高纯度金属铯的方法,按照以下步骤进行:

[0032] 第一步:将由击破锤21和真空安瓿瓶22组成的进料单元连接于分子蒸馏器进料口16,蒸馏原料事先封装在真空安瓿瓶22内,产品收集器23连接于轻馏分出口18,残液收集器24连接于重馏分出口17;

[0033] 第二步:开启干泵1,打开电磁阀3、玻璃球阀8,开启电阻真空计5监测系统的真空度变化,待系统内压强为 10^{-1} Pa时,开启电磁阀4,同时开启低温泵2,5 min~6min后打开电离真空计6,至装置内压强为 8×10^{-5} Pa;

[0034] 第三步:开启热油泵同时加热导热油,让油温升至 250°C ,对玻璃蒸馏器进行除气,此时系统内压强随着温度的上升而上升,待到大部分气体脱附后,系统内压力值开始下降;

[0035] 第四步:当系统内压力降至 5×10^{-6} Pa时,开始蒸馏操作,首先开启伺服电机9,设定初始转速在100rad/min,开启冷凝器冷气机,使得冷气通过进气管31进入冷凝管30内部;

[0036] 第五步:用磁铁隔着玻璃管带动击破锤21滑移,敲击真空安瓿瓶22的玻璃丝部分,玻璃丝在连续敲击下断裂,原料通过破裂口流出,通过进料口16进入分子蒸馏器内部,此时将伺服电机9的转速调至300rad/min,原料流至刮膜器13上,通过刮膜器13旋转作用,均布于外壳12的内壁上,此时内壁温度保持高温,料液在加热作用下开始蒸发,其中分子平均自由程大的轻馏分物料蒸发至冷凝管30的冷壁上冷凝为液体,顺着冷壁往下流,最后汇集在产品收集器23中,二分总平均自由程小的重馏分物料由于未能到达冷凝器冷壁,顺着分子蒸馏器壳体内壁往下流,最后汇集于残液收集器24内,实现了轻、重物料的分选;

[0037] 第六步:待到原料全部蒸发完毕后,首先停止伺服电机9,待到刮膜器13停止转动后,关闭热油泵,停止加热,并同时关闭冷凝器冷气机;

[0038] 第七步:将产品收集器23与分子蒸馏器进行真空分离,将残液收集器24与分子蒸馏器进行真空分离操作,保管好分离后的产品收集器23和残液收集器24;

[0039] 第八步:当蒸馏结束后,先关闭电阻真空计6、电离真空计7,再关闭电磁阀Ⅱ4,然后关闭低温泵2和电磁阀I3,最后关闭干泵1和总电源。

[0040] 其中,在整个蒸馏过程中,液氮冷阱7一直处于开启状态,作用为吸附蒸馏过程中弥散的蒸馏物分子;通过调节玻璃球阀8控制抽速,调整蒸馏过程中装置的真空度。

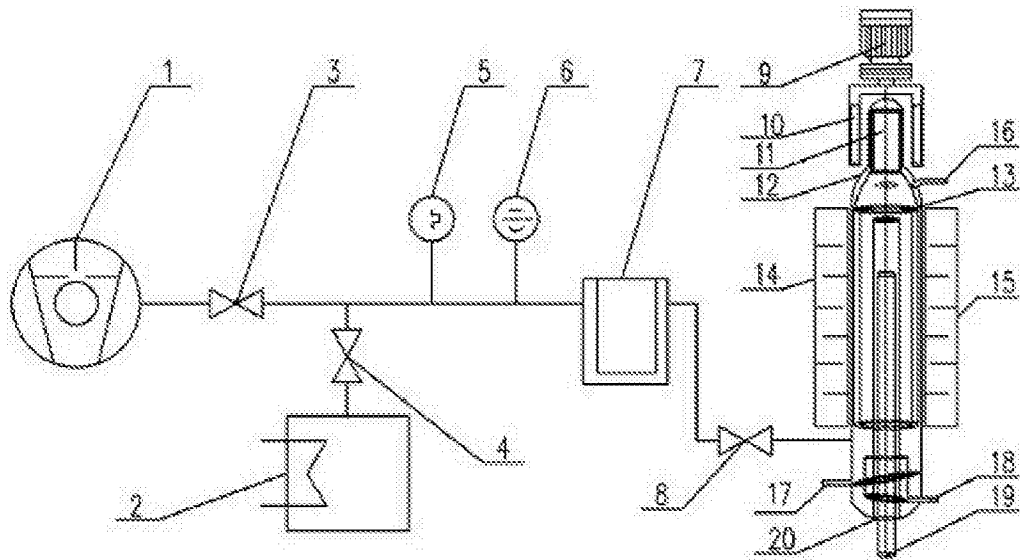


图1

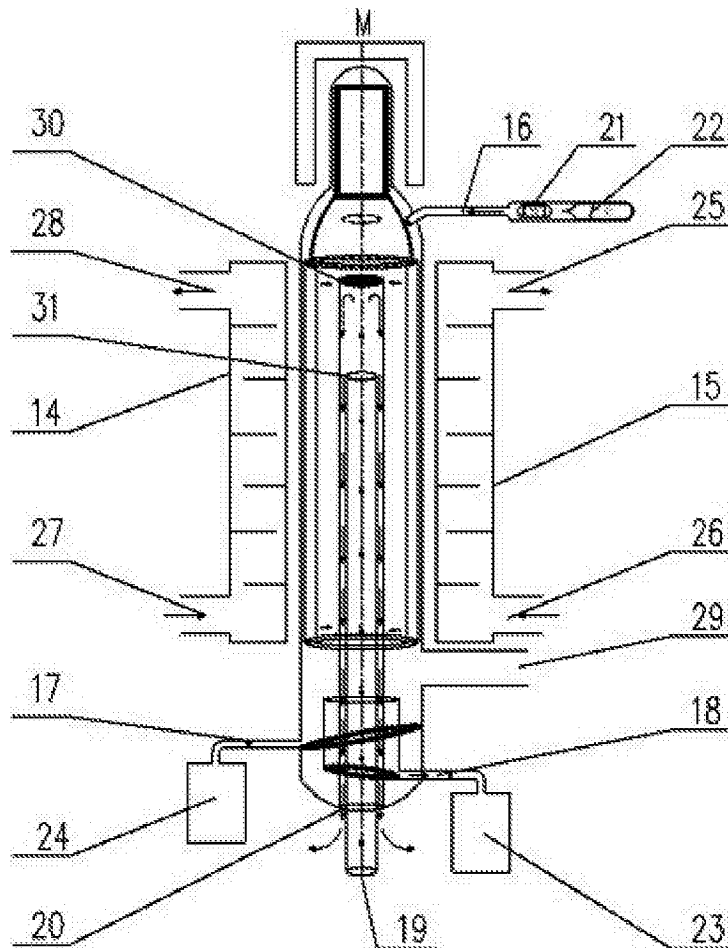


图2