(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 112557158 B
(45)授权公告日 2021.05.28

(21)申请号 202110221953.0
(22)申请日 2021.02.28
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112557158 A
(43)申请公布日 2021.03.26
(73)专利权人 中国工程物理研究院核物理与化学研究所
地址 621999 四川省绵阳市绵山路64号
(72)发明人 王茜 翁蔡平 侯建平 罗飞 龚古梅 张伟 田阔 刘强 龚有进 吴晓楠
(74)专利代理机构 中国工程物理研究院专利中心 51210
代理人 刘璐
(51)Int.Cl.
G01N 1/34(2006.01)
G01N 1/40(2006.01)
G01N 1/28(2006.01)
G01N 33/00(2006.01)
G01T 1/167(2006.01)

(56)对比文件
CN 105403584 A,2016.03.16
CN 109569466 A,2019.04.05
CN 103388948 A,2013.11.13
CN 101858841 A,2010.10.13
CN 101858842 A,2010.10.13

审查员 曾波

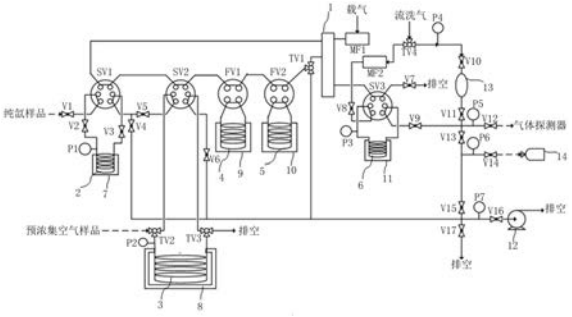
权利要求书1页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种用于空气样品中氚的分离纯化收集装置

(57)摘要

本发明公开了一种用于空气样品中氚的分离纯化收集装置，所述的分离纯化收集装置包括：转移单元、分离纯化单元、收集单元及附属单元。本装置实现了对由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的毫升量级氚进行快速高效地转移、纯化、分离和收集，满足了气体探测器对大量空气样品中少量放射性氚的测量要求，解决了对放射性氚同位素监测的迫切需要。



CN 112557158 B

1.一种用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于,所述的分离纯化收集装置包括:转移单元、分离纯化单元、收集单元及附属单元,其中,转移单元与分离纯化单元相连接,分离纯化单元与收集单元相连接,附属单元分别连接至转移单元、分离纯化单元、收集单元;

其中,转移单元包括转移柱的高低温箱(8)、及安装于转移柱的高低温箱内的转移柱(3),所述转移柱(3)两侧紧密布置有制冷剂输送管和加热管;

分离纯化单元包括热导检测模块(1)、预留柱加热炉(7)、纯化柱加热炉(9)、分离柱加热炉(10)及分别安装于预留柱加热炉、纯化柱加热炉、分离柱加热炉内的预留柱(2)、纯化柱(4)、分离柱(5);

收集单元包括收集柱加热炉(11)、及安装于收集柱加热炉内的收集柱(6);

附属单元包括与转移单元、分离纯化单元、收集单元相连接的真空泵(12),与流洗气相连的钢瓶(13),及与收集柱相连的存档瓶(14);

其中,

所述空气样品为立方米量级空气样品;

所述预留柱(2)用于热导检测模块(1)的定量分析;

所述转移柱(3)为U形螺旋管,所述转移柱的高低温箱(8)内设有一对U型槽铝板,所述U型槽铝板将转移柱(3)及分布在转移柱(3)两侧的制冷剂输送管和加热管紧密贴合夹紧;

所述预留柱加热炉(7)、纯化柱加热炉(9)、分离柱加热炉(10)和收集柱加热炉(11)温升速率在25℃/min~40℃/min。

2.如权利要求1所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述转移柱(3)为内装活性炭的不锈钢管;所述纯化柱(4)为内装4A分子筛的不锈钢管;所述分离柱(5)为内装5A分子筛的不锈钢管;所述收集柱(6)为内装活性炭的不锈钢管。

3.如权利要求1或2所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述制冷剂输送管内装低温导热油,加热管采用电加热。

4.如权利要求1所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述热导检测模块(1)结构主要由导热体、信号处理板、电热元件、温度测量传感器和温度控制系统组成,其中导热体包括四个对称的内含热敏元件的腔室,四个热敏元件组成了惠斯登电桥,该惠斯登电桥连接信号处理板,四个腔室则分为两个参比室和两个测量室。

5.如权利要求1所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述预留柱(2)结构为U型不锈钢空管,其体积与预浓集空气样品中所含的纯氙体积相等。

6.如权利要求1所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述真空泵(12)抽速为每秒4升。

7.如权利要求1所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述钢瓶(13)为不锈钢瓶,用于气体探测器的清洗,体积为气体探测器体积的125倍。

8.如权利要求1所述的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置,其特征在于:所述存档瓶(14)为不锈钢瓶,体积为气体探测器体积的10~20倍。

一种用于空气样品中氚的分离纯化收集装置

技术领域

[0001] 本发明属于放射性氚监测技术领域，具体涉及一种用于空气样品中氚的分离纯化收集装置。

背景技术

[0002] 由于大气中放射性氚同位素的含量很低，需要对大气中的氚进行取样、吸附富集后，再通过分离纯化，才能获得满足放射性测量要求的样品。目前，国际上的氚监测系统采用了不同的技术路线对吸附富集后的氚进行分离纯化，如通过采用多级活性炭进行分离纯化，最后样品收集在低温活性炭柱中；或采用二级活性炭进行分离，通过烧碱石棉硅胶和5A分子筛柱实现纯化，最后样品收集在低温活性炭柱中；或采用4A分子筛进行初步纯化后，利用活性炭柱分离，再用3A分子筛和5A分子筛进一步纯化；或采用三级活性炭柱进行分离纯化。然而，上述各类技术所用的分离纯化收集技术均存在所用的分离纯化装置体积庞大，分离纯化处理过程复杂，所需时间较长的缺点。

发明内容

[0003] 有鉴于此，本发明旨在提供一种用于空气样品中氚的分离纯化收集装置，该分离纯化收集装置具有布局合理，容易操作的特点，可适用于由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的毫升量级氚进行高效、快速地转移、纯化、分离和收集，满足了气体探测器对大量空气样品中放射性氚的测量要求。

[0004] 本发明具体采用如下技术方案：

[0005] 一种用于空气样品中氚的分离纯化收集装置，其特点是，所述的分离纯化收集装置包括：转移单元、分离纯化单元、收集单元及附属单元，其中，转移单元与分离纯化单元相连接，分离纯化单元与收集单元相连接，附属单元分别连接至转移单元、分离纯化单元、收集单元；

[0006] 其中，转移单元包括转移柱的高低温箱、及安装于转移柱的高低温箱内的转移柱，所述转移柱两侧紧密布置有制冷剂输送管和加热管；

[0007] 分离纯化单元包括热导检测模块、预留柱加热炉、纯化柱加热炉、分离柱加热炉及分别安装于预留柱加热炉、纯化柱加热炉、分离柱加热炉内的预留柱、纯化柱、分离柱；

[0008] 收集单元包括收集柱加热炉、及安装于收集柱加热炉内的收集柱；

[0009] 附属单元包括与转移单元、分离纯化单元、收集单元相连接的真空泵，与流洗气相连的钢瓶，及与收集柱相连的存档瓶。

[0010] 进一步，所述转移柱为内装活性炭的不锈钢管；所述纯化柱为内装4A分子筛的不锈钢管，优选为螺旋型，有利于装置的小型化，实现了在常温条件下对样品中的水汽和二氧化碳等杂质气体的吸附；所述分离柱为内装5A分子筛的不锈钢管，优选为螺旋型，有利于装置的小型化，实现了在常温条件下将氚和其他杂质气体分离开，使高纯度氚样品的收集成为可能；所述收集柱为内装活性炭的不锈钢管，优选为U型，有利于装置的小型化，实现了在

常温条件下毫升量级高纯度氙的收集。

[0011] 进一步，所述转移柱为U形螺旋管。所述转移柱的高低温箱专用于转移柱的快速升降温，内设有一对U型槽铝板，用两块U型槽铝板将转移柱及分布在转移柱两侧的制冷剂输送管和加热管紧密贴合夹紧，其中制冷剂选用低温导热油，加热管采用电加热，使得转移柱的制冷和升温简单易得，操作方便。

[0012] 进一步，所述制冷剂输送管内装低温导热油，加热管采用电加热。

[0013] 进一步，所述热导检测模块结构主要由导热体、信号处理板、电热元件、温度测量传感器和温度控制系统组成，其中导热体包括四个对称的内含热敏元件的腔室，四个热敏元件组成了惠斯登电桥，该惠斯登电桥连接信号处理板，四个腔室则分为两个参比室和两个测量室，参比室仅通过载气气流，测量室则通过载气同待测气体样品的混合气流。本发明热导检测模块极大的减少了纯化柱和分离柱的处理量，使纯化柱和分离柱的柱材料装填量减小，节约了全流程的处理时间，使收集柱能够及时收集预浓集空气样品中的少量纯氙，使收集柱的柱材料装填量最优，减少氙的损耗，提高了氙的回收率，且有利于后期收集柱中氙样品的再次转移和物理测量；用于定量分析时，可以确定分离纯化收集装置的全流程产额，从而为优化流程操作参数提供技术支撑。

[0014] 进一步，所述预留柱结构为U型不锈钢空管，其体积与预浓集空气样品中所含的纯氙体积相等。

[0015] 进一步，所述真空泵抽速为每秒4升。

[0016] 进一步，所述钢瓶为不锈钢瓶，用于气体探测器的清洗，体积为气体探测器体积的125倍，内充略低于气体探测器最高使用压力的高纯氦。

[0017] 进一步，所述预留柱加热炉、纯化柱加热炉、分离柱加热炉和收集柱加热炉温升速率在25℃/min~40℃/min。

[0018] 进一步，所述存档瓶为不锈钢瓶，用于收集柱加热解吸时纯氙样品的暂存，体积为气体探测器体积的10~20倍。

[0019] 本发明所研制的空气样品中氙的分离纯化收集装置，包括转移单元、分离纯化单元、收集单元及附属单元，解决了传统技术对立方米量级空气样品中少量氙的处理过程复杂，耗时长的问题。本发明空气样品中氙的分离纯化收集装置，能够在1h内对数十立方米空气样品预浓集的百升空气样品中的毫升量级氙进行转移、纯化、分离和收集，满足了气体探测器对样品测量的要求实现了立方米量级空气样品中氙的快速和高效取样，本发明响应时间短、动态范围大的放射性氙同位素取样监测为放射性氙的应急监测提供了坚实的技术支撑。

附图说明

[0020] 图1是本发明的用于空气样品中氙的分离纯化收集装置示意图；

[0021] 图中，1.热导检测模块2.预留柱 3.转移柱 4.纯化柱 5.分离柱 6.收集柱 7.预留柱加热炉 8.转移柱的高低温箱 9.纯化柱加热炉 10.分离柱加热炉 11.收集柱加热炉 12.真空泵 13.钢瓶 14.存档瓶。

具体实施方式

[0022] 下面基于实施例结合附图1对本发明的内容作进一步详细的说明。

[0023] 本发明用于空气样品中氙的分离纯化收集装置如图1所示，图中，V1~V17均为球阀，P1~P7均为压力传感器，TV1~TV4均为三通阀，FV1~FV2均为四通阀，SV1~SV3均为六通阀，具体地，该装置包括：转移单元、分离纯化单元、收集单元及附属单元，其中，转移单元与分离纯化单元相连接，分离纯化单元与收集单元相连接，附属单元分别连接至转移单元、分离纯化单元、收集单元；

[0024] 其中，转移单元包括转移柱的高低温箱8、及安装于转移柱的高低温箱内的转移柱3，所述转移柱3两侧紧密布置有制冷剂输送管和加热管；

[0025] 分离纯化单元包括热导检测模块1、预留柱加热炉7、纯化柱加热炉9、分离柱加热炉10及分别安装于预留柱加热炉、纯化柱加热炉、分离柱加热炉内的预留柱2、纯化柱4、分离柱5；

[0026] 收集单元包括收集柱加热炉11、及安装于收集柱加热炉内的收集柱6；

[0027] 附属单元包括与转移单元、分离纯化单元、收集单元相连接的真空泵12，与流洗气相连的小钢瓶13，及与收集柱相连的存档瓶14。

[0028] 本发明热导检测模块极大的减少了纯化柱和分离柱的处理量，使纯化柱和分离柱的柱材料装填量减小，节约了全流程的处理时间，使收集柱能够及时收集预浓集空气样品中的少量纯氙，使收集柱的柱材料装填量最优，减少氙的损耗，提高了氙的回收率，且有利于后期收集柱中氙样品的再次转移和物理测量；用于定量分析时，可以确定分离纯化收集装置的全流程产额，从而为优化流程操作参数提供技术支撑。进一步，所述热导检测模块1的工作原理为不同的气体组分和浓度与载气有不同的导热系数，而导热系数的变化，会引发色谱检测模块输出信号的变化，就能明确指示出待测气体样品组分的变化，用于分离纯化收集流程的在线监测时，根据空气样品中不同组分从转移柱3、纯化柱4和分离柱5的流出顺序和保留时间，采用切峰技术，利用阀门的切换，能够及时将预浓集空气样品中大量的非氙气体组分排空，达到对由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的毫升量级氙进行快速、高效地转移、纯化、分离和收集的目的，为后续收集柱6中氙样品的再次转移和测量做准备。首先，来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品在向转移柱3低温转移的过程中，大量的非氙气体组分直接排空，低温转移结束后，启动真空泵12，对处于低温的转移柱3进行管道缓冲式泄压后，将转移柱3连接入色谱主流路，热导检测模块1在线监测转移柱的组分流出情况；接着，用高纯氦载气流洗加热解吸的转移柱3，继续直接排空非氙气体组分，热导检测模块1在线监测转移柱3的组分流出情况，当色谱图显示空气样品中的大量非氙气体组分排空时，切换四通阀FV1和FV2，将纯化柱4和分离柱5依次串接在转移柱3之后，余下的转移柱空气样品通过常温条件下的纯化柱4和分离柱5，进一步纯化和分离，热导检测模块1继续在线监测分离柱5的气体组分流出情况，非氙气体组分继续直接排空；然后，当转移柱3处于氙的解吸温度时，通过切换六通阀SV3，将收集柱6串接到热导检测模块1的测量组分流出处，用收集柱6收集经过纯化、分离的氙，多余的非氙气体组分排空；最后，当热导检测模块1在线监测到转移柱3的氙组分解吸完全，分离柱5无氙组分流出时，停止收集。

[0029] 进一步，所述预留柱2结构为Φ1/8不锈钢空管，优选为U型，其体积与预浓集空气

样品中所含的纯氙体积相等，该预留柱可用于热导检测模块的定量分析，在模拟实际空气样品中氙的分离纯化收集流程时，提供纯氙的初始含量，再测量由收集柱解吸到存档瓶中的氙浓度，以得到模拟流程中纯氙的回收量，从而确定分离纯化收集装置的全流程产额，为优化流程操作参数提供技术支撑。

[0030] 进一步，所述转移柱3为内装活性炭的Φ1/2不锈钢管，优选为U型，安装在转移柱的高低温箱8中，所述转移柱的高低温箱专用于转移柱的快速升降温，内设有一对U型槽铝板，用两块U型槽铝板将转移柱及分布在转移柱两侧的制冷剂输送管和加热管紧密贴合夹紧，其中制冷剂选用低温导热油，加热管采用电加热，使得转移柱的制冷和升温简单易得，操作方便。实现了在-30℃~300℃温度范围内对来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的氙，进行低温吸附、高温解吸和转移的需求，还能精确控制解吸温度，使转移柱所吸附的氙完全解吸，且不会将可能存在的氡解吸出来，既满足了对氙吸附容量的需要，又使氙的吸附、解吸和转移操作简单易行，有效减小了转移柱3的活性炭装填量，缩小了转移柱的高低温箱8的体积，降低了耗电量，还节约了全流程的处理时间。

[0031] 进一步，所述纯化柱4为内装4A分子筛的Φ1/4不锈钢管，优选为螺旋型，有利于装置的小型化，实现了在常温条件下对样品中的水汽和二氧化碳等杂质气体的吸附。

[0032] 进一步，所述分离柱5为内装5A分子筛的Φ1/4不锈钢管，优选为螺旋型，有利于装置的小型化，实现了在常温条件下将氙和其他杂质气体分离开，使高纯度氙样品的收集成为可能。

[0033] 进一步，所述收集柱6为内装活性炭的Φ1/8不锈钢管，优选为U型，有利于装置的小型化，实现了在常温条件下毫升量级高纯度氙的收集。

[0034] 进一步，所述预留柱加热炉7、纯化柱加热炉9、分离柱加热炉10和收集柱加热炉11温升速率在25℃/min~40℃/min，适中的加热功率，有利于对纯化柱、分离柱和收集柱加热通气活化再生时的温度进行精确控制，确保活化再生的有效性和高效性；有利于收集柱在加热解吸时，在较短时间内升到解吸温度，且温度不会大幅过冲，能够得到精确控制，能够将收集柱所吸附的氙完全解吸，且不会将可能存在的氡解吸出来，确保后期放射性氙物理测量的准确性和精确性，还缩短了全流程的处理时间。

[0035] 进一步，所述真空泵12抽速为每秒数升，如每秒4升，保证了分离纯化收集装置能够快速抽空至预期的真空度，节约了全流程的处理时间。

[0036] 进一步，所述钢瓶13为不锈钢瓶，用于气体探测器的清洗，体积为气体探测器体积的125倍，内充略低于气体探测器最高使用压力的高纯氦，通过对流洗气高纯氦的减压缓存，降低了流洗气对气体探测器的的压力冲击，确保了气体探测器的安全使用，既满足装置小型化的要求，又能以略高于常压的压力连续清洗气体探测器30次以上，以便在较短的时间内消除记忆效应对气体探测器测量准确度的影响，使清洗操作对分离纯化收集装置其它功能操作的影响降至最低；低于100kPa时，需要补充钢瓶13内的高纯氦气体至略低于气体探测器的最高使用压力。

[0037] 进一步，所述存档瓶14为不锈钢瓶，用于收集柱6加热解吸时纯氙样品的暂存，体积为气体探测器体积的数倍，如10~20倍。

[0038] 本发明还提供了一种基于前述用于空气样品中氙的分离纯化收集装置的氙分离纯化收集方法，该方法具体包含如下步骤：

[0039] a) 柱子的活化再生处理

[0040] a1)通入载气并流经质量流量控制器MF1,设置质量流量控制器MF1的流速;

[0041] a2)接通分离纯化收集装置电源,切换阀门,使载气流经转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6后从阀V7处排出;

[0042] a3)分别设置转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6的活化温度,通载气加热活化再生转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6;到达转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6各自的活化温度后,保温,直至活化完全,停止加热;

[0043] a4)待转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6的温度均降至室温,切换阀门,使转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6均处于封闭状态,准备进入预浓集空气样品中氙的转移流程。

[0044] b)预浓集空气样品中氙的转移

[0045] b1)开启转移柱的高低温箱8的制冷,重新设置质量流量控制器MF1的流量,打开热导检测模块1的电源,处于待分析状态;

[0046] b2)当转移柱3温度到达设定的氙的吸附温度时,三通阀TV2处于将来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品与转移柱3相连接的状态,将预浓集空气样品中的氙流洗吸附至转移柱,三通阀TV3延迟切换至放空状态,将大量非氙气体组分直接排空;

[0047] b3)当来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品转移完毕后,关闭转移柱的高低温箱8的制冷,三通阀TV2和TV3切换至与六通阀SV2相连的状态。此即完成百升量级预浓集空气样品中氙的转移,准备进入转移柱3的空气样品中氙的分离纯化收集流程。

[0048] c)转移柱内空气样品中氙的分离、纯化和收集

[0049] c1)转移柱3处于低温的情况下,交替开关阀V6和V16,用真空泵12抽空管道,对转移柱3进行管道缓冲式泄压,然后阀V6和V16处于关闭状态;

[0050] c2)设置转移柱3的加热温度为0℃,再次交替开关阀V6和V16,用真空泵12抽空管道,对转移柱3继续进行管道缓冲式泄压,然后切换六通阀SV2,使转移柱3连接入色谱主流路,用高纯氦载气进行流洗,热导检测模块1开始在线监测转移柱3的组分流出情况,空气样品中的大量非氙气体组分则直接排空;

[0051] c3)设置转移柱3的解吸温度,当色谱图显示空气样品中的大量非氙气体组分排空时,切换四通阀FV1和FV2,将纯化柱4和分离柱5依次串接在转移柱3之后,余下的转移柱3空气样品通过纯化柱4和分离柱5,进一步纯化和分离,热导检测模块1继续在线监测流程组分的流出情况,空气样品中的大量非氙气体组分直接排空;

[0052] c4)当转移柱3到达解吸温度时,切换六通阀SV3,将收集柱6串接到热导检测模块1的测量组分流出处,热导检测模块1在线监测流程组分的流出情况,同时收集柱6收集空气样品中的氙,空气样品中的大量非氙组分直接排空;

[0053] c5)当热导检测模块1在线监测到转移柱3的氙组分解析完全时,切换六通阀SV3,停止收集,转移柱3停止加热。此即完成转移柱空气样品中氙的分离、纯化和收集。

[0054] 进一步,该方法还包括如下步骤:

[0055] d)收集柱内氙样品的解吸、充气流程

[0056] d1)三通阀TV4切换指向质量流量控制器MF2方向,打开真空泵12,打开阀V8、V13、V15,V9和V16交替开关,用真空泵12抽空管道,对收集柱6进行管道缓冲式泄压,然后关闭真空泵12,关闭阀V8、V9、V13、V15和V16;

[0057] d2)设置收集柱6的解析温度,加热至解析温度,保温,设置质量流量控制器MF2的流速,打开阀V8、V9和V12,流洗气缓慢流洗收集柱6,收集柱6的高纯度氙充入气体探测器,当压力传感器P5显示为略低于常压时,关闭V8、V9和V12,停止加热收集柱6,质量流量控制器MF2的流量设为0,气体探测器所充的氙可用于后续气体探测器对氙的测量。

[0058] 进一步,步骤b2)~步骤b3)中,以及步骤c2)~步骤c5)中,采用高低温转移技术,使来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中氙的转移,快速、高效、易操作的具体过程为:所述转移柱3为内装活性炭的Φ1/2U型不锈钢管,所述不锈钢管安装在转移柱的高低温箱8中,所述转移柱的高低温箱8专用于转移柱3的快速升降温,内设有一对U型槽铝板,用两块U型槽铝板将转移柱3及分布在转移柱3两侧的制冷剂输送管和加热管紧密贴合夹紧,其中制冷剂选用低温导热油,加热管采用电加热,使得转移柱3在转移过程中的所需高低温快速易得。本发明采用高低温转移技术,实现了在-30℃~300℃范围内对来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的氙,进行低温吸附,高温解吸和转移的需求,还能精确控制解吸温度,使转移柱所吸附的氙完全解吸,且不会将可能存在的氡解吸出来,既满足了对氙吸附容量的需要,又使氙的吸附、解析和转移操作简单易行,有效减小了转移柱3的活性炭装填量,缩小了转移柱的高低温箱8的体积,降低了耗电量,还节约了全流程的处理时间。

[0059] 进一步,步骤c2)~步骤c4)中,空气样品中的大量非氙组分直接排空的具体操作为:热导检测模块1在线监测流程组分的流出情况,采用切峰技术,根据预浓集空气样品中不同组分经过转移柱3、纯化柱4和分离柱5的流出顺序和保留时间,利用阀门的切换,及时将预浓集空气样品中大量的非氙气体组分排空,达到对由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的毫升量级氙进行快速、高效地转移、纯化、分离和收集的目的,为后续收集柱中氙样品的再次转移和测量做准备。

[0060] 进一步,热导检测模块1采用的切峰技术,能够及时将样品中大量的非氙气体组分排空的具体过程为:首先,来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品在向转移柱3低温转移的过程中,大量的非氙气体组分直接排空,低温转移结束后,启动真空泵12,对处于低温的转移柱3进行管道缓冲式泄压后,再将转移柱3连接入色谱主流路,热导检测模块1在线监测转移柱的组分流出情况;接着,用高纯氦载气流洗加热的转移柱3,非氙气体组分直接排空,当色谱图显示空气样品中的空气峰回到色谱基线时,切换四通阀FV1和FV2,将纯化柱4和分离柱5依次串接在转移柱3之后,余下的转移柱空气样品通过常温条件下的纯化柱4和分离柱5,进一步纯化和分离,吸附水汽和二氧化碳,将氙和其他杂质气体分离开,非氙气体组分直接排空;然后,当转移柱3处于解吸温度时,通过切换六通阀SV3,将收集柱6串接到热导检测模块1的测量组分流出处,用收集柱6收集空气样品中的氙,多余的非氙气体组分排空;最后,当热导检测模块1在线监测到转移柱3的流出组分氙峰回到色谱基线时,停止收集。

[0061] 进一步,在步骤d)中,采用微流量控制技术,使高纯度氙样品的充气流程精确受控,具体为:首先,用真空泵抽空管道,对收集柱进行管道缓冲式泄压,确保充气管道中杂质

气体最少，对后续测量的影响最小；接着，加热收集柱至解吸温度，保温，设置质量流量控制器MF2的流速，采用微流量控制技术，打开阀V8、V9和V12，流洗气缓慢流洗收集柱，收集柱的高纯度氙充入气体探测器，使压力传感器P5的压力显示以每秒百帕的速度缓慢上升，当压力传感器P5显示为略低于常压时，关闭V8、V9和V12，停止加热收集柱，质量流量控制器MF2的流量设为0，气体探测器所充的氙可用于后续氙的测量。微流量控制技术的使用，既保证了收集柱中氙的充分解吸，能够全部充入气体探测器，又满足了气体探测器的压力使用要求。

[0062] 本发明在模拟实际空气样品中氙的分离纯化收集流程时，可以提供纯氙的初始含量，再测量由收集柱解吸到存档瓶中的氙浓度，以得到模拟流程中纯氙的回收量，从而确定分离纯化收集装置的全流程产额，从而为优化流程操作参数提供实质的技术支撑。预留柱2确定分离纯化收集装置的流程产额的具体过程为：首先模拟实际空气样品中氙的纯化、分离和收集流程，选择与空气样品中所含的纯氙体积相等的预留柱2，在常温条件下，从外部引入纯氙样品，将此纯氙样品流经纯化柱4和分离柱5，再由收集柱6收集；然后模拟高纯度氙样品的解吸、充气流程，加热收集柱6到解吸温度，用高纯氦缓慢将收集柱6解吸出的纯氙样品流洗充入存档瓶14，最后测量存档瓶14中氙的浓度，以得到模拟流程中纯氙的回收量，从而计算出分离纯化收集装置的流程产额，为优化流程操作参数提供技术支撑。

[0063] 实施例1

[0064] 本实施例1空气样品中氙的分离纯化收集装置采用不锈钢管、阀门、质量流量控制器和压力传感器依据流路图连接而成，其中不锈钢管选用内抛光的不锈钢管，质量流量控制器MF1流量范围为0~1L/min，精度0.1%；质量流量控制器MF2流量范围为0~70mL/min，精度0.1%；绝压压力传感器P1、P2、P3、P4和P6压力范围为0~600kPa，绝压压力传感器P5压力范围为0~200kPa，P7是真空计；装置整体真空度不大于10Pa，在0.5MPa正压条件下，压降不大于0.5kPa.h^{-1}，本实施例布局合理，易于维修更换。所述预留柱加热炉7、纯化柱加热炉9、分离柱加热炉10和收集柱加热炉11温度控制范围为15℃~400℃，温升速率在25℃/min~40℃/min，控温精度不大于±5℃。

[0065] 本实施例装置用于体积为10m^3的空气样品中氙的分离、纯化和收集，包含如下步骤：

[0066] a)柱子的活化再生处理

[0067] a1)通入载气并流经质量流量控制器MF1，设置质量流量控制器MF1的流速为50ml/min；

[0068] a2)接通分离纯化收集装置的总电源，切换六通阀SV2、四通阀FV1、FV2和六通阀SV3，三通阀TV2和TV3切换至连通六通阀SV2方向，三通阀TV1切换至连通热导检测模块1方向，阀V7打开，使载气流经转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6后从V7处排出；

[0069] a3)分别设置转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6的活化温度为300℃、350℃、350℃、300℃，接通转移柱的高低温箱8、纯化柱加热炉9、分离柱加热炉10和收集柱加热炉11的电源，通载气加热活化再生转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6；到达转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6各自的活化温度后，保温，直至活化完全，停止加热；

[0070] a4)待转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6的温度均降至室温，切换六通阀SV2、四通阀FV1、FV2和六通阀SV3，使转移柱3、纯化柱4、分离柱5和收集柱6均处于封闭状态，准

备进入转移流程。

[0071] b)预浓集空气样品中氙的转移

[0072] b1)打开转移柱的高低温箱8的制冷,设置质量流量控制器MF1的流量为200 ml/min,打开热导检测模块1的电源,处于待分析状态;

[0073] b2)当转移柱3温度到达-30℃以下时,三通阀TV2处于将来自外部的由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品与转移柱相连接的状态,用高纯氦载气将预浓集空气样品中的氙流洗至转移柱,三通阀TV3延迟几秒切换至放空状态;

[0074] b3)当预浓集空气样品中的氙完全流洗至转移柱时,停止转移,停止转移柱3的制冷,三通阀TV2和TV3切换至与六通阀SV2相连的状态。

[0075] c)转移柱内空气样品中氙的分离、纯化和收集

[0076] c1)转移柱3处于低温时,交替开关阀V6和V16,用真空泵12抽空管道,对转移柱3进行管道缓冲式泄压,抽至真空计P7显示为20kPa以下,关闭V6和V16;本步骤c中设定真空泵抽速为2L/s;

[0077] c2)设置转移柱3加热温度为0℃,若压力传感器P2显示压力超过100kPa时,再次交替开关V6和V16,用真空泵12抽空管道,对转移柱3进行管道缓冲式泄压,抽至真空计P7显示为20kPa以下,然后切换六通阀SV2,使转移柱3连接入色谱主流路,用高纯氦载气进行流洗,热导检测模块1开始在线监测转移柱3的组分流出情况,非氙气体组分直接排空;

[0078] c3)转移柱3的温度设置为300℃,当色谱图显示空气峰处于完全下降趋势,表明空气样品中的大量非氙气体组分排空,切换四通阀FV1和FV2,将纯化柱4和分离柱5依次串接在转移柱3之后,余下的转移柱3空气样品通过纯化柱4和分离柱5,进一步纯化和分离,非氙气体组分继续直接排空;

[0079] c4)当转移柱3到达300℃后,切换六通阀SV3,将收集柱6串接到热导检测模块1的测量组分流出处,用收集柱6收集空气样品中的氙,多余的非氙气体组分排空;

[0080] c5)当热导检测模块1在线监测到转移柱3的流出组分,显示氙峰下降至基线水平时,切换六通阀SV3,停止收集,转移柱3停止加热。此即完成转移柱空气样品中氙的分离、纯化和收集。

[0081] 进一步,为将上述分离纯化后的空气样品中氙转入气体探测器,用于后续氙的测量流程,本实施例的方法还包括如下步骤:

[0082] d)收集柱内氙样品的解吸、充气流程

[0083] d1)三通阀TV4切换指向质量流量控制器MF2方向,打开真空泵12,打开阀V8、V13、V15,V9和V16交替开关,用真空泵12抽空管道,对收集柱6进行管道缓冲式泄压,然后关闭真空泵12,关闭阀V8、V9、V13、V15和V16;

[0084] d2)收集柱6的解析温度设置为300℃,加热至300℃后,在1ml/min~5ml/min范围内设置质量流量控制器MF2的流速,采用微流量控制技术,打开阀V8、V9和V12,使流洗气高纯氦缓慢流洗收集柱,收集柱6的高纯度氙充入气体探测器,当压力传感器P5显示为95kPa左右时,关闭V8、V9和V12,停止加热收集柱6,质量流量控制器MF2的流量设为0,气体探测器所充的氙可用于后续氙的测量。

[0085] 该实施例对由10m^3空气样品得来的约百升预浓集空气样品转移到转移柱的时间可以控制在1h以内,转移柱内空气样品中氙的分离纯化收集所用时间不超过40min。由此可

见，相比于传统技术对立方米量级空气样品中少量氚的处理过程复杂，耗时长的问题，本装置实现了对由立方米量级空气样品得来的百升量级预浓集空气样品中的毫升量级氚进行快速高效地转移、纯化、分离和收集，满足了气体探测器对大量空气样品中少量放射性氚的测量要求，解决了对放射性氚同位素监测的迫切需要。

[0086] 本发明所述具体实施方案只是各种可能中的一种较为容易的方式。所有相关实施案例均为示例性的而非穷尽性的，该发明绝不仅仅限于所述实施案例。在不偏离本发明的实施案例范围和精神的情况下，许多修改和变更都是可能的和显而易见的。

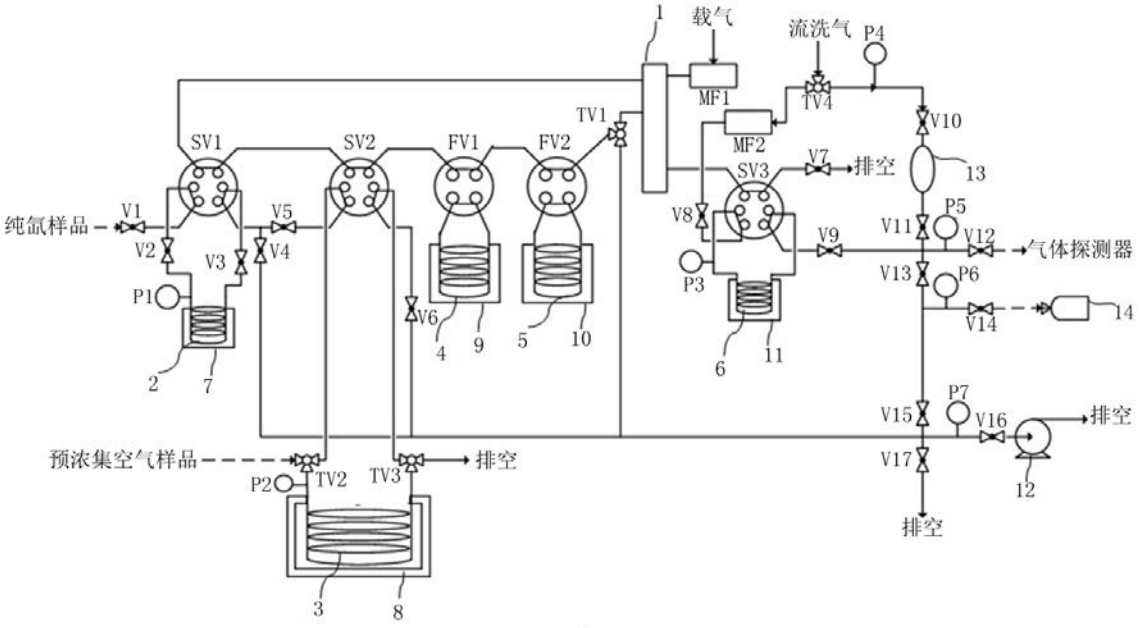

1
载气
流洗气
P4
MF1
MF2
TV4
TV1
V10
SV1
SV2
FV1
FV2
SV3
V7
排空
13
纯氩样品
V1
V2
V3
V4
V5
V8
V9
V11
P5
V12
气体探测器
P1
P3
V13
P6
V6
V14
14
2
7
4
9
5
10
6
11
P7
V15
V16
排空
预浓集空气样品
P2
TV2
TV3
排空
V17
12
3
8
排空

图1