

大量铀中微量镎的快速自动化分离技术

黄 昆, 毛国淑*, 丁有钱, 张生栋, 杨志红, 杨 磊, 宋志君

中国原子能科学研究院 放射化学研究所, 北京 102413

摘要: 进行了大量铀中微量镎的快速自动化分离技术研究。基于液闪测量的要求, 建立了 α -噻吩甲酰基三氟丙酮(TTA)萃取及阴离子交换树脂纯化的分离流程, 并对流程进行了检验, 镎的回收率在 90% 以上, 对铀、钚及干扰的裂变产物的去污因子均在 1.0×10^4 以上。基于该流程, 设计了自动定量取样装置、自动萃取装置、自动柱分离装置, 实现了全分离流程的自动化。全分离流程自动分离时间在 1.9 h 左右, 对铀的去污因子在 1.0×10^4 以上, 对镎的回收率达到 $(71.7 \pm 2.8)\%$ ($n=5$)。

关键词: 铀; 镎; 自动化; 快速分离

中图分类号: O614.352 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-9950(2020)04-0249-07

doi: 10.7538/hhx.2020.YX.2019007

Rapid Automatic Separation Technology of Trace Np With Presence of Large Quantity of Uranium

HUANG Kun, MAO Guo-shu*, DING You-qian, ZHANG Sheng-dong,
YANG Zhi-hong, YANG Lei, SONG Zhi-jun

China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275(126), Beijing 102413, China

Abstract: Rapid automatic separation of trace amount of neptunium with the presence of large quantity of uranium was studied. A chemical procedure using TTA extraction and anion-exchange was established. The decontamination factors are above 10^4 for both uranium and plutonium with respect to neptunium. Simultaneously, the recovery of neptunium is above 90%. Based on the chemical separation procedure, an automatic separation device was developed with the functions of quantitative sampling, extraction and automatic chromatographic separation. The whole automatic separation takes 1.9 h and the recovery of neptunium is $(71.7 \pm 2.8)\%$ ($n=5$).

Key words: uranium; neptunium; automatic; rapid separation

在对乏燃料进行后处理时, 对镎在铀产品中的控制要求十分严格, 是后处理工艺分析中重点关注的对象之一^[1-4]。在 PUREX 流程铀线尾端样品及铀产品样品中含有大量的铀以及微量钚,

它们严重干扰微量镎的分析^[5]。近年来, 王孝荣等^[6]建立了磷酸三丁酯(TBP)萃淋树脂联合 7402 季铵盐树脂分离纯化与质谱测量相结合的方法, 能够准确测定铀产品中的微量镎。刘权卫等^[7]

收稿日期: 2019-01-16; **修订日期:** 2019-03-19

作者简介: 黄 昆(1987—), 男, 湖南醴陵人, 助理研究员, 从事分析化学研究, E-mail: hkun2010@hotmail.com

* **通信联系人:** 毛国淑(1972—), 女, 重庆璧山人, 研究员, 从事核化学方面研究, E-mail: maoguoshu@sina.cn

采用氩气加压排空阴离子交换系统对样品进行纯化,能够实现铀线尾端中镅的准确测定。但目前国内还未见有关镅的连续自动化分析的报道。

在镅的分析检测手段中,流式液闪是一种探测效率高、相对廉价、维护简单的分析仪器,且易于实现连续自动化分析,但由于液闪无能量分辨能力,对样品纯度要求高。针对后处理流程中大量铀中微量镅的分析,根据溶液中干扰元素的量及对分析的影响程度,需建立分离流程,对铀、钚的去污因子均大于 10^4 即可避免对分析的影响。所以本工作基于液闪测量的要求对多种分离方法进行了调研考察,发现 α -噻吩甲酰基三氟丙酮(TTA)对IV价的锕系元素具有很好的萃取分离能力,是目前应用最为广泛的萃取剂之一^[3]。而阴离子交换树脂也常用于锕系元素的分离,特别是对微量及痕量元素的分离富集。本工作拟将TTA萃取与阴离子交换树脂纯化相结合,建立一种大量铀中的微量镅的快速分离方法,并且将该分离流程实现自动化,设计自动定量取样装置、自动萃取装置、自动柱分离装置,以达到快速自动分离的目的。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

U_3O_8 粉末(贫化²³⁸U)、硝酸铀酰(批号 9101),中国核工业集团有限公司四〇四公司;²³⁷Np、²³⁹Pu 指示剂,中国原子能科学研究院提供; α -噻吩甲酰基三氟丙酮(TTA),纯度不小于 99.0%,国药集团化学试剂有限公司;N256 阴离子交换树脂,吡啶型,粒径 80~105 μm ,核工业北京化工冶金研究院;其它化学试剂均为国药集团产品,纯度为分析纯。

GEM70P-PLUS HPGe 多道 γ 谱仪,美国 ORTEC 公司;UV-2000 紫外可见分光光度计,北京莱博泰克公司;Tri-Carb 3170 型低本底液闪谱仪,美国 PE 公司;BP211D 型电子天平,精度 0.01 mg,德国 Sartorius 公司;LEMENT 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS),德国 FINNIGEN 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 指示剂的制备

(1) ²³⁷Np 指示剂的纯化

对²³⁷Np指示剂进行纯化,以去除其子体²³³Pa等对其液闪测量的影响,纯化方法如下:将指示剂调节为 1 mol/L 硝酸介质,加入适量氨基磺酸亚

铁溶液,放置 30 min 后将镅还原为 Np(IV),加入等体积的 0.5 mol/L TTA-二甲苯溶液振荡萃取 Np(IV),离心分相后,用等体积的 1 mol/L 硝酸洗涤该有机相,再用 8 mol/L 硝酸将镅反萃出来,转换成 0.5 mol/L 硝酸介质保存。

(2) ²³⁹Np 指示剂的制备

取少量 U_3O_8 粉末(贫化²³⁸U)在西北核技术研究院脉冲堆的跑兔孔道辐照,通量为 $1 \times 10^{13}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s})$,辐照 20 min,冷却 24 h 后取出,用浓硝酸溶解后进行介质转换,转换成 1 mol/L 硝酸介质备用,并取出少量用于 HPGe γ 谱仪测定其初始比活度。

(3) 裂变产物指示剂的制备

取少量硝酸铀酰粉末(²³⁵U)在脉冲堆的跑兔孔道辐照,通量为 $1 \times 10^{13}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s})$,辐照 20 min,冷却 24 h 后取出,用 5 mol/L 硝酸溶解后再进行介质转换,转换成 1 mol/L 硝酸介质备用,并取出少量用于 HPGe γ 谱仪测定其初始比活度。

1.2.2 N256 阴离子交换树脂柱预处理 将 N256 阴离子交换树脂湿法装柱,其中柱内径为 3 mm,柱高为 1.8 cm,用 20 倍柱体积的 1 mol/L 硝酸淋洗 N256 阴离子交换树脂柱,之后再用 20 倍柱体积的去离子水淋洗树脂柱至洗脱液呈中性。

1.2.3 TTA 萃取对核素的去污及镅的回收 取一定量的溶液于 10 mL 的离心管中,调节介质为 1 mol/L HNO_3 ,加入等体积的 0.5 mol/L TTA-二甲苯,萃取 10 min,离心 2 min,分相,加入等体积 8 mol/L HNO_3 反萃,分别取水相、有机相测量。

1.2.4 阴离子交换柱分离对核素的去污及镅的回收 取定量的²³⁷Np指示剂或²³⁹Pu指示剂经过价态归一(调价、TTA 萃取-反萃)后将溶液调节为 8 mol/L HNO_3 介质,上 N256 阴离子交换树脂柱(内径(ID)=3 mm,柱体积(V_c)=0.13 mL,流速为 0.2 mL/min),再依次用 10 个柱体积(V_c)的 8 mol/L HNO_3 、5 V_c 9 mol/L HCl 洗涤树脂柱、10 V_c 的 9 mol/L HCl -0.05 mol/L KI 淋洗树脂柱,用 6 V_c 的 0.35 mol/L HNO_3 解吸镅,并收集解吸液用于测量。

1.2.5 自动化装置的设计 在已确定的化学流程的基础上,进行了自动化装置的研制,基于整个化学流程的特点,需要建立自动定量取样装置、自动萃取装置、自动柱分离装置。通过电磁阀、电机、蠕动泵、电导传感器等的联动来实现整个分离

过程的自动化。通过真空泵、蠕动泵提供动力,使溶液能够在装置各部件之间自动定量流动。利用可编程程序控制器使得整个分离流程在设定的程序下自动进行。

2 结果与讨论

2.1 化学分离流程的建立

2.1.1 萃取及离子交换条件研究

(1) TTA 萃取对铀的去污

取适量硝酸铀酰溶液,经过 TTA 萃取、洗涤、反萃后,将反萃液蒸至近干,用氯乙酸-氯乙酸钠缓冲溶液溶解后转移至容量瓶,并加入显色剂偶氮胂Ⅲ,用分光光度计于 652 nm 处进行检测,再根据标准曲线获得溶液中的铀浓度,结果列入表 1。由表 1 可知:TTA 萃取对铀的去污因子(DF)大于 10^4 ,基本达到了分析时对铀去污的要求。

表 1 TTA 萃取对铀的去污因子
Table 1 Decontamination factors
of U by TTA extraction

No.	$m_{add}(U)/$ mg	$m_{mes}(U)/$ mg	DF	$\overline{DF}$
1 #	39.18	2.9×10^{-3}	1.4×10^4	1.5×10^4
2 #	39.18	3.1×10^{-3}	1.3×10^4	
3 #	78.36	4.4×10^{-3}	1.8×10^4	
4 #	78.36	5.3×10^{-3}	1.5×10^4	

(2) TTA 萃取对裂变产物的去污

取适量裂变产物指示剂溶液于离心管中,经 TTA 萃取反萃后,反萃液采用 HPGe γ 谱仪测量。根据 HPGe γ 谱仪测量数据,计算了萃取过程对裂变产物的去污,结果列于表 2。由表 2 可知:该萃取过程对 ^{140}Ba 、 ^{141}Ce 的去污因子(DF)大于 1.0×10^4 ;而对 ^{97}Zr 、 ^{99}Tc 的去污因子仅大于 1.0×10^2 ,这需要后续流程对其进行进一步去污。

(3) TTA 萃取流程对镭的回收率

分别取一定量的 Np(IV)溶液经 TTA 萃取分离后,分别定量取水相和有机相用低本底液闪谱仪测量,根据液闪谱仪测量数据,计算镭的萃取率,结果发现 TTA 对镭的萃取率为 $(98.7 \pm 0.4)\%$ ($n=5$),之后再用等体积的 8 mol/L 硝酸对剩余的 TTA 溶液进行反萃,静置分相后分别定量取出两相溶液用于液闪测量,发现 8 mol/L 硝酸的反萃率均在 $(99.4 \pm 0.2)\%$ 以上 ($n=5$)。

从而说明 TTA 萃取流程对镭有着较高的回收率。

表 2 TTA 萃取过程对裂变产物的去污因子
Table 2 Decontamination factors
of radionuclides by TTA extraction

核素	E/keV	N_{add}/s^{-1}	N_{mes}/s^{-1}	DF
^{141}Ce	145.4	1.9×10^3	1.3×10^{-1}	1.5×10^4
^{140}Ba	537.3	6.1×10^2	3.0×10^{-2}	2.0×10^4
^{140}La	487.2	3.6×10^2	1.1×10^{-1}	3.3×10^3
^{99}Tc	140.8	2.9×10^4	2.4×10^2	1.2×10^2
^{103}Ru	497.1	4.3×10^2	1.8×10^{-1}	2.4×10^3
^{97}Zr	743.4	3.6×10^3	5.6	6.5×10^2

(4) 阴离子交换树脂对铀的去污及镭的回收率

取定量的 ^{237}Np 指示剂或 ^{239}Pu 指示剂经过调价后将溶液调节为 8 mol/L 硝酸介质,经 N256 阴离子交换树脂柱(ID=3 mm, $V_c=0.13$ mL,流速为 0.2 mL/min)纯化,测量结果列入表 3、4。由表 3、4 可知,N256 阴离子交换树脂柱流程对 ^{239}Pu 的去污因子(DF)能够达到 1.0×10^3 以上,对 ^{237}Np 的回收率(Y)能够达到 91% 以上,N256 阴离子交换树脂柱起到了进一步去污的作用。

表 3 N256 阴离子交换树脂柱流程对 ^{239}Pu 的去污因子
Table 3 Decontamination factors of ^{239}Pu
on N256 anion exchange resin column

No.	$A_{add}(^{239}\text{Pu})/$ Bq	$A_{mes}(^{239}\text{Pu})/$ Bq	DF	$\overline{DF}$
1 #	9.6×10	4.3×10^{-2}	2.2×10^3	1.6×10^3
2 #	1.2×10^2	1.1×10^{-1}	1.1×10^3	

表 4 N256 阴离子交换树脂柱流程对 ^{237}Np 的回收率
Table 4 Chemical recovery of ^{237}Np
on N256 anion exchange resin column

No.	$A_{add}(^{237}\text{Np})/$ Bq	$A_{mes}(^{237}\text{Np})/$ Bq	Y/%	$\overline{Y}/\%$
1 #	4.78	4.46	93.5	94.3
2 #	4.60	4.38	95.3	
3 #	4.28	3.93	91.9	
4 #	4.27	4.12	96.4	

2.1.2 推荐分离流程的建立 通过上述实验结果,建立了大量铀中微量镭的分离流程,如下所示:

(1) 加入适量 8 mol/L 硝酸及 0.5 mol/L 氨基磺酸亚铁溶液,将溶液体系调节为 1 mol/L 硝酸-0.1 mol/L 氨基磺酸亚铁介质,放置 2 min;

(2) 加入等体积的 0.5 mol/L TTA-二甲苯溶液进行萃取,振荡 10 min,离心分相后将水相取出;

(3) 加入等体积的 1 mol/L 硝酸进行洗涤,振荡 10 min,离心分相后将水相取出,并重复操作一次;

(4) 加入等体积的 8 mol/L 硝酸进行反萃,振荡 10 min 后离心分相,将水相转出;

(5) 向水相中加入等体积的二甲苯溶液进行洗涤,振荡 10 min 后离心分相,将水相溶液转出;

(6) 将溶液转移至已预平衡的 N256 阴离子交换树脂柱上(ID=3 mm,V_c=0.13 mL,流速为 0.2 mL/min),再依次用 10 个柱体积的 8 mol/L 硝酸、5 个柱体积 9 mol/L 盐酸洗涤树脂柱,弃去流出液;

(7) 用 10 个柱体积的 9 mol/L 盐酸-0.05 mol/L 碘化钾淋洗树脂柱以解吸铀,并弃去流出液,提高该流程对铀的去污;

(8) 用 6 个柱体积的 0.35 mol/L 硝酸解吸镭,并将流出液收集并取出适量用于测量。

2.1.3 分离流程的验证

(1) 全流程对铀、钚的去污

配制铀、钚、钚混合模拟溶液,依次加入约2 mg ²³⁸U、2 μg ²³⁹Pu、50 ng ²³⁷Np于离心管中,采用拟定的分离流程进行分离,对最终的产品进行介质转换,转换成 0.5 mol/L 高纯硝酸介质后用于质谱测量,与初始浓度相比较,得到流程对铀、钚的去污因子。发现全流程对²³⁸U的去污因子能达到 10⁴ 以上(平均值为 4.92×10⁴,n=2)。²³⁹Pu的去污因子达到 1.0×10⁴ (平均值为 2.82×10⁴,n=2) 以上,全流程对铀、钚的去污均满足分离要求。

(2) 全流程对裂变产物的去污及对镭的回收率

将辐照 ²³⁵U 得到的裂变产物指示剂及辐照 ²³⁸U 得到的 ²³⁹Np 指示剂取出适量于离心管中,调至 4 mL 1 mol/L 硝酸介质,经过全流程分离后,取出少量产品用于 HPGe γ 谱仪测量,与初始浓度相比较得到该流程对裂变产物 ⁹⁷Zr、⁹¹Sr、⁹⁹Tc 等核素的去污因子及对镭的回收率。全流程对镭的回收率达到(92.7±2.0)% (n=2)。全流程对 ⁹⁷Zr、⁹¹Sr 等主要裂变产物的去污因子列入表 5。

由表 5 可知,对⁹⁷Zr、⁹¹Sr、⁹⁹Tc、¹⁴¹Ce、¹⁴⁰Ba 等核素的去污因子均能达到 1.0×10⁴ 以上。

表 5 全流程对裂变产物的去污因子

Table 5 Decontamination factors of some fission products in whole procedure

核素	E/keV	N _{add} /s ⁻¹	N _{mes} /s ⁻¹	DF
⁹⁷ Zr	743.4	1.0×10 ⁴	8.9×10 ⁻²	1.2×10 ⁵
⁹¹ Sr	555.6	8.9×10 ³	5.5×10 ⁻²	1.6×10 ⁵
¹⁴³ Ce	293.3	4.4×10 ³	1.2×10 ⁻¹	3.7×10 ⁴
⁹⁹ Tc	140.5	9.5×10 ⁴	2.4×10 ⁻¹	3.9×10 ⁵
¹⁴¹ Ce	145.4	4.4×10 ³	2.4×10 ⁻¹	1.9×10 ⁴
¹⁴⁰ Ba	537.3	1.3×10 ³	1.2×10 ⁻²	1.1×10 ⁵
¹⁴⁰ La	487.2	3.6×10 ²	3.3×10 ⁻¹	1.1×10 ³
¹⁰³ Ru	497.1	9.5×10 ²	2.0×10 ⁻²	4.7×10 ⁴

2.2 铯分离装置的研制

2.2.1 整体装置的设计 整套装置基于本工作所建立的化学分离流程可以分为三部分:自动取样装置部分、自动萃取装置部分、自动柱分离装置部分。具体的装置示意图示于图 1。整套装置部件之间尽量紧凑,以避免过长的管道造成目标物质的吸附损失或干扰物质的交叉影响。

2.2.2 自动定量取样装置 自动定量取样装置包括真空泵、刻度容器、电磁阀、液位感应器等部件,其示意图示于图 2。该装置是以真空泵作为动力,将溶液从目标溶液抽至刻度容器内,而基于溶液导电的原理制作而成的液位感应器可以很灵敏地判断液位,当液面到指定液位时,液位感应器会给控制器一个信号,然后控制电磁阀的闭合,溶液则停止进入刻度容器内,再通过另外几个电磁阀的开启,将溶液转移至目标容器内。该装置还能通过调节液位感应器的探针的位置来调节取样溶液的量。对该装置的取样精度进行了考察,通过重复取样操作并将每次取得的样品进行称重,以氯化钾溶液为取样对象,检验了该自动定量取样器的性能。取样体积设置为 3.2 mL。8 次取样的标准偏差为 0.7%,满足要求。说明该装置具有良好的重复性,能够适用于多种无机溶液的自动定量取样。

2.2.3 自动液液萃取器 本研究研制的自动液-液萃取器,由电机、萃取槽、电磁阀、分相检测装置、真空泵等组成,其中核心部件为萃取槽。该萃取槽包括三个部分:萃取槽底座、萃取槽上盖和连

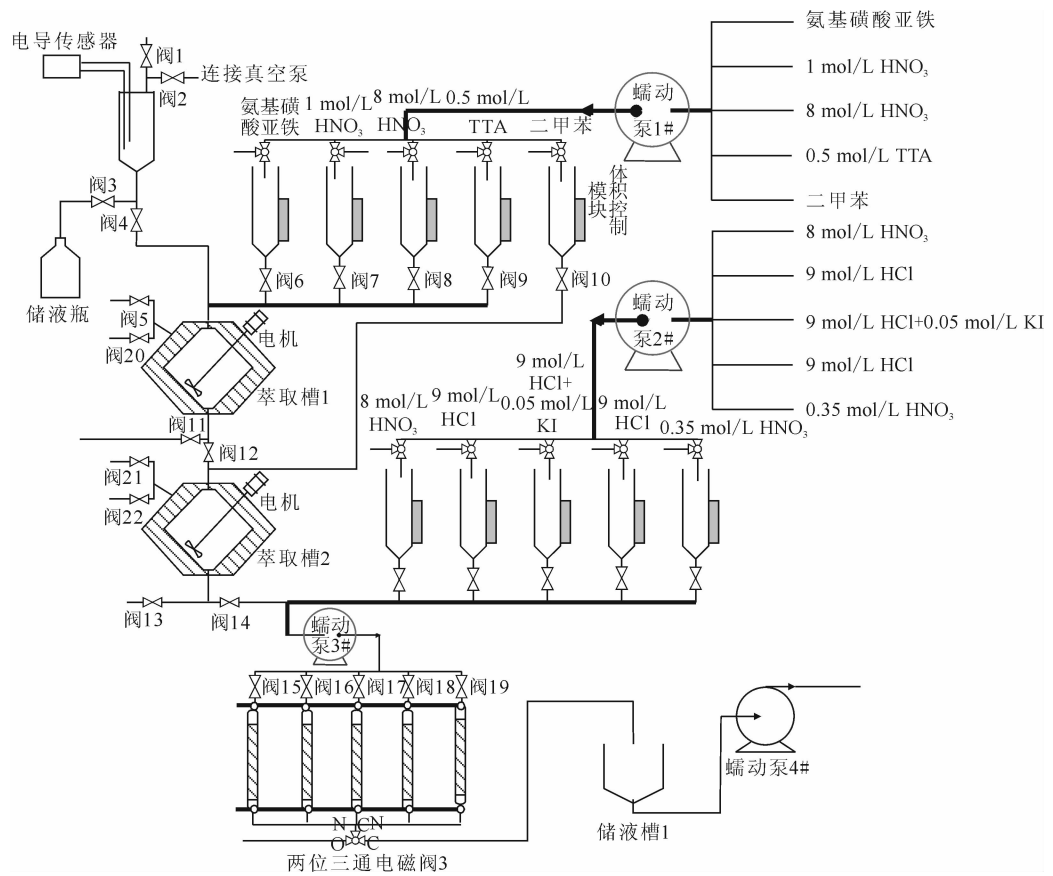


图 1 自动分离装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of automatic separation device

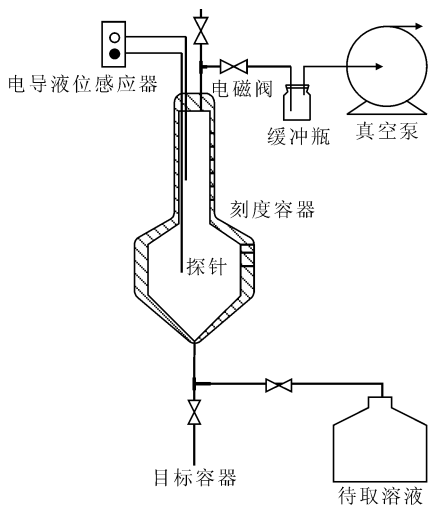


图 2 自动取样装置示意图

Fig. 2 Schematic diagram of automatic quantitative sampling device

接螺帽。萃取槽底座和上盖、萃取槽上盖和连接螺帽之间通过螺纹连接,并通过橡胶圈保证萃取槽整体的密封性。萃取槽底部采用倒锥形结构,其优点是可控制两相液面集中在一个层面,且积

液少,保证了高的萃取效率。萃取槽顶部为锥形结构,其优点在于溅射到槽壁上的液滴依靠重力作用可自行流下,避免了溅射损失,连接螺帽与进液管连接。在出口处电磁阀的前后分别放置液面检测器。利用水相与有机相的导电差异,将信号传送到控制器,从而控制该电磁阀动作,实现分离过程的自动化操作。经实际测试,电磁阀反应时间在毫秒级,从而整个分相装置的灵敏度高、响应速度快,满足使用要求。通过真空泵将萃取槽抽至微负压,将目标溶液抽至槽内,再利用电机带动搅拌桨将两相混合,从而达到萃取的目的。该装置有效地解决了密封、溶液飞溅回流等问题,适用于小体积的两相溶液萃取。本研究还对该萃取器的萃取效率进行了考察,往萃取器中加入等体积的铀溶液(1 mol/L 硝酸介质)及 1%(质量分数) TOPO/环己烷溶液,开启电机,调节电机搅拌速率,搅拌 10 min 后,静置分相后对水相中的铀进行了测定,并与手动萃取相比较,其结果列入表 6。由表 6 可知:萃取器的萃取效率(Y')为 91.5%~95.5%,与手动萃取的效率接近,从而说明该萃取

器能够适用于小体积样品的自动萃取。

表 6 萃取器萃取效率
Table 6 Extraction efficiency
of automatic extraction device

No.	方法	V/ mL	t/ min	$m_{\text{add}}(\text{U})$ / μg	$m_{\text{mes}}(\text{U})$ / μg	Y' / %
1#	自动	4	10	98.30	8.33	91.5
2#	自动	4	10	98.30	5.80	94.1
3#	自动	4	10	104.55	4.74	95.5
4#	手动	4	10	104.55	2.47	97.6

2.2.4 柱分离系统的设计 分离流程中柱分离过程是影响整个分离效果的重要部分,所以如何实现自动柱分离对装置的效果至关重要。本研究设计并加工了柱分离组件,并配合蠕动泵、两位两通电磁阀、两位三通电磁阀,实现了自动过柱、自动换柱及自动收集产品溶液的目的。利用蠕动泵提供动力并控制溶液过柱流速,通过切换电磁阀选择相应的阴离子柱,每根柱子仅能被使用一次,当柱分离组中的柱子均被使用后,则需要更换柱

分离组中的柱子,柱分离组采用面面密封,柱子两端均设计成凹型,而接头板则设计成能够配合的凸起状,能够实现快速配合密封,减少更换柱时带来的操作步骤。过柱之后的溶液经过两位三通电磁阀,若是柱淋洗液则排进废液收集瓶中,若到了解吸过程时则切换至两位三通阀的常闭端,溶液进入产品收集瓶中。

2.2.5 分离装置的检验 分离装置的整体实物图示于图 3。包括 PLC、分离装置、蠕动泵、真空泵等。为了检验整套装置的自动化运行的可靠性,分别以铀溶液、镎溶液作为料液,按照所设定的分离流程进行了实验,分离后的产品用质谱、液闪进行了测量,结果列入表 7、8。全流程(包括自动取样、萃取分离、柱分离)总耗时长为 1.9 h 左右,由表 7 可以看出,该自动化分离装置对铀的去污因子能够达到 1.0×10^4 。由表 8 可知,该分离装置对镎的回收率为 $(71.7 \pm 2.8)\%$ ($n=5$),与手动流程的回收率相比偏低,原因在于萃取槽与分相装置间有小段管路,易造成溶液积存,为保证去污,会损失少量含镎有机相。

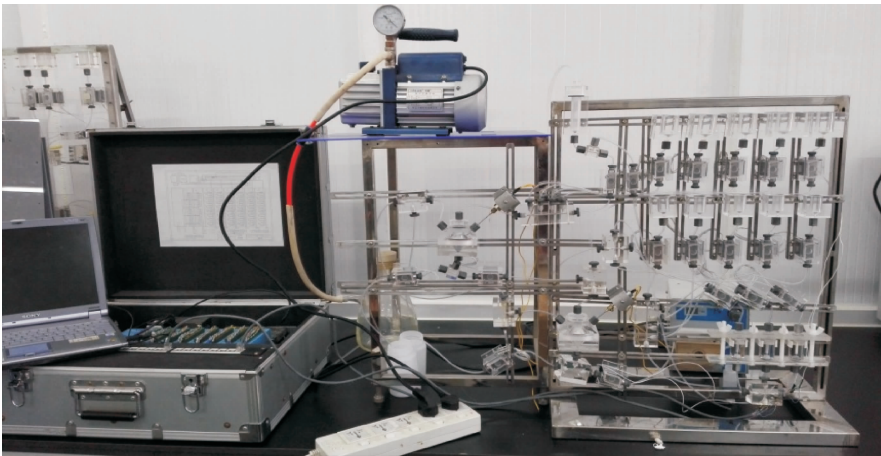


图 3 微量镎快速分离自动化装置实物图
Fig. 3 Rapid automatic separation device for trace neptunium

表 7 分离装置对铀的去污因子
Table 7 Decontamination factors
of U with device

No.	$m_{\text{add}}(^{238}\text{U})$ / mg	$m_{\text{mes}}(^{238}\text{U})$ / mg	DF	$\overline{\text{DF}}$
1#	2.90	2.54×10^{-4}	1.1×10^4	1.0×10^4
2#	2.79	3.03×10^{-4}	9.2×10^3	

表 8 分离装置对镎的回收率
Table 8 Chemical recovery of Np with device

No.	$A_{\text{add}}(\text{Np})$ / Bq	$A_{\text{mes}}(\text{Np})$ / Bq	$Y/\%$	$\overline{Y}/\%$
1#	6.64	4.75	71.5	71.7 ± 2.8
2#	6.47	4.38	67.7	
3#	6.02	4.22	70.1	
4#	6.52	4.76	73.0	
5#	4.92	3.75	76.2	

3 结 论

建立了大量铀中微量镓分离流程,并基于该流程研制了快速自动分离装置,其主要结论如下:

(1) 建立了 TTA 萃取-N256 阴离子交换分离微量镓的流程,全流程对镓的回收率大于 90%,对铀、钷以及⁹⁷Zr、⁹¹Sr等裂变产物的去污因子均大于 1.0×10^4 ;

(2) 研制了一种定量液体取样装置,实现精确远距离定量取样,减少了操作人员辐射剂量;

(3) 研制了一种小体积自动萃取装置,适用于小体积样品萃取,解决了分离小体积样品的难题;

(4) 建立了微量镓的自动分离装置,保证了整个分离检测流程在密闭环境中进行,避免外界环境影响;该装置整体分离时间约为 1.9 h,对铀的去污因子达到了 1.0×10^4 ,对镓的回收率达到了 $(71.7\pm 2.8)\%(n=5)$ 。

参考文献:

- [1] 章泽甫,王俊峰,张天祥. 动力堆核燃料后处理工学[M]. 北京:中国原子能出版社,2013:16-17.
- [2] 中国科学院. 中国学科发展战略·放射化学[M]. 北京:科学出版社,2013:33.
- [3] 科莱利乌斯·克勒尔. 超铀元素化学[M].《超铀元素化学》编译组,译. 北京:原子能出版社,1977:269-271.
- [4] 柴霍尔斯基 AA. 镓化学[M]. 邱孝熹,译. 北京:原子能出版社,1986:101-160.
- [5] Maillard C, Agniel S, Boyer-Deslys V. Separation, for analytical purpose, of Np traces from different solutions of fuel reprocessing[J]. Procedia Chemistry, 2012, 7: 697-702.
- [6] 王孝荣,林灿生,刘峻岭,等. 铀中微量²³⁷Np的分析[J]. 核化学与放射化学,2002,24(1):16-20.
- [7] 刘权卫,吴继宗,肖国平,等. 铀产品中镓和钷的分离与测定方法[J]. 核化学与放射化学,2008,30(3): 178-183.