

流 线 分 析

(1977年流线分析会议资料选编)

《流线分析》编辑组

原 子 能 出 版 社

前 言

在英明领袖华主席抓纲治国战略决策指引下，通过工厂、设计院和研究所的共同努力，核工业流线分析有了新的发展。核燃料后处理厂中，原有的流线分析装置更加完善，应用范围不断扩大，运行质量进一步提高；前处理厂的流线分析也取得了可喜的成绩。两年来，核工业流线分析方法和仪器研制工作的新进展有：

超声波检测技术有了提高。用超声波声速法测定后处理工艺混合澄清槽第八级有机相铀浓度和废酸回收产品贮罐中高浓硝酸，具有结构简单、连续指示和测量准确等优点，能满足生产的要求。此外，对用超声波浓度计测定重水、氢氧化锂、有机相中钍的浓度和混合澄清槽第七级水相铀浓度进行了探索性研究。

低浓铀的流线监测已在生产实践中实现。试制的双波长比色自动分析器已用于水冶料液中低浓铀的测定，还拟进一步提高其灵敏度，以便用于排放废水的监测。此外，开展了用双波长分光光度法直接测定大量铀、铁存在下的低浓铀，及用同位素源激发X射线荧光法测定有机相中低浓铀的研究。

前处理流线分析项目增多。研制成功氧化还原电位计和矿浆密度计，采用电磁浓度计测量矿浆酸度以及作为萃取过程转相报警仪。

应用中子吸收连续测定锂同位素丰度的方法已用于生产控制分析。

铈电极已用于pH流线测量和自动控制。

1977年4月召开了第三次核工业流线分析会议。为了便于互相学习、交流经验，我们从会议收到的技术资料中选取二十三篇，编辑成《流线分析》（1977年会议资料选编）出版。由于水平有限、时间匆促，难免有错误之处，请读者批评指正。

编者

一九七七年六月

目 录

用超声波浓度计监测混合澄清槽第八级有机相铀浓度·····	(1)
双波长比色低浓铀自动分析器·····	(11)
用 γ 能谱法连续测定水冶工艺溶液中铀浓度·····	(35)
1AF铀及硝酸浓度联合测定运行试验·····	(43)
用转盘导样和移动式的 α 测量装置监测2BW、2AW低浓铀·····	(49)
用中子吸收法流线测定锂同位素丰度·····	(56)
电磁浓度计在铀水冶厂浸出矿浆酸度测量中的应用·····	(61)
生产下水总 γ 强度监测装置·····	(71)
氧化还原电位计的研制和在浸出矿浆中的应用·····	(78)
用 γ 吸收法监测控制浓密机底流液固比·····	(91)
萃取过程转相报警仪·····	(100)
用铈电极实现pH流线测量和自动控制·····	(107)

工作小结和简报

同位素源激发X射线荧光法流线测定有机相铀浓度·····	(116)
用双波长分光光度法直接测定大量钪、铁存在下的低浓铀(实验室工作小结)·····	(122)
自动光电比色计取样装置的改进·····	(134)
用超声波声速法测定混合澄清槽第七级水相铀浓度·····	(138)
用 γ 吸收法测定高浓铀(试验小结)·····	(143)
用 γ 吸收法测定水冶厂饱和有机相和反萃取水相铀浓度·····	(147)
用X射线计数法测定2BW低浓铀·····	(151)
电导转换器的研制和应用·····	(156)
用超声波浓度计测定高浓硝酸·····	(164)
用超声波声速法测定溶液浓度的初步研究·····	(166)
带超声清洗的 γ 监测装置·····	(175)

用超声波浓度计监测混合澄清槽

第八级有机相铀浓度

魏学良 袁世颐 张崇庆 刘元襄 王美娣

一、引言

根据第二次流线分析会议提出的任务,我们研制了利用超声波声速法测量混合澄清槽第八级有机相中铀浓度的插入式流线分析仪表,现场使用证明方法是可行的,对控制混合澄清槽(1A槽)的稳定运行有重要的意义。

有机相中铀饱和度直接影响混合澄清槽的去污系数和金属回收率,为保证生产稳定运行,必须保证铀饱和度稳定在一定数值。但是,生产实际中1AF与1AX的流比,1AF铀浓度,搅拌空气脉冲的频率、幅度等因素的变化都会引起铀饱和度的变化。所以,对铀饱和度这一重要参数,必须选择由于各种原因造成铀饱和度波动最为敏感的点去控制,才能达到上述目的。据资料和运行情况得知,对各种参数扰动,引起铀饱和度波动最为敏感的点是萃取段的第八级和第七级(即进料级的前一、二级)^[2]。而目前使用的1APr吸收计若用于监测铀饱和度,较之第八级将有半小时以上的滞后时间,所以选第八级为监测点。

超声波浓度计用于监测1A槽第八级有机相铀浓度,能灵敏、正确、迅速地反映铀浓度的变化,是控制1A槽正常稳定运行的重要仪表之一。

试验结果指出,超声波浓度计的测量误差为1.5%。

试验证明,超声波浓度计与调节器配套进行自动调节,性能可满足工艺要求。

二、装置简介

仪器采用的比较法原理在参考文献[1]中已有详细说明。仪器由发送器、二次仪表组成。可输出0—10毫伏直流信号供记录或控制用。仪器在使用中可用示波器监督。发送器头部从仪表套管内插入1A槽第八级澄清室。为了便于插入仪表套管,发送器结构与参考文献[1]中的并列式不同,标准通道不与测量通道并列,而是接在测量通道的下面,称为串列式结构。串列式发送器,通过高频电缆(SYV-50-2-2)与二次仪表相连。二次仪表指示两通道的浓度差,记录仪同时记录。

三、动态冷试验

在模拟工程现场1A槽的单级空气脉冲搅拌逆流萃取混合澄清槽中做了多次动态试验。在动态试验中,混合澄清槽在运行状态下,于仪表读数的同时进行取样分析对照,比较仪

表测量与化学分析结果的偏差, 确定仪表的测量精度等。

试验中发现, 澄清室内有机相中残留的部分气泡和水相夹带强烈散射声波, 使测量无法进行。为此, 在测量空间外围包上单层或双层 50 目不锈钢丝网, 底部封死, 捕集和消除了气泡和水相夹带。解决了动态运行的关键问题。

动态试验得出, 仪表指示值比取样分析值偏低 2.9 克/升左右。其主要原因是水相夹带。因而仪表刻度曲线必须依动态运行结果进行修正。

对各种影响因素(如流量、脉冲频率及振幅的变化, 探头在澄清室中的不同位置、泡沫层及界面污物等)也做了试验。

动态试验结果表明, 测量值的平均相对误差为 1.5%, 灵敏度、可靠性满足工艺运行要求。试验之一见图 15。

四、现场热试验及自动调节初步试验

1. 现场热试验

试验点条件:

铀浓度 75—95 克/升;

酸浓度 0.1—0.2N;

TBP 含量 $30 \pm 0.5\%$;

温度 $50 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

试验情况如下:

由于 1A 槽料液比放射性高, 第八级没有取样点, 无法取样对照。试验方法是 通过工艺运行参数的改变, 观察超声波浓度计能否灵敏而迅速地反映 1A 槽第八级有机相铀浓度的变化。

(1) 1AF 料液浓度变化对第八级有机相铀浓度 C 的影响

在 1AX、1AS 浓度、流量保持正常, 稳定运行时, C 随着 1AF 料液浓度的升高或降低相应的变化。测量结果见表 1。

表 1 1AF 料液浓度变化对 C 的影响

1AF 料液浓度, 克/升	378	484	453	464
C 仪表指示值, 克/升	83	90	85	86

(2) 1AF 料液流量变化对 C 的影响

1) 供料槽不同液位时 调好的 1AF 料液, 经供料槽后再由计量泵送入 1A 槽进料级——第九级澄清室。正常运行时 (1AX, 1AS 流量及浓度基本不变), 供料槽中料液由最高液位降至最低液位时, 1AF 流量将变化约 8 升/小时, C 约下降 8 克/升。超声波浓度计的测量结果见图 1。

2) 标定 1AF 流量时 现 1AF 料液流量用标定罐计量。标定时, 先停止进料。标定结束后, 开启进料阀, 恢复进料。每当标定时, 1AF 料液停进, 进入第八级的水相铀浓度将急剧下

降,因而有机相铀浓度也急剧下降。标定结束后,料液重新进入槽中,第八级水相铀浓度很快恢复正常,有机相铀浓度也跟随上升到正常值。关闭进料阀后约3分钟,仪表立刻显示出铀浓度下降。如图1(b)中上部的三个尖峰所示。因为1AF料液从第九级澄清室进入,仪表装于第八级澄清室。通常,级停留时间为4分钟,因试验时为超负荷运行,所以级停留时间缩短到约3分钟。可见,C一旦发生变化,仪表就能灵敏而迅速地反映出来。

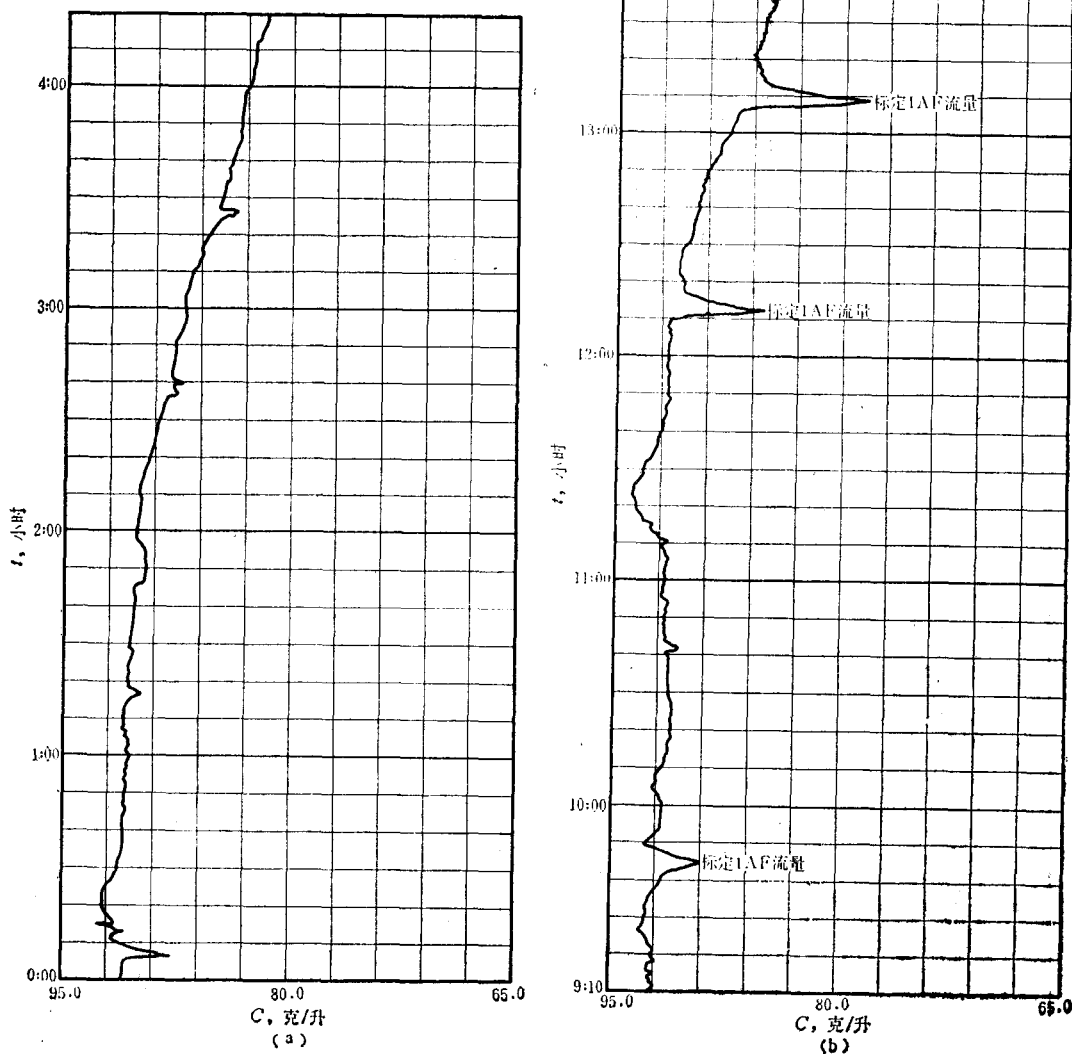


图1 1AF料液流量变化时对C的影响

在1AX, 1AS基本不变时, 1AF流量下降时, C也下降。

3) 1AX流量变化对C的影响 当1AF和1AS浓度、流量基本稳定时, 1AX流量的增大或减小, 必然引起C的减小或增大。特别是1AX流量变化较大时这种现象更为明显。例如一次1AX流量调节阀卡住(未全卡死), 流量急减, C明显上升, 见图2。当发现指示异常, 及时排除阀故障后C很快恢复正常。

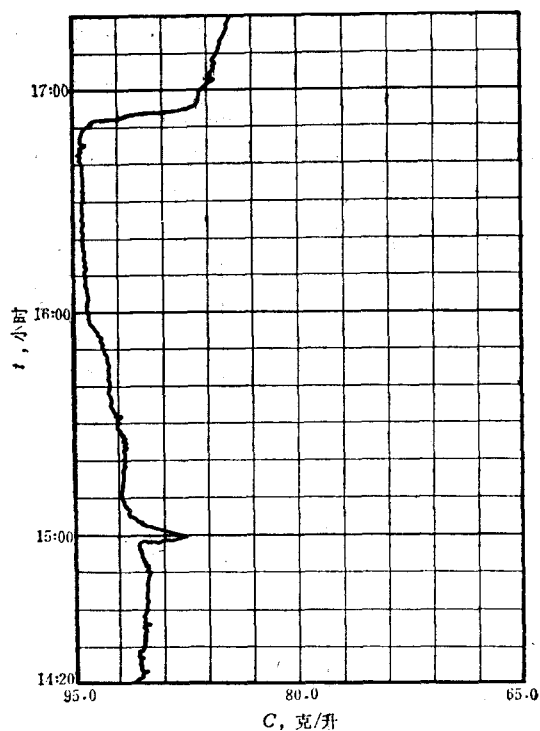
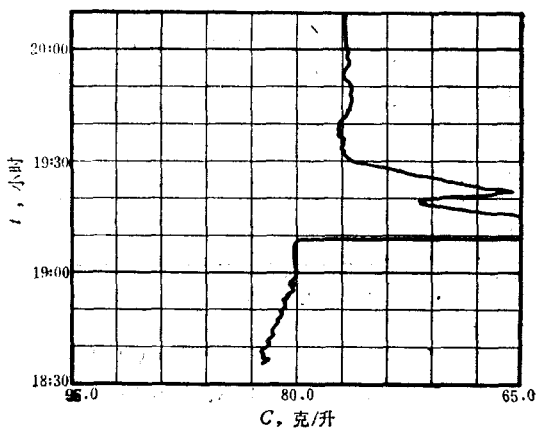
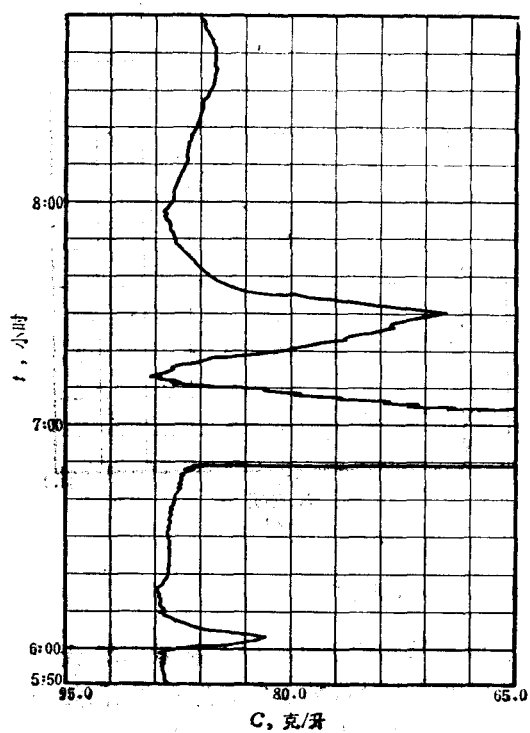


图2 1AX 流量变化对 C 的影响

15:00 1AX 流量调节阀开始失灵, C 上升; 调节阀修复, 16:50 C 恢复正常。



事故检修, 脉冲阀停电 7 分钟, 真空上升到最大, 脉冲搅拌停止。
19:17 送电后, 恢复正常,

图3 脉冲搅拌强度变化对 C 的影响

4) 脉冲搅拌强度变化对C的影响 脉冲搅拌强度大, 有利两相混合, 但搅拌过强会使液滴分散过细, 澄清困难, 造成反混。搅拌不够会使传质情况变坏。如一次脉冲阀失灵, 搅拌停止, 仪表立刻显示出C急剧下降, 见图3(a)。事故发生后, 去污系数下降, 1AP总 γ 由 1.7×10^{-3} 毫克镭当量/毫升升到 3×10^{-3} 毫克镭当量/毫升。图3(b)也为类似情况。

5) 温度突变对C的影响 正常运行时, 槽中温度基本稳定。如果温度突然升高, 则铀在有机相中分配系数下降, 使C下降。(1A槽为降温萃取, 加温洗涤), 如一次洗涤段温度突然由 51°C 升至 71°C , 使第八级温度突然升高, 造成C下降。见图4。

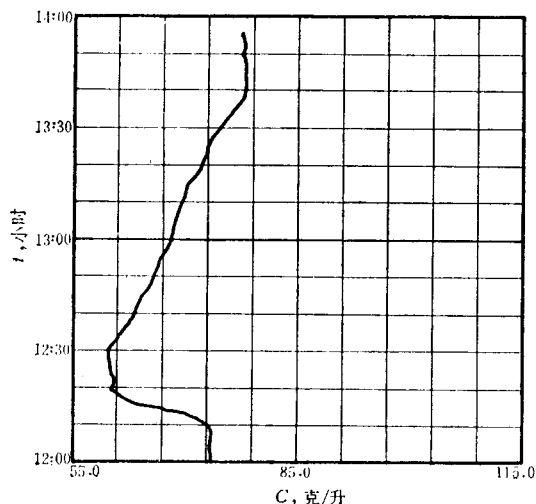


图4 温度突变对C的影响
12:15 标定1AF流量后, 12级温度
由 51°C 提高到 71°C , 使C下降。

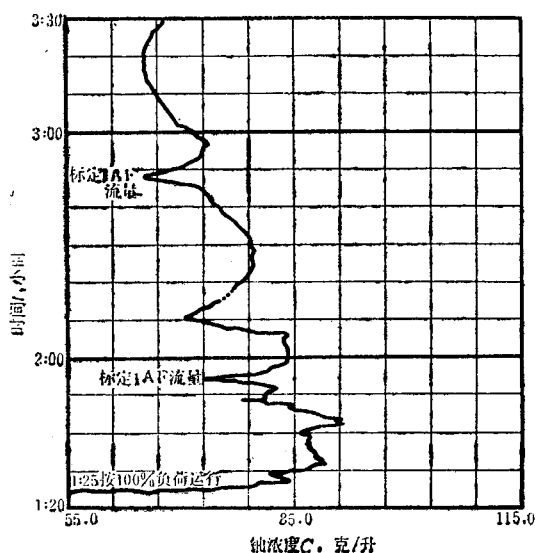


图6 开车过程记录曲线
1:25 正式开车; 1:25 1AF上料, 开始有脉冲; 1:28 1AX, 1AS上料; 12级温度 77°C ; 1级温度 28°C 。

6) 开车时C的变化情况 开车和停车时, C的变化情况复杂。仪表能够把开车和停车时C的变化情况迅速直观地反映出来。图5和图6为停车和开车的全部记录曲线。

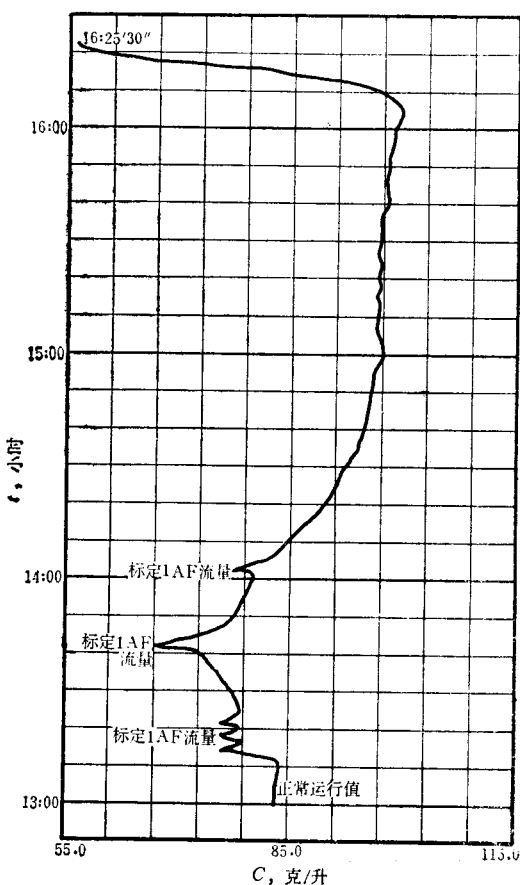


图5 停车过程记录曲线
16:07 前12级停止加热; 16:07 1AF停止进料;
16:17 1AX停止进料; 16:17 停止脉冲搅拌;
13:10 至16:07为停车前准备阶段。

2. 自动调节初步试验

超声波浓度计与 DDZ-II 型仪表组成 1A 槽第八级有机相铀浓度自动调节系统。通过调节 1AF 料液的流量使该级铀浓度保持恒定。试验表明, 超声波浓度计性能基本满足自动调节系统要求。人工调节和自动调节时铀浓度变化记录曲线见图 7 和图 8。

由于影响 1A 槽 C 变化的因素很多, 完善的自动调节系统有待进一步研究。

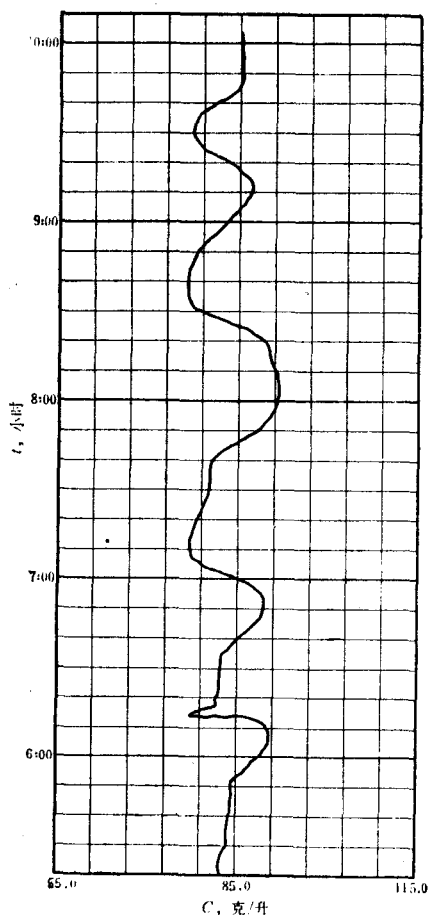


图 7 人工调节时 C 的变化曲线

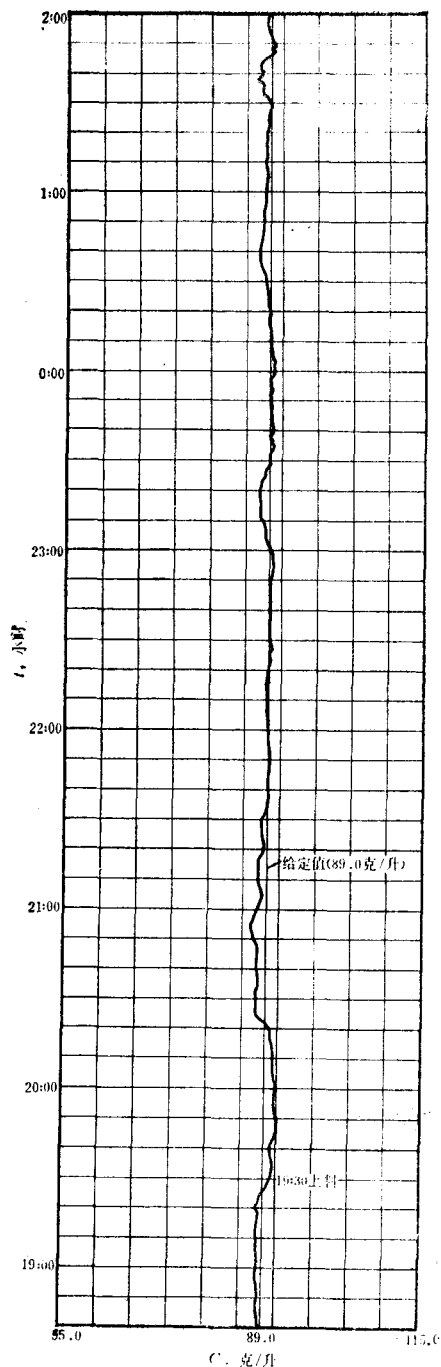


图 8 用 DDZ-II 型调节器进行自动调节时 C 的变化曲线

五、仪表结构及改进

1. 发送器

发送器头部长 340 毫米, 外径 $\phi 46$ 毫米, 主要材料为 00Cr18Ni10。发送器是头部直接

插入 1A 槽中的串列式装置。装置上、下两部分分别由被测通道和标准通道组成,两者同置于被测液中。标准通道有一个与被测液隔绝的标准筒,内盛酸铈浓度为定值的有机相,作为比较法的参考标准。用双通道的目的是为了实温度补偿。两个通道的探头壳内均装 1.5 兆赫超声波换能器——锆钛酸铅晶片,它与透声窗用 295° 硅脂耦合,再用弹簧压紧。经运行后改进如下:

(1) 加长灌液管

混合澄清槽每结束一周运行,均须在 105℃ 左右清洗去污。为防止标准液因受热后从灌液管溢出而使晶片腐蚀损坏,加长灌液管为标准液留有足够的热膨胀空间。改进后的发送器(头部)见图 9。

(2) 改善晶片耦合方式

晶片与透声窗用环氧树脂粘接耦合,受热后晶片易脱落。改用 295° 硅脂耦合,弹簧压紧,这样既克服了上述缺点,又使发送器拆装方便。晶片背部用环氧钨粉吸收杂波,改善了接收波形。

2. 二次仪表

是一台双通道液体声速比较仪,既能同时测量标准液和被测液的声时,又能测出两者的声时差。测量原理及电路图见参考文献[1]。

(1) 测时双稳线路双通道干扰的排除

原测时双稳线路虽触发灵敏度高,但易受外界干扰及双稳线路间相互干扰的影响。图 10 为曾发生过相互干扰的一种情况。图 11 为改进后的一种线路,它具有较强的抗干扰性能。

(2) 校准方法的改进

1. 原电路校准输入微分电容将两个门控双稳的输入端连起来,容易产生通道间的相互干扰。

2. 原电路中的延时单稳后沿与接收波信号前沿之间必须有一段较长的时间,此时间内干扰信号易使门控双稳误翻转,造成二次仪表工作不正常或指针摆动。为此,现改为继电器校准(见图 14)因而 100 微秒时标不再接入接收放大板,消除和减少了时标干扰进入放大器的可能。

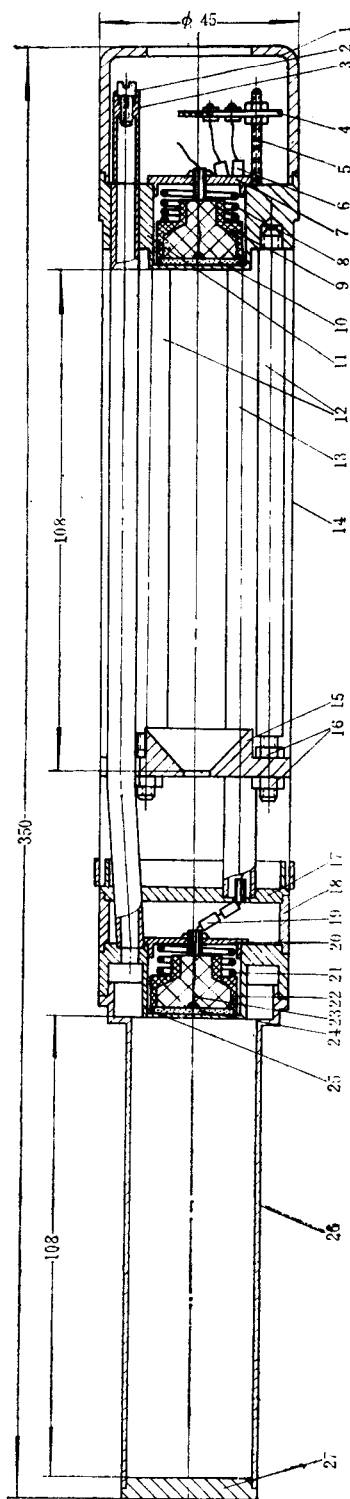


图 9 第二次热试验用发送器

1—连接管; 2—密封塞; 3—灌液管; 4—接液架; 5—接液架螺钉; 6—瓷管; 7.20—压盖; 8.21—压紧弹簧; 9.22—吸声块; 10.24—晶片; 11.25—探头壳; 12—支杆; 13—电极管; 14—不锈钢丝网(100目); 15.27—反射板; 16—螺母; 17—封头; 18—瓷管; 19—信号线; 23—信号线; 26—标准筒。

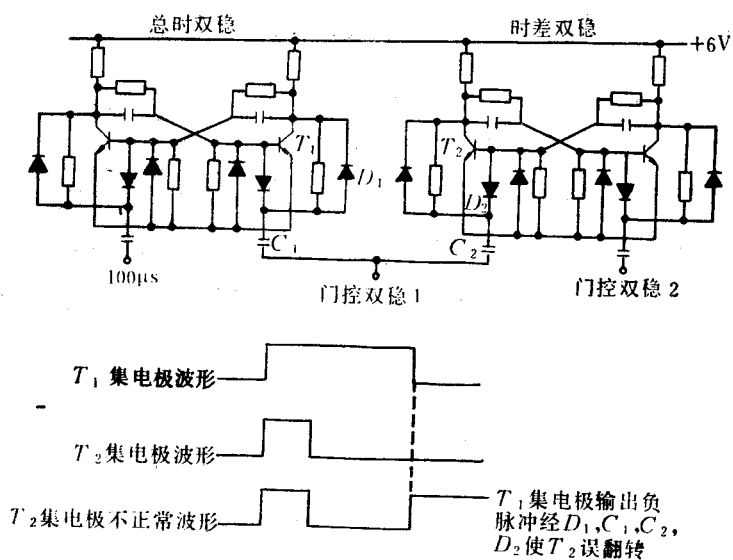


图10 改进前双稳线路相互干扰情况

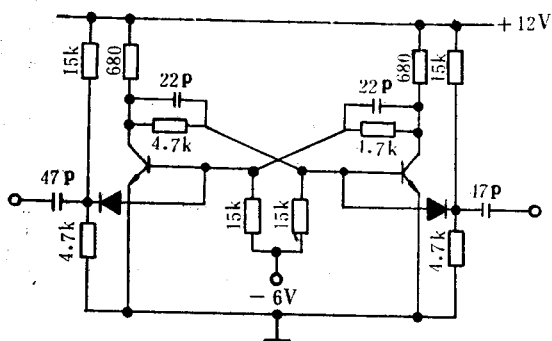


图11 改进后的双稳线路

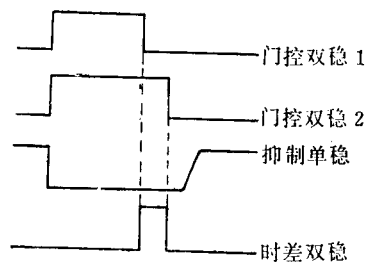


图12 时差双稳基极加抑制单稳的波形图

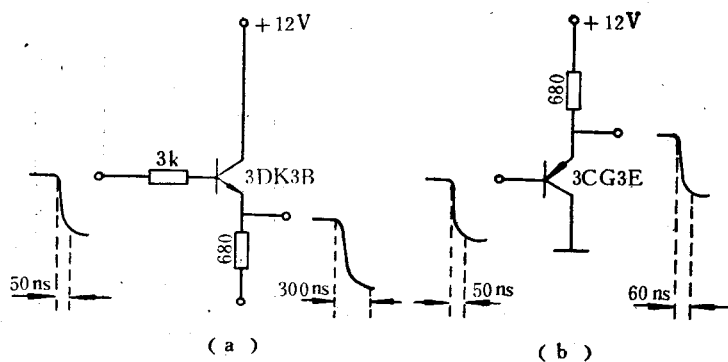
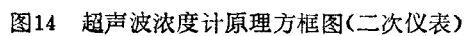


图13 射极输出器的改进



注：图中右上方“主控 2（较3200 μ s滞后25 μ s）”应为2.5 μ s。

3. 加抑制单稳线路的作用。抑制单稳输出的钳位电压, 使时差双稳在大部分时间内不被干扰信号误触发, 从而提高了抗扰能力 (见图12及图14)。

4. 射极输出器的改进。原射极输出器输出的波形下降时间为300毫微秒, 且管子易烧坏, 改后下降时间为60毫微秒, 不易烧坏管子 (见图13)。

5. 提高发射电路电压。为提高发射功率, 将发射电压由原50伏提高到90伏, 接受波幅度增大约50%。

经上述改进, 提高了二次仪表的稳定性和抗干扰性能。改进后的二次仪表原理方框图见图14。模拟工程条件扩大冷试验之一的记录曲线见图15。

参 考 文 献

- [1] 《流线分析》编辑组, 流线分析 (1974年流线分析会议资料选编), 第60页, 原子能出版社, 1976年。

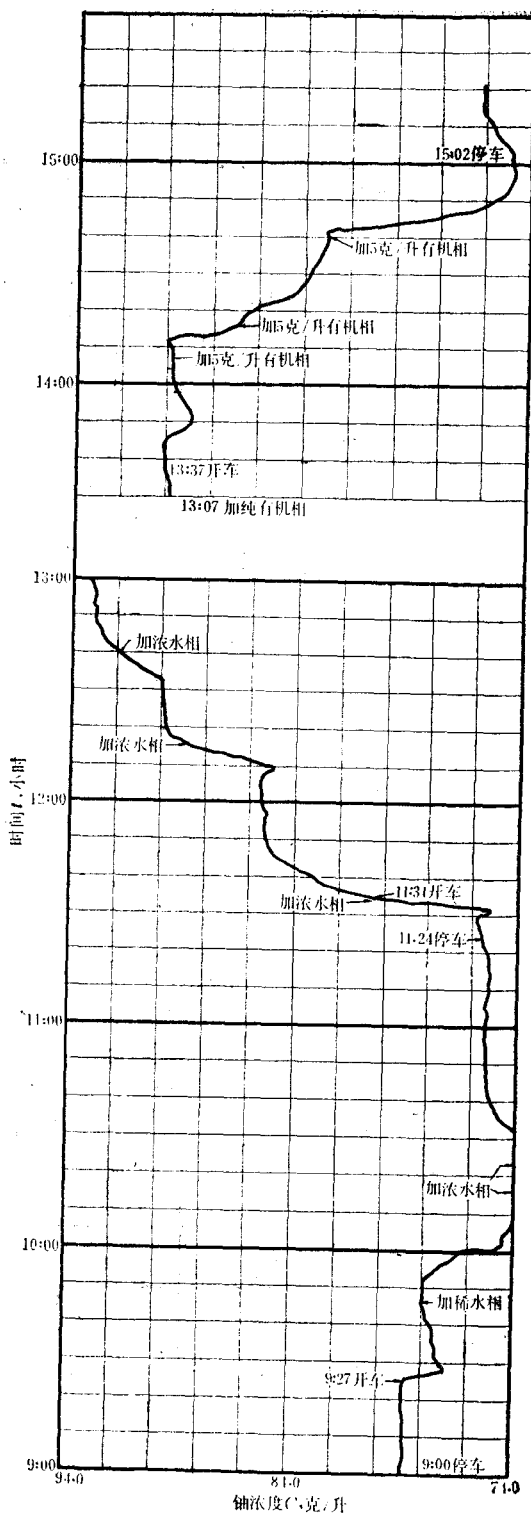


图15 模拟工程条件扩大冷试验之一记录曲线

双波长比色低浓铀自动分析器

李昶熹 夏步云 徐明远 戴圣华 王彬

一、引言

在铀水冶工艺过程中,随时监测工艺尾弃液中的铀,并根据监测结果对工艺过程进行控制,这对提高铀回收率,减少工业废水对环境的污染,具有重要意义。以前我们用于自动监测工艺尾弃液中低浓铀的工业光电比色计^[1],经现场考核表明:该仪器对浊度和含铁量较高的工艺尾弃液,当浊度和含铁量发生变化时,就会带来明显的测量误差。且由于仪器取样器进出口口径太小,液流容易堵塞,加之玻璃定量加液器容易破裂,因此工作不甚可靠。

针对上述问题,我们在兄弟单位的协助下研制了ZF-1型自动分析器实验样机(图1)。

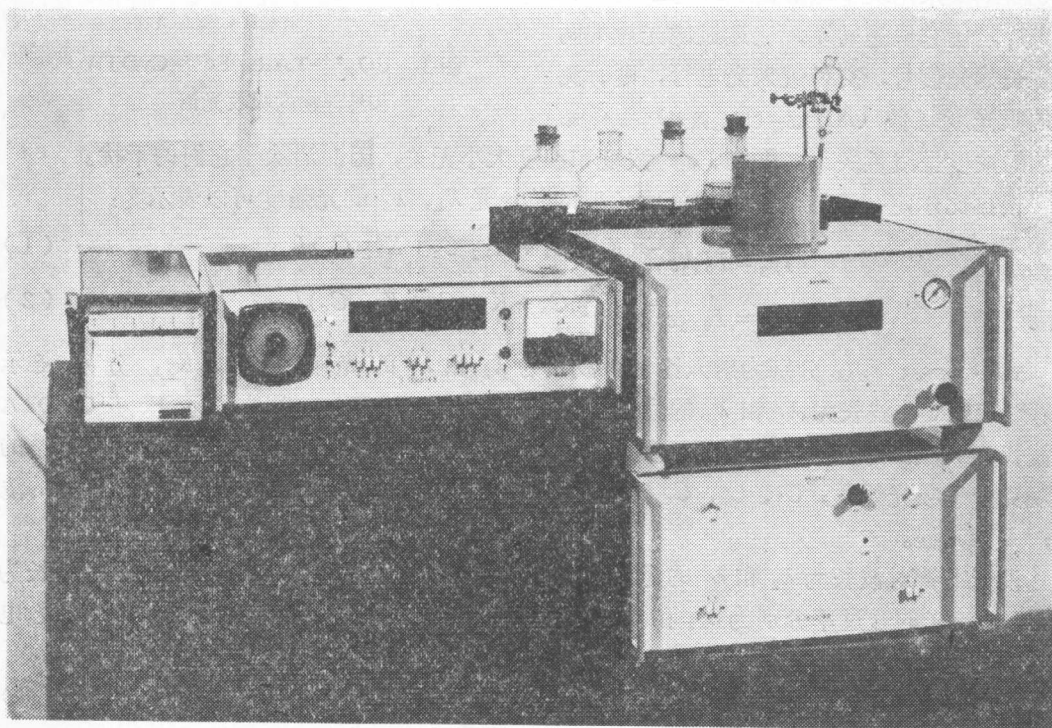


图1 ZF-1型自动分析器

ZF-1型自动分析器实验样机的特点为:由于在测量原理上采用了双波长比色法,减少了样品浊度和铁含量对测量结果的干扰;设计了一个平面密封多路定量取样加液器,防止了液流堵塞,提高了工作可靠性;在测量电路中应用了对数放大器,使测量结果与铀浓度呈线

性关系, 以利于数字化和自动调节; 为了控制工艺过程, 仪器具有采样保持的标准信号输出; 为了延长光电管的寿命, 采用了短时间曝光测量方法; 此外, 为了节省试剂, 可根据过程控制的要求, 合理选择采样分析周期。整机电路中采用了线性和数字集成电路, 可提供三位数字的显示和读出。

二、仪器测量原理

本仪器采用双波长比色法, 用噻唑偶氮间苯二酚 (简称TAR) 作为铀的显色剂, 环己烷二胺四乙酸 (简称CyDTA) 与 NaF 作为干扰元素的混合掩蔽剂, 三乙醇胺作为缓冲剂。

根据 UO_2^{2+} -TAR 络合物、 Fe^{3+} -CyDTA 络合物和样品中悬浮物的吸收光谱 (图 2), 选择 545 毫微米为测量波长, 610 毫微米为参比波长。 Fe^{3+} -CyDTA 络合物在这两个波长的克分子吸光系数大致相等, 悬浮物在这两个波长的表观克分子吸光系数数值也很相近。采用由中心透过波长分别为 545 毫微米和 610 毫微米两块半圆形滤光片组成的旋转滤光片, 使它快速转动, 让透过滤光片的两个波长的光信号, 交替进入光电管, 则所得的吸光度差值 ($\Delta E_{545-610}$ 毫微米) 与样品

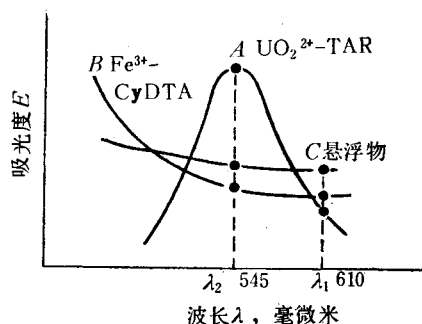


图 2 UO_2^{2+} -TAR, Fe^{3+} -CyDTA 和悬浮物的吸收光谱

中铀的浓度呈线性关系, 而与 Fe^{3+} 浓度和浊度大小无关, 因而消除了它们的干扰。

根据比尔定律, 透过被测溶液比色皿的单色光 λ_1 、 λ_2 的光强度可以表示为:

$$I_{\lambda_2} = I_{0\lambda_2} e^{-(K_{\lambda_2A}C_A + K_{\lambda_2B}C_B + K_{\lambda_2C}C_C)L} \quad (1)$$

$$I_{\lambda_1} = I_{0\lambda_1} e^{-(K_{\lambda_1A}C_A + K_{\lambda_1B}C_B + K_{\lambda_1C}C_C)L} \quad (2)$$

式中 $I_{0\lambda_2}$ 、 $I_{0\lambda_1}$ 分别为射入比色皿波长为 λ_2 和 λ_1 的光强; K_{λ_2A} 、 K_{λ_1A} 分别表示 UO_2^{2+} -TAR 在波长为 λ_2 和 λ_1 的克分子吸光系数; K_{λ_2B} 、 K_{λ_1B} 分别表示 Fe^{3+} -CyDTA 在波长为 λ_2 和 λ_1 的克分子吸光系数; K_{λ_2C} 、 K_{λ_1C} 分别表示悬浮物在波长为 λ_2 和 λ_1 的表观克分子吸光系数; C_A 、 C_B 、 C_C 分别表示 UO_2^{2+} -TAR、 Fe^{3+} -CyDTA 和悬浮物的浓度; L 为光程。

设光电管对波长为 λ_2 和 λ_1 的光的光电转换系数分别为 α_{λ_2} 和 α_{λ_1} ; 滤光片对波长为 λ_2 和 λ_1 的光的透过率分别为 β_{λ_2} 和 β_{λ_1} ; S 为平行光束的截面积。则在波长为 λ_2 处光电管的输出电流

$$i_{\lambda_2} = \alpha_{\lambda_2} \beta_{\lambda_2} I_{0\lambda_2} S e^{-(K_{\lambda_2A}C_A + K_{\lambda_2B}C_B + K_{\lambda_2C}C_C)L} \quad (3)$$

在波长为 λ_1 处光电管的输出电流

$$i_{\lambda_1} = \alpha_{\lambda_1} \beta_{\lambda_1} I_{0\lambda_1} S e^{-(K_{\lambda_1A}C_A + K_{\lambda_1B}C_B + K_{\lambda_1C}C_C)L} \quad (4)$$

在选择的 λ_1 和 λ_2 处 $K_{\lambda_2B} \approx K_{\lambda_1B}$, $K_{\lambda_2C} \approx K_{\lambda_1C}$ 。

因此 (3)、(4) 式可简化为:

$$\frac{i_{\lambda_2}}{i_{\lambda_1}} = \frac{\alpha_{\lambda_2} \beta_{\lambda_2} I_{0\lambda_2}}{\alpha_{\lambda_1} \beta_{\lambda_1} I_{0\lambda_1}} e^{-(K_{\lambda_2A} - K_{\lambda_1A})C_A L} \quad (5)$$

上式两边取对数得:

$$\lg i_{\lambda_2} - \lg i_{\lambda_1} = \lg \frac{\alpha_{\lambda_2} \cdot \beta_{\lambda_2} \cdot I_{0\lambda_2}}{\alpha_{\lambda_1} \cdot \beta_{\lambda_1} \cdot I_{0\lambda_1}} - 0.435(K_{\lambda_2A} - K_{\lambda_1A})C_A L \quad (6)$$

由(6)式可知,若将光电管在 λ_2 (545毫微米)处输出的光电流和在 λ_1 (610毫微米)处输出的光电流分别取对数后相减作为仪器的输出信号,则此数值与样品中 Fe^{3+} 浓度和悬浮物浊度大小无关,消除了它们对测定的影响,而 UO_2^{2+} -TAR有色络合物浓度则

与输出信号呈线性关系。式(6)中常数项 $\lg \frac{\alpha_{\lambda_2} \beta_{\lambda_2} I_{0\lambda_2}}{\alpha_{\lambda_1} \beta_{\lambda_1} I_{0\lambda_1}}$ 与光源、光电管和滤光片的透过

率等特性有关。此外,一定浓度的TAR在上述两波长上也有固定的吸光度差值,故在仪器相敏检波器后需用一个固定电压值进行补偿,以调整仪器的零点。

我们用日立156型数字式双波长分光光度计对上述测量原理进行了验证。

1. Fe^{3+} 和固体悬浮物含量对测定的影响 在545—610毫微米波长下,考察了 Fe^{3+} 和液体样品中固体悬浮物含量对测定的影响。于25毫升容量瓶中,加入含不同量 Fe^{3+} 和-200目白色硅藻土的待测溶液,然后分别按次序加入5毫升掩蔽剂,3毫升三乙醇胺缓冲溶液和3毫升0.0025% TAR显色剂,用水稀释到刻度,摇匀后倒入3厘米比色皿,在545—610毫微米波长下进行测定。从表1可以看出,存在4毫克 Fe^{3+} 时,铀测定结果偏高0.4微克,与单波长法^[1]相比, Fe^{3+} 的影响得到改善,而被测定溶液中有10毫克的固体,对结果无明显影响。

表1 Fe^{3+} 和固体悬浮物量的影响

加入铀, 微克	加入 Fe^{3+} , 毫克	加入硅藻土, 毫克	$\Delta E_{545-610\text{毫微米}}$
5.0	0	0	0.074
5.0	3.0	0	0.079
5.0	4.0	0	0.081
5.0	5.0	0	0.083
5.0	8.0	0	0.092
5.0	0	5.0	0.074
5.0	0	10.0	0.074

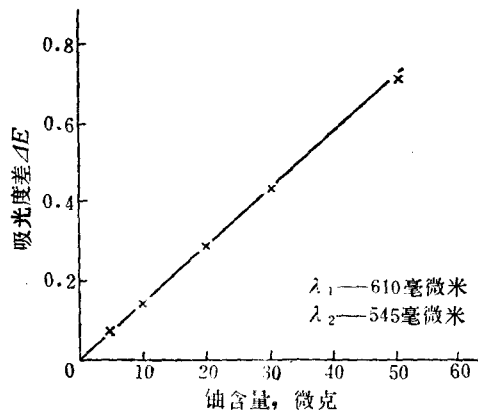


图3 铀测定的标准曲线

2. 铀浓度与 $\Delta E_{545-610\text{毫微米}}$ 的关系 从25微克/毫升的标准溶液中,准确移取5.0、10.0、20.0、30.0和50.0微克铀至5毫升容量瓶中,按前述操作步骤进行显色,在545—610毫微米波长下用3厘米比色皿,以试剂空白作参比进行双波长分光光度测定,以测定的吸光度差值 ΔE 对铀浓度作图,由图3可见铀在0—50微克范围内线性良好。多次测定结果表明,斜率稳定,变化很小。

三、方框图和分析程序

本仪器由取样加液单元、光电比色单元、显示控制单元、记录仪和程序控制器五个部分组成。仪器方框图示于图4。

仪器分析程序见表2。

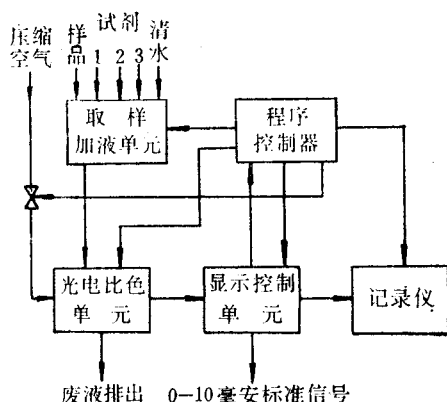


图4 仪器方框图

表2 仪器分析程序

时间,秒	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
程序	进	取	取	加	加	试	剂	清	洗	进
多路分配 阀位置	样	样	剂	样	12	3				样
多路分配阀电机	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
比色皿排放阀	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
气搅拌电磁阀										
记录仪电机										
程序控制器电机										
遮光片电磁铁										
延时继电器	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■

由工艺管道中引入的被测样品,进入取样加液单元,由取样管准确地取出0.7毫升样品,然后与三个体积为7毫升的定量管取出的各种试剂混合,吹气搅拌后显色,由光电比色单元测定出溶液在两波长处的吸光度差值,在显示控制单元中经相敏检波、放大后,以记录仪和数字两种方式直接显示出铀的浓度。仪器的测量系统还可输出一采样保持的0—10毫安标准信号,供自动控制或报警用。

四、主要部件

1. 平面密封多路定量取样加液器

我们设计了一个利用平面接触密封的多路分配阀控制溶液通路,来完成取样、取试剂、加样、加试剂、清洗等动作。取样加液器如图5所示,其工作原理如下:

样品和三种试剂分别从分配阀静片座的四个进液口进入阀体,通过密封静片、动片上的 $\phi 3$ 毫米的小孔和动片座的沟槽进入样品定量管或试剂定量管中,样品充满定量管后,经过溢流口不断外排。溢流口被用作为样品定量的基准面,样品不断地流动,则可以保证取样的代表性。试剂从恒压瓶中流入试剂定量管。恒压瓶毛细管末端的位置,决定了加液面的高低。取样量和试剂加入量取决于定量管的内径大小,试剂加入量还取决于恒压瓶毛细管末端的高度。

当多路分配阀处在“进样”位置时,样品可以从进样口引入分配阀,经样品定量管后从溢流口排出。动片在电机带动下,旋转 30° ,分配阀转到“取样、取试剂”位置,样品流被切断,样品定量管中取下了预定体积的样品,并使试剂瓶与试剂定量管接通。试剂充