

原成C813-015
内 部

科学技术成果报告

离子交换法净化重水

段凤玲 宋钊 张文娟

范顺林 刘洪东

中国科学院原子能研究所

一九八二年八月

离子交换法净化重水

我室重水反应堆已运行六年之久，水质有较大的下降，为了提高水质，我们采用离子交换法净化重水。据 101 室运行经验证明，此法是一种较为经济和有效的方法。

采用此方法必须注意的问题：就是不使 D_2O 稀释，就得采用氘化，使离子交换树脂上的交换集团 H^+, OH^- 氘化成为 D^+, OD^- 。101 室实践证明用此方法维护 D_2O 水质很好。有操作简便、净化效率高，可连续也可间歇等优点。

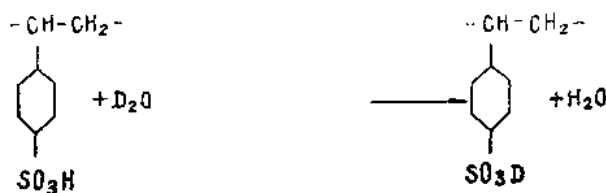
为了提高 D_2O 的使用率，我们可将几个交换柱串连起来。

一、氘化原理及流程

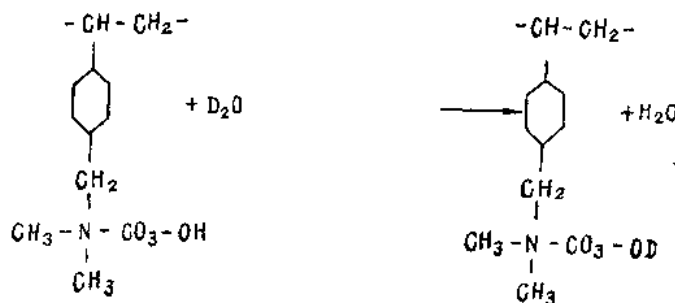
1. 离子交换树脂氘化的理论根据

根据同位素交换原理，从强酸强碱的结构分析与重水起氘化交换反应的物质，当 H^+ 和氧、硫、氮、磷、硒、碲及卤素相联的键中很容易进行。我们采用的聚苯乙烯磺酸及季胺型来说，由于其交换基团上被氘置换的氢是和具有自由电子对的氧原子相连接的，所以氘原子应该极易取代树脂上的 H^+ ，可以在常温没有任何外界条件下进行。

聚苯乙烯磺酸阳树脂可能按下式进行：



聚苯乙烯季胺阴树脂可能按下式进行：



实际上是否按上式进行反应没有做过试验,但实践证明,在没有任何外界条件下氙化是可能的。

2. 氙化过程:

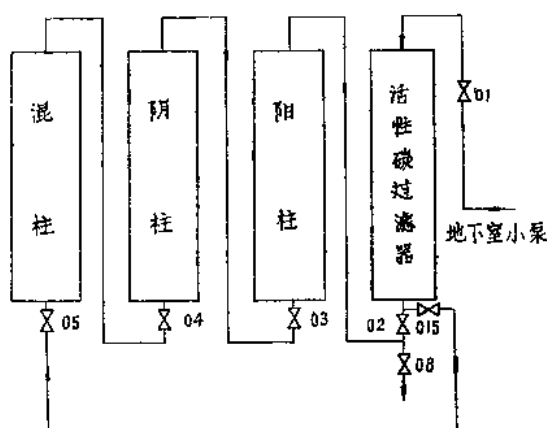


图1 氙化流程

我们直接采用堆用重水氙化法,重水从地下室小泵抽上来,正向进行活性炭过滤器,逆向进入混柱逆向进入阴柱,后逆向进入阳柱,在出口处流出,取样进行分析,见图1。流速为200g/min左右。

二、设备结构及材料

1. **离子交换器** 用直径为159mm,厚4.5mm的不锈钢管制成,高为1200mm。高度:直径=8:1,上下部为双层80目不锈钢网。
2. **活性炭过滤器** 材料及大小同离子交换柱,上为一层下为双层80目不锈钢网。
3. **绸布过滤器** 为两层不锈钢套筒组成,内层有孔,用双层绸布裹包。
4. **离子交换树脂** 阳离子交换树脂:天津南开大学化工厂生产的强酸1*苯乙烯型阳离子交换树脂,粒度为16—50目,占95%以上。
阴离子交换树脂:上海树脂厂生产的717苯乙烯型强硷性阴离子交换树脂,粒度为16—50目。

三、氙化步骤及过程

树脂的预处理由五室协助处理。

装载量:阳柱:阳离子交换树脂(含水)18kg,

阴柱:阴离子交换树脂(含水)18kg,

混柱:混合离子交换树脂(含水)18kg,阳离子:阴离子=1:2。

活性碳过滤器：下层装有玻璃纤维(少量)，后装活性碳(活性碳为太原8*棒状活性碳)。

按上述装载好后，用纯水充满，避免柱内存有空气，形成空腔而造成树脂使用不完全。

开动地下室小泵、按图1路线进行氘化，当出口水浓度为0.5%时，开始收集稀 D_2O ，不同浓度按顺序装入罐内，当出口浓度等于进口浓度时，氘化完成。浓度的分析是由101室化学组协助。

表一 氘化过程中流出重水浓度变化：

瓶号	瓶自重,kg	瓶水总重,kg	稀 D_2O 重,kg	稀 D_2O 浓度,%	浓 D_2O 量,kg(9980)
1	1.000	11.000	10.00	0	0
2	1.000	11.000	10.00	0	0
3	1.000	11.000	10.00	0	0
4	2.470	13.290	10.80	0	0
5	2.445	14.290	11.755	0.5	0.006
6	2.530	13.900	11.37	2.00	0.230
7	2.465	12.465	10.00	10.00	1
8	2.480	12.480	10.00	12.00	1.2
9	2.515	12.515	10.00	28.00	2.8
10	2.455	12.455	10.00	48.00	4.8
11	2.425	12.600	10.175	70.00	7.12
12	3.070	13.070	10.00	940.00	9.40
13	3.055	13.055	10.00	97.00	9.70
14	3.005	8.005	5.00	98.00	4.9
15	3.115	9.115	6.00	98.00	5.88
16	3.055	13.055	10.00	99.00	9.90
17	3.000	13.000	10.00	99.60	9.96
18	3.005	8.005	5.00	99.71	4.99
19		13.005	5.00	99.75	4.99
20	3.095	8.060	4.965	99.79	4.94
				合 计	81.816

四、净 化

从我室六年来的重水水质变化看，水质下降较为缓慢。所以，我们采用了傍路净化，需要时可将傍路阀门打开净化，平常将傍路阀门关闭。不影响主回路的运行。

净化时重水由地下室小泵抽上来，流到活性碳过滤器，阳柱、阴柱、混柱、绸布过滤器，最后通过5*阀门进入活性区大桶暂时存放。重水全部净化完后，再放回储存罐中。流程如图2所示。

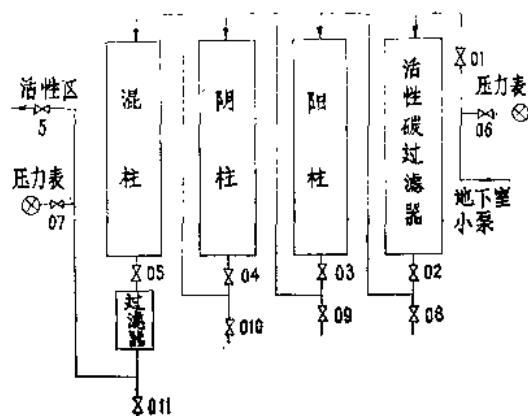


图2 净化流程

表二 净化压力流程对电导的影响，

进口压力， kg/cm ²	流量， l/min	净化速度， m/h	液位指示 mm/min	电导率，Ω ⁻¹ cm ⁻¹ × 10 ⁻⁷
3.4	4.05	13.7	0.925	4.08
3.3	4.34	14.7	0.99	12
3.2	5.54	18.8	1.265	5
3.4	3.9	13.2	0.89	3.9

每 mm 液位相当于 4.82kg 重水。

由表2可以看出进口压力为 3.4kg/cm²，净化速度为 13.2m/h，电导为 3.9 × 10⁻⁷ Ω⁻¹cm⁻¹ 净化效果最好 (4.29kg/min)。

我们用活性区大桶为储存罐，将地下室Ⅲ、Ⅳ号桶净化一遍，最后在罐底清理出残渣重水混合物为 2 公斤。残渣内含有：Al, Si, Cu, Mg, Mn, Fe, Cr 等物。

净化后电导为 8.1 × 10⁻⁷ Ω⁻¹cm⁻¹

表三 净化前后水质比较

	浓度，%	电导 Ω ⁻¹ cm ⁻¹	pH
净化前	99.80	4.67 × 10 ⁻⁵	6.8
净化后	99.76	8.1 × 10 ⁻⁷	6.8

表四 净化前后含各种离子情况

元素 ppm	Cd	Si	B	Mn	Cr	Fe	Mg
净化前 74.4.2 日	0.03	0.1	0.01	0.02	0.05	0.1	0.01
净化前 78.2.27 日	0.02	0.2	0.08	0.08	0.1	0.08	0.2
净化后	0.02	≤0.2	<0.08	<0.08	<0.08	<0.08	0.2

元素 ppm	Al	Ti	Ca	Cu	Ni	Pb	Cl ⁻
净化前 74.4.2 日	0.03	0.05	0.2	0.01	0.05	/	/
净化前 78.2.27 日	0.02	0.08	0.2	0.08	0.08	0.02	0.14
净化后	0.02	/	0.2	<0.08	0.08	0.02	

分析结果下限为 0.02ppm, 如果小于 0.02 也为 0.02。