



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107051206 B

(45)授权公告日 2018.09.21

(21)申请号 201710083667.6

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2017.02.16

B01D 59/00(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

B01D 59/12(2006.01)

申请公布号 CN 107051206 A

B01D 59/16(2006.01)

(43)申请公布日 2017.08.18

审查员 王超

(73)专利权人 中国科学院上海应用物理研究所
地址 201800 上海市嘉定区嘉罗公路2019号

(72)发明人 刘卫 邓珂 王广华 黄豫
马玉华 秦来来 张钦 杨果
马兆伟 刘佳煜

(74)专利代理机构 上海智信专利代理有限公司
31002
代理人 邓琪 宋丽荣

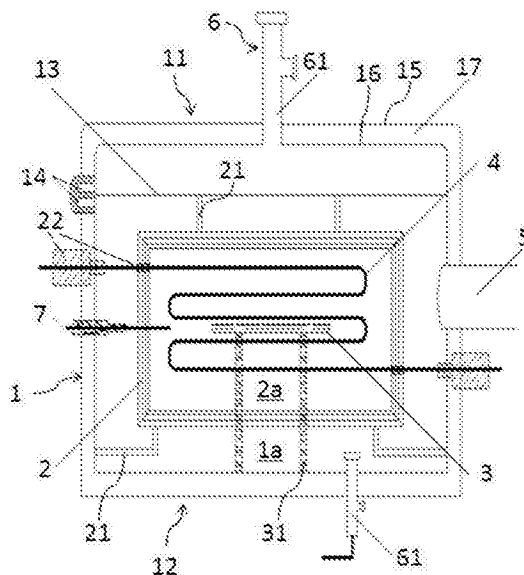
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种石墨中氢或其同位素解吸反应釜

(57)摘要

本发明涉及一种石墨中氢或其同位素解吸反应釜,包括:提供一腔体的炉体,由外壁和内壁组成,气冷夹层形成在外壁和内壁之间;提供一样品室的隔热壁,固定设置于腔体内,包括由至少两层内层钼隔热层和至少四层不锈钢隔热层形成;承样台,由金属钼加工而成并固定设置于样品室内;围绕着承样台设置的钼加热丝;抽真空管路,一端与腔体连通,另一端与机械泵和/或油扩散泵连通;惰性气体管路,包括惰性气体入口和惰性气体出口,惰性气体入口的一端与惰性气体源连通而另一端与腔体连通,惰性气体出口的一端与腔体连通而另一端与检测系统连通。根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜可以充分收集石墨样品中解吸出来的氢或其同位素。



CN 107051206 B

1. 一种石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,包括:
提供一腔体的炉体,该炉体为双层壁结构,由外壁和内壁组成,用于通入冷却气体的气冷夹层形成在外壁和内壁之间;
提供一样品室的隔热壁,该隔热壁固定设置于该腔体内,该隔热壁由至少两层内层钼隔热层和至少四层不锈钢隔热层形成;
用于盛放石墨样品的承样台,该承样台由金属钼加工而成并固定设置于该样品室内;
围绕着承样台设置的钼加热丝;
抽真空管路,该抽真空管路的一端与腔体连通,另一端与机械泵和/或油扩散泵连通;
惰性气体管路,其包括设置于炉体下部的惰性气体入口和设置于炉体上部的惰性气体出口,该惰性气体入口的一端与惰性气体源连通而另一端与腔体连通,该惰性气体出口的一端与腔体连通而另一端与检测系统连通。
2. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,该石墨中氢或其同位素解吸反应釜还包括热电偶,该热电偶贯穿炉体和隔热壁直接伸入样品室中。
3. 根据权利要求2所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,该热电偶为钨铼热电偶。
4. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,炉体和隔热壁上设置有绝热柱,加热丝通过该绝热柱进出腔体和样品室。
5. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,炉体由炉盖和炉底组成,两者在连接处通过密封圈进行密封。
6. 根据权利要求5所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,围绕着该密封圈设置有水冷系统。
7. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,炉体由不锈钢材料形成。
8. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,隔热壁通过支架固定在炉体内,支架由不锈钢材料形成。
9. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,该隔热壁由两层内层钼隔热层和五层不锈钢隔热层形成。
10. 根据权利要求1所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,其特征在于,承样台通过支撑架固定在隔热壁内,支撑架由金属钼加工而成。

一种石墨中氢或其同位素解吸反应釜

技术领域

[0001] 本发明主要针对的是石墨中氢(氕、氘)的解吸,具体涉及一种石墨中氢或其同位素解吸反应釜。

背景技术

[0002] 石墨作为中子慢化材料和中子反射材料被广泛地应用于核反应堆中。历史上第一个可自持反应堆“CP-1”中,石墨就是其中的慢化剂。从20世纪40年代以来,石墨就被用于各种反应堆中,尤其是在气冷堆中的应用最为普遍,这使得全世界范围内至今为止有大概250000吨的核石墨废料急需处理。除此之外,在正在努力发展的第四代概念核反应堆中,美国主导开发的高温气冷堆(HTR)将会使用大量的石墨作为反应堆的中子反射材料,核燃料镀层以及其他的结构性部件。所以核石墨将会是核电站待处理废料中占比非常大的一部分。现阶段对使用过的核石墨的处理还停留在单纯的室内储藏上,但是由于石墨的体积较大,而经过辐照的石墨中又有多种半衰期各不相同的放射性核素,单一的储藏需要比较高的成本。如果能通过某种方法将核石墨中主要的放射性核素分离出来,不仅能减少核石墨的储藏年限进而降低处理成本,还能将一些处理之后的石墨以及放射性核素重复利用。辐照过的核石墨中含有多种放射性核素,包括 ^3H , ^{14}C , ^{63}Ni , ^{60}Co , ^{36}Cl , ^{55}Fe , ^{41}Ca , ^{1152}Eu , ^{90}Sr , ^{133}Ba , ^{137}Cs (3)。而在所有的这些核素中,大量实验证明了绝大部分的放射性活度来源于 ^3H 和 ^{14}C ,一般情况下 ^3H 和 ^{14}C 的放射性比其他核素高出一至两个数量级。而当反应堆停止工作的几年后,整个废料80%-90%的放射性来自石墨中的 ^3H 和 ^{14}C 。因此研究如何将核石墨中的 ^{14}C 与 ^3H 去除具有非常重要的意义。

[0003] 对于原子半径比较大的 ^{14}C ,解吸温度大致在800℃左右,主要以 CO_2 的形态被析出。对于石墨中 ^{14}C 的解吸来说,一般的管式炉就可达到实验要求。而氢、氕、氘等原子半径非常小,在高温环境中对于材料的渗透性非常的高,大部分的材料在不进行降温的情况下都很难完全收集到从石墨中解吸出来的氢、氕、氘。

发明内容

[0004] 为了解决上述现有技术存在的无法完全收集到氢或其同位素的问题,本发明旨在提供一种石墨中氢或其同位素解吸反应釜。

[0005] 本发明所述的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,包括:提供一腔体的炉体,该炉体为双层壁结构,由外壁和内壁组成,用于通入冷却气体的气冷夹层形成在外壁和内壁之间;提供一样品室的隔热壁,该隔热壁固定设置于该腔体内,该隔热壁由至少两层内层钼隔热层和至少四层不锈钢隔热层形成;用于盛放石墨样品的承样台,该承样台由金属钼加工而成并固定设置于该样品室内;围绕着承样台设置的钼加热丝;抽真空管路,该抽真空管路的一端与腔体连通,另一端与机械泵和/或油扩散泵连通;惰性气体管路,其包括设置于炉体下部的惰性气体入口和设置于炉体上部的惰性气体出口,该惰性气体入口的一端与惰性气体源连通而另一端与腔体连通,该惰性气体出口的一端与腔体连通而另一端与检测系统连

通。

[0006] 该石墨中氢或其同位素解吸反应釜还包括热电偶,该热电偶贯穿炉体和隔热壁直接伸入样品室中。

[0007] 该热电偶为钨铼热电偶。

[0008] 炉体和隔热壁上设置有绝热柱,加热丝通过该绝热柱进出腔体和样品室。

[0009] 炉体由炉盖和炉底组成,两者在连接处通过密封圈进行密封。

[0010] 围绕着该密封圈设置有水冷系统。

[0011] 炉体由不锈钢材料形成。

[0012] 隔热壁通过支架固定在炉体内,支架由不锈钢材料形成。

[0013] 该隔热壁由两层内层钼隔热层和五层不锈钢隔热层形成。

[0014] 承样台通过支撑架固定在隔热壁内,支撑架由金属钼加工而成。

[0015] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜,将石墨样品放置于承样台上,利用钼加热丝对石墨样品进行加热,石墨样品中的氢或其同位素(氢、氘、氚)解吸出来并穿透隔热壁,通过惰性气体管路中的惰性气体将氢或其同位素从炉体内载带出去;由于隔热壁的设置,样品室和腔室内的温度存在较大的温度差,使得氢或其同位素无法穿透炉体;通过气冷夹层中的冷却气体的冷却和/或检测,确保氢或其同位素无法穿过外壁,从而充分收集石墨样品中解吸出来的氢或其同位素。

附图说明

[0016] 图1是根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜的结构示意图。

具体实施方式

[0017] 下面结合附图,给出本发明的较佳实施例,并予以详细描述。

[0018] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜的结构如图1所示,其包括炉体1、隔热壁2和承样台3,其中,炉体1的内部形成一腔体1a,隔热壁2固定设置于该腔体1a内,隔热壁2的内部形成一样品室2a,承样台3固定设置于该样品室2a内用于盛放石墨样品。

[0019] 炉体1由炉盖11和炉底12组成,两者在连接处通过密封圈13进行密封。为了确保该密封圈13的密封性,围绕着该密封圈13设置有水冷系统14,用于降低密封圈13的温度,防止由于温度过高而导致的密封圈13的失效,以确保其始终处于有效密封状态并在适宜的温度下进行正常工作。

[0020] 炉体1为双层壁结构,其由外壁15和内壁16组成,其间形成气冷夹层17。冷却气体通入该气冷夹层17中对炉体1进行冷却,从而形成隔热系统的最后一道屏障。该气冷夹层17同时还能作为防止氢(氘,氚)泄漏的最后一道屏障,具体地,可对气冷夹层17中的气体进行检测,保证解吸出来的氢(氘,氚)被完全收集。另外,在本实施例中,炉体1由不锈钢材料形成。

[0021] 隔热壁2通过支架21固定在炉体1内,其作为隔热系统的主要组成部分,用于确保腔体1a和样品室2a之间的温度差。在本实施例中,该隔热壁2包括七层隔热层,其中,两层内层隔热层为金属钼隔热屏,外层五层为不锈钢隔热层。支架21由不锈钢材料形成,其分别与炉体1和隔热壁1通过焊接进行连接固定。实践证明,通过七层隔热层的设置,在保证样品室

2a内的1300℃的同时,炉体外侧可以降温至100℃以下,以此来避免由于高温而导致的氢(氘,氚)透过炉体的泄漏。

[0022] 承样台3通过支撑架31固定在隔热壁2内。在本实施例中,该承样台3和支撑架31由金属钼加工而成,以确保整个承样台的耐高温性能。

[0023] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜还包括有加热丝4。在本实施例中,该加热丝4为钼丝,其围绕着承样台3设置,例如呈“之”字形延伸,用于提高承样台3附近的温度并充分保证样品室2a中的加热环境,从而使得石墨样品中的氢或其同位素可以在高温条件下解吸出来。炉体1和隔热壁2上设置有绝热柱22,加热丝4通过该绝热柱22进出腔体1a和样品室2a,以避免通过加热丝4直接加热炉体1和隔热壁2,确保整个系统的隔热性能。在本实施例中,该绝热柱22为氧化铝绝热柱。

[0024] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜还包括有抽真空管路5。该抽真空管路5的一端与腔体1a连通,另一端与机械泵和/或油扩散泵连通,以对腔体1a进行抽真空操作。如此,整个腔体1a可被抽真空,保证不受到氢气等空气中的杂质气体影响。

[0025] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜还包括有惰性气体管路6,其包括设置于炉底12的惰性气体入口61和设置于炉盖11的惰性气体出口62。该惰性气体入口61的一端与惰性气体源连通,另一端与腔体1a连通。该惰性气体出口62的一端与腔体1a连通,另一端与检测系统连通。如此,确保惰性气体能够充分的吹扫整个腔体1a,同时保证惰性气体能够充分地将石墨中解吸出来的氢(氘,氚)吹扫出反应釜。

[0026] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜还包括有热电偶7,其贯穿炉体1和隔热壁2直接伸入样品室2a中,及时对样品室2a中的温度进行监控和测量。在本实施例中,该热电偶7为钨铼热电偶。

[0027] 根据本发明的石墨中氢或其同位素解吸反应釜的使用方法包括:将石墨样品(吸收过氢/氘/氚/的石墨样品)置于承样台3上,利用机械泵和/或油扩散泵对腔体1a进行抽真空,保证炉体中没有氢气或其他杂质气体影响测量;通过加热丝4将石墨样品加热至1000℃以上。

[0028] 在此过程中,石墨样品中的不同位置、不同形态的氢或其同位素被解吸出来。在高温环境中,氢或其同位素有着极高的渗透性,迅速透过隔热壁2。随着温度的降低,氢或其同位素的渗透性减小,外壁15降温至100℃以下,渗透出反应釜的气体可忽略不计。同时为了保险起见,气冷夹层17中的冷却气体可进行进一步的降温来保证外壁15的低温,并且可对冷却气体载带出来的气体进行检测,以此来确定石墨样品中解吸出来的氢或其同位素是否有泄漏。通过上述措施可保证从石墨样品之中解吸出来的氢或其同位素被充分收集。

[0029] 为了将石墨样品中解吸出来的氢或其同位素载带出来,惰性气体从惰性气体入口61进入,通过整个反应釜之后从惰性气体出口62通出,之后通入到气相色谱、质谱等探测仪器中进行后续的定量、定性检测。

[0030] 以上所述的,仅为本发明的较佳实施例,并非用以限定本发明的范围,本发明的上述实施例还可以做出各种变化。即凡是依据本发明申请的权利要求书及说明书内容所作的简单、等效变化与修饰,皆落入本发明专利的权利要求保护范围。本发明未详尽描述的均为常规技术内容。

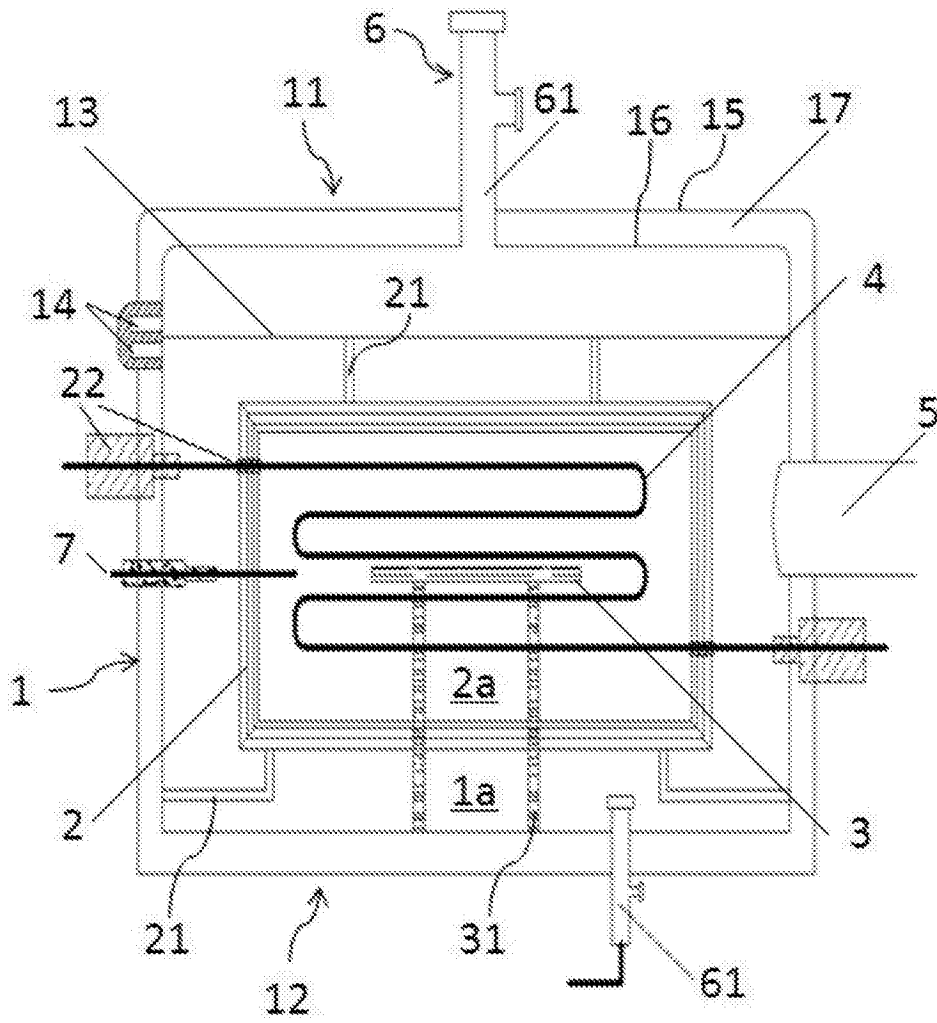


图1