



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105126385 B

(45)授权公告日 2017.05.03

(21)申请号 201510454621.1

(22)申请日 2015.07.29

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105126385 A

(43)申请公布日 2015.12.09

(73)专利权人 中国原子能科学研究院

地址 102413 北京市房山区北京市275信箱
65分箱

(72)发明人 毛国淑 丁有钱 宋志君 黄昆
马鹏

(51)Int.Cl.

B01D 11/04(2006.01)

G21F 9/04(2006.01)

B01F 7/04(2006.01)

审查员 许远平

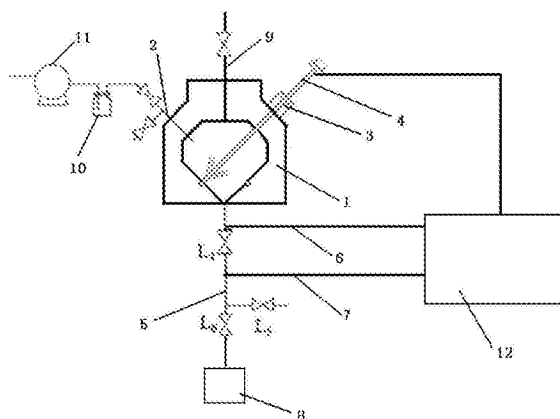
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种自动化液液萃取装置

(57)摘要

本发明属于化学分离技术领域,公开了一种自动化液液萃取装置。该装置包括控制器、萃取槽、搅拌器、分相传感器及电磁阀,萃取槽由上部萃取槽和下部萃取槽组成,上部萃取槽和下部萃取槽之间密封连接后,内部形成一个用于盛装待萃取溶液的空腔;所述上部萃取槽的两个侧面分别设置有排气口和搅拌器入口,顶部设置有进液口,下部萃取槽的底部设置有出液管入口,出液管上从上到下依次设置有分相传感器、电磁阀,出液管的下方设置有收集器;所述分相传感器为光纤探针或铜电极,其位于从出液管引出并与出液管连通的检测管内。该萃取装置具有自动化程度高、萃取效果好、性能稳定、操作方便的特点。



1. 一种自动化液液萃取装置,其特征在于,该装置包括控制器和萃取系统,其中萃取系统包括萃取槽、搅拌器、分相传感器及电磁阀,其中控制器控制分相传感器、搅拌器和电磁阀;萃取槽由上部萃取槽和下部萃取槽组成,上部萃取槽和下部萃取槽之间密封连接后,内部形成一个用于盛装待萃取溶液的空腔,该空腔的上部为锥形,底部为倒锥形;

所述上部萃取槽的两个侧面分别设置有排气口和搅拌器入口,顶部设置有进液口,其中排气管、进液管分别从排气口、进液口与萃取槽连接,搅拌器从搅拌器入口斜插进入萃取槽底部;下部萃取槽还设置有一个凹槽,搅拌器在萃取槽内的端头位于该凹槽内;

所述下部萃取槽的底部设置有出液管入口,出液管从出液管入口引出,出液管上从上到下依次设置有分相传感器、电磁阀,出液管的下方设置有收集器;所述分相传感器为铜电极,其位于从出液管引出并与出液管连通的检测管内;所述分相传感器为铜电极,其主要由两根铜丝组成,其中两根铜丝的一端均与控制器连接,另一端位于检测管内且不接触,当待萃取溶液流入检测管内与两铜丝同时接触使铜电极导通时,向控制器发出电信号;流入检测管内的待萃取溶液达到水相-有机相临界面时,铜电极检测到的溶液导电性发生改变,向控制器发出信号,控制器发出信号关闭相应电磁阀,使两相分离;所述萃取槽的材质为有机玻璃;搅拌器与萃取槽的密封方式为卡套连接,密封垫片为硅胶;搅拌器上的搅拌桨位于两相液面之间,其材质为聚全氟乙丙烯。

2. 根据权利要求1所述的一种自动化液液萃取装置,其特征在于,所述排气管上还连接有缓冲瓶和真空泵。

3. 根据权利要求1所述的一种自动化液液萃取装置,其特征在于,所述出液管上电磁阀的下端还设置有第二分相传感器。

一种自动化液液萃取装置

技术领域

[0001] 本发明属于化学分离技术领域,具体涉及一种自动化液液萃取装置。

背景技术

[0002] 液液萃取是化学分离领域的常用方法之一,目前普遍采用的萃取装置是分液漏斗,但是利用分液漏斗进行液液萃取操作具有笨重、人工劳动强度大的缺点,而且萃取有毒试剂时会对操作人员带来一定伤害。因此,针对液-液萃取过程,许多研究机构相继开发了很多高效萃取设备,如混合澄清槽、离心萃取器等自动化液液萃取装置等。

[0003] 混合澄清槽和离心萃取器设备体积大、造价高且是一种连续萃取过程,不能够实现批式萃取操作,在含有多种分离手段的自动化分离装置中,不易和其他部件配合使用。有的研究机构还开发了两相混合方式采用振荡、搅拌或气压的液液萃取装置,这种装置的特点在于针对性强、萃取过程自动化,但分相后两相的分离依然采用手动操作,未实现加料-萃取-分离全过程的自动化。因此,急需一种针对小体积样品的自动化液液萃取装置,目前国内外均未见相关公开报道。

发明内容

[0004] (一)发明目的

[0005] 根据现有技术所存在的问题,本发明提供了一种自动化程度高、萃取效果好、性能稳定、操作方便的液液萃取装置。

[0006] (二)技术方案

[0007] 为了解决现有技术所存在的问题,本发明是通过以下技术方案实现的:

[0008] 一种自动化液液萃取装置,该装置包括控制器和萃取系统,其中萃取系统包括萃取槽、搅拌器、分相传感器及电磁阀,其中控制器控制分相传感器、搅拌器和电磁阀;萃取槽由上部萃取槽和下部萃取槽组成,上部萃取槽和下部萃取槽之间密封连接后,内部形成一个用于盛装待萃取溶液的空腔,该空腔的上部为锥形,底部为倒锥形;

[0009] 所述上部萃取槽的两个侧面分别设置有排气口和搅拌器入口,顶部设置有进液口,其中排气管、进液管分别从排气口、进液口与萃取槽连接,搅拌器从搅拌器入口斜插进入萃取槽底部;下部萃取槽还设置有一个凹槽,搅拌器在萃取槽内的端头位于该凹槽内,防止搅拌时搅拌浆振幅过大,桨叶划伤空腔内壁,造成微量核素的吸附损失。

[0010] 所述下部萃取槽的底部设置有出液管入口,出液管从出液管入口引出,出液管上从上到下依次设置有分相传感器、电磁阀,出液管的下方设置有收集器;所述分相传感器为光纤探针或铜电极,其位于从出液管引出并与出液管连通的检测管内;

[0011] 优选地,所述排气管上还连接有缓冲瓶和真空泵,以对萃取槽内部抽负压,加速待萃取溶液流入萃取槽内。

[0012] 优选地,所述分相传感器为铜电极,该铜电极位于从出液管引出的检测管内;铜电极主要由两铜丝组成,其中两根铜丝的一端均与控制器连接,另一端位于检测管内且不接

触,当待萃取溶液流入检测管内与两铜丝同时接触使铜电极导通时,向控制器发出电信号;流入检测管内的待萃取溶液达到水相-有机相临界面时,铜电极检测到的溶液导电性发生改变,向控制器发出信号,控制器发出信号关闭相应电磁阀,使两相分离。

[0013] 优选地,所述萃取槽的材质为有机玻璃。

[0014] 优选地,所述搅拌器与萃取槽的密封方式为卡套连接,密封垫片为硅胶,保证了搅拌器在转动的同时,避免了溶液泄漏;搅拌器上的搅拌桨位于两相液面之间,其材质为聚全氟乙丙烯。

[0015] 优选地,所述出液管上电磁阀的下端还设置有第二分相传感器,以减小分相误差。

[0016] (三)有益效果

[0017] 本发明提供的自动化液液萃取装置,该装置利用控制器控制萃取装置中的搅拌器、电磁阀及分相传感器,实现了自动化操作,可用于小体积液液萃取操作尤其是放射性溶液的萃取。进一步的有益效果为:

[0018] ①本申请创造性地设计了萃取槽的结构,尤其是用于盛装待萃取溶液的空腔的结构较为特殊,其上部为锥形,底部为倒锥形,一方面使得溅射到槽壁上的液滴依靠重力作用流下,避免了溅射损失;另一方面便于分相后的溶液从萃取槽底部的出液管流出进入收集器。

[0019] ②萃取槽上设置有排气口,且排气口处还连接有缓冲瓶和真空泵,以对萃取槽内部抽负压,加速待萃取溶液流入萃取槽内,尤其是萃取槽的体积小,进液管直径较小时,溶液很难进入萃取槽内部,利用真空泵则解决了此问题。同时在真空泵和排气管中间设置了缓冲瓶这一结构,避免了放射性溶液进入真空泵及后续管道中。

[0020] ③搅拌器与萃取槽为卡套连接,且垫片采用硅胶材质,使得搅拌桨在转动同时,不会造成溶液泄漏。另外,搅拌器在萃取槽内的端头位于该凹槽内,其优点是防止搅拌时搅拌桨振幅过大,桨叶划伤空腔内壁,造成微量核素的吸附损失。

[0021] ④采用光纤探针或铜电极作为分相传感器,其具有液体分相控制灵敏度高、响应速度快的优点。其中采用光纤探针作为分相传感器是利用不同相的溶液流经光纤探针时,光纤探针检测到的光信号改变进而触发控制器关闭出液管电磁阀,使两相分离。采用铜电极作为分相传感器,结构更加简单、成本低廉且准确度更高,其原理是达到两相界面时电极检测到的电导信号发生改变,向控制器发出电信号,电信号的改变反应出溶液相的改变,以控制相应电磁阀开闭,使两相分离。另外在电磁阀下部再安装一个分相传感器,可进一步减小操作误差。

附图说明

[0022] 图1是自动化液液萃取装置示意图;

[0023] 其中1是萃取槽;2是排气管;3是搅拌器入口;4是搅拌器;5是出液管;6是第一分相传感器;7是第二分相传感器;8是收集器;9是进液管;10是缓冲瓶;11是真空泵;12是控制器;

[0024] 图2是搅拌器示意图,其中13是V型桨叶;14是密封件;15是搅拌电机。

具体实施方式

[0025] 下面将结合具体实施方式和说明书附图对本发明作进一步阐述。

[0026] 实施例1

[0027] 一种自动化液液萃取装置,如图1所示,该装置包括控制器12和萃取系统,其中萃取系统包括萃取槽1、搅拌器4、第一分相传感器6及电磁阀,其中控制器12控制第一分相传感器6、搅拌器4和电磁阀;萃取槽1材质为有机玻璃,是由上部萃取槽和下部萃取槽组成,上部萃取槽和下部萃取槽之间密封连接后,内部形成一个用于盛装待萃取溶液的空腔,该空腔的上部为锥形,底部为倒锥形;

[0028] 所述上部萃取槽的两个侧面分别设置有排气口和搅拌器入口3,顶部设置有进液口,其中排气管2、进液管9分别从排气口、进液口与萃取槽1连接,搅拌器4从搅拌器入口3斜插进入萃取槽1底部,搅拌器4与萃取槽1的密封件14为卡套,密封垫片为硅胶,保证了搅拌器4在转动的同时,避免了溶液泄漏;搅拌器4的示意图如图2所示,搅拌器4上的V型桨叶13位于两相液面之间,其材质为聚全氟乙丙烯。下部萃取槽还设置有一个凹槽,搅拌器4在萃取槽内的端头位于该凹槽内,防止搅拌时搅拌浆振幅过大,桨叶划伤空腔内壁,造成微量核素的吸附损失。

[0029] 所述下部萃取槽的底部设置有出液管入口,出液管5从出液管入口引出,出液管上从上到下依次设置有第一分相传感器6、电磁阀,出液管5的下方设置有收集器8;所述第一分相传感器6为铜电极,其位于从出液管5引出并与出液管5连通的检测管内;铜电极主要由两铜丝组成,其中两根铜丝的一端均与控制器12连接,另一端位于检测管内且不接触,当待萃取溶液流入检测管内与两铜丝同时接触使铜电极导通时,向控制器12发出电信号;流入检测管内的待萃取溶液达到水相-有机相临界面时,铜电极检测到的溶液导电性发生改变,向控制器发出信号,控制器12发出信号关闭相应电磁阀,使两相分离。

[0030] 所述排气管2上还连接有缓冲瓶10和真空泵11,以对萃取槽1内部抽负压,加速待萃取溶液流入萃取槽1内。

[0031] 以TOPO-环己烷萃取硝酸铀酰溶液验证该萃取装置的性能,在进液管中分别加入4mL 1% TOPO-环己烷和4mL 1mg/mL $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ 溶液。打开萃取槽上方电磁阀,溶液进入萃取槽中;关闭电磁阀,打开搅拌器,连续运行5min后关闭,静置分相。然后打开萃取槽下方电磁阀,水相通过电磁阀进入收集器中。

[0032] 当有机相通过时,电极检测到的电导信号发生改变,向控制器发出电信号,电信号的改变反应出溶液相的改变,以控制相应电磁阀开闭,使两相分离。用分光光度法分析萃取后水中剩余铀的含量,差减法得到萃取率为99%。

[0033] 利用该萃取装置进行萃取的过程中通过控制器控制搅拌器、电磁阀的开关,实现了全过程的自动化操作。运行过程中无溶液泄露,运行稳定、状态良好。

[0034] 实施例2

[0035] 与实施例1不同的是,出液管5上电磁阀的下端还设置有第二分相传感器7,以减小分相误差。

[0036] 实施例3

[0037] 与实施例1不同的是,所用的分相传感器为光纤探针,当有机相通过时,由于光信号的改变,光纤探针发出信号,控制器接收到信号后关闭电磁阀,使两相分离。

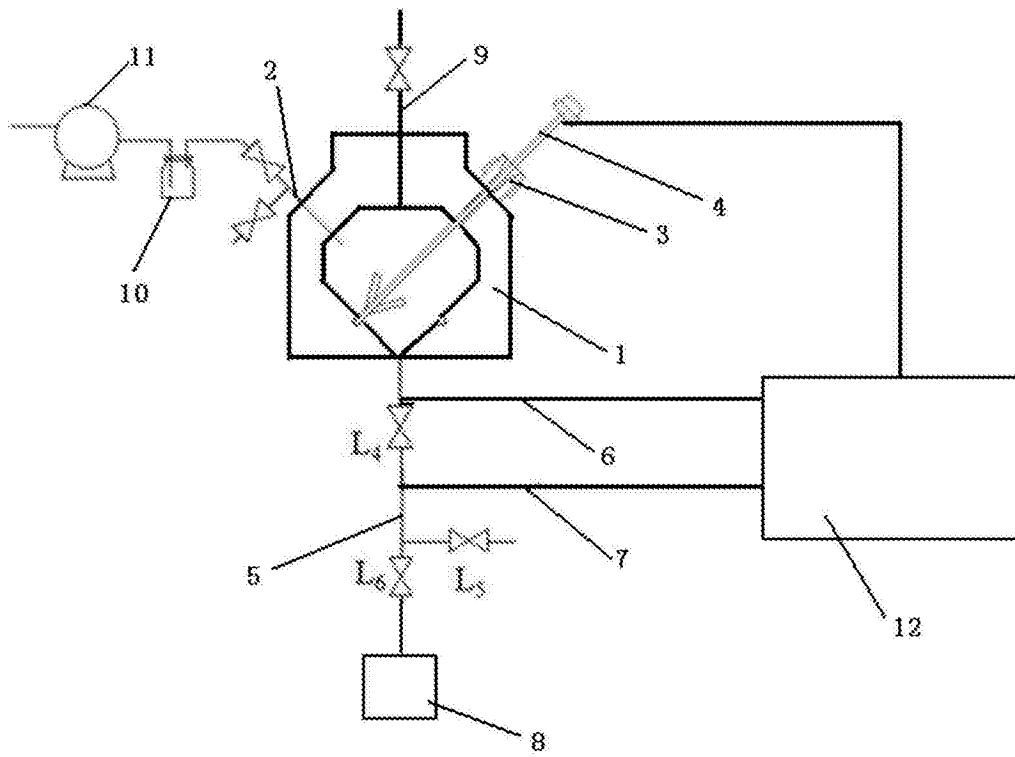


图1

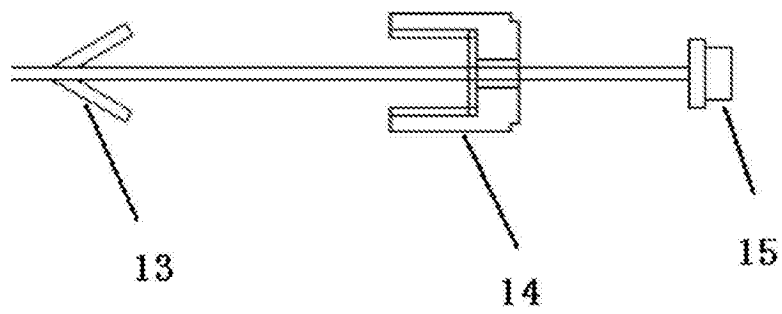


图2