



(21) 申请号 202410623531.X

B01D 5/00 (2006.01)

(22) 申请日 2024.05.20

(71) 申请人 杭州合碳创物科技有限公司

地址 310051 浙江省杭州市滨江区长河街
道滨安路688号2幢B楼2层206室

(72) 发明人 焦银山 赵苏安 刘丽 林淑洋

(74) 专利代理机构 杭州华企智诚知识产权代理
事务所(特殊普通合伙)
33581

专利代理师 盛成龙

(51) Int. Cl.

B01D 3/10 (2006.01)

B01D 3/30 (2006.01)

B01D 3/32 (2006.01)

B01D 11/04 (2006.01)

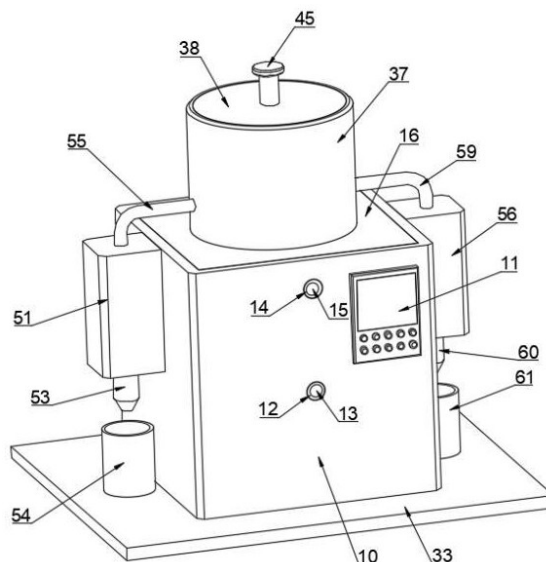
权利要求书3页 说明书11页 附图7页

(54) 发明名称

一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置及其提取方法

(57) 摘要

本发明涉及甲瓦龙酸提取技术领域,公开了一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置及其提取方法,包括箱体,箱体的内部下侧固定油浴锅,油浴锅的内设有加热器,油浴锅的内部设有第一锥形筒,箱体的上侧设有第一盖板,第一盖板的上侧设有冷凝组件,第一盖板的下侧设有固定管,固定管的下端设有第二锥形筒,油浴锅上设有第一进料管,箱体上设有第二进料管。本发明能够先通过液体原料位于第一锥形筒与第二锥形筒之间,以便于增加液体原料与第一锥形筒内壁的接触面积;再通过第一锥形筒转动使液体原料在离心力的作用下在第一锥形筒倾斜内壁上移动,从而使液体原料在第一锥形筒的内壁上形成薄膜,从而增大蒸发面积,进一步提高蒸发效率。



1. 一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置, 包括箱体 (10), 其特征在于: 所述箱体 (10) 的内部下侧固定设有固定板 (17), 所述固定板 (17) 的上侧固定设有油浴锅 (18), 所述油浴锅 (18) 的内部下侧设有加热器 (19), 所述固定板 (17) 的下侧安装设有电机 (20), 所述电机 (20) 的输出端设有第一锥形筒 (21), 所述第一锥形筒 (21) 位于油浴锅 (18) 的内部, 所述箱体 (10) 的内部上侧安装设有第一盖板 (16), 所述第一盖板 (16) 的上侧设有冷凝组件, 所述第一盖板 (16) 的下侧固定设有固定管 (22), 所述固定管 (22) 的下端固定设有第二锥形筒 (23), 所述第二锥形筒 (23) 的下部形状与第一锥形筒 (21) 的内部形状对应, 所述第二锥形筒 (23) 位于第一锥形筒 (21) 的内部, 所述第二锥形筒 (23) 的上部呈倒置锥形结构, 所述油浴锅 (18) 的内部与箱体 (10) 的外部连接设有第一进料管 (12), 所述第一进料管 (12) 位于油浴锅 (18) 的下部一侧, 所述第一进料管 (12) 的内部设有第一球阀 (13), 所述箱体 (10) 的上部一侧设有第二进料管 (14), 所述第二进料管 (14) 的内部设有第二球阀 (15), 所述第二进料管 (14) 的内端位于第一锥形筒 (21) 的上方, 所述箱体 (10) 的外部安装设有控制面板 (11), 所述箱体 (10) 的外部一侧安装设有油泵 (32), 所述油泵 (32) 的一端通过管道与第二锥形筒 (23) 的底部连通, 所述第一锥形筒 (21) 的外侧圆周阵列固定设有若干搅拌板 (62), 所述箱体 (10) 的下侧固定设有底板 (33)。

2. 根据权利要求1所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置, 其特征在于: 所述第一锥形筒 (21) 的上端外侧固定设有第一环形板 (34), 所述第一环形板 (34) 的外侧固定设有第二环形板 (35), 所述第二环形板 (35) 在油浴锅 (18) 的内壁中环线滑动, 所述第一环形板 (34) 的外侧与油浴锅 (18) 的内壁滑动接触, 所述第一锥形筒 (21) 的上端内侧固定设有第三环形板 (36)。

3. 根据权利要求2所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置, 其特征在于: 所述固定管 (22) 的内部与第二锥形筒 (23) 的内部中间固定设有第一隔板 (24), 所述固定管 (22) 的内部与第二锥形筒 (23) 的内部通过第一隔板 (24) 分隔设有U型腔 (25), 所述箱体 (10) 的外部一侧安装设有气泵 (31), 所述油浴锅 (18) 的上部一侧设有排气管 (27), 所述排气管 (27) 的内部设有排气阀 (28), 所述气泵 (31) 的一端与排气管 (27) 连通, 所述气泵 (31) 的另一端与U型腔 (25) 的一端连通, 所述U型腔 (25) 的另一端与箱体 (10) 的外部连接设有排出管 (26)。

4. 根据权利要求1所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置, 其特征在于: 所述电机 (20) 的输出端外侧与油浴锅 (18) 的内部之间设有密封圈 (29), 所述电机 (20) 的输出端外侧与固定板 (17) 内部之间设有骨架油封圈 (30), 所述箱体 (10) 的上部外侧安装设有真空泵 (64), 所述真空泵 (64) 与箱体 (10) 的内部上侧连通。

5. 根据权利要求1所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置, 其特征在于: 所述冷凝组件包括第一圆筒 (37), 所述第一圆筒 (37) 固定在第一盖板 (16) 的上侧, 所述第一圆筒 (37) 的内部上侧安装设有第二盖板 (38), 所述第二盖板 (38) 的下侧固定设有第二圆筒 (39), 所述第二圆筒 (39) 的内部中间设有第二隔板 (40), 所述第二圆筒 (39) 的内部通过第二隔板 (40) 分隔设有第一冷凝腔 (41) 和第二冷凝腔 (63), 所述第一圆筒 (37) 的内部与第二圆筒 (39) 的外侧之间设有冷却装置 (44), 所述第一盖板 (16) 上对称设有两个第一通孔 (47), 两个所述第一通孔 (47) 分别位于第一冷凝腔 (41) 和第二冷凝腔 (63) 的下侧, 所述第一冷凝腔 (41) 的内部中间固定设有圆管 (42), 所述圆管 (42) 的内部与第一通孔 (47) 间接连

通,所述第二圆筒(39)的底部位于圆管(42)下方开设孔,所述第二圆筒(39)的底部孔与圆管(42)的内部贯通,所述第二圆筒(39)的下侧转动设有转动板(46),所述转动板(46)上圆周阵列设有若干第二通孔(48)。

6.根据权利要求5所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,其特征在于:所述第一冷凝腔(41)的内部设有螺旋回流管(43),所述螺旋回流管(43)的上端与圆管(42)的上端连接,所述圆管(42)位于螺旋回流管(43)的中间,所述螺旋回流管(43)的下端与第一冷凝腔(41)的内部连通,所述第一冷凝腔(41)的内部结构与第二冷凝腔(63)的内部结构相同。

7.根据权利要求6所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,其特征在于:所述转动板(46)的上侧固定设有转动杆(45),所述转动杆(45)在第二盖板(38)上转动连接,所述转动杆(45)在第二隔板(40)内转动连接,所述转动板(46)的外侧圆周阵列固定设有若干第一橡胶块(49),所述第一圆筒(37)的内壁下侧圆周阵列固定设有若干第二橡胶块(50),若干所述第一橡胶块(49)与若干第二橡胶块(50)挤压接触。

8.根据权利要求6所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,其特征在于:所述箱体(10)的一侧固定设有第一收集箱(51),所述第一收集箱(51)的内部固定设有第一漏斗(52),所述第一收集箱(51)的下侧固定设有第一下料管(53),所述第一收集箱(51)的内部与第一冷凝腔(41)连通设有第一连接管(55),所述底板(33)的一端上侧放置有第一收集筒(54),所述第一收集筒(54)位于第一下料管(53)的下方。

9.根据权利要求8所述的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,其特征在于:所述箱体(10)的另一侧固定设有第二收集箱(56),所述第二收集箱(56)的内部上侧固定设有滤网(58),所述第二收集箱(56)的内部下侧固定设有第二漏斗(57),所述第二收集箱(56)的内部与第二冷凝腔(63)连通设有第二连接管(59),所述第二收集箱(56)的下侧固定设有第二下料管(60),所述底板(33)的另一端上侧放置有第二收集筒(61),所述第二收集筒(61)位于第二下料管(60)的下方。

10.一种甲瓦龙酸提取方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1:陶瓷膜除菌除杂,将发酵液通过陶瓷膜过滤器进行过滤处理,在此过程中,陶瓷膜可以有效拦截料液中的固体颗粒和微生物,液体部分通过陶瓷膜并被收集;过滤完成后,为了回收残渣中可能残留的甲瓦龙酸,可以在陶瓷膜的上部注入纯水,对残渣进行清洗,收集清洗滤液;为了确保甲瓦龙酸的高回收率,重复清洗两次,将两次清洗所得的过滤液与初始过滤收集的液体合并;

S2:浓缩,将过滤液转移至旋转蒸发仪中,旋转蒸发仪上设定加热温度为 $55\sim 60^{\circ}\text{C}$,以及减压条件为 0.1MPa ,启动旋转蒸发仪进行浓缩;当过滤液体积浓缩到原来的 $1/2\sim 1/3$ 时,关闭旋转蒸发仪,结束浓缩过程;

S3:调酸,在搅拌条件下,缓慢地向浓缩液中加入浓硫酸;在加入浓硫酸的同时,使用pH计监测浓缩液的pH值,确保pH值调节至2以下;在达到目标pH值后,继续搅拌浓缩液1h,以确保酸化过程充分进行,使得甲瓦龙酸完全转化为其酸性形式,即使甲瓦龙酸的羧基($-\text{COO}^-$)质子化,形成甲瓦龙酸的自由酸形式($-\text{COOH}$);酸性形式的甲瓦龙酸更容易在有机溶剂中溶解,从而可以通过萃取过程与水相分离;

S4:萃取,向酸化后的料液中加入乙酸乙酯(EA),其体积应为料液体积的三倍;加入乙酸乙酯后,通过机械搅拌或其他适当的混合手段,确保乙酸乙酯与料液之间的充分混合,以

促进甲瓦龙酸从水相向有机相的转移;混合操作完成后,将溶液静置15min,以便有机层和水层自然分离,由于乙酸乙酯与水的不相混溶性,甲瓦龙酸将主要溶解于有机层中;在分层明显后,收集上层的有机层,该层富含甲瓦龙酸;为了进一步提升甲瓦龙酸的回收效率,将下层的水相再次与相当于其体积三倍的乙酸乙酯混合,并重复上述的混匀、静置分液以及有机层收集的操作;最终,将两次萃取过程中收集的有机层液体合并,得到富含甲瓦龙酸的有机溶液;

S5:EA除水,将通过前述萃取操作所收集的有机层,即乙酸乙酯层,合并到一起,里面含有从水相中成功萃取出的甲瓦龙酸;随后,向合并后的有机层中引入适量的无水硫酸钠,作为干燥剂以去除有机溶剂中的水分;为了确保无水硫酸钠与有机层之间的均匀混合,促进水分的充分吸收,通过机械搅拌的方式对混合物进行搅拌,持续时间为30min;

S6:EA浓缩,将经过除水处理的乙酸乙酯(EA)溶液置于旋转蒸发仪内;

初始阶段,设备设定在40~45℃的温度区间内以及0.1MPa的减压条件下进行溶剂的浓缩操作;在此温度下,乙酸乙酯的溶剂蒸汽将被冷凝并回收,直至观察到无冷凝现象发生,即表明没有更多的溶剂蒸汽被冷凝回收;随后,逐步提高设备的工作温度至60~65℃,以促进残留水分及低沸点杂质的进一步蒸发,确保这些不需要的物质被有效去除;继续进行浓缩操作,直至再次观察不到冷凝现象,这表明大部分乙酸乙酯溶剂已被回收,同时水分和低沸点杂质也已被彻底清除;

S7:减压蒸馏除低沸;将经过乙酸乙酯(EA)浓缩处理的液体原料转移至油浴锅中,以便进行减压蒸馏操作;通过使用真空泵,创建一个减压环境,将系统内的压力降至约300Pa;在减压条件下,以90℃的温度启动蒸馏过程,主要目的是去除具有低沸点的杂质;该蒸馏过程持续进行10~30min,具体持续时间依据料液沸腾情况而定,通过观察沸腾现象来判断低沸点杂质是否仍然存在;一旦沸腾现象消失,表明大部分低沸点杂质已经被去除;在确认低沸点杂质已经清除之后,逐步将油浴锅的温度提升至135~140℃,以便收集前馏分;前馏分是含有甲瓦龙酸的最早蒸发部分,是甲瓦龙酸纯化过程中的关键收集物;

S8:减压蒸馏、分段收集产品,将油浴锅的温度调节至135~140℃的范围,在达到设定温度后,开始收集蒸馏出的前馏分;前馏分主要包含易于挥发的杂质,通常不含有目标产品甲瓦龙酸;完成前馏分的收集后,更换新的收集容器以继续进行减压蒸馏,并分段收集高纯度的甲瓦龙酸产品;在整个收集过程中,维持蒸馏液的流出速度,控制在大约每秒1滴,以确保收集到的产品具有高纯度和良好的均匀性;在蒸馏过程中,若观察到出料速度减缓,可以适当提升温度,每次增幅为5摄氏度,直至目标产品甲瓦龙酸得到完全蒸馏;本发明从前馏分到蒸馏结束,总共收集并测试5段产品;

S9:保存,对分段收集到的产品样品进行纯度检测;完成纯度检测后,采取适当的措施确保产品容器得到充分密封,以防止空气中的湿气、氧气或其他潜在的污染物对产品的稳定性造成不利影响;随后,将已密封并标注的产品容器妥善存放于室温条件下的适宜环境中。

一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置及其提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及甲瓦龙酸提取技术领域,具体为一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置及其提取方法。

背景技术

[0002] 甲瓦龙酸(Mevalonic Acid,MVA),也叫甲羟戊酸,是一种油状物质,易溶于水和极性有机溶剂,其溶液呈弱酸性。在酸性条件下,甲瓦龙酸可以迅速转化为更稳定的甲瓦龙酸内酯,而这个过程在水中也可以通过开环反应逆向进行,重新生成甲瓦龙酸。在化妆品行业,甲瓦龙酸因其出色的保湿和抗衰老特性而受到重视。它有助于修复角质层损伤,抵抗衰老迹象,提供长效保湿效果,并通过形成保湿网状结构保持肌肤的柔软度,因此常被用于高端化妆品配方中。

[0003] 获取富含甲瓦龙酸的微生物发酵液的过程始于选用LB培养基作为活化培养基来活化菌种,预防杂菌污染。随后,通过一级种子培养扩大培养菌种规模,接着将这些菌种接入到经过严格灭菌的发酵罐中,使用特定配方的发酵培养基进行大规模培养。培养过程中,严格控制发酵条件。在关键的诱导阶段,当菌体光密度达到预定值时加入诱导基因表达,并在诱导期间精心管理葡萄糖浓度,以促进甲瓦龙酸的高效生成。最终,在甲瓦龙酸产量达到峰值,即可收获发酵液进行后续的提取工作。

[0004] 在甲瓦龙酸提取的过程中,需要对原料液体进行蒸馏提取,然而浓缩处理的原料液体中存在杂质,为了提高甲瓦龙酸提取的质量,从而需要对原料液体进行蒸馏分段提取处理,现有技术中,通常是将装有原料液体的蒸馏瓶放置在油浴锅内进行加热蒸馏提取,然而原料液体堆积在蒸馏瓶的底部,且原料液体与蒸馏瓶的接触面积较小,从而导致油浴锅对蒸馏瓶内的原料液体加热蒸馏的效率较低;现有技术中的甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置还存在如下缺陷:

现有技术中,通常是通过油浴锅对蒸馏瓶进行加热,蒸馏瓶再将热量通过蒸馏瓶与原料液体接触面传递到原料液体内部,从而使原料液体的下部外侧受到加热的作用,不能够使原料液体的内部与外部同时进行加热作用,导致甲瓦龙酸蒸馏提取的效率较低;

现有技术中,油浴锅内的加热丝对油浴锅内的液体进行加热,然而由于加热丝设置在锅底,且进液口设置在油浴锅上层,使得在循环加热的过程中,浴锅底部的温度高于上层的温度,且上下层之间的液体不能进行有效的置换,加热不充分,液体不同部位之间的换热效果不理想,使得恒温加热的效果变差,从而使得蒸馏瓶内的原料液体加热温度不稳定,温度存在一定的起伏;

现有技术中在对原料液体进行蒸馏分段提取处理时,先需要在减压条件下,以90℃的温度启动蒸馏过程,主要目的是去除具有低沸点的杂质;接着在低沸点杂质已经清除之后,逐步将油浴锅的温度提升至135~140℃,以便收集前馏分;最后在完成前馏分的收集后,需要更换新的收集容器以继续进行减压蒸馏,并分段收集高纯度的甲瓦龙酸产品;因此,在将原料液体进行蒸馏除杂和收集前馏分后,冷凝相关的装置内存在杂质,为了保证高

纯度的甲瓦龙酸产品需要更换新的冷凝相关的装置,操作繁琐,从而影响甲瓦龙酸提取的效率。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置及其提取方法,用于克服现有技术中的上述缺陷。

[0006] 本发明是通过以下技术方案来实现的。

[0007] 本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,包括箱体,所述箱体的内部下侧固定设有固定板,所述固定板的上侧固定设有油浴锅,所述油浴锅的内部下侧设有加热器,所述固定板的下侧安装设有电机,所述电机的输出端设有第一锥形筒,所述第一锥形筒位于油浴锅的内部,所述箱体的内部上侧安装设有第一盖板,所述第一盖板的上侧设有冷凝组件,所述第一盖板的下侧固定设有固定管,所述固定管的下端固定设有第二锥形筒,所述第二锥形筒的下部形状与第一锥形筒的内部形状对应,所述第二锥形筒位于第一锥形筒的内部,所述第二锥形筒的上部呈倒置锥形结构,所述油浴锅的内部与箱体的外部连接设有第一进料管,所述第一进料管位于油浴锅的下部一侧,所述第一进料管的内部设有第一球阀,所述箱体的上部一侧设有第二进料管,所述第二进料管的内部设有第二球阀,所述第二进料管的内端位于第一锥形筒的上方,所述箱体的外部安装设有控制面板,所述箱体的外部一侧安装设有油泵,所述油泵的一端通过管道与第二锥形筒的底部连通,所述第一锥形筒的外侧圆周阵列固定设有若干搅拌板,所述箱体的下侧固定设有底板。其中,加热器、电机、控制面板、油泵、第一球阀、第二球阀为现有技术,不加以过多的描述。油泵用于抽取第二锥形筒底部的冷凝油,从而避免第二锥形筒内冷凝油的油面盖过第一隔板底部的间隙,避免堵住油气的流通。

[0008] 进一步的技术方案,所述第一锥形筒的上端外侧固定设有第一环形板,所述第一环形板的外侧固定设有第二环形板,所述第二环形板在油浴锅的内壁中环线滑动,所述第一环形板的外侧与油浴锅的内壁滑动接触,所述第一锥形筒的上端内侧固定设有第三环形板。其中,先通过第一环形板与第二环形板配合,防止油浴锅内的油气进入到冷凝组件内,以便于能够提取到高纯度的甲瓦龙酸;再通过第三环形板堵挡液体原料,避免在第一锥形筒时液体原料在离心力的作用向沿着第一锥形筒倾斜内壁移动溢出,以便于使液体原料位于第一锥形筒内进行加热蒸馏提取。

[0009] 进一步的技术方案,所述固定管的内部与第二锥形筒的内部中间固定设有第一隔板,所述固定管的内部与第二锥形筒的内部通过第一隔板分隔设有U型腔,所述箱体的外部一侧安装设有气泵,所述油浴锅的上部一侧设有排气管,所述排气管的内部设有排气阀,所述气泵的一端与排气管连通,所述气泵的另一端与U型腔的一端连通,所述U型腔的另一端与箱体的外部连接设有排出管。其中,通过U型腔使油气在第二锥形筒内流动,再通过第二锥形筒与液体原料内部接触,从而通过油气对液体原料的内部进行加热作用,以便于对液体原料进行内外双重加热蒸馏提取作用,提高甲瓦龙酸蒸馏提取的效率。

[0010] 进一步的技术方案,所述电机的输出端外侧与油浴锅的内部之间设有密封圈,所述电机的输出端外侧与固定板内部之间设有骨架油封圈,所述箱体的上部外侧安装设有真空泵,所述真空泵与箱体内部上侧连通。其中,通过密封圈位于电机的输出端与油浴锅的下

部之间,从而避免油浴锅内的溶液顺着电机的输出端进入到电机内;再通过骨架油封圈位于电机的输出端与固定板之间,从而进一步进行密封作用。真空泵用于控制箱体内部上侧的压力大小,为现有技术,不加以过多的描述。

[0011] 进一步的技术方案,所述冷凝组件包括第一圆筒,所述第一圆筒固定在第一盖板的上侧,所述第一圆筒的内部上侧安装设有第二盖板,所述第二盖板的下侧固定设有第二圆筒,所述第二圆筒的内部中间设有第二隔板,所述第一圆筒的内部通过第二隔板分隔设有第一冷凝腔和第二冷凝腔,所述第一圆筒的内部与第二圆筒的外侧之间设有冷却装置,所述第一盖板上对称设有两个第一通孔,两个所述第一通孔分别位于第一冷凝腔和第二冷凝腔的下侧,所述第一冷凝腔的内部中间固定设有圆管,所述圆管的内部与第一通孔间接连通,所述第二圆筒的底部位于圆管下方开设孔,所述第二圆筒的底部孔与圆管的内部贯通所述第二圆筒的下侧转动设有转动板,所述转动板上圆周阵列设有若干第二通孔。其中,冷却装置为现有技术,不加以过多的描述。当转动板转动使第二通孔与第一通孔上下对应时,从而通过第二通孔使第一通孔与圆管的内部连通。

[0012] 进一步的技术方案,所述第一冷凝腔的内部设有螺旋回流管,所述螺旋回流管的上端与圆管的上端连接,所述圆管位于螺旋回流管的中间,所述螺旋回流管的下端与第一冷凝腔的内部连通,所述第一冷凝腔的内部结构与第二冷凝腔的内部连接相同。其中,圆管位于螺旋回流管的中间且冷却装置位于第二圆筒的外侧,从而使第一锥形筒内产生的气体能够先通过圆管快速向上移动进入到螺旋回流管内,再通过冷却装置对螺旋回流管进行降温作用,从而对气体进行遇冷凝结成溶液。

[0013] 进一步的技术方案,所述转动板的上侧固定设有转动杆,所述转动杆在第二盖板上转动连接,所述转动杆在第二隔板内转动连接,所述转动板的外侧圆周阵列固定设有若干第一橡胶块,所述第一圆筒的内壁下侧圆周阵列固定设有若干第二橡胶块,若干所述第一橡胶块与若干第二橡胶块挤压接触。

[0014] 进一步的技术方案,所述箱体的一侧固定设有第一收集箱,所述第一收集箱的内部固定设有第一漏斗,所述第一收集箱的下侧固定设有第一下料管,所述第一收集箱的内部与第一冷凝腔连通设有第一连接管,所述底板的一端上侧放置有第一收集筒,所述第一收集筒位于第一下料管的下方;所述箱体的另一侧固定设有第二收集箱,所述第二收集箱的内部上侧固定设有滤网,所述第二收集箱的内部下侧固定设有第二漏斗,所述第二收集箱的内部与第二冷凝腔连通设有第二连接管,所述第二收集箱的下侧固定设有第二下料管,所述底板的另一端上侧放置有第二收集筒,所述第二收集筒位于第二下料管的下方。

[0015] 进一步的技术方案,一种甲瓦龙酸提取方法,包括以下步骤:

S1:陶瓷膜除菌除杂,将发酵液通过陶瓷膜过滤器进行过滤处理,在此过程中,陶瓷膜可以有效拦截料液中的固体颗粒和微生物,液体部分通过陶瓷膜并被收集;过滤完成后,为了回收残渣中可能残留的甲瓦龙酸,可以在陶瓷膜的上部注入纯水,对残渣进行清洗,收集清洗滤液;为了确保甲瓦龙酸的高回收率,重复清洗两次,将两次清洗所得的过滤液与初始过滤收集的液体合并;

S2:浓缩,将过滤液转移至旋转蒸发仪中,旋转蒸发仪上设定加热温度为55~60℃,以及减压条件为0.1MPa,启动旋转蒸发仪进行浓缩;当过滤液体积浓缩到原来的1/2~1/3时,关闭旋转蒸发仪,结束浓缩过程;

S3:调酸,在搅拌条件下,缓慢地向浓缩液中加入浓硫酸;在加入浓硫酸的同时,使用pH计监测浓缩液的pH值,确保pH值调节至2以下;在达到目标pH值后,继续搅拌浓缩液1h,以确保酸化过程充分进行,使得甲瓦龙酸完全转化为其酸性形式,即使甲瓦龙酸的羧基(-COO-)质子化,形成甲瓦龙酸的自由酸形式(-COOH);酸性形式的甲瓦龙酸更容易在有机溶剂中溶解,从而可以通过萃取过程与水相分离;

S4:萃取,向酸化后的料液中加入乙酸乙酯(EA),其体积应为料液体积的三倍;加入乙酸乙酯后,通过机械搅拌或其他适当的混合手段,确保乙酸乙酯与料液之间的充分混合,以促进甲瓦龙酸从水相向有机相的转移;混合操作完成后,将溶液静置15min,以便有机层和水层自然分离,由于乙酸乙酯与水的不相混溶性,甲瓦龙酸将主要溶解于有机层中;在分层明显后,收集上层的有机层,该层富含甲瓦龙酸;为了进一步提升甲瓦龙酸的回收效率,将下层的水相再次与相当于其体积三倍的乙酸乙酯混合,并重复上述的混匀、静置分液以及有机层收集的操作;最终,将两次萃取过程中收集的有机层液体合并,得到富含甲瓦龙酸的有机溶液;

S5:EA除水,将通过前述萃取操作所收集的有机层,即乙酸乙酯层,合并到一起,里面含有从水相中成功萃取出的甲瓦龙酸;随后,向合并后的有机层中引入适量的无水硫酸钠,作为干燥剂以去除有机溶剂中的水分;为了确保无水硫酸钠与有机层之间的均匀混合,促进水分的充分吸收,通过机械搅拌的方式对混合物进行搅拌,持续时间为30min;

S6:EA浓缩,将经过除水处理的乙酸乙酯(EA)溶液置于旋转蒸发仪内;

初始阶段,设备设定在40~45℃的温度区间内以及0.1MPa的减压条件下进行溶剂的浓缩操作;在此温度下,乙酸乙酯的溶剂蒸汽将被冷凝并回收,直至观察到无冷凝现象发生,即表明没有更多的溶剂蒸汽被冷凝回收;随后,逐步提高设备的工作温度至60~65℃,以促进残留水分及低沸点杂质的进一步蒸发,确保这些不需要的物质被有效去除;继续进行浓缩操作,直至再次观察不到冷凝现象,这表明大部分乙酸乙酯溶剂已被回收,同时水分和低沸点杂质也已被彻底清除;

S7:减压蒸馏除低沸;将经过乙酸乙酯(EA)浓缩处理的液体原料转移至油浴锅中,以便进行减压蒸馏操作;通过使用真空泵,创建一个减压环境,将系统内的压力降至约300Pa;在减压条件下,以90℃的温度启动蒸馏过程,主要目的是去除具有低沸点的杂质;该蒸馏过程持续进行10~30min,具体持续时间依据料液沸腾情况而定,通过观察沸腾现象来判断低沸点杂质是否仍然存在;一旦沸腾现象消失,表明大部分低沸点杂质已经被去除;在确认低沸点杂质已经清除之后,逐步将油浴锅的温度提升至135~140℃,以便收集前馏分;前馏分是含有甲瓦龙酸的最早蒸发部分,是甲瓦龙酸纯化过程中的关键收集物;

S8:减压蒸馏、分段收集产品,将油浴锅的温度调节至135~140℃的范围,在达到设定温度后,开始收集蒸馏出的前馏分;前馏分主要包含易于挥发的杂质,通常不含有目标产品甲瓦龙酸;完成前馏分的收集后,更换新的收集容器以继续进行减压蒸馏,并分段收集高纯度的甲瓦龙酸产品;在整个收集过程中,维持蒸馏液的流出速度,控制在大约每秒1滴,以确保收集到的产品具有高纯度和良好的均匀性;在蒸馏过程中,若观察到出料速度减缓,可以适当提升温度,每次增幅为5摄氏度,直至目标产品甲瓦龙酸得到完全蒸馏;本发明从前馏分到蒸馏结束,总共收集并测试5段产品;

S9:保存,对分段收集到的产品样品进行纯度检测;完成纯度检测后,采取适当的

措施确保产品容器得到充分密封,以防止空气中的湿气、氧气或其他潜在的污染物对产品的稳定性造成不利影响;随后,将已密封并标注的产品容器妥善存放于室温条件下的适宜环境中。

[0016] 本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,能够先通过第二锥形筒的下部与第一锥形筒的内部锥形结构对应,从而使液体原料位于第一锥形筒与第二锥形筒之间,以便于增加液体原料与第一锥形筒内壁的接触面积,有利于提高蒸发效率;再通过第一锥形筒转动配合第一锥形筒内部的锥形结构使液体原料在离心力的作用下在第一锥形筒内壁上移动,从而使液体原料在第一锥形筒的内壁上形成薄膜,从而增大蒸发面积,进一步提高蒸发效率;最后通过第三环形板堵挡在第一锥形筒内壁上移动的液体原料溢出,以便于使液体原料始终位于第一锥形筒与第二锥形筒之间;

本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,能够在原料液体进行蒸馏除杂和收集前馏分时,使气体进入到第一冷凝腔内进行冷凝成溶液,以便于使原料液体中的杂质和前馏分分别进入到两个第一收集筒内储存;接着在原料液体进行蒸馏收集甲瓦龙酸时,工作人员操作转动杆转动带动转动板转动,转动板转动使其中一个第二通孔与位于第二冷凝腔下侧的第一通孔连通,从而使箱体内部的气体进入到第二冷凝腔内冷凝成溶液,第二冷凝腔内的溶液再通过第二连接管进入到第二收集箱内,接着通过滤网对第二收集箱内的溶液进行过滤除杂作用,以便于提取到高纯度的甲瓦龙酸;

本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,能够先通过第一锥形筒转动带动若干搅拌板转动,若干搅拌板转动对油浴锅内的溶液进行搅拌作用,从而使上下层之间的液体进行搅拌混合作用,使油浴锅内的溶液加热充分,提高恒温加热的效果,再通过第一进料管位于油浴锅的下部一侧,以便于使新加入的溶液进入到油浴锅的下部,以便于通过加热器对新加入的溶液进行快速加热作用,从而使油浴锅内上下层的溶液能够进行快速加热到同一温度下,进一步提高油浴锅恒温加热的效果;第一锥形筒转动带动第一环形板转动,第一环形板转动带动第二环形板在油浴锅内转动,从而通过第一环形板与第二环形板配合堵挡油浴锅内的油气向上移动,避免油浴锅内的油气进入到箱体内部上方;再通过油浴锅内的油气进入到U型腔内,油气在U型腔内移动,从而通过U型腔与第一锥形筒配合对液体原料内外双重加热作用,进一步提高液体原料蒸发的效率。

附图说明

[0017] 为了更清楚地说明发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0018] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明。

[0019] 图1是本发明的整体结构示意图;

图2是本发明的正视结构示意图;

图3为图2中A-A处剖视结构示意图;

图4是图3中D处的放大结构示意图;

图5是本发明的俯视结构示意图;

图6为图5中B-B处剖视结构示意图；

图7为图6中C-C处剖视结构示意图；

图8是本发明中第二圆筒39内部结构的整体结构示意图；

图中,箱体10、控制面板11、第一进料管12、第一球阀13、第二进料管14、第二球阀15、第一盖板16、固定板17、油浴锅18、加热器19、电机20、第一锥形筒21、固定管22、第二锥形筒23、第一隔板24、U型腔25、排出管26、排气管27、排气阀28、密封圈29、骨架油封圈30、气泵31、油泵32、底板33、第一环形板34、第二环形板35、第三环形板36、第一圆筒37、第二盖板38、第二圆筒39、第二隔板40、第一冷凝腔41、圆管42、螺旋回流管43、冷却装置44、转动杆45、转动板46、第一通孔47、第二通孔48、第一橡胶块49、第二橡胶块50、第一收集箱51、第一漏斗52、第一下料管53、第一收集筒54、第一连接管55、第二收集箱56、第二漏斗57、滤网58、第二连接管59、第二下料管60、第二收集筒61、搅拌板62、第二冷凝腔63、真空泵64。

具体实施方式

[0020] 下面结合图1-8对本发明进行详细说明,其中,为叙述方便,现对下文所说的方位规定如下:下文所说的上下左右前后方向与图1本身投影关系的上下左右前后方向一致。

[0021] 结合附图1-8,一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,包括箱体10,箱体10的内部下侧螺栓固定设有固定板17,固定板17的上侧螺栓固定设有油浴锅18,油浴锅18的内部下侧安装设有加热器19,固定板17的下侧安装设有电机20,电机20的输出端设有第一锥形筒21,第一锥形筒21位于油浴锅18的内部,箱体10的内部上侧安装设有第一盖板16,第一盖板16的上侧设有冷凝组件,第一盖板16的下侧焊接固定设有固定管22,固定管22的下端焊接固定设有第二锥形筒23,第二锥形筒23的下部形状与第一锥形筒21的内部形状对应,第二锥形筒23位于第一锥形筒21的内部,第二锥形筒23的上部呈倒置锥形结构,油浴锅18的内部与箱体10的外部连接设有第一进料管12,第一进料管12的内部安装设有第一球阀13,箱体10的上部一侧设有第二进料管14,第二进料管14的内部安装设有第二球阀15,第二进料管14的内端位于第一锥形筒21的上方,箱体10的外部安装设有控制面板11,箱体10的外部一侧安装设有油泵32,油泵32的一端通过管道与第二锥形筒23的底部连通,第一锥形筒21的外侧圆周阵列焊接固定设有若干搅拌板62,箱体10的下侧焊接固定设有底板33。

[0022] 优选的,第一锥形筒21的上端外侧焊接固定设有第一环形板34,第一环形板34的外侧焊接固定设有第二环形板35,第二环形板35在油浴锅18的内壁中环线滑动,第一环形板34的外侧与油浴锅18的内壁滑动接触,第一锥形筒21的上端内侧焊接固定设有第三环形板36。

[0023] 优选的,固定管22的内部与第二锥形筒23的内部中间焊接固定设有第一隔板24,固定管22的内部与第二锥形筒23的内部通过第一隔板24分隔设有U型腔25,箱体10的外部一侧安装设有气泵31,油浴锅18的上部一侧设有排气管27,排气管27的内部安装设有排气阀28,气泵31的一端与排气管27连通,气泵31的另一端与U型腔25的一端连通,U型腔25的另一端与箱体10的外部连接设有排出管26。

[0024] 优选的,电机20的输出端外侧与油浴锅18的内部之间设有密封圈29,电机20的输出端外侧与固定板17内部之间设有骨架油封圈30,箱体10的上部外侧安装设有真空泵64,真空泵64与箱体10内部上侧连通。

[0025] 优选的,冷凝组件包括第一圆筒37,第一圆筒37固定在第一盖板16的上侧,第一圆筒37的内部上侧安装设有第二盖板38,第二盖板38的下侧焊接固定设有第二圆筒39,第二圆筒39的内部中间焊接固定设有第二隔板40,第二圆筒39的内部通过第二隔板40分隔设有第一冷凝腔41和第二冷凝腔63,第一圆筒37的内部与第二圆筒39的外侧之间设有冷却装置44,第一盖板16上对称设有两个第一通孔47,两个第一通孔47分别位于第一冷凝腔41和第二冷凝腔63的下侧,第一冷凝腔41的内部中间固定设有圆管42,圆管42的内部与第一通孔47间接连通,第二圆筒39的底部位于圆管42下方开设孔,第二圆筒39上的孔与圆管42的内部贯通,第二圆筒39的下侧转动设有转动板46,转动板46上圆周阵列设有若干第二通孔48。其中,转动板46转动使第二通孔48与第一通孔47上下对应时,从而通过第二通孔48使第一通孔47与圆管42的内部连通。

[0026] 优选的,第一冷凝腔41的内部设有螺旋回流管43,螺旋回流管43的上端与圆管42的上端连接,圆管42位于螺旋回流管43的中间,螺旋回流管43的下端与第一冷凝腔41的内部连通,第一冷凝腔41的内部结构与第二冷凝腔63的内部结构相同。

[0027] 优选的,转动板46的上侧固定设有转动杆45,转动杆45在第二盖板38上转动连接,转动杆45在第二隔板40内转动连接,转动板46的外侧圆周阵列固定设有若干第一橡胶块49,第一圆筒37的内壁下侧圆周阵列固定设有若干第二橡胶块50,若干第一橡胶块49与若干第二橡胶块50挤压接触。

[0028] 优选的,箱体10的一侧固定设有第一收集箱51,第一收集箱51的内部固定设有第一漏斗52,第一收集箱51的下侧固定设有第一下料管53,第一收集箱51的内部与第一冷凝腔41连通设有第一连接管55,底板33的一端上侧放置有第一收集筒54,第一收集筒54位于第一下料管53的下方;箱体10的另一侧固定设有第二收集箱56,第二收集箱56的内部上侧固定设有滤网58,第二收集箱56的内部下侧固定设有第二漏斗57,第二收集箱56的内部与第二冷凝腔63连通设有第二连接管59,第二收集箱56的下侧固定设有第二下料管60,底板33的另一端上侧放置有第二收集筒61,第二收集筒61位于第二下料管60的下方。

[0029] 优选的,一种甲瓦龙酸提取方法,包括以下步骤:

S1:陶瓷膜除菌除杂,将发酵液通过陶瓷膜过滤器进行过滤处理,在此过程中,陶瓷膜可以有效拦截料液中的固体颗粒和微生物,液体部分通过陶瓷膜并被收集;过滤完成后,为了回收残渣中可能残留的甲瓦龙酸,可以在陶瓷膜的上部注入纯水,对残渣进行清洗,收集清洗滤液;为了确保甲瓦龙酸的高回收率,重复清洗两次,将两次清洗所得的过滤液与初始过滤收集的液体合并;

S2:浓缩,将过滤液转移至旋转蒸发仪中,旋转蒸发仪上设定加热温度为55~60℃,以及减压条件为0.1MPa,启动旋转蒸发仪进行浓缩;当过滤液体积浓缩到原来的1/2~1/3时,关闭旋转蒸发仪,结束浓缩过程;

S3:调酸,在搅拌条件下,缓慢地向浓缩液中加入浓硫酸;在加入浓硫酸的同时,使用pH计监测浓缩液的pH值,确保pH值调节至2以下;在达到目标pH值后,继续搅拌浓缩液1h,以确保酸化过程充分进行,使得甲瓦龙酸完全转化为其酸性形式,即使甲瓦龙酸的羧基(-COO-)质子化,形成甲瓦龙酸的自由酸形式(-COOH);酸性形式的甲瓦龙酸更容易在有机溶剂中溶解,从而可以通过萃取过程与水相分离;

S4:萃取,向酸化后的料液中加入乙酸乙酯(EA),其体积应为料液体积的三倍;加

入乙酸乙酯后,通过机械搅拌或其他适当的混合手段,确保乙酸乙酯与料液之间的充分混合,以促进甲瓦龙酸从水相向有机相的转移;混合操作完成后,将溶液静置15min,以便有机层和水层自然分离,由于乙酸乙酯与水的不相混溶性,甲瓦龙酸将主要溶解于有机层中;在分层明显后,收集上层的有机层,该层富含甲瓦龙酸;为了进一步提升甲瓦龙酸的回收效率,将下层的水相再次与相当于其体积三倍的乙酸乙酯混合,并重复上述的混匀、静置分液以及有机层收集的操作;最终,将两次萃取过程中收集的有机层液体合并,得到富含甲瓦龙酸的有机溶液;

S5:EA除水,将通过前述萃取操作所收集的有机层,即乙酸乙酯层,合并到一起,里面含有从水相中成功萃取出的甲瓦龙酸;随后,向合并后的有机层中引入适量的无水硫酸钠,作为干燥剂以去除有机溶剂中的水分;为了确保无水硫酸钠与有机层之间的均匀混合,促进水分的充分吸收,通过机械搅拌的方式对混合物进行搅拌,持续时间为30min;

S6:EA浓缩,将经过除水处理的乙酸乙酯(EA)溶液置于旋转蒸发仪内;

初始阶段,设备设定在40~45℃的温度区间内以及0.1MPa的减压条件下进行溶剂的浓缩操作;在此温度下,乙酸乙酯的溶剂蒸汽将被冷凝并回收,直至观察到无冷凝现象发生,即表明没有更多的溶剂蒸汽被冷凝回收;随后,逐步提高设备的工作温度至60~65℃,以促进残留水分及低沸点杂质的进一步蒸发,确保这些不需要的物质被有效去除;继续进行浓缩操作,直至再次观察不到冷凝现象,这表明大部分乙酸乙酯溶剂已被回收,同时水分和低沸点杂质也已被彻底清除;

S7:减压蒸馏除低沸;将经过乙酸乙酯(EA)浓缩处理的液体原料转移至油浴锅中,以便进行减压蒸馏操作;通过使用真空泵,创建一个减压环境,将系统内的压力降至约300Pa;在减压条件下,以90℃的温度启动蒸馏过程,主要目的是去除具有低沸点的杂质;该蒸馏过程持续进行10~30min,具体持续时间依据料液沸腾情况而定,通过观察沸腾现象来判断低沸点杂质是否仍然存在;一旦沸腾现象消失,表明大部分低沸点杂质已经被去除;在确认低沸点杂质已经清除之后,逐步将油浴锅的温度提升至135~140℃,以便收集前馏分;前馏分是含有甲瓦龙酸的最早蒸发部分,是甲瓦龙酸纯化过程中的关键收集物;

S8:减压蒸馏、分段收集产品,将油浴锅的温度调节至135~140℃的范围,在达到设定温度后,开始收集蒸馏出的前馏分;前馏分主要包含易于挥发的杂质,通常不含有目标产品甲瓦龙酸;完成前馏分的收集后,更换新的收集容器以继续进行减压蒸馏,并分段收集高纯度的甲瓦龙酸产品;在整个收集过程中,维持蒸馏液的流出速度,控制在大约每秒1滴,以确保收集到的产品具有高纯度和良好的均匀性;在蒸馏过程中,若观察到出料速度减缓,可以适当提升温度,每次增幅为5摄氏度,直至目标产品甲瓦龙酸得到完全蒸馏;本发明从前馏分到蒸馏结束,总共收集并测试5段产品;

S9:保存,对分段收集到的产品样品进行纯度检测;完成纯度检测后,采取适当的措施确保产品容器得到充分密封,以防止空气中的湿气、氧气或其他潜在的污染物对产品的稳定性造成不利影响;随后,将已密封并标注的产品容器妥善存放于室温条件下的适宜环境中。

[0030] S1:陶瓷膜除菌除杂,将发酵液通过陶瓷膜过滤器进行过滤处理,在此过程中,陶瓷膜可以有效拦截料液中的固体颗粒和微生物,液体部分通过陶瓷膜并被收集;过滤完成后,为了回收残渣中可能残留的甲瓦龙酸,可以在陶瓷膜的上部注入纯水,对残渣进行清

洗,收集清洗滤液;为了确保甲瓦龙酸的高回收率,重复清洗两次;将两次清洗所得的过滤液与初始过滤收集的液体合并。

[0031] S2:浓缩,将过滤液转移至旋转蒸发仪中,旋转蒸发仪上设定加热温度为55~60℃,以及减压条件为0.1MPa,启动旋转蒸发仪进行浓缩;当过滤液体积浓缩到原来的1/2~1/3时,关闭旋转蒸发仪,结束浓缩过程。

[0032] S3:调酸,在搅拌条件下,缓慢地向浓缩液中加入浓硫酸;在加入浓硫酸的同时,使用pH计监测浓缩液的pH值,确保pH值调节至2以下;在达到目标pH值后,继续搅拌浓缩液1h,以确保酸化过程充分进行,使得甲瓦龙酸完全转化为其酸性形式,即使甲瓦龙酸的羧基(-COO-)质子化,形成甲瓦龙酸的自由酸形式(-COOH);酸性形式的甲瓦龙酸更容易在有机溶剂中溶解,从而可以通过萃取过程与水相分离。

[0033] S4:萃取,向酸化后的料液中加入乙酸乙酯(EA),其体积应为料液体积的三倍;加入乙酸乙酯后,通过机械搅拌或其他适当的混合手段,确保乙酸乙酯与料液之间的充分混合,以促进甲瓦龙酸从水相向有机相的转移;混合操作完成后,将溶液静置15min,以便有机层和水层自然分离。由于乙酸乙酯与水的不相混溶性,甲瓦龙酸将主要溶解于有机层中;在分层明显后,收集上层的有机层,该层富含甲瓦龙酸;为了进一步提升甲瓦龙酸的回收效率,将下层的水相再次与相当于其体积三倍的乙酸乙酯混合,并重复上述的混匀、静置分液以及有机层收集的操作;最终,将两次萃取过程中收集的有机层液体合并,得到富含甲瓦龙酸的有机溶液。

[0034] S5:EA除水,将通过前述萃取操作所收集的有机层,即乙酸乙酯层,合并到一起,里面含有从水相中成功萃取出的甲瓦龙酸;随后,向合并后的有机层中引入适量的无水硫酸钠,作为干燥剂以去除有机溶剂中的水分;为了确保无水硫酸钠与有机层之间的均匀混合,促进水分的充分吸收,通过机械搅拌的方式对混合物进行搅拌,持续时间为30min。

[0035] S6:EA浓缩,将经过除水处理的乙酸乙酯(EA)溶液置于旋转蒸发仪内;

初始阶段,设备设定在40~45℃的温度区间内以及0.1MPa的减压条件下进行溶剂的浓缩操作;在此温度下,乙酸乙酯的溶剂蒸汽将被冷凝并回收,直至观察到无冷凝现象发生,即表明没有更多的溶剂蒸汽被冷凝回收;随后,逐步提高设备的工作温度至60~65℃,以促进残留水分及低沸点杂质的进一步蒸发,确保这些不需要的物质被有效去除;继续进行浓缩操作,直至再次观察不到冷凝现象,这表明大部分乙酸乙酯溶剂已被回收,同时水分和低沸点杂质也已被彻底清除。

[0036] S7:减压蒸馏除低沸;工作人员通过控制面板11控制第二球阀15打开,将经过乙酸乙酯(EA)浓缩处理的液体原料通过第二进料管14进入到箱体10内,第二进料管14的内端位于第一锥形筒21的上方,从而使液体原料下落到第一锥形筒21内;此时,工作人员操作转动杆45转动,转动杆45转动带动转动板46转动,转动板46转动通过若干第一橡胶块49与若干第二橡胶块50挤压接触,从而使转动板46在第一圆筒37内平稳移动,且在没有外力的作用下通过若干第一橡胶块49与若干第二橡胶块50挤压接触,从而对转动板46进行限位固定作用;转动板46转动使其中一个第二通孔48与位于第一冷凝腔41下侧的第一通孔47连通,从而使箱体10的内部与第一冷凝腔41内的圆管42连通;此时,第二球阀15闭合,工作人员通过控制面板11控制真空泵64启动,通过使用真空泵64,创建一个减压环境,将箱体10内部上侧的压力降至约300Pa;在减压条件下,工作人员通过控制面板11操作加热器19启动对油浴锅

18内的溶液进行加热,使油浴锅18内的溶液加热到90℃;此时电机20启动带动第一锥形筒21转动,第一锥形筒21转动通过第一锥形筒21内部的锥形结构使液体原料在离心力的作用下在第一锥形筒21内壁上移动,从而使液体原料在第一锥形筒21的内壁上形成薄膜,从而增大蒸发面积,提高蒸发效率。同时,第一锥形筒21转动带动若干搅拌板62转动,若干搅拌板62转动对油浴锅18内的溶液进行搅拌作用,从而使上下层之间的液体进行搅拌混合作用,使油浴锅18内的溶液加热充分,提高恒温加热的效果。

[0037] 此时,气泵31启动将油浴锅18内溶液沸腾产生的油气通过排气管27抽出,再进入到U型腔25内部一端,油气通过U型腔25的形状在第二锥形筒23内移动,以便于对第二锥形筒23的内部进行加热作用,接着U型腔25内的油气通过排出管26排出,从而通过U型腔25与第一锥形筒21配合对液体原料内外双重加热作用,进一步提高液体原料蒸发的效率;其中,油气在U型腔25内移动的过程中,部分油气会冷凝在第二锥形筒23内,从而使第二锥形筒23内产生冷凝油,当第二锥形筒23底部冷凝油的油面盖过第一隔板24底部的间隙,就会堵住油气的流通;此时,控制面板11操控油泵32启动,油泵32启动通过管道将第二锥形筒23底部的冷凝油排出到储存箱内,从而避免U型腔25堵塞,以便于保持油气在U型腔25内移动。液体原料蒸发的气体通过第一通孔47进入到第一冷凝腔41内的圆管42中,气体在圆管42内向上移动;接着,气体进入到螺旋回流管43内,此时冷却装置44启动对第二圆筒39的内部进行降温作用,从而使进入到螺旋回流管43内的气体进行冷凝成溶液,溶液通过螺旋回流管43下落到第一冷凝腔41内,第一冷凝腔41内的溶液通过第一连接管55进入到第一收集箱51内,第一收集箱51内的溶液通过第一漏斗52集中向下移动,最后通过第一下料管53下落到第一收集筒54内储存,该部分均为低沸点的杂质,该蒸馏过程持续进行10~30min,具体持续时间依据料液沸腾情况而定,通过观察沸腾现象来判断低沸点杂质是否仍然存在。

[0038] 当沸腾现象消失,表明大部分低沸点杂质已经被去除,此时工作人员将位于底板33一端上第一收集筒54进行更换新的第一收集筒54;接着工作人员操作控制面板11提高加热器19的加热温度,从而使油浴锅18内的温度提升至135~140℃,以便通过新的第一收集筒54收集前馏分;前馏分是含有甲瓦龙酸的最早蒸发部分,是甲瓦龙酸纯化过程中的关键收集物。

[0039] S8:减压蒸馏、分段收集产品,完成前馏分的收集后,此时工作人员操作转动杆45转动,转动杆45转动带动转动板46转动,转动板46转动使其中一个第二通孔48与位于第二冷凝腔63下侧的第一通孔47连通,从而使箱体10的内部与第二冷凝腔63内的圆管42连通;第一锥形筒21内的液体原料蒸发产生的气体通过第一通孔47进入到第二冷凝腔63内的圆管42内,再进入到螺旋回流管43内;此时冷却装置44启动对第二圆筒39的内部进行降温作用,从而使进入到螺旋回流管43内的气体进行冷凝成溶液,溶液通过螺旋回流管43下落到第二冷凝腔63内,第二冷凝腔63内的溶液通过第二连接管59进入到第二收集箱56内,第二收集箱56内的溶液先通过滤网58对溶液进行过滤作用,再通过第二漏斗57使溶液集中向下移动,最后通过第二下料管60下落到第二收集筒61内储存;在整个收集过程中,维持蒸馏液的流出速度,控制在大约每秒1滴,以确保收集到的产品具有高纯度和良好的均匀性;在蒸馏过程中,若观察到出料速度减缓,可以适当提升温度,每次增幅为5摄氏度,直至目标产品甲瓦龙酸得到完全蒸馏;本发明从前馏分到蒸馏结束,总共收集并测试5段产品。

[0040] S9:保存,对分段收集到的产品样品进行纯度检测;完成纯度检测后,采取适当的

措施确保产品容器得到充分密封,以防止空气中的湿气、氧气或其他潜在的污染物对产品的稳定性造成不利影响;随后,将已密封并标注的产品容器妥善存放于室温条件下的适宜环境中。

[0041] 本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,先通过第二锥形筒23的下部与第一锥形筒21的内部锥形结构对应,从而使液体原料位于第一锥形筒21与第二锥形筒23之间,以便于增加液体原料与第一锥形筒21内壁的接触面积,有利于提高蒸发效率;再通过第一锥形筒21转动配合第一锥形筒21内部的锥形结构使液体原料在离心力的作用下在第一锥形筒21内壁上移动,从而使液体原料在第一锥形筒21的内壁上形成薄膜,从而增大蒸发面积,进一步提高蒸发效率;最后通过第三环形板36堵挡在第一锥形筒21内壁上移动的液体原料溢出,以便于使液体原料始终位于第一锥形筒21与第二锥形筒23之间。

[0042] 本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,先通过第一锥形筒21转动带动若干搅拌板62转动,若干搅拌板62转动对油浴锅18内的溶液进行搅拌作用,从而使上下层之间的液体进行搅拌混合作用,使油浴锅18内的溶液加热充分,提高恒温加热的效果,再通过第一进料管12位于油浴锅18的下部一侧,以便于使新加入的溶液进入到油浴锅18的下部,以便于通过加热器19对新加入的溶液进行快速加热作用,从而使油浴锅18内上下层的溶液能够进行快速加热到同一温度下,进一步提高油浴锅18恒温加热的效果;第一锥形筒21转动带动第一环形板34转动,第一环形板34转动带动第二环形板35在油浴锅18内转动,从而通过第一环形板34与第二环形板35配合堵挡油浴锅18内的油气向上移动,避免油浴锅18内的油气进入到箱体10内部上方;再通过油浴锅18内的油气进入到U型腔25内,油气在U型腔25内移动,从而通过U型腔25与第一锥形筒21配合对液体原料内外双重加热作用,进一步提高液体原料蒸发的效率。

[0043] 本发明的一种甲瓦龙酸制备用高效提取处理装置,在原料液体进行蒸馏除杂和收集前馏分时,使气体进入到第一冷凝腔41内进行冷凝成溶液,以便于使原料液体中的杂质和前馏分分别进入到两个第一收集筒54内储存;接着在原料液体进行蒸馏收集甲瓦龙酸时,工作人员操作转动杆45转动带动转动板46转动,转动板46转动使其中一个第二通孔48与位于第二冷凝腔63下侧的第一通孔47连通,从而使箱体10内的气体进入到第二冷凝腔63内冷凝成溶液,第二冷凝腔63内的溶液再通过第二连接管59进入到第二收集箱56内,接着通过滤网58对第二收集箱56内的溶液进行过滤除杂作用,以便于提取到高纯度的甲瓦龙酸。

[0044] 上述实施例只为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此领域技术的人士能够了解本发明内容并加以实施,并不能以此限制本发明的保护范围。凡根据本发明精神实质所作的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围内。

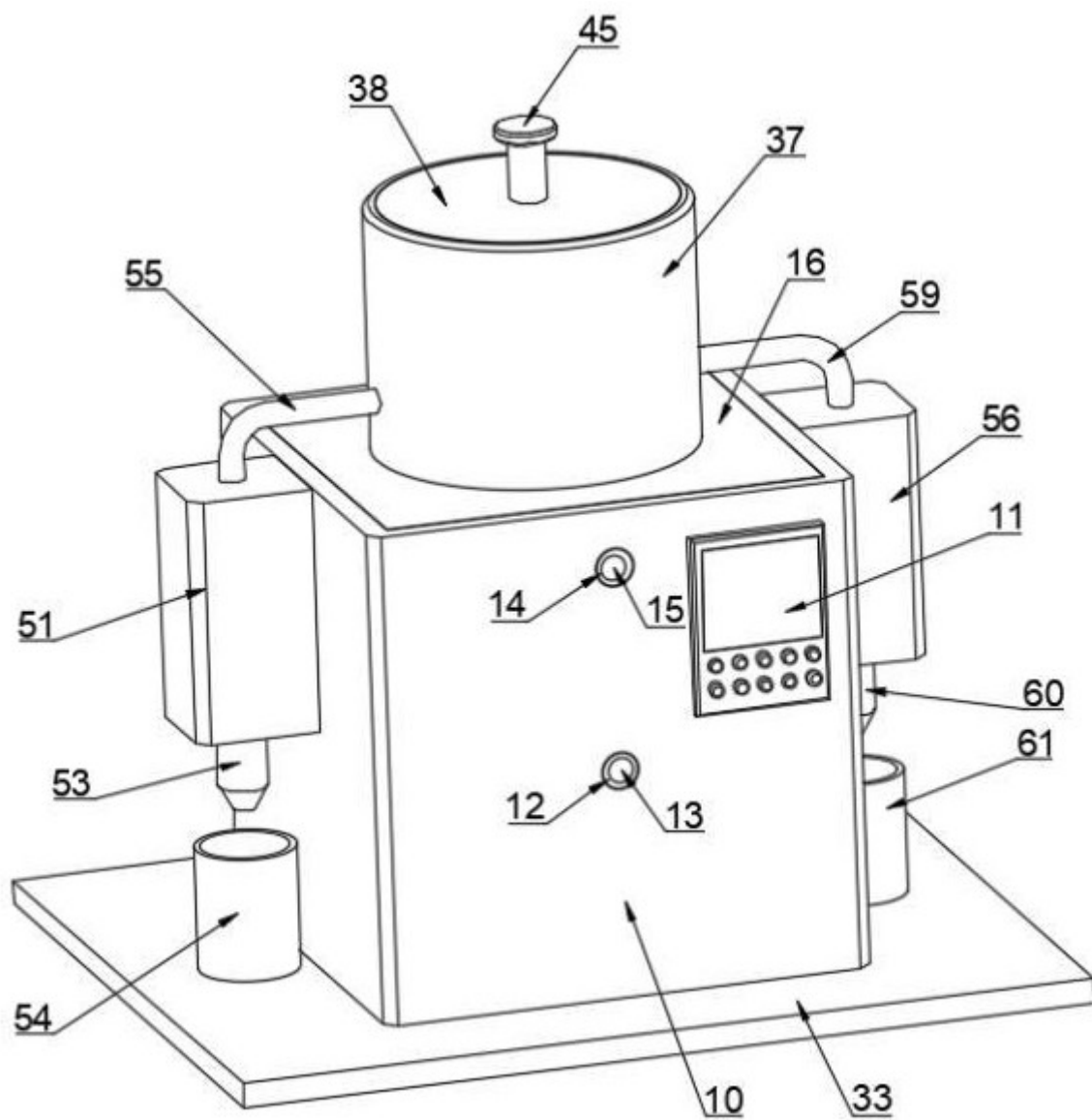


图 1

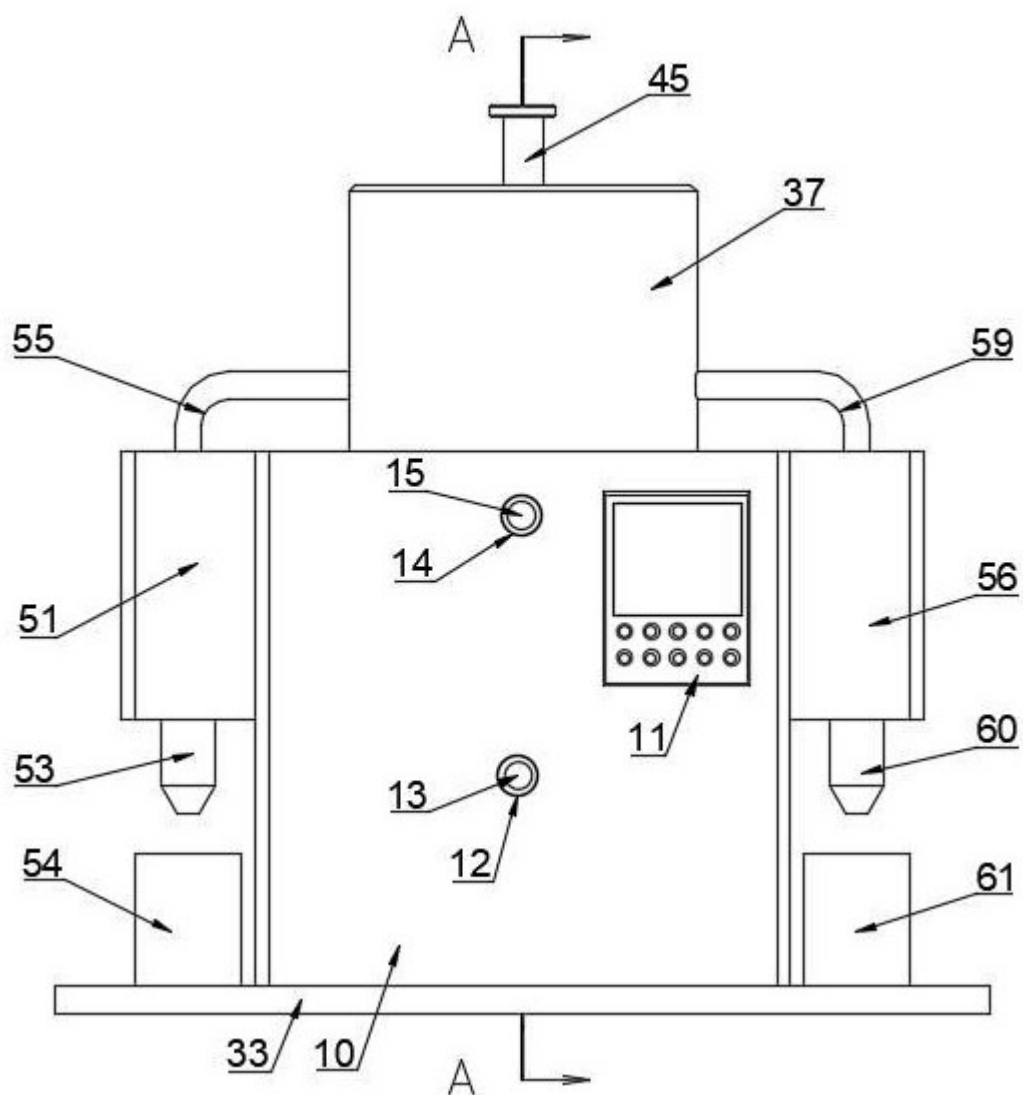


图 2

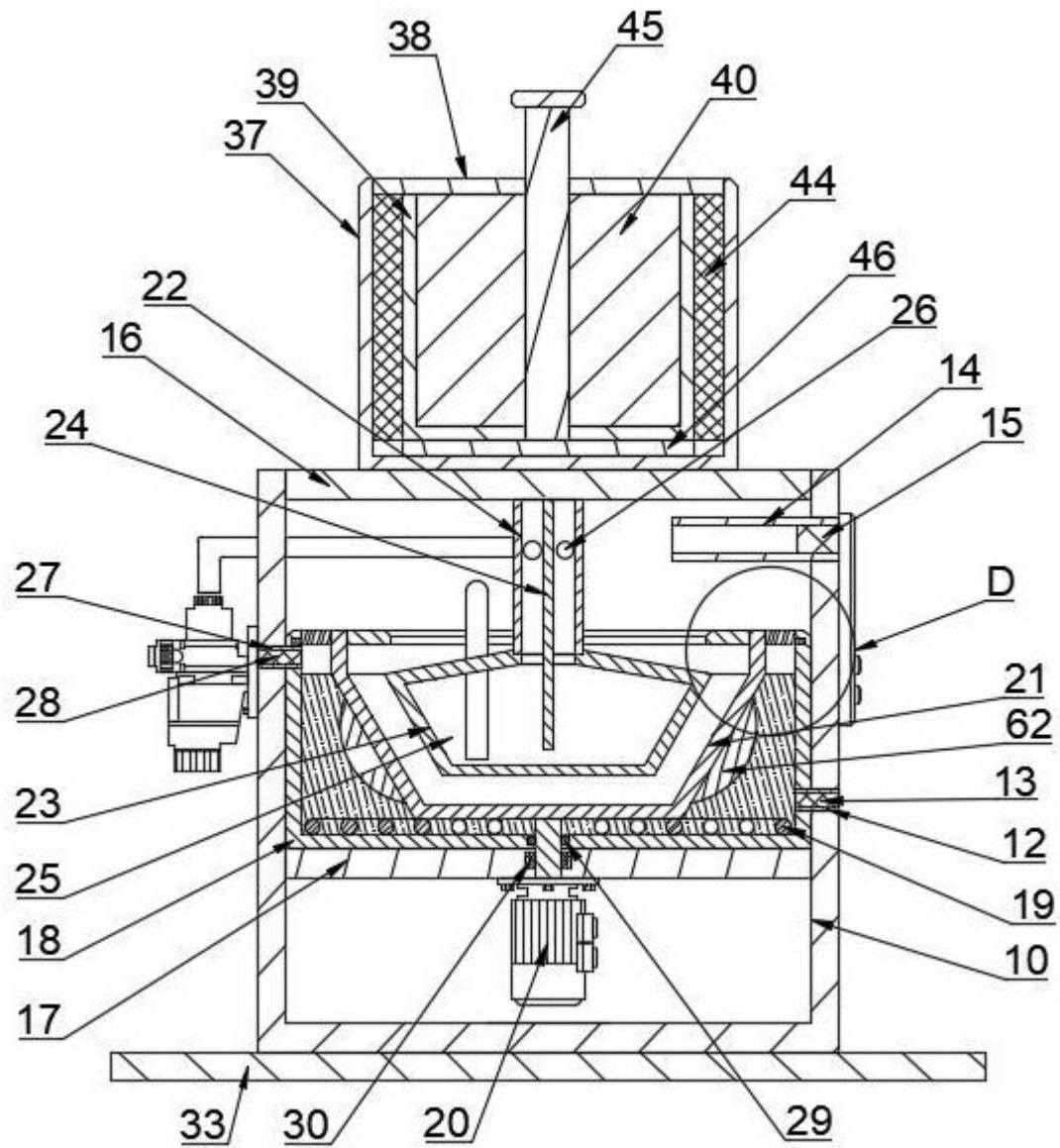


图 3

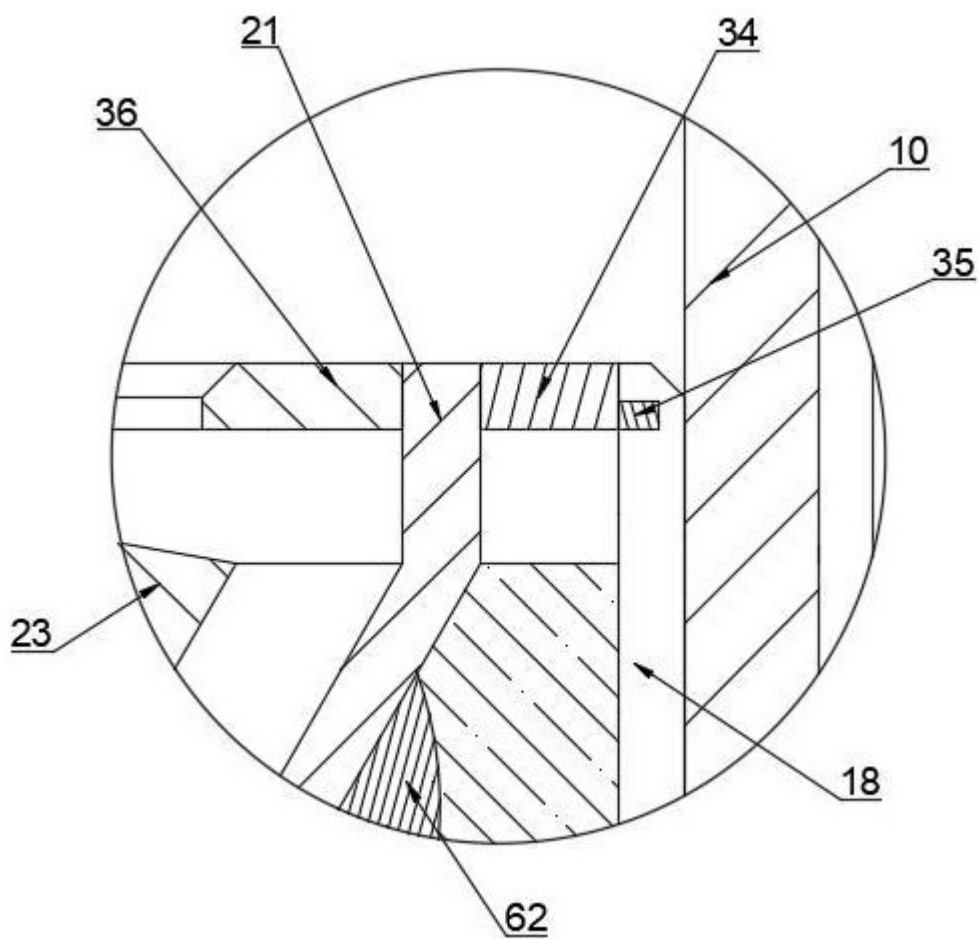


图 4

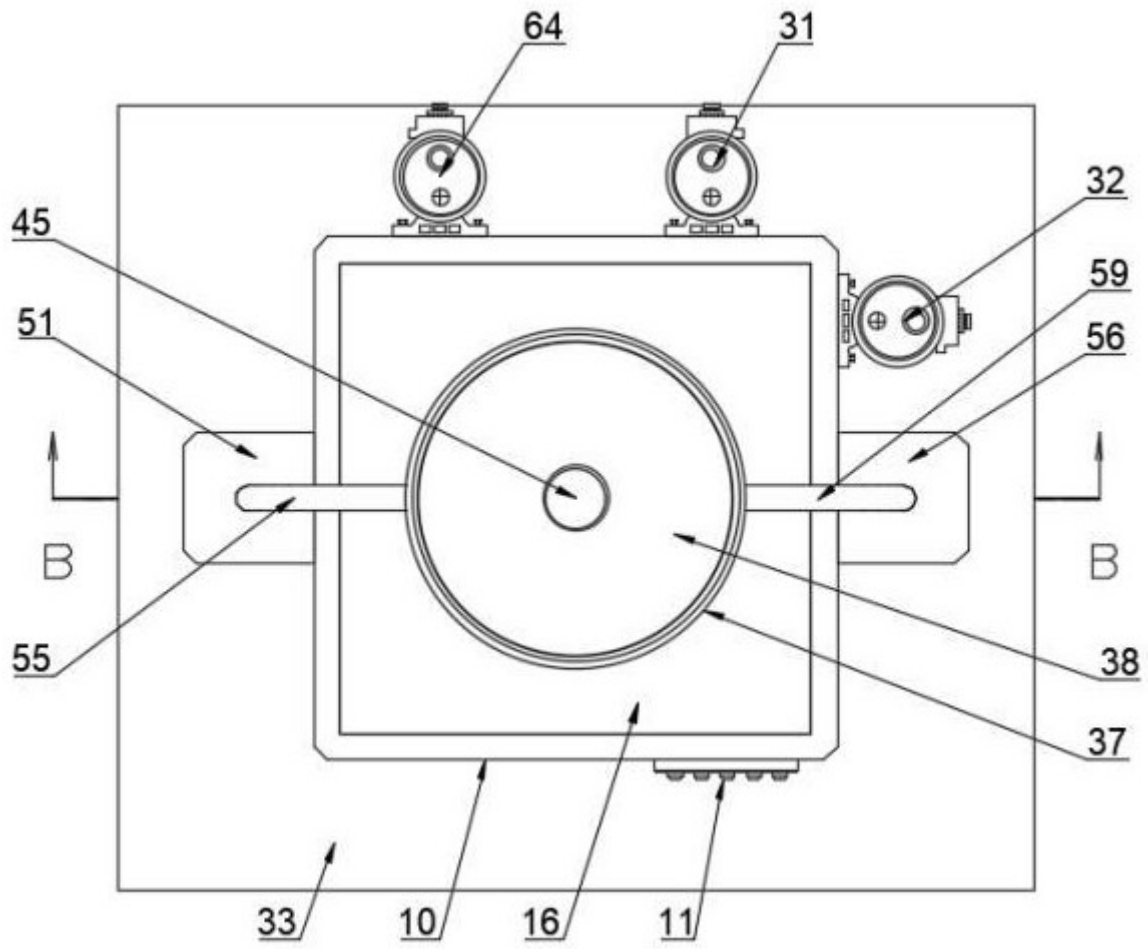


图 5

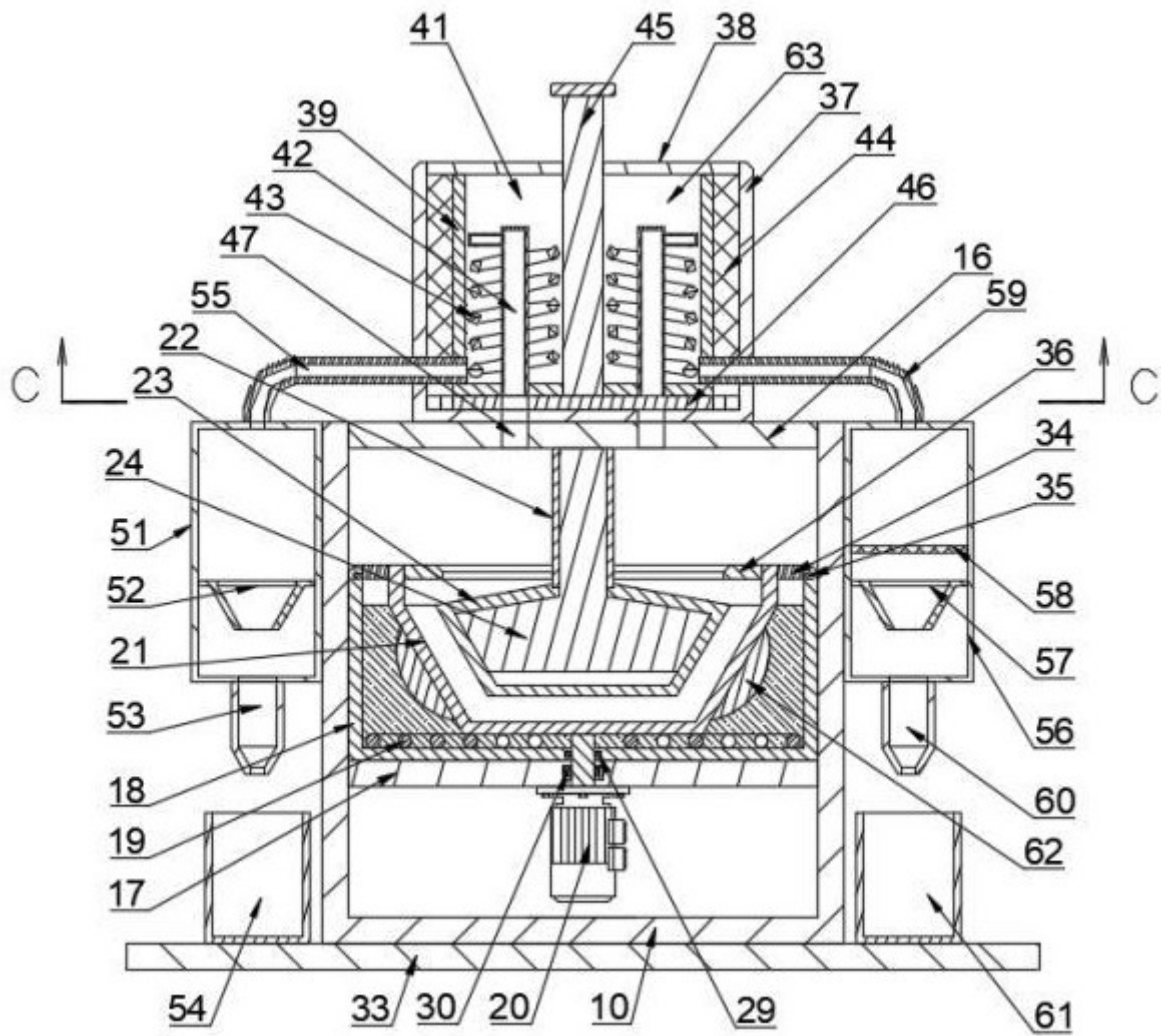


图 6

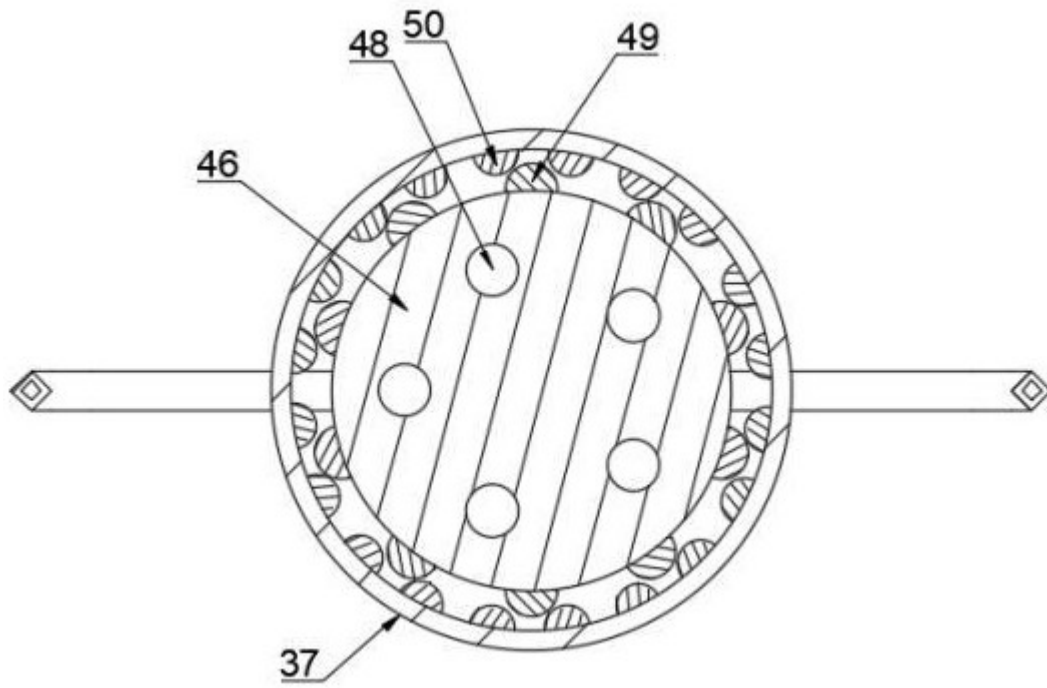


图 7

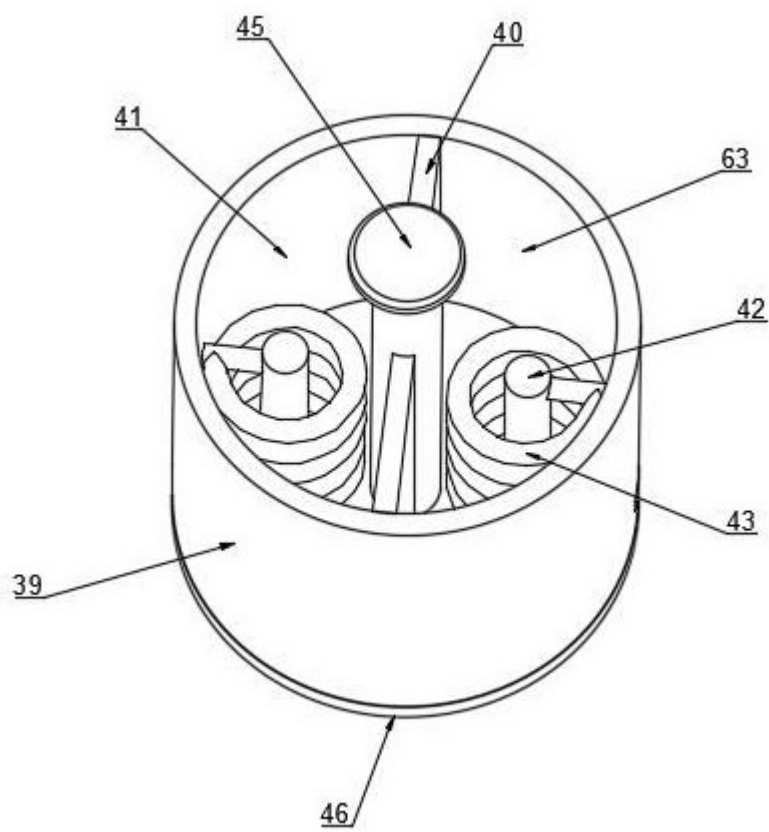


图 8