



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106365353 B

(45)授权公告日 2017.09.12

(21)申请号 201610920496.3

C07G 99/00(2009.01)

(22)申请日 2016.10.21

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106365353 A

CN 105347593 A, 2016.02.24,

CN 204346808 U, 2015.05.20,

CN 104230079 A, 2014.12.24,

JP 2004325425 A, 2004.11.18,

(43)申请公布日 2017.02.01

(73)专利权人 中国环境科学研究院

地址 100012 北京市朝阳区安外北苑大羊
坊8号中国环境科学研究院

郭瑾等. 松花江水中天然有机物的提取分离
与特性表征.《环境科学》.2005,(第05期),

王立英等. 应用XAD系列树脂分离和富集天
然水体中溶解有机质的研究进展.《地球与环
境》.2006,(第01期),

(72)发明人 白英臣 吴丰昌 吴代赦 李红
陈晨 常明 李晨

审查员 孙振军

(74)专利代理机构 北京精金石专利代理事务所
(普通合伙) 11470

代理人 刘晔

(51)Int.Cl.

C02F 9/04(2006.01)

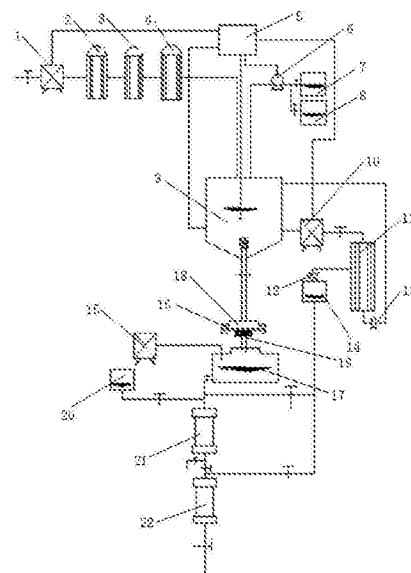
权利要求书3页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种淡水水体中溶解富里酸提取装置

(57)摘要

本发明提供了一种淡水水体中溶解富里酸提取装置,包括原水供给单元、预处理单元、反渗透浓缩单元、酸碱度调节单元、水箱、总控制系统、过滤净化单元和富里酸提取单元;本发明中反渗透浓缩单元可以将纯水和浓水分离,浓水再次进入水箱,循环浓缩,直到浓缩比合适时关闭浓缩系统;酸碱度调节单元实现浓缩后水体pH自动调节,不仅节省了劳动力,降低了生产成本,而且pH值调节的准确率比较高;过滤净化单元可将富里酸与不溶杂质分离,再通过富里酸提取单元富集浓缩纯化,获得高浓度的富里酸溶液。本发明提供一种淡水水体中溶解富里酸提取装置结构简单、自动化程度高、操作方便。



1. 一种淡水水体中溶解富里酸提取装置,包括原水供给单元、预处理单元、反渗透浓缩单元、酸碱度调节单元、水箱、总控制系统、过滤净化单元和富里酸提取单元;其特征在于,

所述原水供给单元的出口与所述预处理单元的入口连接;所述预处理单元的出口与所述水箱的入口连接;所述水箱与所述反渗透浓缩单元、酸碱度调节单元连接;所述水箱的出口与所述过滤净化单元的入口连接,所述过滤净化单元的出口与所述富里酸提取单元的入口连接;所述总控制系统与所述原水供给单元、酸碱度调节单元、反渗透浓缩单元控制连接;

所述富里酸提取单元包括碱液药剂箱、淋洗装置、吸附富集装置和离子交换装置;所述吸附富集装置的入口与所述碱液药剂箱的出口、所述淋洗装置的出口连接,吸附富集装置的出口与所述离子交换装置的入口连接,且底部设有废液排出开关;所述淋洗装置的出口与所述离子交换装置的入口连接;

所述吸附富集装置包括吸附柱和填料,所述填料设于所述吸附柱内,所述填料为XAD-8树脂、DAX-8树脂和XAD-7树脂的一种或多种;所述离子交换装置包括吸附柱和填料,所述填料设于所述吸附柱内,所述填料为氢型阳离子交换树脂;

所述过滤净化单元包括过滤器、液体储存器,所述过滤器的入口与所述水箱的出口连接,所述过滤器的出口与所述液体储存器的入口连接,所述液体储存器的出口与所述吸附富集装置的入口连接;

所述水箱采用耐酸材料,其上面设有密封盖,下端为漏斗形状,其内设有搅拌器、液位传感器和pH传感器;所述密封盖的端面设有至少5个通孔;所述水箱与所述过滤器之间的管道伸入水箱中,管道顶部为密封结构,伸入水箱管道壁设有多个孔径为50 μm 的孔,孔的最低高度控制在水箱高度的1/100-1/10处,所述伸入水箱管道外设有过滤罩,所述过滤罩的孔径为100 μm 。

2. 如权利要求1所述的淡水水体溶解富里酸提取装置,其特征在于,过滤净化单元还包括真空泵,所述真空泵与所述液体储存器连接,所述液体储存器的出口与所述吸附富集装置的入口连接;

所述过滤器包括杂质室、滤膜和砂芯,所述滤膜设于杂质室内,并由砂芯作支撑;所述滤膜的孔径取值范围是0.1-0.7 μm 。

3. 如权利要求2所述的淡水水体溶解富里酸提取装置,其特征在于,所述酸碱度调节单元中包括pH传感器、搅拌器、计量加药泵、第一酸液药剂箱和第二酸液药剂箱;所述pH传感器设于水箱中,所述第一酸液药剂箱和第二酸液药剂箱并列布置;所述计量加药泵设于第一酸液药剂箱、第二酸液药剂箱与水箱之间,计量加药泵的入口分别与第一酸液药剂箱的出口、第二酸液药剂箱的出口连接,计量加药泵的出口与水箱连接。

4. 如权利要求3所述的淡水水体溶解富里酸提取装置,其特征在于,所述反渗透浓缩单元包括反渗透单元、高压泵、第一电导率探头和第二电导率探头;其中反渗透单元包括反渗透膜和不锈钢膜壳,所述反渗透膜的孔径取值为0.1nm;

所述第一电导率探头设于所述反渗透单元浓水出口处,所述第二电导率探头设于反渗透浓缩单元的纯水出口与淋洗装置之间。

5. 如权利要求4所述的淡水水体溶解富里酸提取装置,其特征在于,所述反渗透单元设有液体进口,浓水出口和纯水出口;所述液体进口通过高压泵与水箱连接,所述浓水出口与

水箱连接,所述纯水出口与淋洗装置连接;所述反渗透单元浓水和纯水出口都设有安保阀。

6.如权利要求4所述的淡水水体溶解富里酸提取装置,其特征在于,所述原水供给单元包括自吸泵;所述预处理单元包括一级精密微滤过滤器、二级精密微滤过滤器和三级精密微滤过滤器,一级精密微滤过滤器中精密滤芯的孔径为 $5\mu\text{m}$,二级精密微滤过滤器中精密滤芯的孔径为 $1\mu\text{m}$,三级精密微滤过滤器中精密滤芯的孔径为 $0.45\mu\text{m}$;所述一级精密微滤过滤器的入口与所述自吸泵的出口连接,一级精密微滤过滤器的出口与二级精密微滤过滤器的入口连接,二级精密微滤过滤器的出口与三级精密微滤过滤器的入口连接,三级精密微滤过滤器的出口与水箱连接。

7.如权利要求6所述淡水水体溶解富里酸提取装置,其特征在于,所述总控制系统包括控制单元和触屏器,所述控制单元与触屏器连接,所述控制单元与自吸泵、液位传感器、pH传感器、计量加药泵和高压泵连接;所述pH传感器设有升降台。

8.利用权利要求1-7任一所述的淡水水体溶解富里酸提取装置进行溶解富里酸提取的方法,其特征在于,其包括如下步骤:

(1)启动总控制系统的总电源启动按钮;

(2)启动自吸泵启动按钮,自吸泵通过管道吸取原水,自吸泵前端的过滤袋对原水进行初步过滤,初步过滤后的原水通过自吸泵的增压进入预处理单元中的一级精密微滤过滤器对原水进行一次过滤,一次过滤后的原水进入二级精密微滤过滤器进行二次过滤,经二次过滤后的原水进入三级精密微滤过滤器进行三次过滤;过滤后的原水通过管道进入水箱,当水箱中的水位达到4/5水箱高度时,自吸泵停止工作;

(3)水箱中的原水经高压泵增压通过管道进入到反渗透浓缩单元,反渗透膜可对原水中的溶解盐和天然溶解有机物进行浓缩,得到纯水和浓水;经过反渗透膜的纯水直接排放到淋洗装置中进行存储,浓水循环进入水箱,当位于水箱中的溶解有机碳在线测定装置测定的溶解有机碳含量达到预设值时,停止浓缩;

(4)启动酸碱度调节单元,计量加药泵接收pH传感器信号启动酸液加入程序,从第一酸液药剂箱抽取酸液通过第一耐酸管道向水箱中注入非氧化性酸液,同时水箱中搅拌马达启动,使得酸液和浓水均匀混合,直到达到预设的pH值,计量加药泵第一道加酸液程序停止工作;

计量加药泵从第二酸液药剂箱中抽提氢氟酸,通过第二耐酸管道向水箱中注入氢氟酸,直到达到预设的氢氟酸浓度,计量加药泵和水箱搅拌马达停止工作;

(5)打开水箱的出口阀门,同时启动真空泵,通过真空泵施压,水箱中的浓水经过滤器流入液体储存器中,酸不溶杂质被滤膜截留而去除,粗提富里酸溶液通过滤膜流入液体储存器中;

(6)过滤完成后,关闭水箱的出口阀门,打开液体储存器的出口阀门,液体储存器中的液体流入吸附富集装置,富里酸被吸附在树脂上;

(7)吸附完成后,打开淋洗装置与吸附富集装置之间的开关,同时打开吸附富集装置的废液排出开关,淋洗装置中的纯水通过管道注入吸附富集装置,对吸附富集装置进行冲洗,冲洗废液直接从废液出口排出;打开淋洗装置与离子交换装置之间的开关,淋洗装置中的纯水对离子交换装置进行冲洗,去除杂质,冲洗液直接排出;

(8)冲洗完成后,关闭淋洗装置与吸附富集装置之间的开关和废液排出阀门,打开碱液

药剂箱的出口阀门,碱液药剂箱通过耐碱管道向吸附富集装置中注入碱液,被树脂吸附后的富里酸在碱液的作用下发生解吸,解吸后的溶液流经离子交换装置后排出,所排出的溶液为所需提取的富里酸溶液。

9.如权利要求8所述的淡水水体中溶解富里酸提取方法,其特征在于,所述第一耐酸管道要求能承受 10mol/L 的非氧化性酸;所述第二耐酸管道要求能承受 6mol/L 的氢氟酸;所述水箱中的混酸浓度范围为 $0.001\text{--}1\text{mol/L}$ 非氧化性强酸和 $0.1\text{--}0.5\text{mol/L}$ 氢氟酸;所述pH的预设值为 $0.5\text{--}3$;所述加药装置中的碱液为 $0.1\text{--}6\text{mol/L}$ 的强碱;所述耐碱管道要求能承受 6mol/L 的强碱。

一种淡水水体中溶解富里酸提取装置

技术领域

[0001] 本发明涉及浓缩技术领域,尤其涉及一种淡水水体中溶解富里酸提取装置。

背景技术

[0002] 溶解有机质是能通过孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜的一类天然大分子有机物混合物,它来源于动植物分泌物及其残体分解产物,组成和结构随时空和来源而变化。在淡水水体中,溶解有机质具有重要生态和环境作用。溶解有机质主要包括富里酸、腐殖酸富里酸等酸性物质以及多肽、多糖、氨基酸等小分子物质。其中,多肽、多糖、氨基酸等小分子物质,所占比例小,易于被水生生物利用而发生分解。富里酸等酸性物质分子量大,难于降解,是淡水溶解有机质中的主要成分,被广泛关注。富里酸广泛存在于各种天然水体,可在任何pH调节下可溶,迁移性强,对水体中金属离子、有机污染物迁移转化及水处理过程中消毒副产物的形成有重要影响。因此对富里酸进行研究有助于了解其对重金属及有毒有害污染物环境行为,对水处理工艺的进一步改善也有非常重要的理论价值和现实意义。淡水水体中富里酸的浓度低,一般为 $1\text{--}10\text{mg/L}$,难以分离和富集。建立淡水水体中富里酸提取方法和装置是富里酸研究的瓶颈之一。

[0003] 反渗透技术是在高于溶液渗透压的作用下,依据大分子物质不能透过半透膜而将这些物质和水分离开来。反渗透膜的膜孔径非常小,因此能够有效地去除水中的溶解盐类、胶体、微生物、有机物等。反渗透具有脱盐率高,机械强度大和使用寿命长,化学或生化耐受性强等优点。本发明利用反渗透技术初步浓缩淡水水体中富里酸。

[0004] 中国发明专利(201510586450.8:一种水体中富里酸亚组分的分级提取方法)公开了一种水体中富里酸亚组份分级提取方法,所述分级提取方法包括如下步骤:

[0005] 步骤a:水样酸化及过滤:

[0006] 用碱和酸调节水体样品 $\text{pH}=0.5\text{--}1.5$,用滤膜过滤,所得滤液标记为已滤水体样品;

[0007] 步骤b:水体富里酸的树脂吸附:

[0008] 将已滤水体样品以 $10\text{--}15$ 倍柱体积/h的流速通过树脂柱,弃去流出液;

[0009] 步骤c:富里酸亚组分分级淋洗:

[0010] 以 $5\text{--}10$ 倍柱体积/h的流速,用 $\text{pH}=2$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集 $2\text{--}50\text{ml}$ 流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的 0.5% 时,停止 $\text{pH}=2$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至 $\text{pH}=1$,搅拌 4h 后,静置 24h ,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分1;

[0011] 以 $5\text{--}10$ 倍柱体积/h的流速,用 $\text{pH}=3$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集 $2\text{--}50\text{ml}$ 流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的 0.5% 时,停止 $\text{pH}=3$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至 $\text{pH}=1$,搅拌 4h 后,静置 24h ,离心得到上清液,标记为富里

酸亚组分2;

[0012] 以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=4的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=4的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分3;

[0013] 以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=5的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=5的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分4;

[0014] 以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=6的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=6的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分5;

[0015] 以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=7的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=7的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分6;

[0016] 氮气保护下,以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=8的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=8的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分7;

[0017] 氮气保护下,以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=9的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=9的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分8;

[0018] 氮气保护下,以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=10的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=10的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至pH=1,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分9;

[0019] 氮气保护下,以5-10倍柱体积/h的流速,用pH=11的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止pH=11的焦磷酸

钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至 $\text{pH}=1$,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分10;

[0020] 氮气保护下,以5-10倍柱体积/h的流速,用 $\text{pH}=12$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止 $\text{pH}=12$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至 $\text{pH}=1$,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分11;

[0021] 氮气保护下,以5-10倍柱体积/h的流速,用 $\text{pH}=13$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗树脂柱,每收集2-50ml流出液,用特定波长紫外/可见光进行测定,流出液的紫外/可见吸光值先增大后减小,当流出液紫外/可见吸光值小于最大吸光值的0.5%时,停止 $\text{pH}=13$ 的焦磷酸钠缓冲溶液淋洗过程,合并流出液,立即酸化至 $\text{pH}=1$,搅拌4h后,静置24h,离心得到上清液,标记为富里酸亚组分12;

[0022] 步骤d:富里酸亚组分纯化:

[0023] 向富里酸亚组分1至富里酸亚组分12,共计12份溶液中,分别加入氢氟酸,使溶液中氢

[0024] 氟酸浓度为 0.3mol/L ,持续搅拌4h,并静置24h后,离心得到12份上清液,分别标记为纯化富里酸亚组分1至纯化富里酸亚组分12;

[0025] 步骤e:水体富里酸亚组分除盐及固化:

[0026] 将纯化富里酸亚组分1至纯化富里酸亚组分12,共计12份溶液分别以3-5倍柱体积/h的流速通过树脂柱,弃去流出液;

[0027] 每份纯化富里酸亚组分在树脂柱上吸附完成后,则分别用0.65倍柱体积去离子水以10-15倍柱体积/h的流速,冲洗树脂柱,弃去流出液;然后用1倍柱体积 0.1mol/L 氢氧化钠溶液和2倍柱体积去离子水以3-5倍柱体积/h的流速依次淋洗树脂柱,收集流出液;再将收集的流出液通过氢离子饱和的氢型阳离子交换树脂进行交换,最终得到的流出液即为无盐富里酸亚组分;

[0028] 依次操作,将每份纯化富里酸亚组分得到的无盐富里酸亚组分分别标记为无盐富里酸亚组分1至无盐富里酸亚组分12;

[0029] 然后再将无盐富里酸亚组分1至无盐富里酸亚组分12分别冷冻干燥,最终得到12份固态富里酸亚组分分级样品,分别标记为固态富里酸亚组分1至固态富里酸亚组分12。

[0030] 上述发明通过分级提取可以获得纯度较高的分级富里酸亚组分,便于对水体天然有机质的研究,但是此发明对富里酸的研究主要是依赖于手工操作,还没有一套完整的装置实现天然水中分离富里酸,并对富里酸进行萃取和纯化,且可实施性不佳。

发明内容

[0031] 为了实现从水中分离高纯度富里酸,本发明提供了一种淡水水体中溶解富里酸提取装置,可以有效方便地提取所需的富里酸溶液。

[0032] 为了解决上述技术问题,本发明的一种淡水水体中溶解富里酸提取装置,包括原水供给单元、预处理单元、反渗透浓缩单元、酸碱度调节单元、水箱、总控制系统、过滤净化单元和富里酸提取单元;

[0033] 所述富里酸提取单元包括碱液药剂箱、淋洗装置、吸附富集装置和离子交换装置；所述吸附富集装置的入口与所述碱液药剂箱的出口、所述淋洗装置的出口连接，吸附富集装置的出口与所述离子交换装置的入口连接，且底部设有废液排出开关；所述淋洗装置的出口与所述离子交换装置的入口连接；

[0034] 所述吸附富集装置包括吸附柱和填料，所述填料设于所述吸附柱内，所述填料为XAD-8树脂、DAX-8树脂和XAD-7树脂的一种或多种；所述离子交换装置包括吸附柱和填料，所述填料设于所述吸附柱内，所述填料为氢型阳离子交换树脂。

[0035] 优选地，过滤净化单元包括过滤器、液体储存器和真空泵，所述过滤器的入口与所述水箱的出口连接，所述过滤器的出口与所述液体储存器的入口连接；所述真空泵与所述液体储存器连接，所述液体储存器的出口与所述吸附富集装置的入口连接；

[0036] 所述过滤器包括杂质室、滤膜和砂芯，所述滤膜设于杂质室内，并由砂芯作支撑；所述滤膜的孔径取值范围是0.1-0.7 μm 。

[0037] 优选地，所述酸碱度调节单元中包括pH传感器、搅拌器、计量加药泵、第一酸液药剂箱和第二酸液药剂箱；所述pH传感器设于水箱中，所述第一酸液药剂箱和第二酸液药剂箱并列布置；所述计量加药泵设于第一酸液药剂箱、第二酸液药剂箱与水箱之间，计量加药泵的入口分别与第一酸液药剂箱的出口、第二酸液药剂箱的出口连接，计量加药泵的出口与水箱连接。

[0038] 优选地，所述反渗透浓缩单元包括反渗透单元、高压泵、第一电导率探头和第二电导率探头；其中反渗透单元包括反渗透膜和不锈钢膜壳，所述反渗透膜的孔径取值为0.1nm；

[0039] 所述第一电导率探头设于所述反渗透单元浓水出口处，第二电导率探头设于反渗透浓缩单元的纯水出口与淋洗装置之间；通过对比两个电导率探头检测数值，可以判断反渗透膜工作状态是否良好。

[0040] 优选地，所述反渗透单元设有液体进口，浓水出口和纯水出口；所述液体进口通过高压泵与水箱连接，所述浓水出口与水箱连接，所述纯水出口与淋洗装置连接；所述反渗透单元浓水和纯水出口都设有安保阀；原水浓缩过程中，反渗透单元纯水和浓水电导率差异小于预设值时，所述安保阀开启，说明此时系统无法进行反渗透浓缩。

[0041] 优选地，所述水箱采用耐酸材料，其上面设有密封盖，下端为漏斗形状，其内设有搅拌器、液位传感器和pH传感器；所述密封盖的端面设有至少5个通孔；所述水箱与所述过滤器之间的管道伸入水箱中，管道顶部为密封结构，伸入水箱管道壁设有多个孔径为50 μm 的孔，孔的最低高度控制在水箱高度的1/100-1/10处，所述伸入水箱管道外设有过滤罩，所述过滤罩的孔径为100 μm ；

[0042] 优选地，原水供给单元采用自吸泵供水，原水主要为江河湖泊及地下水等淡水水体，原水水质的浊度在1000NTU之内，溶解有机碳的取值在1000mg/l之内，电导率取值在30000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 之内；所述自吸泵的前端设有过滤袋，所述过滤袋的孔径为10 μm 。

[0043] 优选地，所述预处理单元包括一级精密微滤过滤器、二级精密微滤过滤器和三级精密微滤过滤器，一级精密微滤过滤器中精密滤芯的孔径为5 μm ，二级精密微滤过滤器中精密滤芯的孔径为1 μm ，三级精密微滤过滤器中精密滤芯的孔径为0.45 μm ；所述一级精密微滤过滤器的入口与自吸泵的出口连接，一级精密微滤过滤器的出口与二级精密微滤过滤器的

入口连接,二级精密微滤过滤器的出口与三级精密微滤过滤器的入口连接,三级精密微滤过滤器的出口与水箱连接。

[0044] 优选地,一级、二级和三级精密滤芯均采用聚丙烯滤芯,精密滤芯需要及时更换,可以避免堵塞和过多污染物聚集滋生微生物。

[0045] 优选地,所述总控制系统包括控制单元和触屏器,所述控制单元与触屏器连接,所述控制单元与自吸泵、液位传感器、pH传感器、计量加药泵、高压泵和酸碱度调节单元连接;所述pH传感器设有升降台,必要时可将pH传感器升至水箱外。

[0046] 优选地,所述水箱中设有液位传感器,其水位高度控制在水箱高度的 $1/5-4/5$ 。

[0047] 本发明提供一种利用淡水水体溶解富里酸提取装置进行富里酸提取的方法,其包括如下步骤:

[0048] (1) 启动总控制系统的总电源启动按钮;

[0049] (2) 启动自吸泵启动按钮,自吸泵通过管道吸取原水,自吸泵前端的过滤袋对原水进行初步过滤,初步过滤后的原水通过自吸泵的增压进入预处理单元中的一级精密微滤过滤器对原水进行一次过滤,一次过滤后的原水进入二级精密微滤过滤器进行二次过滤,经二次过滤后的原水进入三级精密微滤过滤器进行三次过滤;过滤后的原水通过管道进入水箱;当水箱中的水位达到 $4/5$ 水箱高度时,自吸泵停止工作;

[0050] (3) 水箱中的原水经高压泵增压通过管道进入到反渗透浓缩单元,反渗透膜可对原水中的溶解盐和天然溶解有机物进行浓缩,得到纯水和浓水;经过反渗透膜的纯水直接排放到淋洗装置进行存储,浓水循环进入水箱,当位于水箱中的溶解有机碳在线测定装置测定的溶解有机碳的含量达到预设值时,停止浓缩;反渗透膜将江河湖泊及地下水等淡水水体分离为纯水和浓水,纯水比越高,浓水含盐率和有机质浓度越高,但过高的纯水比例对反渗透膜造成伤害,因此,反渗透膜排出的纯水量与排出的浓水量的比值为 $1:9-9:1$,优选为 $1:2-2:1$;

[0051] (4) 启动酸碱度调节单元,计量加药泵接收pH传感器信号启动酸液加入程序,从第一酸液药剂箱抽取酸液通过第一耐酸管道向水箱中注入非氧化性酸液,同时水箱中搅拌马达启动,使得酸液和浓水均匀混合,直到达到预设的pH值,计量加药泵第一道加酸液程序停止工作;

[0052] 计量加药泵从第二酸液药剂箱中抽提氢氟酸,通过第二耐酸管道向水箱中注入氢氟酸,直到达到预设的氢氟酸浓度,计量加药泵和水箱搅拌马达停止工作;

[0053] (5) 打开水箱的出口阀门,同时启动真空泵,通过真空泵施压,水箱中的浓水经过滤器流入液体储存器中,酸不溶杂质被滤膜截留而去除,粗提富里酸溶液通过滤膜流入液体储存器中;

[0054] (6) 过滤完成后,关闭水箱的出口阀门,打开液体储存器的出口阀门,液体储存器中的液体流入吸附富集装置,富里酸被吸附在树脂上;

[0055] (7) 吸附完成后,打开淋洗装置与吸附富集装置之间的开关,同时打开吸附富集装置的废液排出开关,淋洗装置中的纯水通过管道注入吸附富集装置,对吸附富集装置进行冲洗,冲洗废液直接从废液出口排出;打开淋洗装置与离子交换装置之间的开关,淋洗装置中的纯水对离子交换装置进行冲洗,去除杂质,冲洗液直接排出;

[0056] (8) 冲洗完成后,关闭淋洗装置与吸附富集装置之间的开关和废液排出阀门,打开

碱液药剂箱的出口阀门,碱液药剂箱通过耐碱特殊管道向吸附富集装置中注入碱液,被树脂吸附后的富里酸在碱液的作用下发生解吸,解吸后的溶液流经离子交换装置后排出,所排出的溶液为所需提取的富里酸溶液。

[0057] 优选地,所述第一耐酸管道要求能承受10mol/L的非氧化性酸;所述第二耐酸管道要求能承受6mol/L的氢氟酸;所述水箱中的混酸浓度为0.001-1mol/L非氧化性强酸和0.1-0.5mol/L氢氟酸;所述pH的预设值为0.5-3;所述加药装置中的碱液为0.1-6mol/L的强碱;所述耐碱管道要求能承受6mol/L的强碱。

[0058] 优选地,反渗透单元纯水的排出管道上设有调速阀,所述反渗透单元与所述水箱连接的管道上设有调速阀,反渗透膜排出的纯水量与排出的浓水量的比值为1:9-9:1。

[0059] 优选地,反渗透膜不可干燥存储,必须保证膜壳中有水,若设备因故闲置超过70h,应将反渗透膜浸泡于干净的水中,若长期闲置须按反渗透膜要求存储方式封存。

[0060] 优选地,总控制系统采用低压配电,供配电设备的电压等级为220VAC,且设低压配电柜,向工艺系统动力设备供电;控制系统中的电源开关与电控柜门联锁保护,可以达到防尘、散热快且易于安装的效果。

[0061] 优选地,所述高压泵的前端设有压力表和安保阀,原水浓缩过程中,所述高压泵前压力大于预设值时,所述安保阀开启,避免高压泵损坏和管道爆裂现象。

[0062] 优选地,所述自吸泵的前端设有安全阀,所述水箱中设有液位传感器,其水位在水箱4/5水箱体积时,所述安全阀开启,自吸泵停止运转,避免水箱水位过高。

[0063] 与现有技术相比本发明产生的有益效果是:

[0064] (1) 本发明提供一种淡水水体中溶解富里酸提取装置结构简单、自动化程度高、操作方便,可以方便有效地将富里酸与其它杂质分离,提取大量的富里酸,为富里酸研究和应用提供样品保障;

[0065] (2) 本发明中的一级精密滤芯孔径设置为5 μ m,二级精密滤芯孔径为1 μ m,三级精密滤芯孔径为0.45 μ m,更有效地滤除了水中较大颗粒的悬浮物等杂质,避免了颗粒杂物对膜造成的划伤、堵塞和高压冲击;

[0066] (3) 酸碱度调节单元调节pH值的整个过程是全自动的,节省了劳动力,降低了生产成本,调制的pH值的准确率高;第一酸液药剂箱和第二酸液药剂箱共用一个计量加药泵,降低了生产成本;

[0067] (4) 反渗透浓缩单元中反渗透单元中排出的纯水量与排出的浓水量的比值为2:1-1:2,进而可以避免纯水流出量过大或过小对膜造成的伤害或设备效率降低;

[0068] (5) 水箱的底部为漏斗形状,且伸入水箱的管道外设有过滤罩,不仅有利于浓水的流出,也更有利于沉淀浓水中的杂质;酸碱度调节完成后,浓水通过滤膜过滤,可以去除浓水中的腐殖酸等酸不溶杂质;吸附富集装置中树脂进一步去除浓水中的杂质。

附图说明

[0069] 图1是本发明一种淡水水体中溶解富里酸提取装置结构示意图。

具体实施方式

[0070] 下面结合附图,对本发明的具体实施方式作详细的说明。

[0071] 参图1所示,图1是本发明淡水水体中溶解富里酸提取装置的结构示意图。本发明提供的淡水水体中溶解富里酸提取装置,包括原水供给单元、预处理单元、反渗透浓缩单元、酸碱度调节单元、水箱9、总控制系统5、过滤净化单元和富里酸提取单元;其中原水供给单元主要包括自吸泵1;预处理单元包括一级精密微滤过滤器2、二级精密微滤过滤器3、三级精密微滤过滤器4;反渗透浓缩单元包括反渗透单元11、高压泵10和溶解有机碳在线监测设备,其中反渗透单元11包括反渗透膜和不锈钢膜壳;酸碱度调节单元包括pH传感器、计量加药泵6、第一酸液药剂箱7和第二酸液药剂箱8;过滤净化单元包括液体储存器17、过滤器、真空泵15,其中过滤器包括杂质室18、滤膜16和砂芯19,滤膜16位于杂质室18内,且由砂芯19支撑;富里酸提取单元包括淋洗装置14、碱液药剂箱20、吸附富集装置21和离子交换装置22;总控制系统5主要采用自动控制,其中的集控操作在控制柜中统一进行,可使整个系统实现自动控制操作和手动操作。

[0072] 其中,一级精密微滤过滤器2的入口与自吸泵1的出口连接,一级精密微滤过滤器2的出口与二级精密微滤过滤器3的入口连接,二级精密微滤过滤器3的出口与三级精密微滤过滤器4的入口连接,三级精密微滤过滤器4的出口与水箱9连接;pH传感器位于水箱9中,第一酸液药剂箱7和第二酸液药剂箱8并列布置,计量加药泵6设于水箱9与第一酸液药剂箱7、第二酸液药剂箱8之间,计量加药泵6的入口分别与第一酸液药剂箱7的出口、第二酸液药剂箱8的出口连接,计量加药泵6的出口与水箱9连接;反渗透单元11设有液体进口,浓水出口和纯水出口;液体进口通过高压泵10与水箱9连接,浓水出口与水箱9连接,纯水出口与淋洗装置14连接;液体储存器17的入口与过滤器出口连接,过滤器的入口与水箱9的出口连接;真空泵15的吸气口置于液体储存器17的腔体内;液体储存器17的出口与吸附富集装置的入口21连接,吸附富集装置21的入口还与碱液药剂箱20的出口、淋洗装置14的出口连接;吸附富集装置21的出口与离子交换装置22的入口连接,离子交换装置22的入口还与淋洗装置14的出口连接;总控制系统5包括控制单元和触屏器,控制单元与触屏器连接,控制单元与自吸泵1、液位传感器、pH传感器、计量加药泵6、高压泵10和真空泵15控制连接。

[0073] 本发明提供的淡水水体中溶解富里酸提取装置,其原水水源为江河湖泊及地下水等淡水水体,原水的水质要求为水质的浊度在1000NTU之内,溶解有机碳的取值在1000mg/L之内,电导率取值在30000 μ S/cm之内;自吸泵的前端设有过滤袋,过滤袋的孔径为10 μ m。

[0074] 总控制系统采用低压配电,供配电设备的电压等级为220VAC,且设低压配电柜,向工艺系统动力设备供电。另外,控制系统中配备独立操作的控制柜,以及电器开关和电气元件都集中在控制柜内,电源开关与电控柜门联锁保护,可以达到防尘、散热快且易于安装的效果。

[0075] 首先开启总电源和启动按钮,使整个系统处于工作状态,自吸泵1通过管道吸取原水,原水通过位于自吸泵前端的过滤袋进行初步过滤,过滤袋的孔径为10 μ m,经过初步过滤的原水通过自吸泵的增压进入预处理单元中的一级精密微滤过滤器2对原水进行一次过滤,经一次过滤后的原水进入二级精密微滤过滤器3进行二次过滤,经二次过滤后的原水进入三级精密微滤过滤器4进行三次过滤,其中一级精密微滤过滤器2中的滤芯孔径为5 μ m,二级精密微滤过滤器3中的滤芯孔径为1 μ m,三级精密微滤过滤器4中的滤芯孔径为0.45 μ m,由于淡水水体中颗粒悬浮物较多,三级精密微滤过滤器串联,及此种滤芯直径设置可以更好地滤除水中较大颗粒的悬浮物等杂质,提高水质,更有效地避免颗粒物杂质对膜造成的划

伤、堵塞和高压冲击。另外,精密滤芯需要及时更换,避免堵塞和过多污染物集聚滋生微生物。

[0076] 经过三级精密过滤装置过滤后的原水通过连接管道进入水箱9,水箱9中的液位传感器对水箱中的水位进行检测,当水位达到水箱体积的4/5时,液位传感器向总控制系统发送液位信号,总控制系统接收液位信号后,向自吸泵发送控制信号,使其停止工作,即停止向水箱中注水。

[0077] 所述水箱采用耐酸材料,其上面设有密封盖,下端为漏斗形状,其内设有搅拌器和pH传感器;所述密封盖的端面设有至少5个通孔。

[0078] 水箱9中的原水经过高压泵10加压进入反渗透单元11中的反渗透膜,反渗透膜可将地表水、地下水和自来水等淡水中的无机盐和溶解有机质截留,其对钠离子脱除率在96%左右,最高可达到98%;经反渗透膜的纯水直接排放到淋洗装置14中储存,在反渗透单元11与淋洗装置14连接管道上设有调速阀,可以调节纯水流出反渗透膜的速度,其速度调节范围为0-200L/h;待系统工作完毕后,可用淋洗装置14中的纯水对反渗透膜冲刷清洗;经反渗透膜的浓水经过管道回流到水箱9中,在反渗透单元11与水箱9连接管道上设有调速阀,可以调节浓水流出反渗透膜的速度,其速度调节范围为0-200L/h;纯水流出的速度和浓水流出反渗透膜的速度取值设置在适当的范围内,使反渗透膜排出的纯水量与排出的浓水量的比值为1:9-9:1,进而可以避免因纯水流出的速度过快或过慢对反渗透膜造成的伤害或设备效率降低。浓水进水水箱可以循环浓缩,如此反复,原水箱中的水越来越少,含盐量和有机质含量的浓度越来越高,当位于水箱中的溶解有机碳在线测定装置测定的溶解有机碳含量达到预设值时,停止浓缩,关闭浓缩系统。

[0079] 在原水浓缩的过程中,尽量避免浓缩比过高,浓缩比越高,含盐率和有机质浓度越高,过高的浓度会对反渗透膜造成伤害,因此,将浓水中有机质含量控制在10000mg/L以下。

[0080] 反渗透浓缩单元浓水出口处设有第一电导率探头13,反渗透单元与淋洗装置14之间设有第二电导率探头12,通过对比第一电导率探头13与第二电导率探头12检测的数值,可以判定反渗透膜是否渗漏;即如果第一电导率探头13与第二电导率探头12检测的数值相等,可以判定反渗透膜出现渗漏现象。反渗透单元浓水和纯水的出口处还设有安保阀,在原水浓缩过程中,反渗透单元浓水和纯水的电导率差异小于预设值时,安保阀开启,此时系统停止运行。

[0081] 高压泵10的前端设有安保阀,在浓缩的过程中,当水位低于水箱的1/5时,安保阀开启,高压泵10停止运转,由此可以避免高压泵空转时导致高压泵烧毁的现象;高压泵的前端还设有压力表,当高压泵前的压力大于预设值时,安保阀开启,可以避免高压泵损坏和管道爆裂现象。

[0082] 原水浓缩结束后,启动酸碱度调节单元。在总控制系统5中设置所需的pH值,其设定的pH值范围为0.5-3,pH传感器将pH值信号传递给计量加药泵6,计量加药泵启动酸液加入程序,从第一酸液药剂箱7抽取酸液通过第一耐酸管道向水箱中注入非氧化性酸液,同时水箱9中的搅拌马达启动,使得酸液和浓水均匀混合,进行pH值调节,直到pH值达到预先设置的值,计量加药泵第一道加酸液程序停止工作;计量加药泵从第二酸液药剂箱8中抽取氢氟酸,通过第二耐酸管道向水箱9中注入氢氟酸,直到达到预设的氢氟酸浓度,计量加药泵和水箱搅拌马达停止工作。

[0083] 整个pH值调节的过程为全自动的,节省了劳动力,降低了生产成本,并且调制的pH值的精确度比较高,配制的过程效率也较高。在pH调节过程中,开启搅拌器马达使搅拌器搅拌水箱9中的水,使得流入其中的酸液药剂均匀溶入水中,可避免局部的pH值偏高或偏低。

[0084] pH值调节完成后,水箱9中的浓水静置24h,由于水箱9采用耐酸材料,且其上面设有密封盖,密封盖的端面设有至少5个通孔;下端为漏斗形状,有利于浓水的输出;其内设有搅拌器和pH传感器;pH传感器设有升降台,pH值调节完成后,升降台可将pH传感器升至水面之上,避免氢氟酸侵蚀探头。

[0085] 水箱与过滤器之间的管道伸入水箱中,管道顶部为密封结构,伸入水箱管道壁设有多个孔径为50 μ m的孔,孔的最低高度控制在水箱高度的1/100-1/10处,所述伸入水箱管道外设有过滤罩,所述过滤罩的孔径为100 μ m,更有利于沉淀浓水中的腐殖酸等酸不溶杂质。

[0086] 打开水箱9的出口阀门,同时启动真空泵15,通过真空泵15施压,水箱9中的浓水经过滤器流入液体储存器17中,酸不溶杂质被滤膜16截留而去除,粗提富里酸溶液通过滤膜流入液体储存器17中。

[0087] 过滤完成后,关闭水箱9的出口阀门,打开液体储存器17的出口阀门,同时打开吸附富集装置21的废液排出开关,液体储存器17中的液体流入吸附富集装置21,富里酸被吸附在树脂上;吸附完成后,打开淋洗装置14与吸附富集装置21之间的开关,淋洗装置14中的纯水通过管道注入吸附富集装置21,对吸附富集装置21进行冲洗,冲洗废液直接从废液出口排出。打开淋洗装置14与离子交换装置22之间的开关,淋洗装置14中的纯水对离子交换装置22进行冲洗,去除杂质,冲洗液直接排出;

[0088] 冲洗完成后,关闭淋洗装置14与吸附富集装置21之间的开关和废液排出阀门,打开碱液药剂箱20的出口阀门,碱液药剂箱20通过耐碱管道向吸附富集装置21中注入碱液,被树脂吸附后的富里酸在碱液的作用下发生解吸,解吸后的溶液流入离子交换装置22,经离子交换装置中的氢型阳离子交换树脂后排出,所排出的溶液为所需提取的富里酸溶液,冷冻干燥后得淡水水体富里酸固体粉末。

[0089] 完成一个工作循环后,重新启动自吸泵,进入下一个工作循环。当水体有机质含量较低时,可以通过自吸泵1多次进水,使得水箱9中浓水溶解有机碳浓度达到预设值,再进行下一步酸碱度调节。

[0090] 溶解富里酸提取结束后,关闭水箱9与过滤器之间的阀门,将淋洗装置14中的纯水倒入水箱,启动浓缩,将浓水阀开到最大,利用纯水对膜的冲刷实现反渗透膜的清洗。反渗透膜严禁干燥储存,必须保证膜壳中有水,若因故超过70h不使用,应将反渗透膜浸泡于干净的水中,若长期闲置须按反渗透膜要求存储方式封存。淡水水体富里酸提取中所得纯水储存于淋洗装置14,为反渗透膜冲洗提供用水,成功解决了野外纯水难于获取的实际问题。

[0091] 所述过滤净化单元使用滤膜为一次性滤膜,滤膜需要能耐受0.2-0.4mol/L强酸,滤膜按要求存储及使用,但不可使用玻璃纤维滤膜等含硅滤膜。

[0092] 上文所述的一系列的详细说明仅仅是针对本发明的可行性实施方式的具体说明,它们并不是用以限制本发明的保护范围,在所述技术领域普通技术人员所具备的知识范围内,在不脱离本发明宗旨的前提下作出的各种变化均属于本发明的保护范围。

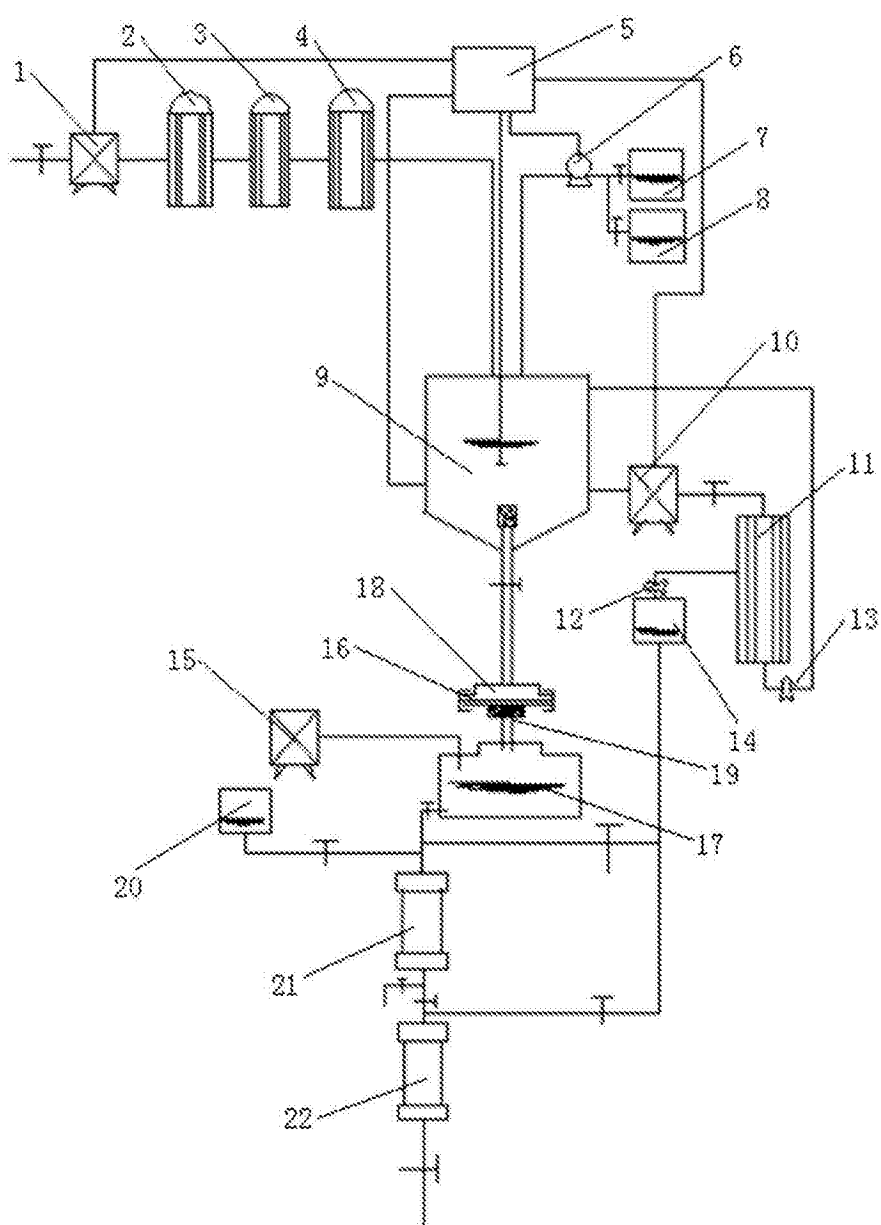


图1