



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105498290 A
(43) 申请公布日 2016. 04. 20

(21) 申请号 201510973551. 0

(22) 申请日 2015. 12. 23

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所
地址 550000 贵州省贵阳市观山湖区林城西路 99 号

(72) 发明人 安显金 肖保华 邸欣月 苏献伟
董慧 汤海明 夏雪敏

(74) 专利代理机构 嘉兴启帆专利代理事务所
(普通合伙) 33253
代理人 李伊颀

(51) Int. Cl.
B01D 17/022(2006. 01)

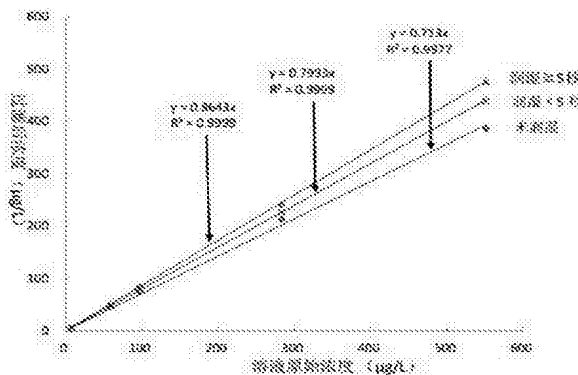
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置及分离方法

(57) 摘要

本发明公开了一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置,包括针筒注射器和过滤头,所述过滤头设于所述针筒注射器的进出口的前端,所述针筒注射器与过滤头之间为可脱卸连接;所述过滤头由外壳和滤膜组成,所述外壳的材质为聚丙烯,所述滤膜的材质为玻璃纤维;所述滤膜的孔径为 0.45 μm,所述滤膜的有效过滤面积为 3.5 ~ 4.0 cm²。上述分离装置的分离方法主要包括以下几个步骤:a. 悬浮液抽取,b. 分离装置组装,c. 过滤头润湿,d. 固液分离。本发明提供的分离装置及分离方法具有操作简单、分离效率高、分离效果好、后续分析测定的精确度高等优势。



1. 一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置,其特征在于:所述分离装置包括针筒注射器和过滤头,所述过滤头设于所述针筒注射器的进出口的前端,所述针筒注射器与过滤头之间为可脱卸连接;所述过滤头由外壳和滤膜组成,所述外壳的材质为聚丙烯,所述滤膜的材质为玻璃纤维;所述滤膜的孔径为 $0.45\mu\text{m}$,所述滤膜的有效过滤面积为 $3.5\sim 4.0\text{ cm}^2$ 。

2. 根据权利要求1所述的一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置,其特征在于:所述的玻璃纤维过滤膜主要由无机纤维玻璃棉组成。

3. 一种根据权利要求1或2所述的多环芳烃固液悬浮体系分离装置的分离方法,其特征在于,所述分离方法主要包括以下步骤:

a. 悬浮液抽取:使用针筒注射器将多环芳烃悬浮固液匀速的抽取出来,抽取过程中应避免抽到液面上层的空气;

b. 分离装置组装:将过滤头与针筒注射器前端的进出口连接,组成分离装置;

c. 过滤头润湿:将抽取在针筒注射器中的多环芳烃悬浮固液缓慢的注射到过滤头中,使液相与过滤头中的滤膜润湿 $5\sim 10$ 秒;

d. 固液分离:匀速将针筒注射器中的多环芳烃悬浮样品注射通过过滤头,完成分离,将分离后的多环芳烃液相进行进一步分析测定。

4. 根据权利要求3所述的多环芳烃固液悬浮体系分离装置的分离方法,其特征在于:所述步骤c中,过滤头的润湿时间优选为5秒,用于润湿过滤头的多环芳烃悬浮样品体积为2mL左右。

一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置及分离方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种固液分离装置和方法,更具体地说涉及一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置及分离方法。

背景技术

[0002] 随着科学研究的不断深入,固液分离技术越来越重要,常见的方法,如离心和静置等。然而,在一些固液悬浮体系(下文统称悬浮体系)中,由于反应器皿的特殊性不能用高速离心方法来处理,或者由于体系中固体物质质量较轻,难于在常规的离心和静置方法下达到固液分离,从而使此体系中液相的分离分析难于实现。

[0003] 大多数多环芳烃固液体系,都能用离心和静置来使固液分离,但其中有一部分多环芳烃固液体系,由于固体物质质量不均,例如生物炭,有浮在液相表层的,有悬浮在液体中部的,也有沉淀在液相下层的,体系轻微的晃动就会变得更加浑浊,因此常规方法对此类悬浮体系中多环芳烃的分离分析并不适用。对此体系的液相分析,先前相关的研究基本上都是采用加入第三方吸附剂,例如Tenax beads等,吸附液相中的多环芳烃,再取出经过冲洗表层的固体物质,有机溶剂提取,旋转蒸发浓缩,最后定容测定。这类多环芳烃固液悬浮体系的分离方法操作困难,而且步骤较多,尤其对疏水性强的多环芳烃来说,极容易在操作中损失,无法精确的测定原始体系中的浓度,同时对大量的样品而言操作耗时耗力。

发明内容

[0004] 为了弥补现有技术的不足,本发明目的是提供一种固液分离的装置及分离方法,主要是用于在悬浮体系中,多环芳烃的分离分析。

[0005] 本发明解决技术问题所采用的技术方案是:一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置,所述分离装置包括针筒注射器和过滤头,所述过滤头设于所述针筒注射器的进出口的前端,所述针筒注射器与过滤头之间为可脱卸连接;所述过滤头由外壳和滤膜组成,所述外壳的材质为聚丙烯,所述滤膜的材质为玻璃纤维;所述滤膜的孔径为 $0.45\mu\text{m}$,所述滤膜的有效过滤面积为 $3.5\sim 4.0\text{ cm}^2$ 。

[0006] 进一步地,所述玻璃纤维过滤膜主要由无机纤维玻璃棉组成。对于水系的过滤头,由于其滤膜的亲水性导致溶解在液相中的多环芳烃粘附在滤膜上从而容易损失部分的多环芳烃;而玻璃纤维材质的过滤膜由于其具有天然的疏水性,因此其效果较好。

[0007] 一种多环芳烃固液悬浮体系分离装置的分离方法,所述分离方法主要包括以下步骤:

a. 悬浮液抽取:使用针筒注射器将多环芳烃悬浮固液匀速的抽取出来,抽取过程中应避免抽到液面上层的空气;因为大量的空气会使溶解在液相中的多环芳烃大量的粘附在针筒中,同时会影响后续的匀速过滤过程;

b. 分离装置组装:将过滤头与针筒注射器前端的进出口连接,组成分离装置;

c. 过滤头润湿:将抽取在针筒注射器中的多环芳烃悬浮固液缓慢的注射到过滤头中,

使液相与过滤头中的滤膜润湿5~10秒;在整个分离过程中,润湿很关键,测试结果表明润湿与否对过滤的液相浓度影响很大;

d. 固液分离:匀速将针筒注射器中的多环芳烃悬浮样品注射通过过滤头,完成分离,将分离后的多环芳烃液相进行进一步分析测定。

[0008] 所述步骤c中,过滤头的润湿时间优选为5秒,用于润湿过滤头的多环芳烃悬浮样品体积为2mL左右。

[0009] 本发明的有益效果是:与现有技术相比,本发明首次将玻璃纤维过滤膜用于多环芳烃固液悬浮体系的分离分析中;采用过滤头和针筒组成过滤系统,对悬浮体系中多环芳烃的分离分析提供非常实用且准确的技术支持;该分离方法操作简单、分离效率高、分离效果好,对于疏水性强的多环芳烃来说,分离过程造成的损失很小,提高了后续分析测定的精确度。

附图说明

[0010] 图1为不同滤膜材质的过滤头对过滤后滤液中多环芳烃的浓度的影响结果。

[0011] 图2为多环芳烃菲在不同条件过滤系统时的吸附等温线。

[0012] 图3为多环芳烃芘在不同条件过滤系统时的吸附等温线。

具体实施方式

[0013] 下面结合附图和具体实施方式,进一步阐明本发明,应理解下述具体实施方式仅用于说明本发明而不用于限制本发明的范围。

实施例

[0014] 一种多环芳烃固液悬浮体系的分离装置,所述分离装置包括针筒注射器和过滤头,所述过滤头设于所述针筒注射器的进出口的前端,所述针筒注射器与过滤头之间为可脱卸连接;所述过滤头由外壳和滤膜组成,所述外壳的材质为聚丙烯;所述过滤头的滤膜材质为玻璃纤维,所述的玻璃纤维过滤膜主要由无机纤维玻璃棉组成。本实施例中研究了不同滤膜材质的过滤头对过滤后滤液中多环芳烃的浓度的影响情况,具体结果见图1。对于水系的过滤头,由于其滤膜的亲水性导致溶解在液相中的多环芳烃粘附在滤膜上从而容易损失部分的多环芳烃;而玻璃纤维材质的过滤膜由于其具有天然的疏水性,因此其效果较好。所述滤膜的孔径为 $0.45\mu\text{m}$;所述滤膜的有效过滤面积为 $3.5\sim 4.0\text{ cm}^2$,优选为 3.8 cm^2 。

[0015] 一种多环芳烃固液悬浮体系分离装置的分离方法,所述分离方法主要包括以下步骤:

a. 悬浮液抽取:使用针筒注射器将悬浮固液匀速的抽取出来,抽取过程中应避免抽到液面上层的空气;因为大量的空气会使溶解在液相中的多环芳烃大量的粘附在针筒中,同时会影响后续的匀速过滤过程;

b. 分离装置组装:将过滤头与针筒注射器前端的进出口连接,组成分离装置;

c. 过滤头润湿:将抽取在针筒注射器中的悬浮固液缓慢的注射到过滤头中,将2mL样品在2秒内注射通过过滤头,此后待液相和过滤头中的玻璃纤维滤膜再润湿3秒(共计5秒)以上;在整个分离过程中,润湿很关键,测试结果表明润湿与否对过滤的液相浓度影响很

大；

d. 固液分离：润湿完成后，再匀速将针筒注射器中的悬浮样品注射通过过滤头，完成分离，将分离后的多环芳烃液相通过高效液相色谱仪测定。

[0016] 将测定的结果通过过滤系统测定的吸附等温线换算成原始悬浮体系中液相的浓度（例如，菲、芘的吸附等温线，具体结果见图2和图3）。从分析测试结果中可知，多环芳烃的环数越多，过滤系统的吸附量会增大，这和多环芳烃的疏水性成一定的比例。

[0017] 本发明采用的分离装置及分离方法的具体性质和参数见下表1。

[0018] 表1. 悬浮体系中多环芳烃过滤系统的相关参数

系统参数	性质和数值
注射器	10mL、聚氯乙烯
过滤头外壳	聚丙烯
玻璃纤维过滤膜的组成	无机纤维玻璃棉
过滤膜的面积(mm)	25
有效过滤面积(cm ²)	3.8
过滤膜的孔径(μm)	0.45
溶液温度(°C)	22
溶液pH	7
溶液的体积(ml)	4
过滤膜润湿体积(ml)	2
润湿时间(秒)	≥ 5

以上实施方式仅用于说明本发明，而并非对本发明的限制，有关技术领域的普通技术人员，在不脱离本发明的精神和范围的情况下，还可以做出各种变化和变形，因此所有等同的技术方案也属于本发明的范畴，本发明的专利保护范围应由权利要求限定。

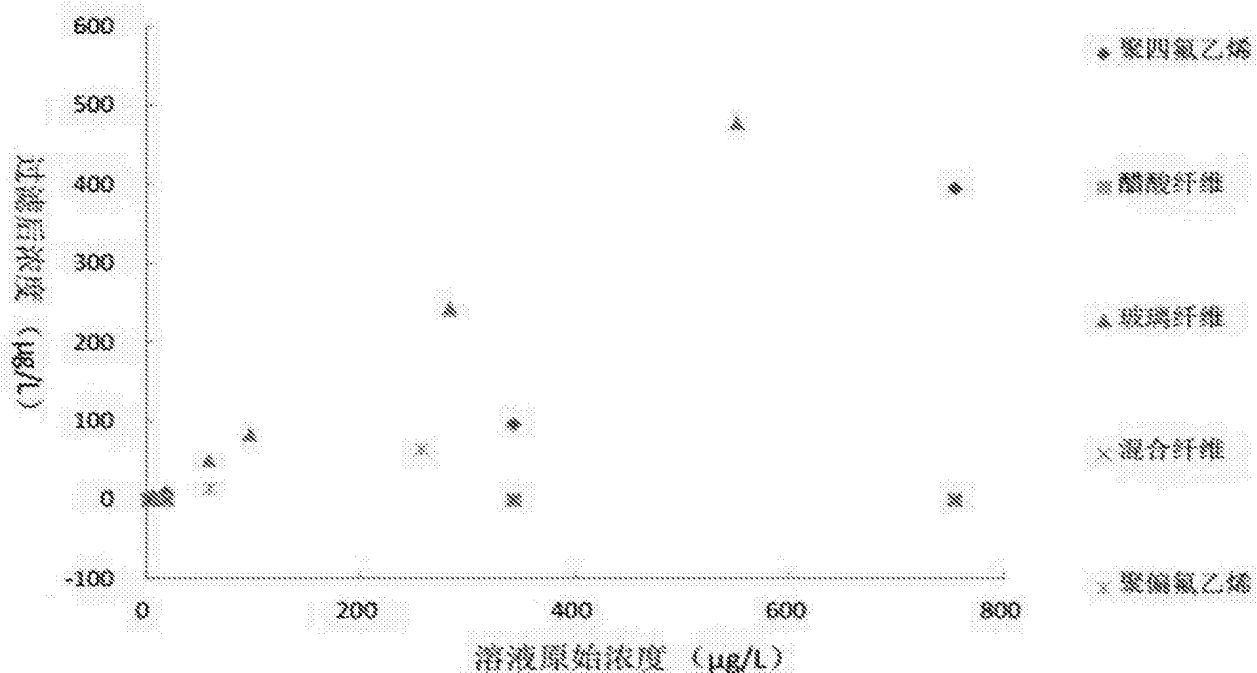


图1

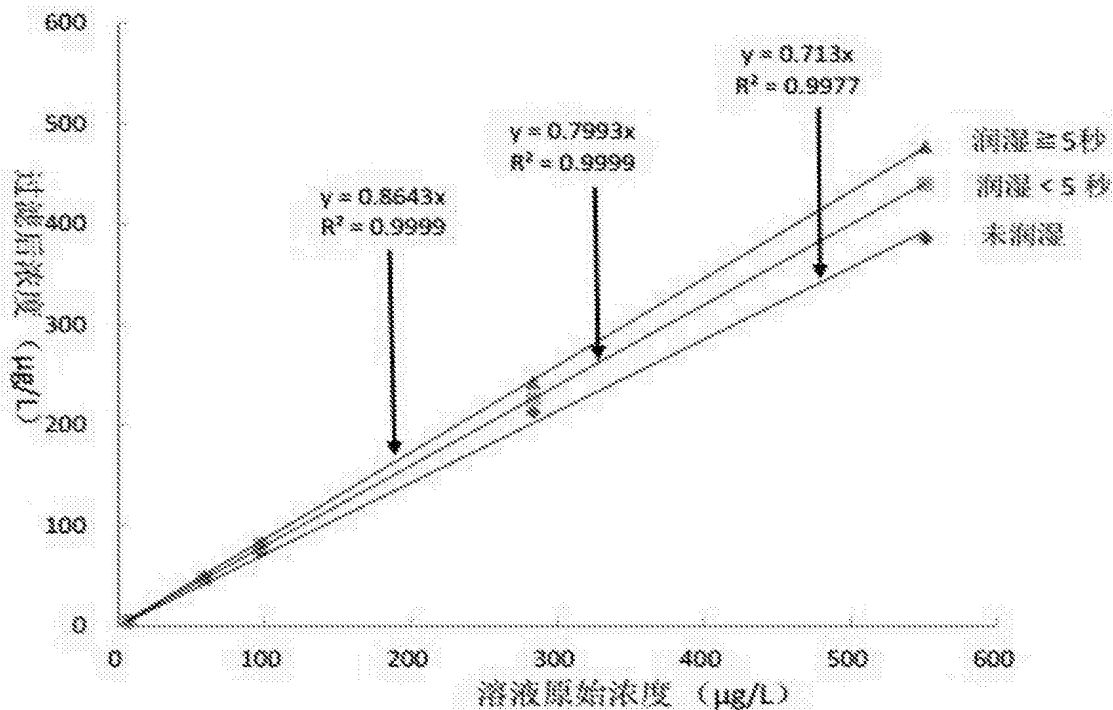


图2

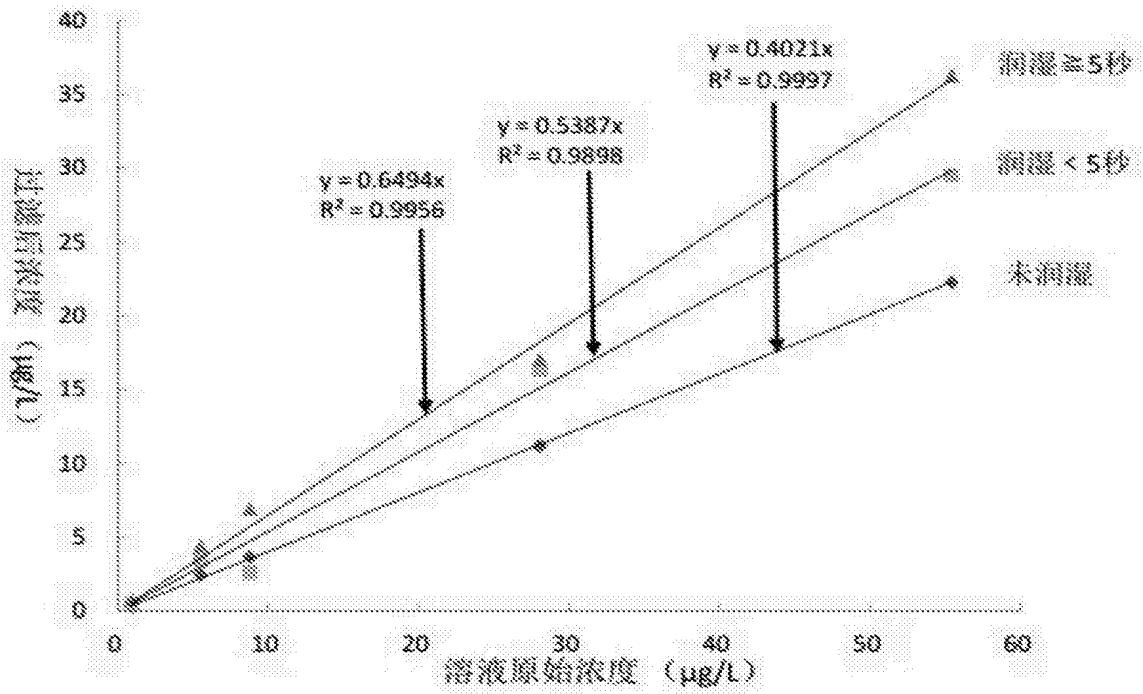


图3