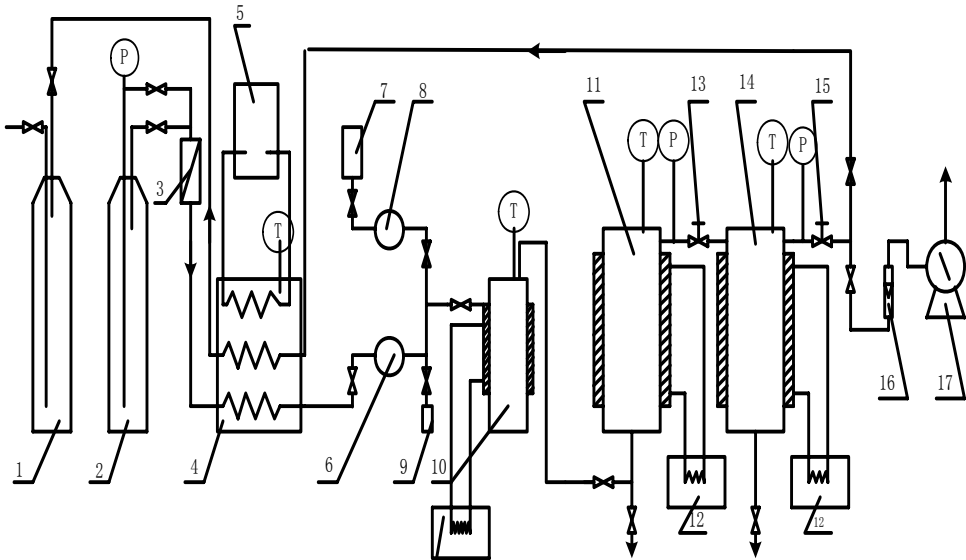


超临界CO₂络合反应分离痕量重金属的研究

一、实验原理

超临界CO₂是一种非极性物质，相对极性物质特别是无机金属离子的萃取效率很低，无实用价值，此外，由于金属离子带正电核，不能满足超临界CO₂只能萃取电中性物质的要求。因此在萃取前或萃取过程中，加入极性携带剂，如甲醇，乙醇等，来增强超临界CO₂本身的极性,同时引入合适的络合剂与金属离子产生原位络合衍生作用，使金属离子生成极性较小的配合物溶入超临界CO₂流体相中。

二、实验装置及流程



1. CO₂钢贮罐 2. CO₂钢瓶 3. 过滤器 4. 冷槽 5. 冷冻机 6. CO₂计量泵 7. 携带剂罐 8. 携带剂泵 9. 防爆阀 10. 预热罐 11. 萃取罐 12. 恒温水槽 13. 减压阀 14. 分离罐 15. 阀门 16. 转子流量计 17. 湿式气体流量计 T: 数字测温表 P: 压力表

三、实验步骤

A. 物料与络合剂的混合

称取2.0g乳酸钙样品置于表面皿上，滴加定量的络合剂，搅拌均匀至糊状，移入干净的萃取袋并放于萃取罐中，盖好压环及上堵头。

B. 开机启动

1. 启动电源的（绿色）按钮。

2. 接通制冷开关，同时接通水循环开关。

3. 开始加温，将萃取缸的加热开关接通，将控温仪调整到所需的实验温度。

4. 在冷冻机温度降到0℃左右，且萃取釜温度接近设定的要求后，进行下列操作。

5. 开始制冷的同时将CO₂气瓶通过阀门进入净化器、冷盘管和贮罐，CO₂通过泵、混合器、净化器进入萃取缸（萃取缸已装样品且关闭上堵头），等压力平衡后，打开萃取阀门4，慢慢放掉残留空气，并降低部分压力后，关闭放空阀。

6. 加压力：启动泵的绿色按钮，使高压泵工作，同时通过变频器来调节CO₂流量至要求值。当压力加到设定压力后，关闭萃取釜的进气和出气阀门，同时开始记录萃取时间。

C. 关机

当络合萃取的时间达到设定值后，开始关机。

1. 关闭阀门3后接着关闭高压变频泵，待萃取缸气压为0时，关闭加热泵开关，冷循环水开关，最后关闭电源。

2. 打开萃取釜堵头，取出物料，并烘干，待分析。

四、注意事项

1. 因重金属离子含量较低，数据的取样和测试分析应保证数据的可靠性

2. 在络合剂与金属离子形成络合物时，络合剂的加入量应过量，保证超临界萃取时金属离子都以络合物的形式存在

3. 超临界萃取装置应定期用无水乙醇清洗，以防管道堵塞