



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106621429 B

(45)授权公告日 2019.04.19

(21)申请号 201510427482.3

(22)申请日 2015.07.20

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106621429 A

(43)申请公布日 2017.05.10

(73)专利权人 中国科学院上海应用物理研究所
地址 201800 上海市嘉定区宝嘉公路2019号

(72)发明人 杨洋 窦强 付海英 王子豪
耿俊霞 李晴暖

(74)专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283
代理人 薛琦 杨东明

(51)Int.Cl.
B01D 3/02(2006.01)

(56)对比文件

US 4010937 A,1977.03.08,
CN 201144270 Y,2008.11.05,
CN 202193821 U,2012.04.18,
CN 104379781 A,2015.02.25,
JP 2014-51724 A,2014.03.20,
US 4584015 A,1986.04.22,

审查员 刘陆

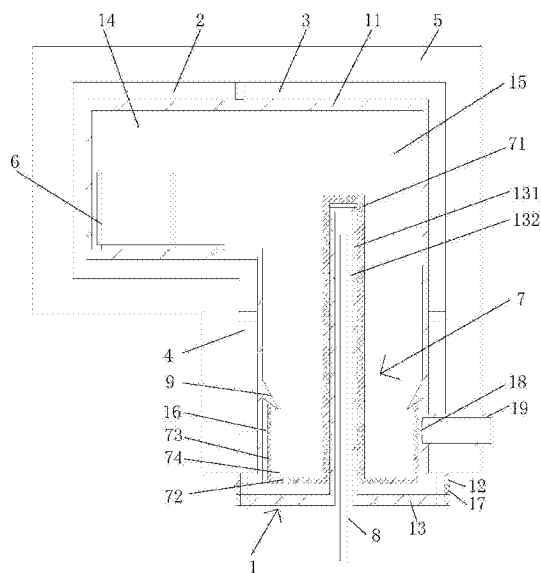
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

密闭式蒸馏熔盐的方法及蒸馏装置

(57)摘要

本发明公开了一种密闭式蒸馏熔盐的方法及蒸馏装置,本方法通过一种蒸馏装置实现,蒸馏装置包括蒸馏釜,该蒸馏釜内形成有密闭腔体,该密闭腔体的左侧端部为蒸发区,该密闭腔体的右侧端部的顶、底部分别为冷凝区和收集区。本发明由于熔盐的蒸汽压随着温度升高而增大,在密闭的条件下加热和冷却真空蒸馏釜的不同部位可以形成较大的蒸汽压梯度从而驱动熔盐蒸馏,克服了现有技术回收率低、产物分散的缺点,有效避免了熔盐对于真空系统的污染和腐蚀,提高了产物回收率。



1. 一种密闭式蒸馏熔盐的方法,其特征在于,其采用一蒸馏装置实现,该蒸馏装置包括蒸馏釜,该蒸馏釜内形成有一密闭腔体,该密闭腔体的左侧端部为蒸发区,该密闭腔体的右侧端部的顶、底部分别为冷凝区和收集区,该蒸馏装置还包括:设置于该蒸发区内的蒸发坩埚、设置于该收集区内的收集坩埚和设置于该收集坩埚内的冷却装置;

该蒸馏釜包括:

蒸馏壳体,该蒸馏壳体内设置有该蒸发坩埚,且该蒸馏壳体的形状呈“7字形”,该蒸馏壳体右侧的内壁上设置有楔形导流板,该楔形导流板的底端伸入该收集坩埚内,该蒸馏壳体的底部的一侧壁上设置有与该收集区相连通的抽气管,且该抽气管位于该楔形导流板的下方;

上法兰,从该蒸馏壳体的底部的外表面径向向外延伸;

下法兰,可拆卸地连接于该上法兰的底端并与该上法兰密封连接,且该下法兰与该上法兰、蒸馏壳体围绕形成有该密闭腔体,该下法兰上设置有该收集坩埚;

该下法兰的中部设有一法兰棒状突起,该法兰棒状突起的顶部延伸至该冷凝区内;

该收集坩埚的底部设有中空收集棒状突起,该收集棒状突起套合于该法兰棒状突起的外表面,且该收集棒状突起的底部位于该收集区内,该收集棒状突起的顶部延伸至该冷凝区内;

该方法具体包括以下步骤:

S₁、对密闭腔体抽真空,同时开启冷却装置;

S₂、加热待蒸发熔盐至熔融所需的温度;

S₃、当该密闭腔体内的真空度降低至 10^{-2}Pa - 10^{-4}Pa 时,密闭该密闭腔体并停止对该密闭腔体抽真空;

S₄、继续加热蒸发区的温度至 900°C - 1000°C 时,同时调节该冷凝区的温度低于该蒸发区的温度,通过冷却使得法兰棒状突起和收集棒状突起的温度低于 100°C ;

S₅、通过密闭腔体内的气压变化判断蒸馏进程。

2. 一种蒸馏装置,包括蒸馏釜,该蒸馏釜内形成有一密闭腔体,该密闭腔体的左侧端部为蒸发区,该密闭腔体的右侧端部的顶、底部分别为冷凝区和收集区,其特征在于,该蒸馏装置还包括:

蒸发坩埚,用于放置待蒸发熔盐,且该蒸发坩埚设置于该蒸发区内;

收集坩埚,用于收集经过蒸发并冷凝后的熔盐,该收集坩埚设置于该收集区内,且该收集坩埚的顶部延伸至该冷凝区内;

冷却装置,设置于该收集坩埚内并用于通入冷却剂降低该收集坩埚周边区域的温度;

该蒸馏釜包括:

蒸馏壳体,该蒸馏壳体内设置有该蒸发坩埚,且该蒸馏壳体的形状呈“7字形”,该蒸馏壳体右侧的内壁上设置有楔形导流板,该楔形导流板的底端伸入该收集坩埚内,该蒸馏壳体的底部的一侧壁上设置有与该收集区相连通的抽气管,且该抽气管位于该楔形导流板的下方;

上法兰,从该蒸馏壳体的底部的外表面径向向外延伸;

下法兰,可拆卸地连接于该上法兰的底端并与该上法兰密封连接,且该下法兰与该上法兰、蒸馏壳体围绕形成有该密闭腔体,该下法兰上设置有该收集坩埚;

该下法兰的中部设有一法兰棒状突起,该法兰棒状突起的顶部延伸至该冷凝区内,该法兰棒状突起内形成有一容置腔室,该容置腔室内设有该冷却装置。

3.如权利要求2所述的蒸馏装置,其特征在于,该收集坩埚为圆柱形,该收集坩埚的底部设有中空的收集棒状突起,该收集棒状突起套合于该法兰棒状突起的外表面,且该收集棒状突起的底部位于该收集区内,该收集棒状突起的顶部延伸至该冷凝区内。

4.如权利要求2或3所述的蒸馏装置,其特征在于,该蒸馏壳体的外表面设有至少两个加热器,其中至少一个该加热器覆盖于该蒸发区外,且至少另外一个该加热器覆盖于该冷凝区外。

5.如权利要求2或3所述的蒸馏装置,其特征在于,该蒸馏壳体、收集坩埚、楔形导流板、上法兰和下法兰均由耐高温金属合金材料制成。

密闭式蒸馏熔盐的方法及蒸馏装置

技术领域

[0001] 本发明涉及一种密闭式蒸馏熔盐的方法及蒸馏装置。

背景技术

[0002] 熔盐是金属阳离子和非金属阴离子所组成的熔融体。常见的有碱金属或碱土金属卤化物、硅酸盐、碳酸盐、硝酸盐以及磷酸盐。熔盐具有良好的高温稳定性,在较宽温度范围内的低蒸气压、低粘度、良好的导电性以及高热容量等特性,可以作为电解提取金属的电解质以及在核工业中用作熔盐反应堆的燃料溶剂和传热介质等。

[0003] 熔盐的蒸馏是利用载体盐与裂变产物、腐蚀产物之间的挥发性差异,来实现载体熔盐的回收和杂质的去除。由于蒸发熔盐所需的温度很高(一般为 $800^{\circ}\text{C}\sim 1200^{\circ}\text{C}$),而且熔盐蒸汽压非常低,例如 LiF , 1000°C 下蒸汽压仅为 70Pa 。因此,需要在较高的温度和真空度下蒸馏熔盐,分离杂质。

[0004] 同时,常见的真空蒸馏法工作过程中需要不停地抽气来维持蒸馏釜内的真空度,驱动熔盐蒸发、冷凝。这样的蒸馏模式可以加速熔盐的蒸馏,提高蒸馏速率。但是由于部分盐会随着抽气排出冷凝收集系统,使得熔盐的回收率通常不高,而且产物分散,同时盐雾可能进入真空系统造成污染与腐蚀。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是为了克服现有技术中的传统的克服现有技术中传统的熔盐蒸馏方法中熔盐回收率低、产物分散、物料损失较多、易污染和腐蚀真空系统等缺陷,提供一种密闭式蒸馏熔盐的方法及蒸馏装置。

[0006] 本发明是通过下述技术方案来解决上述技术问题:

[0007] 一种密闭式蒸馏熔盐的方法,其特点在于,其采用一蒸馏装置实现,该蒸馏装置包括蒸馏釜,该蒸馏釜内形成有一密闭腔体,该密闭腔体的左侧端部为蒸发区,该密闭腔体的右侧端部的顶、底部分别为冷凝区和收集区,该蒸馏装置还包括:设置于该蒸发区内的蒸发坩埚、设置于该收集区内的收集坩埚和设置于该收集坩埚内的冷却装置,该方法具体包括以下步骤:

[0008] S_1 、对密闭腔体抽真空,同时开启冷却装置;

[0009] S_2 、加热待蒸发熔盐至熔融所需的温度;

[0010] S_3 、当该密闭腔体内的真空度降低至 $10^{-2}\text{Pa}\sim 10^{-4}\text{Pa}$ 时,密闭该密闭腔体并停止对该密闭腔体抽真空;

[0011] S_4 、继续加热蒸发区的温度至 $900^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 时,同时调节该冷凝区的温度低于该蒸发区的温度,通过冷却使得法兰棒状突起和收集棒状突起的温度低于 100°C ;

[0012] S_5 、通过密闭腔体内的气压变化判断蒸馏进程。

[0013] 在本方案中,加热过程抽真空,蒸馏开始时真空泵停止运行,蒸馏釜内形成真空的密闭腔体,由于熔盐的蒸汽压随着温度升高而增大,加热和冷却蒸馏釜的不同部位,并且使

用釜内冷却系统,形成较大的温度梯度,从而形成较大的蒸汽压梯度驱动熔盐蒸馏。

[0014] 同时,密闭腔体内气压随着熔盐的蒸发和冷凝不断变化,由于密闭腔体无法直观的判断蒸馏进程,可以通过密闭腔体的气压和温度判断蒸馏的终点,从而便于判断是否需要关闭加热器电源,从而避免了能源的浪费。

[0015] 本发明还提供了一种蒸馏装置,包括蒸馏釜,该蒸馏釜内形成有一密闭腔体,该密闭腔体的左侧端部为蒸发区,该密闭腔体的右侧端部的顶、底部分别为冷凝区和收集区,其特点在于,该蒸馏装置还包括:

[0016] 蒸发坩埚,用于放置待蒸发熔盐,且该蒸发坩埚设置于该蒸发区内;

[0017] 收集坩埚,用于收集经过蒸发并冷凝后的熔盐,该收集坩埚设置于该收集区内,且该收集坩埚的顶部延伸至该冷凝区内;

[0018] 冷却装置,设置于该收集坩埚内并用于通入冷却剂降低该收集坩埚周边区域的温度。

[0019] 在本方案中,收集装置与冷却装置的结构设置形式,使得通过水冷实现冷凝区内的冷却降温,同时增加了盐蒸汽的冷凝面积,加大了密闭腔体的温度梯度,提高了盐的蒸馏速率,有助于提高高温熔盐真空蒸馏的收集率,提高了产物回收率。

[0020] 较佳地,该蒸馏釜包括:

[0021] 蒸馏壳体,该蒸馏壳体内设置有该蒸发坩埚,且该蒸馏壳体的形状呈“7字形”;

[0022] 上法兰,从该蒸馏壳体的底部的外表面径向向外延伸;

[0023] 下法兰,可拆卸地连接于该上法兰的底端并与该上法兰密封连接,且该下法兰与该上法兰、蒸馏壳体围绕形成有该密闭腔体,该下法兰上设置有该收集坩埚。

[0024] 在本方案中,采用上述结构形式,使得高温的蒸发区设在远离下法兰的最远区域。同时使用水冷进一步降低法兰的温度,实现上法兰和下法兰的常温密封,气密性达标。同时,采用“7字形”的蒸馏壳体相比于竖直或水平形的蒸馏壳体具有更大的温度梯度。

[0025] 较佳地,该下法兰的中部设有一法兰棒状突起,该法兰棒状突起的顶部延伸至该冷凝区内,该法兰棒状突起内形成有一容置腔室,该容置腔室内设有该冷却装置;

[0026] 该收集坩埚为圆柱形,该收集坩埚的底部设有中空的收集棒状突起,该收集棒状突起套合于该法兰棒状突起的外表面,且该收集棒状突起的底部位于该收集区内,该收集棒状突起的顶部延伸至该冷凝区内。

[0027] 在本方案中,收集棒状突起能够贴紧套合在法兰棒状突起的外表面,法兰棒状突起内部通循环冷却剂,能够冷却收集棒状突起,同时,收集棒状突起的设计增加了盐蒸汽的冷凝面积,加大了密闭腔体的温度梯度,提高了盐的蒸馏速率。

[0028] 较佳地,该蒸馏壳体右侧的内壁上设置有楔形导流板,该楔形导流板的底端深入该收集坩埚内,该蒸馏壳体的底部的一侧壁上设置有与该收集区相连通的抽气管,且该抽气管位于该楔形导流板的下方。

[0029] 在本方案中,蒸馏壳体下端连有用于抽气和进气的管路,在蒸馏开始前对腔体进行抽气,开始蒸馏时关闭,可以使得密闭腔体在高温的同时保持高真空度。同时,抽气管设置在导流板下方,由楔形导流板和收集坩埚的侧壁遮盖抽气口,防止盐蒸汽流入抽气管。

[0030] 较佳地,该蒸馏壳体的外表面设有至少两个加热器,其中至少一个该加热器覆盖于该蒸发区外,且至少另外一个该加热器覆盖于该冷凝区外。

[0031] 在本方案中,采用分段式加热器。能够分段控温,使得密闭腔体能够形成较大的温度梯度。

[0032] 较佳地,该蒸馏壳体、收集坩埚、楔形导流板、上法兰和下法兰均由耐高温金属合金材料制成。

[0033] 在本方案中,采用上述结构形式的蒸馏装置,耐高温、高强度并且材料出气率低,有利于取得较高的真空度和温度。

[0034] 在符合本领域常识的基础上,上述各优选条件,可任意组合,即得本发明各较佳实例。

[0035] 本发明的积极进步效果在于:

[0036] 本发明通过在真空的密闭腔体中加热蒸馏熔盐,使用冷却装置冷凝,克服了现有技术回收率低、产物分散的缺点,有效避免了熔盐对于真空系统的污染和腐蚀,提高了产物回收率。

附图说明

[0037] 图1为本发明较佳实施例的蒸馏装置的结构示意图。

[0038] 附图标记说明:

[0039] 蒸馏釜:1

[0040] 蒸馏壳体:11 上法兰:12 下法兰:13

[0041] 法兰棒状突起:131 容置腔室:132 蒸发区:14

[0042] 冷凝区:15 收集区:16 O型圈:17

[0043] 抽气口:18 抽气管:19

[0044] 电阻加热器:2、3、4

[0045] 保温层:5

[0046] 蒸发坩埚:6

[0047] 收集坩埚:7

[0048] 收集棒状突起:71 环形水平部:72 环形竖直部:73

[0049] 环形收集腔:74

[0050] 冷却装置:8

[0051] 楔形导流板:9

具体实施方式

[0052] 下面举个较佳实施例,并结合附图来更清楚完整地说明本发明。

[0053] 在本发明的描述中,需要理解的是,术语“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。

[0054] 图1示出了一种蒸馏装置,该蒸馏装置包括蒸馏釜1,该蒸馏釜1内形成有一密闭腔体。该密闭腔体的左侧端部为蒸发区14,该密闭腔体的右侧端部的顶、底部分别为冷凝区15和收集区16。

[0055] 其中,该蒸馏釜1包括:蒸馏壳体11、上法兰12和下法兰13。该蒸馏壳体11的形状呈“7字形”。同时,该蒸馏壳体11的左右两部分均为圆柱形,该蒸馏壳体11的顶面为跑道形。且该蒸馏壳体11形成有该蒸发区14、冷凝区15和收集区16。该蒸馏壳体11的壁厚为12mm。

[0056] 当然,在实际的使用过程中,该蒸发区14位于“7字形”的水平部分,冷凝区15和收集区16分别位于“7字形”的竖直部分顶部和底部。这样使得在该密闭腔体能同时蒸发和冷凝熔盐,且能在蒸发区14和冷凝区15形成较大的温度梯度,提高熔盐的回收效率。

[0057] 另外,上法兰12从该蒸馏壳体11的底部的外表面径向向外延伸;下法兰13通过螺栓可拆卸地连接于该上法兰12的底端并与该上法兰12密封连接。且该下法兰13与该上法兰12、蒸馏壳体11围绕形成有该密闭腔体。这样使得高温的蒸发区14设在远离下法兰13的最远区域。同时使用水冷进一步降低法兰的温度,实现上法兰12和下法兰13的常温密封,气密性达标。

[0058] 在本实施例中,上法兰与下法兰之间通过O型圈17密封连接,且该O型圈17的材质为金属。这样使得上法兰与下法兰之间为金属密封,因金属密封漏气率为 10^{-10} Pa·L/s,从而提高了密闭腔体的密封性。

[0059] 此外,该蒸馏壳体11的底部的一侧壁上开设有一抽气管19。该抽气管19的一端用于与一真空泵相连接,且该抽气管19上依次设置有真空计和阀门,在蒸馏开始前对腔体进行抽气,开始蒸馏时关闭,可以使得密闭腔体在高温的同时保持高真空度。且真空计便于实验者观察密闭腔体内的压力,从而便于判断蒸发是否结束。

[0060] 进一步,该蒸馏壳体的外表面设有三个串联的电阻加热器2、3、4,其中第一个该电阻加热器2覆盖于该蒸发区14外,且第二个该电阻加热器3覆盖于该冷凝区15外,第三个该电阻加热器4覆盖于该收集区16外。在本实施例中,这些电阻加热器2、3、4外设置有一保温层5。

[0061] 请根据图1予以理解,该蒸馏装置还包括:蒸发坩埚6、收集坩埚7和冷却装置。蒸发坩埚6用于放置待蒸发熔盐,且该蒸发坩埚6设置于该蒸发区14内。在本实施例中,蒸发坩埚6为圆柱形。且蒸发坩埚6可以通过打开下法兰13来取放,拆卸方便。该冷却装置为水冷管。

[0062] 其中,收集坩埚7用于收集经过蒸发并冷凝后的熔盐,该收集坩埚7设置于该收集区16内,且该收集坩埚7的顶部延伸至该冷凝区15内。该收集坩埚的设置便于收集液态状的熔盐。

[0063] 另外,该下法兰13的中部设有一法兰棒状突起131,该法兰棒状突起131的顶部延伸至该冷凝区15内。该法兰棒状突起131内形成有一容置腔室132,该容置腔室132设有该冷却装置8,且该冷却装置8的顶端延伸至该容置腔室132的顶端。在实际的使用过程中,该棒状突起131为圆柱空心棒状结构。且该冷却装置插设入该下法兰13的中部的棒状突起131内部。

[0064] 同时,该收集坩埚7为圆柱形,且该收集坩埚的底部设有一中空的收集棒状突起71,该收集棒状突起71套合于该法兰棒状突起131的外表面,且该收集棒状突起71的底部位位于该收集区16内,该收集棒状突起71的顶部延伸至该冷凝区15内。

[0065] 在本实施例中,收集棒状突起71能够贴紧套合在法兰棒状突起131的外表面,法兰棒状突起131内部通循环冷却剂,能够冷却收集棒状突起71,同时,收集棒状突起71的设计增加了盐蒸汽的冷凝面积,加大了密闭腔体的温度梯度,提高了盐的蒸馏速率。

[0066] 其中,该收集坩埚7包括:环形水平部72和环形垂直部73。该环形水平部72的内周缘焊接于该收集棒状突起71的底部的外表面;该环形垂直部73设置于该环形水平部72的外周缘并沿该收集棒状突起71的轴向向上延伸,且该环形垂直部73与该收集棒状突起71的外表面之间形成有一环形收集腔74。

[0067] 进一步地,该蒸馏壳体11的底部的内壁上设置有楔形导流板9,该楔形导流板9的底端深入该环形收集腔74内,且抽气管19位于该楔形导流板9的下方。抽气管19设置在导流板下方,由楔形导流板9和收集坩埚的侧壁遮盖抽气口18,防止盐蒸汽流入抽气管19。

[0068] 更进一步地,该蒸馏壳体11、蒸发坩埚6、收集坩埚7、楔形导流板9、上法兰12和下法兰13均由金属合金材料制成。

[0069] 在使用过程中,将装有待蒸发熔盐的该蒸发坩埚6从下端开口放入密闭腔体的蒸发区14内,将收集坩埚与下法兰13组装好后放入密闭腔体的收集区16内,将下法兰13与上法兰12密封安装好。抽气口18依次连接阀门、放气阀、过滤器与真空泵。

[0070] 本发明还提供了一种密闭式蒸馏熔盐的方法,其采用如上所述的蒸馏装置,该方法具体包括以下步骤:

[0071] 步骤100、关闭阀门、放气阀,开启真空泵。

[0072] 步骤101、缓慢开启该阀门并打开至最大,将该密闭腔体内的气体排出,当该密闭腔体内的真空度降低至10Pa以下时,开启冷却装置。这样可以冷却下法兰13和收集棒状突起71。

[0073] 步骤102、打开加热器电源,加热待蒸发熔盐至熔融所需的温度(比如600℃)。其中,在加热过程中,真空泵一直工作。

[0074] 步骤103、当该密闭腔体内的真空度降低至 10^{-2} Pa- 10^{-4} Pa时,依次关闭该阀门,密闭该密闭腔体并关闭该真空泵。

[0075] 步骤104、继续加热该蒸发区14的温度至900℃-1000℃时,同时,调节该冷凝区15的温度低于该蒸发区14的温度,通过水冷使得法兰棒状突起131和收集棒状突起71的温度低于100℃。

[0076] 在实际的使用过程中,当该蒸发区14的温度被加热至1000℃同时,调节该冷凝区15的温度低于1000℃,在密闭腔体内部形成温度梯度。经过冷却,使下法兰13与收集棒状突起71的温度低于100℃,下法兰13的漏气率低于 10^{-7} Pa·L/s。这样熔盐在真空和高温的蒸发区14蒸发,由于冷凝区15温度较低,盐的蒸汽压也较低,因此蒸汽产生后将流入低温冷凝区15并且在中部的收集棒状突起71表面冷凝收集。

[0077] 密闭腔体内气压随着熔盐的蒸发和冷凝不断变化,由于密闭腔体无法直观的判断蒸馏进程,可以通过密闭腔体的气压和温度判断蒸馏的起点与终点,从而便于判断是否需要关闭加热器电源,从而避免了能源的浪费。

[0078] 综上所述,本发明通过在真空的密闭腔体中加热蒸馏熔盐,并且使用改进的冷却装置冷凝,克服了现有技术回收率低、产物分散的缺点,有效避免了熔盐对于真空系统的污染和腐蚀,提高了产物回收率。

[0079] 虽然以上描述了本发明的具体实施方式,但是本领域的技术人员应当理解,这仅是举例说明,本发明的保护范围是由所附权利要求书限定的。本领域的技术人员在不背离本发明的原理和实质的前提下,可以对这些实施方式做出多种变更或修改,但这些变更和

修改均落入本发明的保护范围。

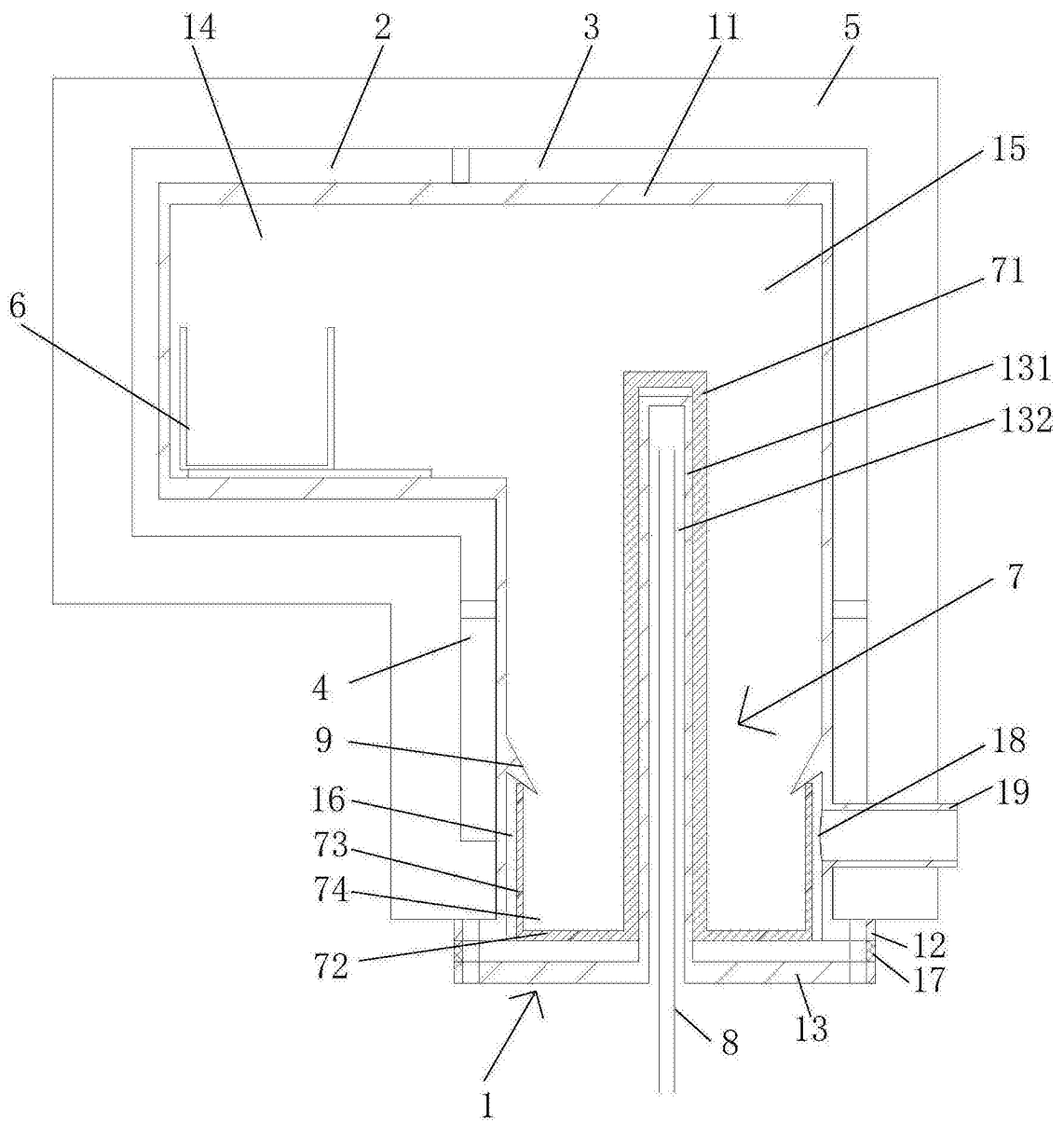


图1