

# Низкотемпературное гетерогенное разделение и концентрирование

Выполнила: Аминова А.А., 25816  
Проверил: С.В. Нехорошев

# Низкотемпературное гетерогенное разделение и концентрирование веществ

- Принципиально возможна реализация всех известных методов разделения при низких температурах.
- В настоящее время техника замораживания развивается по трём основным направлениям : отвод теплоты, выделяемой при кипении воды в вакууме ниже точки ее замерзания; впрыскивание легкокипящего хладагента или жидкости с низкой температурой замерзания в замораживаемую матрицу; и передача теплоты от жидкой среды к хладагенту через твёрдую стенку.
- При охлаждении водно-органических растворов веществ возможна реализация самых различных вариантов образования гетерогенной системы
  1. Образование системы жидкость-жидкость, без образования фазы льда
  2. Жидкость-лёд, тогда растворенные вещества будут концентрироваться в растворе и/или сорбироваться на поверхности льда
  3. Тройная гетерогенная система жидкость-жидкость-лёд.

# Физико-химическая сепарация

- Под сепарационными свойствами обозначим свойства растворителей, применяемых в экстракционных, сорбционных и хроматографических и иных методах Separation Science. В технологии под термином сепарация (лат. Separatio - отделение) подразумевают различные процессы разделения смешанных объемов разнородных частиц, жидкостей разной плотности, эмульсий, суспензий и т.п.
- В практике самых разных физико-химических сепарационных методов, в том числе криометодов, активно применяют ацетонитрил.
- В настоящее время ацетонитрил получил широкое применение в качестве гидрофильного экстрагента в таких методах экстракции: низкотемпературная ТФЭ и ЖЖЭ, экстракционное вымораживание.
- Ацетонитрил имеет высокую сольубилизованную способность для многих органических веществ, однако при охлаждении падает. Поэтому для улучшения растворимости аналитов в ацетонитрильной фазе при низкотемпературной ЖЖЭ рекомендуют использовать добавки к ацетонитрилу этилацетата и ИПС.

# Виды криометодов эффективных физико-химических сепарационных процессов

- Концентрирование вымораживанием
- Низкотемпературная жидкостно-жидкостная экстракция
- Низкотемпературная твердофазная экстракция
- Субамбиентная жидкостная хроматография
- Комбинация этих методов

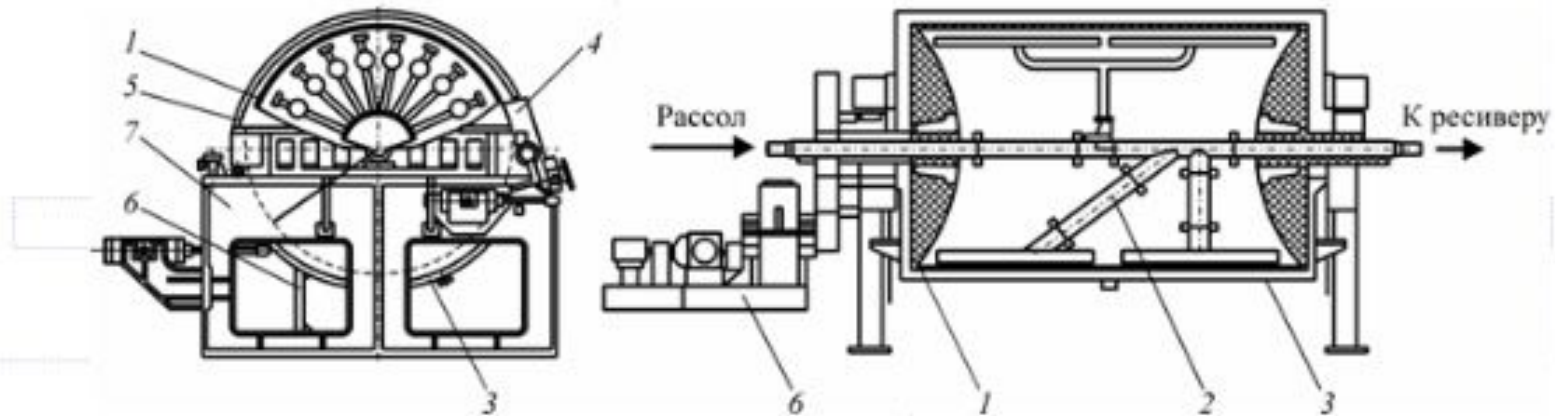
# Экстракционное вымораживание

- ЭВ-способ сочетающий экстракцию с вымораживанием, основан на низкотемпературном извлечении целевых компонентов. Растворенные органические соединения переводят из предварительно охлаждённой до температуры, близкой к температуре замерзания, водной среды в нерастворимый в воде сжиженный легкий УВ (изобутан, пропан) при постоянном перемешивании до полной кристаллизации воды.
- Метод ЭВ находит своё практическое применение в качестве этапа пробоподготовки при определении органических веществ. Широкому применению ЭВ в прободготовке способствует ряд его выгодных качеств
  1. В отличие от кристаллизационных методов обладает избирательностью, а также устранением ионного фона и растворимых неорганических веществ.
  2. Не требует применения сложного лабораторного оборудования для контроля степени кристаллизации образца
  3. Его эффективностью и избирательностью можно управлять, варьируя условия (рН среды и температуру) и полярность экстрагента
  4. Даёт возможность применять гидрофильные экстрагенты без дополнительной модификации пробы
  5. Достоинством перед сорбцией и твердофазной экстракцией является отсутствие затруднений при исследовании дисперсных систем.

# Криоконцентрирование

- В простейшем случае при криоконцентрировании (КК) водные (водно-органические) растворы веществ охлаждаются до образования льда из воды и водного (водно-органического) раствора. В жидкой фазе наблюдается концентрирование растворенных веществ. Лёд отделяют от жидкой фазы механическим способом, например, центрифугированием. Эффективность КК можно увеличить за счёт неоднократного повторения заморозки уже сконцентрированных веществ
- Процесс многоступенчатого вымораживания целесообразен до достижения концентраций выделяемого компонента и до температур, при которых помимо образования кристаллов льда начинается образование кристаллов растворенного вещества.
- Ещё одним фактором улучшения показателей КК является применение встряхивателей (например, использование возвратно-поступательного шейкера, генерирующего колебательное движение при различных амплитудах и частотах)

# Конструкции морозильных аппаратов для замораживания влагосодержащих продуктов с целью их вымораживания с последующим выделением твёрдой фазы из основной жидкости



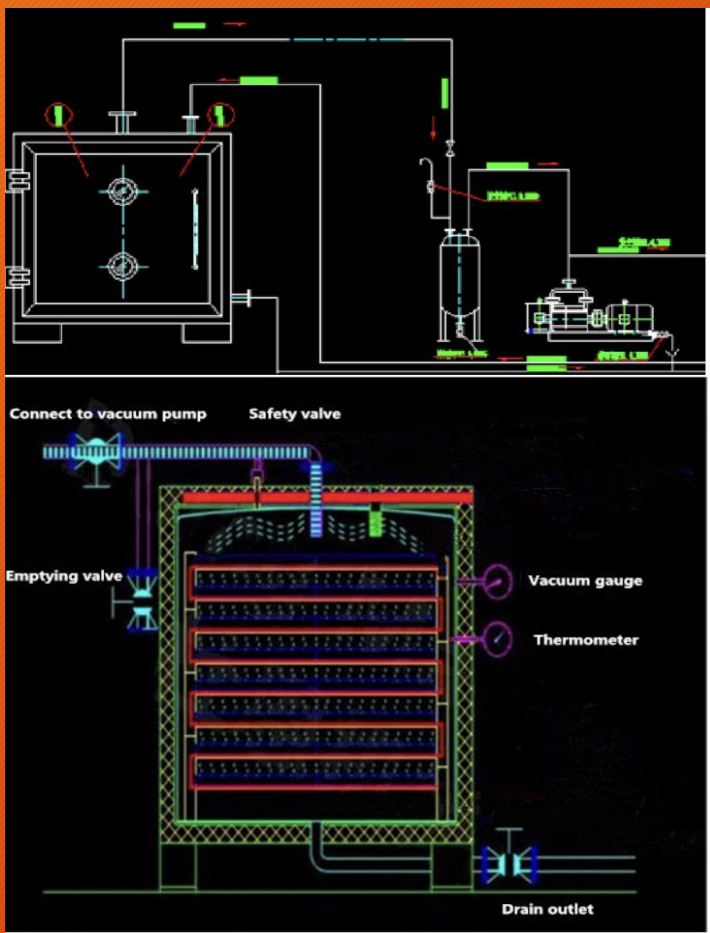
**Рис.14.3.1.7.** Вымораживающий барабан конструкции ЛенНИИхиммаш:  
– вымораживающий барабан; 2 – охлаждающее устройство; 3 – поддон;  
– скалывающе-срезающее устройство; 5 – кожух; 6 – привод; 7 – станина

# Аппараты для криоконцентрирования

- Основная их особенность – получение всего вымороженного продукта при одинаковых условиях замораживания на всей длине барабана. Впервые такие вымораживающие барабаны были использованы в США фирмой «Дю Понт» («Du Pont») для коагуляции хлоропренового латекса методом вымораживания в производстве каучука «Неопрен». Аналогичные конструкции вымораживающих барабанов для этих же целей были разработаны ЛенНИИхиммаш.



# Фармацевтическая химическая криоконцентрация Zymin Cross Flow Conduction Type Vacuum



# Заключение

- Анализ современного состояния теории и практики методов разделения и концентрирования веществ в жидких средах показывает, что криометодов-концентрирование вымораживанием, низкотемпературная жидкостно-жидкостная и твердофазная экстракция, сумбационная жидкостная хроматография и комбинация этих методов, являются реализацией эффективных физико-химических сепарационных процессов, основным преимуществом которых являются низкотемпературные условия их осуществления.
- В этих условиях возможно максимально полное сохранение свойств разделяемых или концентрируемых компонентов.
- Понимание механизмов и технологических воздействий низких температур на растворы биологически активных веществ имеет решающее значение в фармацевтической промышленности для производства высококачественных биопрепаратов.

# Экстракционное вымораживание.

- Однако метод также имеет ряд недостатков
1. Эффективность извлечения главным образом зависит от условий эксперимента, интенсивности диспергирования органического экстрагента в объёме кристаллизующейся воды и т.п.
  2. Для осуществления процесса требуется специальное оборудование для предварительного охлаждения-сжижения газа бутана (пропана), система термостатирования и термоизоляции, постоянное перемешивание
  3. Не может быть использован для выделения из биологических жидкостей природных природных гидрофильных органических веществ и медицинских препаратов
  4. Не применим для работы с малыми объемами исходного образца.