

活塞料仓链式超临界流体连续萃取器结构设计

The structure design of supercritical fluid continuous extractor with piston bin chain

祝勇仁

ZHU Yong-ren

(浙江机电职业技术学院机械技术系, 浙江 杭州 310053)

(Department of Mechanical Technology, Zhejiang Institute of Mechanical & Electrical Engineering, Hangzhou, Zhejiang 310053, China)

摘要:为提高超临界流体萃取间歇操作的效率,设计活塞料仓链式的连续萃取器,将进、卸料操作移出到萃取工艺流程之外,实现连续萃取。通过试验研究了单、双道O形圈及V形粉尘阻挡密封圈不同组合对动密封压力、泄漏量和磨损行程的影响,得出不同的关系曲线。对O形圈接触可靠性进行模拟分析,确定密封的有效性和磨损行程。分析活塞仓体的受力情况并进行结构设计和校核,设计了针对不同组分萃取物进行分级萃取的连续萃取器,并给出具体工艺的实现方式。

关键词:活塞料仓链;萃取器;动密封压力;磨损行程;分级萃取

Abstract: In order to improve the intermittent operation efficiency of supercritical fluid extraction, continuous extractor of piston bin chain was designed which moved Inlet and discharge operations outside of solvent extraction process to realize the continuous extraction. With the study on different combination of the single, double O-ring and v-shaped dust block ring, the curve of different for dynamic seal pressure, leakage and wear trip were summarized. The effectiveness of the seal and wear trip was confirmed by using the simulation analysis of the O-ring contact reliability. Moreover, the extractor of different components in succession was also designed for fractional extracts and the specific process was put forward.

Keywords: piston bin chain; extractor; dynamic seal pressure; wear trip; fractional extracts

超临界流体萃取技术(Supercritical Fluid Extraction, SFE)是近些年发展起来的一种新的分离技术^[1],其原理是根据待分离物质在超临界流体中溶解度的差异萃取特定成

分,以达到某种分离提纯的目的^[2]。超临界流体萃取在各行业的应用发展十分迅速^[3],目前在食品、医药、烟草、植物以及石油化工领域已得到广泛的应用^[4-6]。由于二氧化碳(CO₂)的临界温度($T_c = 31.26\text{ }^\circ\text{C}$)接近室温,临界压力($P_c = 7.38\text{ MPa}$)也不高,具有很好的扩散性能,较低的表面张力,无毒、无味、不易燃、易于获得和可循环使用的特点,因此超临界CO₂流体得到了广泛的应用^[7]。各国对SFE工艺的研究虽然取得了不少的进步,但在SFE设备方面的研究相对滞后,萃取需要进、卸料操作,是一种间歇性工艺过程,为提高萃取能力,实现连续萃取,应从萃取工艺和设备入手,进行深入研究。目前这一研究已成为国内外的新兴课题,主要集中在利用多个萃取釜的并联操作实现工艺上的连续萃取。Wanyne R等^[8]在闭路管线中通过切换机械阀门的方式对连续萃取工艺做了进一步的完善,刘欣等^[9]设计了一种连续螺旋输送机进料的SFE设备,Topolkaracv V A等^[10]则采用了双螺旋杆结构,王魏强等^[11]发明了球式连续萃取装置,实现了工艺设备的连续化操作,对工业化应用起到了促进作用。现有采用快开结构的间歇式超临界流体萃取器存在装卸料时间长、开合过程能量损失,一旦快开结构自锁失灵极易产生安全事故等问题。前述实现连续化萃取的设备还存在工艺和设备结构复杂,螺旋输送的给卸料器在传送过程中易堵塞、对萃取物摩擦破坏较严重等问题,限制了工程应用的进一步推广。为解决上述问题,拟研究工艺可行和设备制造简便的一种活塞仓式的萃取装置,采用连续进卸料方式实现连续萃取,提高萃取效率。为实现上述目标,需解决活塞仓式的萃取釜在萃取高压下的往复动密封、密封泄露和密封体磨损问题,根据连续萃取工艺的需要,通过设置多个活塞仓,把萃取物料放入活塞仓形成活塞料仓链,实现连续萃取。根据试验分析,对活塞料仓链式的连续萃取器进行结构设计。

基金项目:浙江省科技厅公益技术应用研究项目(编号:2017C32025)

作者简介:祝勇仁(1976—),男,浙江机电职业技术学院副教授,硕士。E-mail:zyr76@126.com

收稿日期:2017-10-25

1 密封方式对密封动压力的影响

活塞料仓链式的连续萃取器由多个活塞料仓萃取釜组成,单个活塞料仓在筒体内运动需满足动密封的要求,参考往复式压缩机的动密封结构^[12],在活塞料仓两侧设置O形圈,采用多道密封的方式进行密封,由于液相连续给料方式较固相易于实现,本次设计以在固相萃取的基础上进行研究,由于固体粉料在往复运动的过程中对密封圈会造成较严重的磨损,因此拟设计一种V形粉尘阻挡圈,减少对密封材料的磨损影响,提高活塞料仓的使用寿命。设计如图1(a)所示的活塞密封沟槽结构进行试验,两侧的端盖起到活塞的作用,根据GB/T 3452.3—2005《液压气动用O形橡胶密封圈沟槽尺寸》标准,该结构属于径向密封。设计活塞外径 $\phi d_9 = 60$ mm,沟槽宽度 $b = 4.8$ mm,沟槽深度 $t = 2.85$ mm,O形圈截面直径3.55 mm,筒体 ϕd_4 与活塞 ϕd_9 采用H8/h7配合,活塞的3个密封沟槽均可安装O形圈,左右沟槽还可以装V形粉尘阻挡圈,端盖与密封沟槽螺纹连接。

1.1 密封材料对动密封压力的影响

根据文献^[13],选用丁腈橡胶、氟橡胶和聚氨酯作为往复动密封压力试验的O形橡胶圈材料,由于流体温度对动密封压力的影响较小,因此试验在常见的萃取温度范围40~60℃下进行测定。把3种不同材料的O形橡胶圈分别放在

两侧沟槽内双道密封[见图1(b)],用超临界CO₂流体进行动密封压力和磨损行程测定,得到如图2所示的关系曲线。由图2可知,O形圈的动密封压力随磨损行程的增加趋于稳定,密封压力逐渐下降,聚氨酯的动密封压力最高,稳定在12 MPa左右,氟橡胶次之,约10.6 MPa,丁腈橡胶最低约8.8 MPa,且氟橡胶试验后出现严重的溶胀现象,而聚氨酯则无明显变化,综合而言,应选用聚氨酯作为动密封材料。

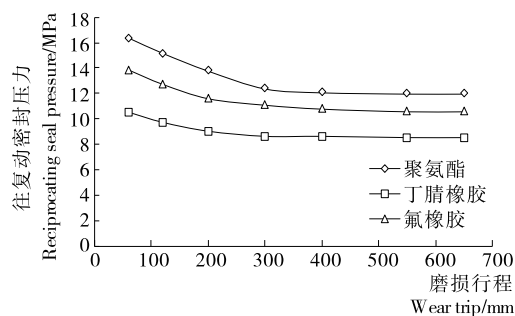


图2 不同材料下密封压力与磨损行程曲线

Figure 2 Sealing pressure and wear trip curve of different materials

1.2 密封圈数对动密封压力的影响

再用单道聚氨酯O形圈进行往复动密封压力测定[见图1(c)],与双道密封相比,得到密封压力与磨损行程的曲线见图3。

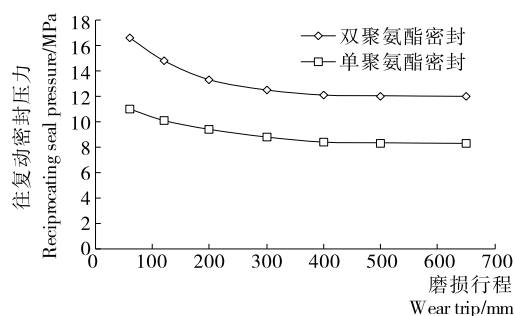


图3 不同密封圈数下密封压力与磨损行程曲线

Figure 3 Sealing pressure and wear trip curve of different sealing rings

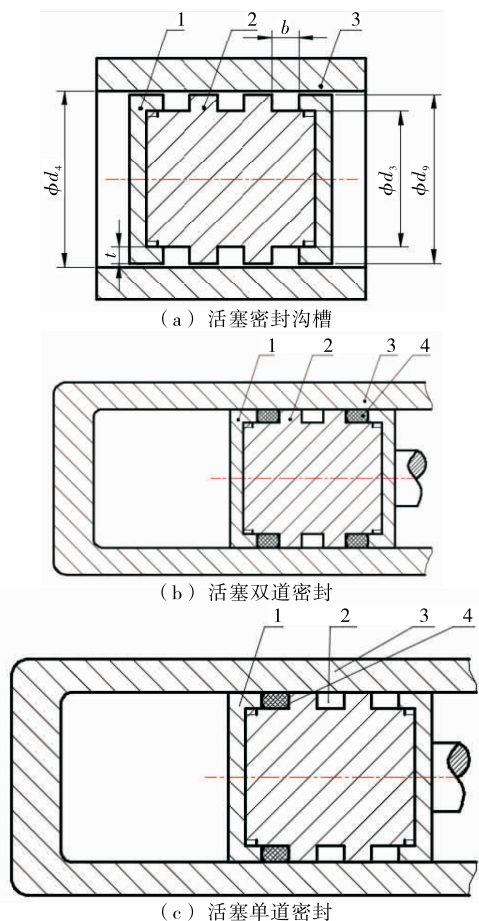
由图3可知,单道聚氨酯O形圈密封压力与双道密封呈现出类似的效果,即初始密封压力较高,随着磨损行程的增加,密封压力趋于稳定(8.3 MPa左右),其稳定密封压力比双道密封低约3.7 MPa。

1.3 V形粉尘阻挡圈对动密封压力的影响

试验显示聚氨酯材料具有高度的耐磨性,但长时间的使用,固体颗粒仍会对其产生磨损,影响动密封压力。根据GB/T 9877—2008《旋转轴唇形密封圈》,设计一种V形粉尘阻挡圈,见图4。

将该V形粉尘阻挡圈与单道聚氨酯O形圈配合使用,见图5。

测定其往复动密封压力得到密封压力与磨损行程的关系曲线,见图6。



1. 端盖 2. 密封沟槽 3. 筒体 4. O形圈

图1 活塞试验示意及密封结构

Figure 1 Piston test signal and seal structure

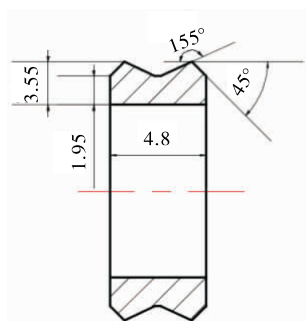
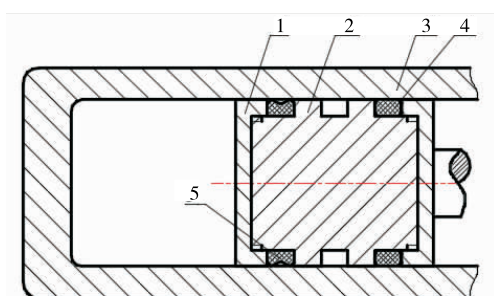


图 4 V 形粉尘阻挡圈

Figure 4 V-shaped dust barrier



1. 端盖 2. 密封沟槽 3. 筒体 4. O 形圈 5. V 形粉尘阻挡圈

图 5 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈密封结构

Figure 5 Structure of O ring and V-shaped dust barrier seal

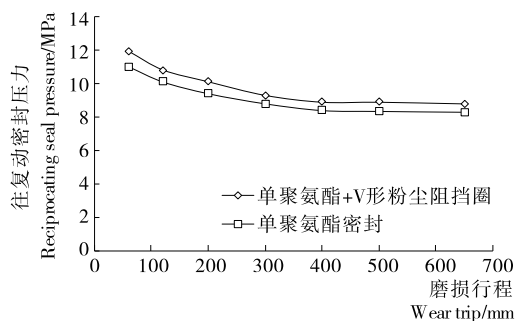


图 6 V 形粉尘阻挡圈下密封压力与磨损行程关系

Figure 6 Relationship between sealing pressure and wear travel under V-shaped dust barrier

由图 6 可知, V 形粉尘阻挡圈对动密封压力有一定的提高, 但提高不明显。从试验结果看, 固体粉料被集中挡于 V 形粉尘阻挡圈的上部及凹处, 而密封沟槽与 O 形圈上却很少, 说明其能有效地阻挡固体粉料, 有利于延长 O 形圈的使用寿命。

2 组合方式对密封泄露量的影响

增加 V 形粉尘阻挡圈能有效阻挡固体粉料对 O 形圈的磨损伤害, 有利于提高使用寿命, 且对动密封压力有一定的提高效果, 因此, 动密封泄露量的测定试验采取单道 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈与双道 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈 2 种不同密封方式进行对比研究。由于超临界流体萃取温度大多在 40~60 °C, 研究发现 CO₂ 到达超临界状态后, 温度的变动对泄露量的影响较小, 因此试验在 60 °C 下进行密封泄露量的测定, 结果见图 7。

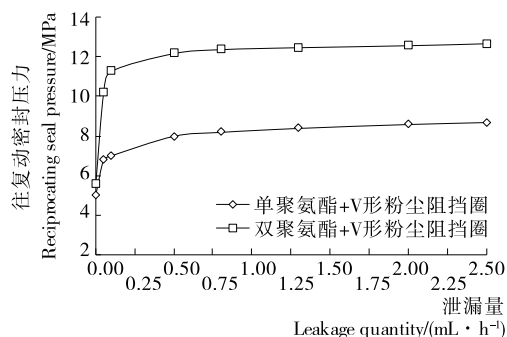


图 7 不同密封方式下泄露量和密封压力曲线

Figure 7 Curve of the leakage quantity and sealing pressure under different sealing methods

由图 7 可知, 单道 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈在动密封压力 5~8 MPa 时, 其泄露量增加不明显, 不到 0.5 mL/h; 当密封压力超过 8 MPa 时, 泄露量急剧增大, 导致密封失效, 因此单道 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈有效密封压力为 8 MPa。双道 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈情况类似, 密封压力在 5.6~12.2 MPa 时, 其泄露量不超过 0.5 mL/h; 当密封压力超过 12.2 MPa 时, 泄露量急速变大, 密封失效, 因此双道 O 形圈加 V 形粉尘阻挡圈的有效密封压力为 12.2 MPa。

3 磨损行程试验分析

O 形圈的有效磨损行程的测定可通过推动活塞运动的丝杠转动圈数, 利用千分尺进行测量。根据前面的试验结果, 采用聚氨酯 O 形圈试验, 在 8 m 行程内得到的磨损量与磨损行程曲线见图 8。

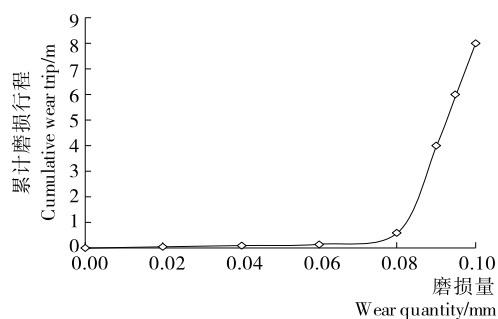


图 8 磨损行程与磨损量关系曲线

Figure 8 The relationship curve between weartrip and wear quantity

由图 8 可知, 磨损量在 0.08 mm 下为初期磨损, 0.08~0.10 mm 相当于正常磨损, 此曲线关系图与初期磨损和正常磨损相吻合, 由于在往复运动过程中, 压力不断变化, 为得到有效磨损行程, 取在 11.0~12.2 MPa 下的磨损行程为有效磨损行程, 换算出试验的有效磨损行程在 1.7 m, 初期磨损量 (0.00~0.08 mm) 的有效磨损行程为 0.13 m 左右。

4 O 形圈接触可靠性分析

O 形圈能实现可靠密封的原理在于密封材料弹性体发生变形后挤压沟槽产生了接触压力, 只要接触压力大于内压, 即可实现有效密封, 属于自紧密封。在进行混合物萃取时, 萃取釜是在静态下工作的, 此时的密封属于静密封, 萃取

完成,移动萃取釜的过程中则属于动态密封,要保证萃取器能可靠工作,除了动密封要求,还有静密封的要求。由于橡胶材料在外力作用下发生的变形为几何和物理双重非线性变形,因此对其力学性能的计算十分困难,一般在 ANSYS 模拟中选用 Mooney-Rivlin 模型进行力学性能常数的确定研究^[14],此处选用 2 项 Mooney-Rivlin 模型模拟 O 形圈的接触过程,O 形圈与接触的筒体、活塞边界按轴对称问题处理,划分网格时 O 形圈较密,筒体、活塞网格较疏,以提高计算速度和精度^[15]。O 形圈两侧压力差分别为 0~25,0~26,0~27 MPa 时进行 O 形圈工作状态的模拟,结果表明:两侧压力差在 0~25 MPa 时最大接触压力约为 25.65 MPa,0~26 MPa 时约为 26.28 MPa,0~27 MPa 时约为 26.7 MPa。可见两侧压力差为 27 MPa 时,O 形圈已不能实现可靠密封,其最大静密封压力差为 26 MPa。

在试验模型中,活塞和筒体在内压的作用下会产生一定的变形,采用 H8/h7 配合,当筒体在最大公差 0.089 mm 配合情形下,最易出现泄露,其不同内压下的筒体变形量见表 1。

由表 1 可知,在压力增大的过程中,筒体的变形量也在增加,因此在计算时不能把筒体当成刚性体。在两侧压差为 10 MPa 时,O 形圈在不同内压力下的最大接触压力见表 2。

表 1 筒体在不同内压下的变形量

Table 1 The amount of deformation of the tube under different internal pressure

内压/MPa	筒体变形量/mm	最大接触压力/MPa
10	5.89×10^{-4}	11.06
20	1.18×10^{-3}	22.14
30	1.82×10^{-3}	32.34
40	2.53×10^{-3}	43.06
50	2.99×10^{-3}	53.78

表 2 O 形圈在不同内压下的最大接触压力

Table 2 The maximum contact pressure of O ring under different internal pressure MPa

O 形圈两侧压力	最大内压	最大接触压力
0~10	10	11.36
10~20	20	22.14
20~30	30	32.34
30~40	40	43.06
40~50	50	53.78

由表 2 可知,在压差恒定的情况下,O 形圈最大接触压力均大于内压,均能满足密封要求。

5 O 形圈有效密封行程计算

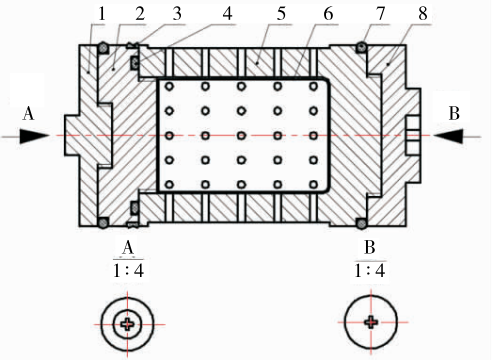
在磨损行程试验中,O 形圈的急剧磨损临界点未得到相应测定,通过模拟分析可获得其使用寿命,发现稳定磨损值在 0.01 mm 时最大接触压力约 27 MPa,比此时的最大内压(26 MPa)大,可实现有效密封,当磨损量逐渐增大到

0.14 mm 时,O 形圈的接触压力约 26 MPa,与此时最大内压几乎相等,因此可认为聚氨酯 O 形圈急剧磨损的临界值为 0.14 mm。根据图 7,正常磨损期的斜率 $k = (0.10 - 0.08) \div (1.70 - 0.13) = 0.0127$,即每米行程磨损量为 0.0127 mm,当磨损值达到 0.14 mm 时,计算得磨损行程为 $0.14 \div 0.0127 = 11.02$ m,可见 O 形圈的有效密封行程为 11.02 m。

6 活塞料仓链式的连续萃取器设计

6.1 活塞料仓萃取釜及密封结构设计

为对活塞料仓内的不同组分混合物进行萃取,可对不同的活塞料仓设计分级压力萃取,分级压力设置为 10 MPa,根据设计要求,最高压力为 50 MPa,即各级萃取压力设置为 10,20,30,40,50,40,30,20,10 MPa,共需 9 个活塞料仓,分级连续萃取过程中,各萃取釜活塞仓内的压力从 10~50 MPa 逐级升压,再从 50~10 MPa 逐级减压。根据前面的试验和模拟结果,采用聚氨酯材料作为 O 形圈的动密封形式,由于 V 形粉尘阻挡圈能有效提高 O 形圈的寿命,因此在萃取釜上设置 V 形粉尘阻挡圈,在连续萃取时,萃取釜在筒体中单向运动,因此设置一个 V 形粉尘阻挡圈,在左右两侧各设置一道 O 形圈进行密封,考虑端面泄露,设计端面密封圈,由于聚氨酯材料较硬,为便于密封圈的安装,设计的萃取釜及密封结构见图 9。



1. 前压盖 2. 前端盖 3. V 形粉尘阻挡圈 4. 端面密封 O 形圈
5. 活塞仓体 6. 金属网 7. 径向密封 O 形圈 8. 后压盖

图 9 活塞料仓萃取釜及密封结构

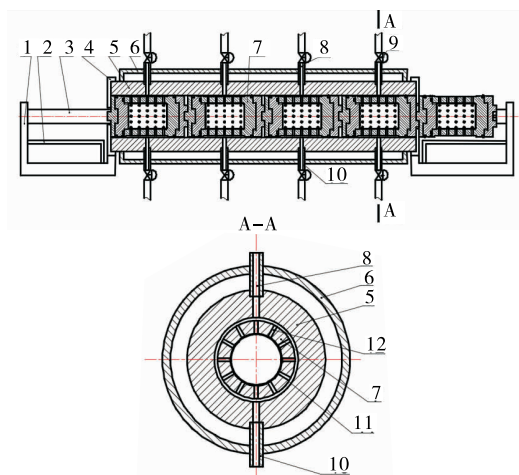
Figure 9 Piston bunker extraction kettle and seal structure

其中前压盖与前端盖螺纹压紧,后压盖与活塞仓体螺纹压紧,活塞仓体与前端盖螺纹连接。前、后压盖设置成十字型的凹凸结构,便于多个活塞料仓通过此结构连接成料仓链,以实现连续萃取。活塞仓体内置金属网,待分离的固态混合物放置其中。活塞仓体开直径 1.5 mm 通孔,其外壁与萃取筒体内壁存在 1.5 mm 的环缝隙。超临界流体从上部的进流孔通过金属网,与金属网内的混合物接触,再通过下部的排流孔流出,在活塞仓体内实现萃取过程。

6.2 活塞料仓链式连续萃取器结构与强度计算

6.2.1 结构设计 根据超临界流体萃取的流程,设计的活塞料仓链式连续萃取器结构见图 10。

其工作原理表述:来自二氧化碳储罐的气体经预热加压



1. 液压装置 2. 放置台 3. 液压缸 4. 卡紧装置 5. 筒体 6. 换热器 7. 活塞料仓萃取釜 8. 进流管 9. 调压阀 10. 排流管 11. 金属网 12. 通孔

图 10 活塞料仓链式的连续萃取器结构图

Figure 10 The structure of continuous extractor with piston bin chain

后变成超临界流体通过调压阀,调压到各级所需的萃取压力,超临界流体从进流管通过活塞料仓萃取釜上的通孔进入金属网内部与待分离混合物进行萃取,并通过排流管排出,再经降压后变成二氧化碳气体,析出萃取物,二氧化碳气体预冷后重新进入储罐,可重复利用。在萃取前,混合物进入活塞料仓的过程在萃取流程外进行,当要将待萃取的活塞料仓并入料仓链时,放入液压装置,通过十字接头与前面的活塞料仓插接,并通过两端液压缸卡紧,当完成一个活塞料仓萃取,需要取出萃取余物并再次装入固相萃取物时,通过电气和液压控制两端的卡紧装置松开,此时两端的液压缸仍旧卡紧,左边排出侧的液压缸收缩,右边入口侧的液压缸前进,在将需要萃取的活塞料仓推入筒体的同时排出完成萃取的活塞料仓,完成该动作后两端的卡紧装置再次卡紧。为便于操作,两端设置了放置台,放置台与料仓链不接触,仅为了放入料仓链和脱离料仓链时作为暂时搁置活塞料仓用。由于装、卸料都在萃取筒体外进行,因此使得萃取的过程实现了连续操作,与采用快开密封结构的间歇式操作相比,减少了每次进、卸料时的能量损失,同时也避免了多次操作后快开密封结构失效出现爆炸事故,提高了萃取效率^[16]。

6.2.2 活塞料仓抗压强度校核 由于设计压力 $p = 50 \text{ MPa}$ ($>35 \text{ MPa}$),故采用 JB 4732—1995 (R2005)《钢制压力容器 分析设计标准》,设计温度 150°C ,根据欲萃取容量大小,取活塞料仓的内径 $D_{ip} = 35 \text{ mm}$,活塞料仓的有效长度 $L_p = 55 \text{ mm}$,由于分级萃取,各级压力不同,壁厚计算后取大值 10.92 mm ,调整至 11 mm ,即活塞料仓的外径 $D_{op} = 57 \text{ mm}$,材料选用 316L 不锈钢。由于留有 1.5 mm 环缝隙,两侧端盖的直径 $d_p = 60 \text{ mm}$,因此取萃取器筒体内径 $D_i = 60 \text{ mm}$,设计应力强度 $S_m = 103 \text{ MPa}$,载荷组合系数 $K = 1.0$,由于 $p > 0.4KS_m$,萃取器的筒体壁厚应按式(1)计算:

$$\delta = \frac{D_i}{2} (e^{\frac{p_c}{KS_m}} - 1), \quad (1)$$

式中:

δ —— 萃取器筒体计算厚度, mm;

D_i —— 萃取器筒体内径, mm;

P_c —— 计算压力, MPa;

K —— 载荷组合系数;

S_m —— 设计应力强度, MPa;

e —— 自然对数的底, 2.718 28……。

由式(1)求得萃取器的筒体壁厚 $\delta = 18.72 \text{ mm}$,实际取 19 mm ,得萃取器筒体外径 $D_0 = D_i + 2\delta = 98 \text{ mm}$ 。

料仓链运动时各级压力下的单个活塞料仓的受力模型见图 11。

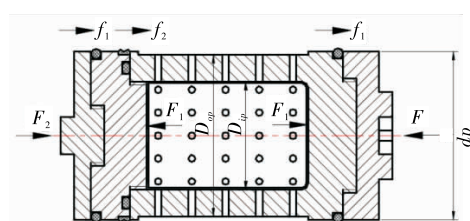


图 11 活塞料仓受力图

Figure 11 Force diagram of piston bin chain

已知筒体内壁与聚氨酯材料的摩擦系数为 0.18,则入口侧活塞料仓承受的压力最大,有:

$$F = 2 \sum_{i=1}^n f_1 + \sum_{i=1}^n f_2, \quad (2)$$

式中:

F —— 活塞料仓承受的前进推力, N;

f_1 —— O 形圈与筒体内壁产生的摩擦力, N;

f_2 —— V 形粉尘阻挡圈与筒体内壁产生的摩擦力, N。

根据表 2 的接触压力值和 V 形粉尘阻挡圈模拟接触压力值可求得所需推力: $F = 2.16 \times 10^5 \text{ N}$ 。

两相邻活塞料仓挤压产生的压力为:

$$F_2 = 2 \sum_{i=1}^{n-1} f_1 + \sum_{i=1}^{n-1} f_2, \quad (3)$$

式中:

F_2 —— 相邻活塞料仓挤压压力, N。

由于萃取过程中活塞料仓处于静止状态,中间的活塞料仓内压最高,承受的拉力最大,活塞料仓内部受力 F_1 按式(4)计算:

$$F_1 = p \frac{\pi}{4} d_p^2 = 1.413 \times 10^5 \text{ N}, \quad (4)$$

式中:

F_1 —— 各活塞料仓承受的最大拉力, N。

活塞料仓的最大挤压强度 σ_j :

$$\sigma_j = \frac{F - F_1/5}{\frac{\pi}{4} (D_{op} - D_{ip})^2} = 82.08 \text{ MPa}。$$

$$\sigma_j < \frac{R_{el}}{1.5} = 230 \text{ MPa}, \text{符合抗压强度要求。}$$

6.2.3 活塞料仓压杆稳定性校核 活塞料仓的截面惯性矩:

$$I_p = \frac{\pi D_{om}^4}{64} (1 - \frac{D_{im}^4}{D_{om}^4}) = \frac{3.14 \times 0.057^4}{64} \times (1 - \frac{0.035^4}{0.057^4}) =$$

$$4.44 \times 10^{-7} \text{ m}^4。$$

活塞仓体开孔后的最小截面积:

$$A_{\min} = \frac{1.413 \times 10^5}{230 \times 10^6} = 6.14 \times 10^{-4} \text{ m}^2。$$

在最大开孔下的惯性半径:

$$i_p = \sqrt{\frac{I_p}{A_{\min}}} = \sqrt{\frac{4.44 \times 10^{-7}}{6.14 \times 10^{-4}}} = 0.0269 \text{ m}。$$

活塞料仓可简化为一段铰支,一段固定,因此取其长度因素 $\mu = 0.70$,单节有效长度 $l_p = 55 \text{ mm}$,则活塞料仓的压杆柔度:

$$\lambda = \frac{\mu l_p}{i_p} = \frac{0.70 \times 0.055}{0.0269} = 1.43。$$

由于 $\lambda < \lambda_p = \sqrt{\frac{\pi^2 E}{\sigma_p}}$, $\lambda < \lambda_s = \frac{a - \sigma_s}{b}$, 因此活塞料仓

圆筒不会发生失稳现象,即压杆稳定。

7 结论

为提高萃取效率,实现不同压力下的分级连续萃取,设计了活塞料仓链式的连续萃取器,提供了一种连续萃取的工艺实现方式,设备过程可靠,制造方便。与双螺旋进给料方式相比,这种活塞料仓链式的连续进卸料装置能有效解决固体萃取物在进卸料过程中遭受破坏和易堵塞问题,同时不同料仓内的压力可实现萃取过程中压力逐级增加后逐级降压的过程,实现萃取物不同组分分级连续萃取,与单一压力的连续萃取设备相比,萃取范围更广。本次研究未完全考虑流体温度对密封和萃取效果的影响,下一步可在常见的萃取温度范围内(40~60℃)进行试验,得出温度对密封压力和磨损行程的关系,选择不同材料组合密封,优化密封结构及萃取设备结构。对更高压力范围(50~100 MPa)和更大直径的活塞密封研究和萃取器设计也需要更多的试验,在萃取物是固体粉料情况下对动密封的影响也是一个关键研究点,可考虑设计新型的密封结构对抗固体粉料的影响从而实现有效

密封,实现超临界流体的连续高效萃取。

参考文献

- [1] 王艳艳,王团结,宋娟.超临界流体萃取技术与装置研究[J].中国制药装备,2011(3):28-34.
- [2] 于娜娜,张丽坤,朱江兰,等.超临界流体萃取原理及应用[J].化工中间体,2011(8):38-43.
- [3] 张思,谢红旗,刘雪辉,等.超临界及亚临界萃取澳洲薄荷挥发性成分的对比[J].食品与机械,2016,32(10):137-139.
- [4] 赵丹,尹洁.超临界流体萃取技术及其应用简介[J].安徽农业科学,2014,42(15):4772-4780.
- [5] 刘艳.超临界流体萃取在植物有效成分提取中的应用[J].渭南师范学院学报,2012,27(10):69-73.
- [6] 李贵贤,曹彦伟,李昱,等.超临界流体技术在煤焦油加工中的研究进展[J].化工进展,2015,34(10):3623-3629.
- [7] 韩玉刚,汪小舟.超临界流体萃取技术的发展及应用[J].广东化工,2014,41(12):104-105.
- [8] WAYNE R, LAXMAX S. Dynamic supercritical fluid extraction system: US, 4898673[P]. 1990-02-06.
- [9] 刘欣,银建中,丁信伟.超临界萃取工艺流程与研究现状和发展趋势[J].化工装备技术,2002,23(2):14-18.
- [10] TOPOLKARACV V A, MCENEANY R J, SCHOLL N T, et al. Oil absorbing material and processes of recycling absorbent articles to produce the same: US, 8550386[P]. 2013-08-13.
- [11] 王威强,刘燕,崔玉良,等.超临界流体连续萃取装置:中国,200410036423.5[P]. 2004-11-30.
- [12] 周瑞强.进口往复压缩机填料密封装置国产化改造[J].润滑与密封,2008,33(8):102-104.
- [13] 吴丹. O 形圈基础知[EB/OL]. (2011-04-16)[2017-03-13]. <https://wenku.baidu.com/view/bbe406d7b14e852458fb573c.html>. 2011.04.16.
- [14] 刘萌,王青春,王国权.橡胶 Mooney-Rivlin 模型中材料常数的确定[J].橡胶工业,2011(58):241-245.
- [15] 温皓白.超临界流体连续萃取关键技术研究[D].济南:山东大学,2015:40-43.
- [16] 王威强,刘燕,李爱菊,等.高压超高压连续固体物料萃取和灭菌装置:中国,200510042542.6[P]. 2005-03-04.

(上接第56页)

- [5] 张丽芬.氯噻啉在甘蓝中残留分析方法的研究[J].河北北方学院学报:自然科学版,2004(2):60-63.
- [6] 贺敏,贾春虹,余平中,等.水稻中氯噻啉的高效液相色谱残留分析方法[J].农药,2009,48(4):285-286.
- [7] 刘松南,赵新颖,董晓倩,等. QuEChERS 净化-液相色谱-串联质谱法测定茶叶中氯噻啉[J].色谱,2015,33(11):1205-1209.
- [8] 陆小磊,叶美君,周卫龙.超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中氯噻啉的残留量[J].农药,2014(11):825-828.
- [9] 高智席,吴艳红,敖克厚,等.水果中甲霜灵和氯噻啉的固相萃取-反相高效液相色谱测定法[J].环境与健康杂志,2012,29(3):258-259.
- [10] 仲伶俐,胡莉,雷绍荣,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定

茶叶中6种农药残留[J].食品安全质量检测学报,2016,7(5):2081-2086.

- [11] 吴晓刚,陈孝权,肖海军,等.超高效液相色谱-电喷雾串联质谱法检测茶叶中8种杀虫剂残留[J].农药学报,2013,15(6):655-660.
- [12] 楼正云,汤富彬,陈宗懋,等.高效液相色谱法检测茶叶中噻虫嗪残留量[J].分析实验室,2009,28(b05):76-78.
- [13] 孙志高,盛冉,郝静梅,等. QuEChERS—高效液相色谱法检测柑桔中毒死蜱、吡虫啉和残杀威农残[J].食品与机械,2017,33(6):68-72.
- [14] 曹慧,郑军科,黄丽英,等. QuEChERS—UPLC/MS/MS 快速测定茶叶中的草甘膦和氨甲基磷酸[J].食品与机械,2016,32(4):84-87.