

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12)发明专利

(10) 授权公告号 CN 104190202 B

(45)授权公告日 2017.01.25

(21)申请号 201410450599.9

审查员 曾小青

(22)申请日 2014.09.05

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104190202 A

(43)申请公布日 2014.12.10

(73)专利权人 安徽亚格盛电子新材料有限公司

**地址** 241009 安徽省芜湖市经济技术开发区管委会三楼

(72)发明人 曹季 武利曙 徐昕

(74)专利代理机构 南京正联知识产权代理有限公司 32243

代理人 沈志海

(51) Int.Cl.

B01D 53/00(2006.01)

B01D 53/04(2006.01)

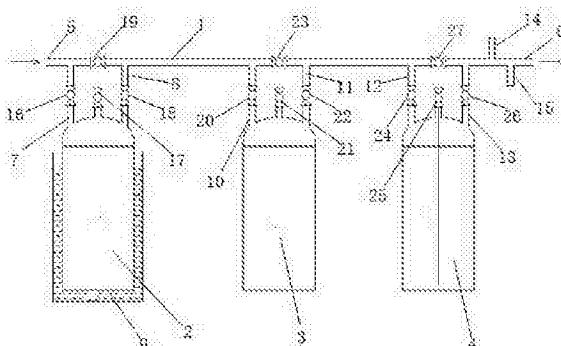
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

# MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统

## (57) 摘要

本发明公开了一种MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统，在手套箱中合成、纯化及灌装MO源时，大量有机溶剂及MO源本身的蒸汽，在手套箱循环系统运行过程中，对手套箱水分仪、氧分仪势必有一定腐蚀，影响测定准确性，同时大量蒸汽的存在，也缩短了水、氧净化柱的寿命。通过本发明净化系统，实现了对有机溶剂及MO蒸汽的有效收集，避免了对水分仪、氧分仪的腐蚀，保证了测定值的可靠性，而且延长了水、氧净化柱的寿命。在规模化生产中，本发明不仅利于MO源产品质量的稳定性，还降低了手套箱运行成本，降低了生产成本。



1. 一种MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统，其特征在于：包括气体主管(1)、冷阱(2)、有机溶剂吸附柱(3)和水氧净化柱(4)，所述气体主管(1)的两端分别为气体进口(5)和出口(6)，所述冷阱(2)上设置有冷阱进气管(7)和冷阱出气管(8)连接在气体主管(1)上，所述冷阱进气管(7)设置在冷阱出气管(8)的左侧，所述冷阱(2)包覆在液氮箱(9)中，所述冷阱(2)的右侧设置有有机溶剂吸附柱(3)，所述有机溶剂吸附柱(3)上设置有有机溶剂吸附柱进气管(10)和有机溶剂吸附柱出气管(11)，所述有机溶剂吸附柱进气管(10)设置在有机溶剂吸附柱出气管(11)的左侧，所述有机溶剂吸附柱(3)的右侧设置有水氧净化柱(4)，所述水氧净化柱上设置有水氧净化柱进气管(12)和水氧净化柱出气管(13)，所述水氧净化柱进气管(12)设置在水氧净化柱出气管(13)的左侧，所述气体主管(1)的出口(6)端上设置有氧分仪(14)和水分仪(15)。

2. 如权利要求1所述的MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统，其特征在于：所述冷阱进气管(7)和冷阱出气管(8)上分别设置有二号阀门(16)和四号阀门(18)，所述机溶剂吸附柱进气管(10)和有机溶剂吸附柱出气管(11)上分别设置有六号阀门(20)和八号阀门(22)，所述水氧净化柱进气管(12)和水氧净化柱出气管(13)上分别设置有十号阀门(24)和十二号阀门(26)。

3. 如权利要求1所述的MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统，其特征在于：所述气体主管(1)上设置有五号阀门(19)、九号阀门(23)和十三号阀门(27)分别于冷阱(2)、有机溶剂吸附柱(3)和水氧净化柱(4)相对应，所述五号阀门(19)设置在冷阱进气管(7)和冷阱出气管(8)的中间，九号阀门(23)设置在有机溶剂吸附柱进气管(10)和有机溶剂吸附柱出气管(11)的中间，十三号阀门(27)设置在水氧净化柱进气管(12)和水氧净化柱出气管(13)的中间，所述五号阀门(19)、九号阀门(23)和十三号阀门(27)在系统运行过程中处于关闭状态。

4. 如权利要求1所述的MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统，其特征在于：所述冷阱(2)、有机溶剂吸附柱(3)和水氧净化柱(4)上均分别设置有三号阀门(17)、七号阀门(21)和十一号阀门(25)。

## MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种净化系统,尤其涉及一种MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统。

### 背景技术

[0002] MO源由于其特殊的化学性质,对微量的水、氧极为敏感。需要在极低水、氧含量(<1ppm)的惰性气体手套箱中合成、纯化等。目前现有的手套箱循环净化系统为箱内气体先经由有机溶剂吸附柱,实现对有机溶剂和MO蒸汽的吸附,再通过水、氧净化柱,实现对箱内水、氧含量的有效置换。同时水、氧分仪直接裸露在箱内气氛中。但是这样的循环系统,首先由于有机溶剂吸附柱本身体积很小,吸附量有效,同时在更换吸附材料时需停止手套箱运行,其次单一的有机溶剂吸附柱不能彻底吸附有机蒸汽,未被吸附蒸汽势必影响水、氧净化柱净化效果,缩短其寿命,再者由于水、氧分仪直接裸露在箱内气氛中,对水、氧分仪产生腐蚀,影响测定准确性。

### 发明内容

[0003] 为了克服上述现有技术的不足,本发明提供了一种MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统,通过采用该系统,不仅保证了手套箱长期、稳定的运行,还保证了MO源产品质量的可靠性。

[0004] 本发明的目的是提供一种MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统,包括气体主管、冷阱、有机溶剂吸附柱和水氧净化柱,所述气体主管的两端分别为气体进口和出口,所述冷阱上设置有冷阱进气管和冷阱出气管连接在气体主管上,所述冷阱进气管设置在冷阱出气管的左侧,所述冷阱包覆在液氮箱中,所述冷阱的右侧设置有有机溶剂吸附柱,所述有机溶剂吸附柱上设置有有机溶剂吸附柱进气管和有机溶剂吸附柱出气管,所述有机溶剂吸附柱进气管设置在有机溶剂吸附柱出气管的左侧,所述有机溶剂吸附柱的右侧设置有水氧净化柱,所述水氧净化柱上设置有水氧净化柱进气管和水氧净化柱出气管,所述水氧净化柱进气管设置在水氧净化柱出气管的左侧,所述气体主管的出口端上设置有氧分仪和水分仪。

[0005] 进一步改进在于:所述冷阱进气管和冷阱出气管上分别设置有二号阀门和四号阀门,所述机溶剂吸附柱进气管和有机溶剂吸附柱出气管上分别设置有六号阀门和八号阀门,所述水氧净化柱进气管和水氧净化柱出气管上分别设置有十号阀门和十二号阀门。

[0006] 进一步改进在于:所述气体主管上设置有设置有五号阀门、九号阀门和十三号阀门分别于冷阱、有机溶剂吸附柱和水氧净化柱相对应,所述五号阀门设置在冷阱进气管和冷阱出气管的中间,九号阀门设置在有机溶剂吸附柱进气管和有机溶剂吸附柱出气管的中间,十三号阀门设置在水氧净化柱进气管和水氧净化柱出气管的中间,所述五号阀门、九号阀门和十三号阀门在系统运行过程中处于关闭状态。

[0007] 进一步改进在于:所述冷阱、有机溶剂吸附柱和水氧净化柱上均本别设置有三号

阀门、七号阀门和十一号阀门。

[0008] 本发明的有益效果是：箱内气体由气体主管进口经二号阀门进入液氮箱冷却的冷阱，大量有机溶剂及MO源蒸汽被冷冻收集，含微量有机蒸汽的循环气体再经四号阀门、六号阀门进入有机溶剂吸附柱，被完全吸附，不含有机蒸汽的循环气体经八号阀门、十号阀门进入水氧净化柱被彻底净化，最后循环气体经氧分仪、水分仪测定，再由气体主管出口进入箱内，保证了循环气体的完全净化及水、氧值准确测定。通过本技术方案，在延长手套箱运行寿命同时，保证水分仪及氧分仪测定的准确性；保证了MO源产品每批次质量的稳定性、可靠性。

### 附图说明

[0009] 图1是本发明的示意图。

[0010] 其中：1-气体主管，2-冷阱，3-有机溶剂吸附柱，4-水氧净化柱，5-进口，6-出口，7-冷阱进气管，8-冷阱出气管，9-液氮箱，10-有机溶剂吸附柱进气管，11-有机溶剂吸附柱出气管，12-水氧净化柱进气管，13-水氧净化柱出气管，14-氧分仪，15-水分仪，16-二号阀门，17-三号阀门，18-四号阀门，19-五号阀门，20-六号阀门，21-七号阀门，22-八号阀门，23-九号阀门，24-十号阀门，25-十一号阀门，26-十二号阀门，27-十三号阀门。

### 具体实施方式

[0011] 为了加深对本发明的理解，下面将结合实施例对本发明作进一步详述，本实施例仅用于解释本发明，并不构成对本发明保护范围的限定。

[0012] 如图1所示，本实施例提供了一种MO源专用循环式惰性气体手套箱循环净化系统，包括气体主管1、冷阱2、有机溶剂吸附柱3和水氧净化柱4，所述气体主管1的两端分别为气体进口5和出口6，所述冷阱2上设置有冷阱进气管7和冷阱出气管8连接在气体主管1上，所述冷阱进气管7设置在冷阱出气管8的左侧，所述冷阱2包覆在液氮箱9中，所述冷阱2的右侧设置有有机溶剂吸附柱3，所述有机溶剂吸附柱3上设置有有机溶剂吸附柱进气管10和有机溶剂吸附柱出气管11，所述有机溶剂吸附柱进气管10设置在有机溶剂吸附柱出气管11的左侧，所述有机溶剂吸附柱3的右侧设置有水氧净化柱4，所述水氧净化柱上设置有水氧净化柱进气管12和水氧净化柱出气管13，所述水氧净化柱进气管12设置在水氧净化柱出气管13的左侧，所述气体主管1的出口6端上设置有氧分仪14和水分仪15。所述冷阱进气管7和冷阱出气管8上分别设置有二号阀门16和四号阀门18，所述机溶剂吸附柱进气管10和有机溶剂吸附柱出气管11上分别设置有六号阀门20和八号阀门22，所述水氧净化柱进气管12和水氧净化柱出气管13上分别设置有十号阀门24和十二号阀门26。所述气体主管1上设置有设置有五号阀门19、九号阀门23和十三号阀门27分别于冷阱2、有机溶剂吸附柱3和水氧净化柱4相对应，所述五号阀门19设置在冷阱进气管7和冷阱出气管8的中间，九号阀门23设置在有机溶剂吸附柱进气管10和有机溶剂吸附柱出气管11的中间，十三号阀门27设置在水氧净化柱进气管12和水氧净化柱出气管13的中间，所述五号阀门19、九号阀门23和十三号阀门27在系统运行过程中处于关闭状态。所述冷阱2、有机溶剂吸附柱3和水氧净化柱4上均分别设置有三号阀门17、七号阀门21和十一号阀门25。

[0013] 箱内气体由气体主管1进口5经二号阀门16进入液氮箱9冷却的冷阱2，大量有机溶

剂及MO源蒸汽被冷冻收集,含微量有机蒸汽的循环气体再经四号阀门18、六号阀门20进入有机溶剂吸附柱3,被完全吸附,不含有机蒸汽的循环气体经八号阀门22、十号阀门24进入水氧净化柱4被彻底净化,最后循环气体经氧分仪14、水分仪15测定,再由气体主管1出口6进入箱内,保证了循环气体的完全净化及水、氧值准确测定。开启五号阀门19,关闭二号阀门16、四号阀门18可进行冷阱2更换;开启九号阀门23,关闭六号阀门20、八号阀门22可进行有机溶剂吸附柱3更换;开启十三号阀门27,关闭十号阀门24、十二号阀门26可进行水氧净化柱更换;三号阀门17、七号阀门21、十一号阀门25分别用于更换冷阱2、有机溶剂吸附柱3、水氧净化柱4后,冷阱2、有机溶剂吸附柱3、水氧净化柱4中气氛的置换。

[0014] 本实施例以镓-镁合金与碘甲烷为原料,乙醚作溶剂,生产三甲基镓(MO源之一),蒸汽从冷阱2处被大量、充分吸附后,少量蒸汽再经有机溶剂吸附柱3彻底吸附,再由水氧净化柱4净化,经氧分仪14、水分仪15测定数据,再次进入箱内。通过本技术方案,在延长手套箱运行寿命同时,保证水分仪及氧分仪测定的准确性;保证了MO源产品每批次质量的稳定性、可靠性。

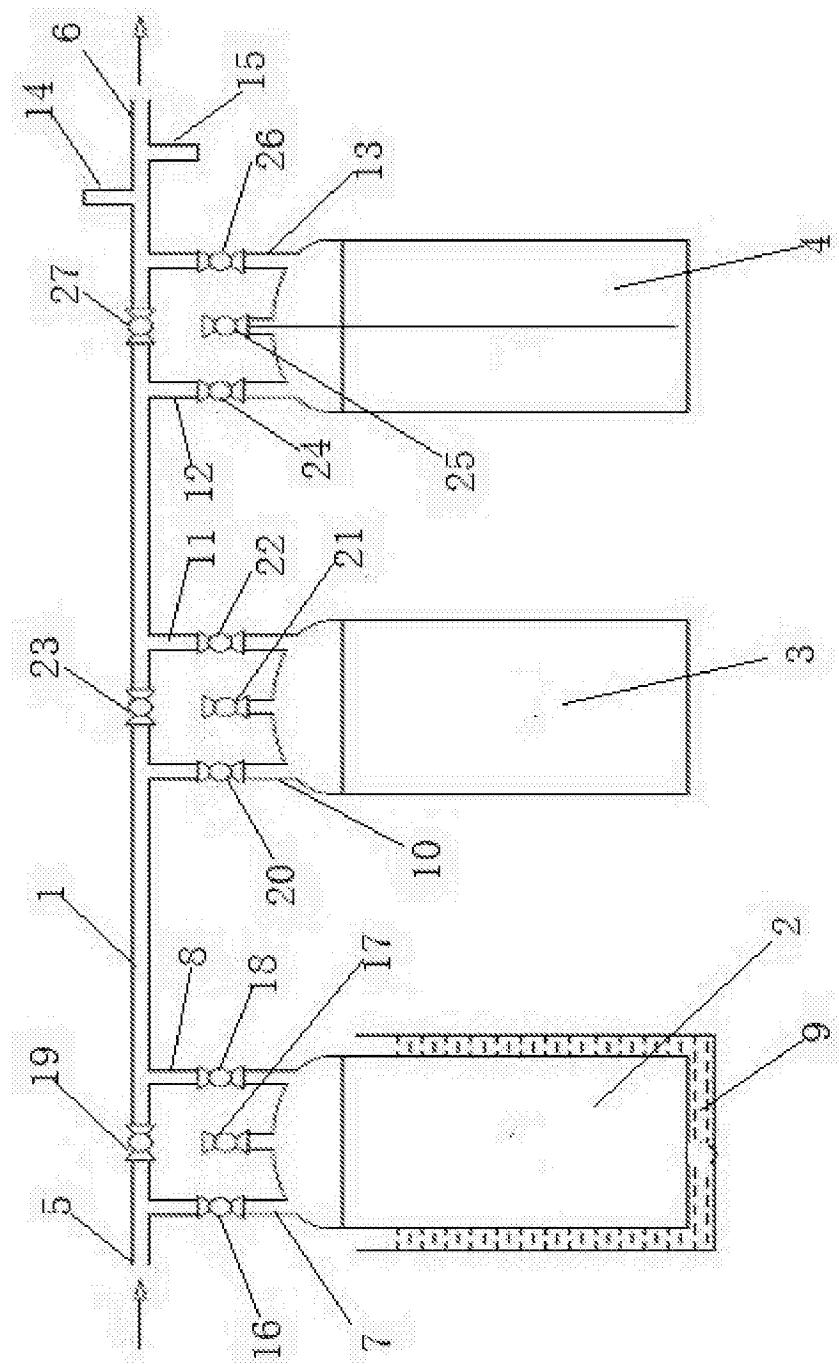


图1