[19]中华人民共和国专利局

[11] 公开号 CN 1087842A

[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 93119133.5

[51]Int.Cl[5]

[43]公开日 1994 年 6 月 15 日

B01J 49/00

[22]申请日 93.10.16

[30]优先权

[32]92.10.17[33]GB[31]9221947.6

[71]申请人 北方工程工业公司

地址 英国英格兰

[72]发明人 M·A·沙德勒

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 齐曾度 田舍人

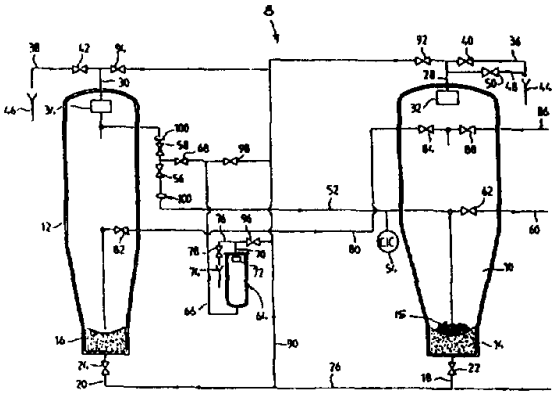
B01J 47/06 C02F 1/42

说明书页数: 附图页数:

[54]发明名称 用于水质纯化的树脂颗粒的再生方法

[57]摘要

把未再生的和再生了的阴离子和阳离子树脂混合起来进行再生，经再生后的两种树脂再最后混合起来待用。经这样再生处理的混合树脂可以把水中的污染净化至0.3%以下。



权 利 要 求 书

1. 一种再生阳离子和阴离子树脂颗粒的方法，它包括:

（a）提供第一个容器，容器内带有一些已再生的阴离子树脂颗粒;

（b）加入未再生的阴离子和阳离子树脂颗粒的混合物，其中未再生的阴离子树脂颗粒的量超过容器内原有的已再生的阴离子树脂颗粒的量;

（c）从中把阳离子树脂颗粒分离出来放入第二个容器中，把既含有阳离子树脂颗粒又含有阴离子树脂颗粒处于界面带中的混合树脂颗粒放入第三个容器中;

（d）把阴离子树脂颗粒浸泡于氢氧化钠溶液中进行再生。

（e）把再生后的阴离子树脂颗粒重新与未再生的阳离子树脂颗粒混合起来;

（f）重新分离两种树脂颗粒，把未再生的阳离子树脂颗粒重新输送回所述的第二个容器中;

（g）把阳离子树脂颗粒浸泡于盐酸或硫酸中进行再生;

（h）把与正常阳离子树脂颗粒使用量一样的已再生的阴离子树脂颗粒转移到第四个容器中;

（i）把经再生的阳离子树脂颗粒与在第一个容器中剩下的少量经再生的阴离子树脂颗粒重新混合，并放置一段预定的时间;

（j）把经再生的阳离子树脂颗粒再分离出来送回到第二个容器中，把其余的少量阴离子树脂颗粒和界面混合层的树脂转移到第三个容器中;

（k）在第一个容器中把主要的那部分经再生的阴离子树脂颗粒和经再生的阳离子树脂颗粒再混合起来，并把混合后的树脂颗粒转移

至第四个容器中；

（1）把第三个容器内的所有颗粒放回到第一个容器中以备接收主要的那部分阳离子/阴离子混合树脂在继续用于水质净化并受污染后重新再生之用；

说　　明　　书

用于水质纯化的树脂颗粒的再生方法

本发明涉及混合树脂颗粒的再生方法，这些树脂颗粒由于长期处于污染水流中而受到污染。

大家知道，进行上述树脂颗粒的再生，首先要利用水力作用把阴阳二种离子交换树脂颗粒分开，然后把阴离子交换树脂颗粒用氢氧化钠处理，阳离子交换树脂颗粒用硫酸或盐酸处理，再把两种经处理的树脂颗粒重新混合，装入器皿中，以待重新使用。

目前的实际工艺水平可参考英国专利GB202761B，GB2094174B和GB2117264B，这些专利的所有权都归本发明专利的申请者所有。

按上述专利中所称述的，依照这些发明进行再生的树脂颗粒可使水中的污染减少至0.3%以下。然而，现在有时需要更高纯度的水，以用来满足半导体集成电路块工业生产的需要。因此，本发明寻求提供一种更好的再生方法，使再生后的混合树脂继续在水质纯化中使用。

按照本发明，混合树脂颗粒的再生方法包括以下几个步骤:

（a）提供第一个容器，容器内带有一些已再生的阴离子树脂颗粒;

（b）加入未再生的阴离子和阳离子树脂颗粒的混合物，其中未再生的阴离子树脂颗粒的量超过容器内原有的已再生的阴离子树脂颗粒的量;

（c）从中把阳离子树脂颗粒分离出来放入第二个容器中，把既含有阳离子树脂颗粒又含有阴离子树脂颗粒处于界面带中的混合树脂颗粒放入第三个容器中;

（d）把阴离子树脂颗粒浸泡于氢氧化钠溶液中进行再生。

（e）把再生后的阴离子树脂颗粒重新与未再生的阳离子树脂颗粒混合起来；

（f）重新分离两种树脂颗粒，把未再生的阳离子树脂颗粒重新输送回所述的第二个容器中；

（g）把阳离子树脂颗粒浸泡于盐酸或硫酸中进行再生；

（h）把与正常阳离子树脂颗粒使用量一样的已再生的阴离子树脂颗粒转移到第四个容器中；

（i）把经再生的阳离子树脂颗粒与在第一个容器中剩下的少量经再生的阴离子树脂颗粒重新混合，并放置一段预定的时间；

（j）把经再生的阳离子树脂颗粒再分离出来送回到第二个容器中，把其余的少量阴离子树脂颗粒和界面混合层的树脂转移到第三个容器中；

（k）在第一个容器中把主要的那部分经再生的阴离子树脂颗粒和经再生的阳离子树脂颗粒再混合起来，并把混合后的树脂颗粒转移至第四个容器中；

（l）把第三个容器内的所有颗粒放回到第一个容器中以备接收主要的那部分阳离子/阴离子混合树脂在继续用于水质净化并受污染后再次使用。

现按附图将本发明以实例的方式进行介绍，其中附图是一个可用以实施本发明方法的装置的示意图。

参照附图。混合树脂再生装置通常用数字8表示。它的第一个容器10用作分离器以及用于阴离子树脂的再生。第二个容器12用于阳离子树脂的再生。容器10和12在各自的底部均有由环氧树脂粘合砂组成的多孔隔滤层14和16。隔滤层14和16允许液体通过，但离子交换材料被截留而不能通过。在容器10和12的下端，在隔滤层14和16下面可分别通过由阀门22和24控制的进出口管18和20进行排水。或者供应混合

床处理的优质去离子水。图中标出了供水管26，但未注明排水管的连接情况。

在容器10和12的上端各自均接有进出口管28和30。在容器内侧，管子28和30上分别装有过滤器32和34，在容器外侧，管子28和30各和由阀门40和42控制流量的管子36和38相连接，然后通向排水管44和46。另外一根由阀门50控制流量的管子48也连通了输水管28和排水管44。下面将会说明这样连接的目的。

管道52在容器10的隔滤层14附近有一个进口，在容器12的隔滤层16的上方有一个出口。在管道52上安装了一个电导管式检测器54，管道52是以双阀控制方式由二个阀门56和58来进行流量控制的。

由阀门62控制流通的管子60，在阀52和容器10之间和输送管道52相连，其主要用来把容器10中的材料输送到贮存或工作设备（图中未标出）中去。

由阀门68控制流量的管子66，把管道52与第三个独立的容器64的底部连接了起来。管子66与管道52的连接处在二个紧挨着的阀门56和58中间。

独立的容器64上有一根进出口管70，它在容器64内的头端装有一个过滤器72，在容器64的外面，则通过由阀门78控制流量的管子76与排水管74相联。

第二条输送管道80在容器12的隔滤层16附近有一个进口，在容器10的隔滤层14的上方有一个出口。管道80是以双阀控制的方式，由二个阀门82和84进行流量控制的。由阀门88控制流量的管子86，在阀门84和容器10之间和输送管道80相连。用于把容器10中的材料转移到工作设备（图中未标出）上去。

供水管26与管子90相连，管90有几个分支口，连接到管子28，30和70的尾端，分别外延连接至各自的容器。另一点则和在容器64和阀

门68之间的管子66相连。经管子26流至管子90各分支点的水流分别由阀门92、94、96和98控制。

为了简化示意图，省略了其它的管道情况，如空气供应，通风和再生剂供应等。

在第一个容器10中，放了一定量的已再生的阴离子树脂颗粒。其数量相对超过了对于给定操作所需的给定量阴离子树脂颗粒的数量。

关闭阀门84，通过管子86，阀门88以及管道80的最顶端，有等再生的混合的阴离子和阳离子交换材料(未示出)从工作装置如冷凝磨光器转移到容器10中。容器10从而存有了超量的阴离子颗粒，其中一些是已再生的，其余的则是和阳离子树脂一样有待于再生的。

通过管子18可以把空气和水导入容器10中，材料先进行空气冲洗和回洗以除去脏物，紧接着通过管子18把一定流量的水引入到容器10中。把材料分成几个部分，即上面的阴离子树脂层，下面的阳离子树脂层以及中间的混合层。水通过管子28和阀门40流出容器10，并通过管子36和排水管44相连。最好在初期把流量控制在较高的水平上，然后在材料分层期间降低至较低的水平。流速以通过容器10中两边平行的那部分空间的线速度表示，一般开始时是12米/小时，然后是8米/小时。

一旦分层完毕后，就要把进入容器10的水的流速调节到适当的水平，以便把材料从容器10中转移出去。关闭阀门40，同时打开阀门56和58，阳离子材料在水力推动下，从容器10通过管道52转移到容器12中。在转移过程中，容器10维持着满水位。这样，随着阴离子层顶端水平的不断下降，水流弥补了由于阳离子材料转移出去而空出的空间，而且在转移过程中也使分层过程不间断地进行。当容器10中的阳离子材料近乎转移完毕时，最好打开阀门50以放慢转移的速度，这样，容器10中的水通过控制阀50流出，通过管道52的水流速就被降至较低

水平。

随着转移过程的进行，电导管54不断监测着材料之间的界面的情况。在这里，界面是指较纯的阳离子材料和阴离子材料的接触面，而事实上是由两种材料相互渗透扩张而成的界面带。随着界面带通过电导管54，电导率就显著下降，利用这种特性就可以监测到界面。不同材料的界面，也可以通过光学传感器进行监测，也可以通过同时利用电导和光学二种传感器来进行监测。

一旦电导管54监测到界面，适当的延迟一段时间后，关闭阀门68，隔断阀门的进口和管道52的出口，因此只有纯的阳离子材料通过阀门58顺流而下。由于材料之间的颜色不同，所以可以在管道52上安装上观察窗100，这样，在电导管54测到界面后，操作者就可通过在窗上靠目视检查观察到材料类型的变化，从而决定(或最后查对)延迟时间的长短，同时关闭阀门58打开阀门68，这样容器10中转移出的处于界面带中的混合材料就通过管子66进入到独立的容器64中。经过适当的时间间隔，即所有处于界面带的材料输送到容器64后，关闭阀门50和56，同时通过关闭阀门22停止水流进入容器10。

操纵阀门56、68、98，然后操纵阀门58、68和98，利用管26的水流把管52中较纯的阴离子材料和阳离子材料分别冲到容器10和12之中。

然后把容器10和12中的材料用空气进行冲洗和回洗。紧接着在容器10中的阴离子材料用适当的再生剂进行再生。再生可以分二步进行，首先用碳酸钠或其他已知的多价再生剂对树脂进行处理，然后再用氢氧化钠溶液进行处理。另外，操作者也可考虑只用氢氧化钠来进行再生处理。已知如果把树脂在氢氧化钠溶液中浸泡过夜即浸泡12个小时将会是有益的。但是，浸泡将会明显地增加整个再生过程的时间，虽然有益，但不是过程所必须的工序。

再生后，把阴离子树脂上的再生溶液冲洗干净，把树脂先冲至所需的等电点，用去离子水浸泡过夜即12小时后，再冲洗至等电点，这样处理将会是有益的。但是，浸泡处理明显增加了整个再生过程的时间，虽然有益，但不是整个过程所必需的工序。

阴离子树脂再生以后，把阀门82和84打开，通过管子20和30引水至容器12中，把其中未再生的阳离子材料通过管道80转移至容器10内。转移完成后，把未再生的阳离子材料和已再生的阴离子材料在容器10内进行混合，并放置一段时间，一般是3小时。

通过管子18往容器10内，以一定的流速通进水，利用水力把混合物的材料分成三层，即上部的再生了的阴离子材料层，中间的包含有再生了的阴离子材料层，中间的包含有再生了的阴离子材料和未再生的阳离子材料混合物的界面带，下部的未再生的阳离子材料层。水流通过管子28和阀门40流出容器10，并通过管理子36和排水管44相连。最好，在初始阶段，把水流速控制在较高水平，在后来即混合物分层过程中把水流量减小。流速以通过容器10中两边平行的那部分空间的线速表示，一般开始时是12米/小时，然后是8米/小时。

分层完毕后，把进入容器10的水流速调节到适当的水平，以便把材料从容器10中，转移出去。关闭阀门40，打开阀门56和58，容器10内的阳离子材料，通过管道52靠水力转移到容器12内。在转移过程中，容器10维持着满水位，这样随着阴离子层顶端水平的不断下降，水流弥补了内于阳离子材料转移出去而留出的空间。而且在转移过程中，分层过程也在不停顿地进行。当容器10内的阳离子材料近乎转移完毕时，最好，打开阀门50以减慢转移的速度。这样，容器10中的水经过控制阀50流出，通过管道52的水的流速就被降至较低的水平。

随着转移过程的进行，电导管54不断监测着材料之间界面的情况。在这里，界面是指较纯的未再生的阳离子材料和已再生的阴离子材

料的接触面。而事实上，是由两种材料相互渗透扩张而成的界面带。随着界面滞通过电导管54，电导率就显著下降，利用这种特性就可以监测界面。不同材料的界面，也可以通过光学传感器进行监测，也可以通过同时利用电导和光学二种传感器来进行监测。

一旦电导管54监测到界面，适当地延迟一段时间后，阀门68就关闭，管道52的出和阀的进口得到了隔离。只有纯的未再生的阳离子材料，通过阀门58顺流而下。由于材料之间的颜色不同，所以，可以在管道52上安装上观察窗100。这样，在电导管54测到界面后，操作者就可通过在窗上，靠目视检查观察到材料类型的变化，从而决定(或最后查对)延迟时间的长短。同时，关闭阀门58，打开阀门68，这样，从容器10中转移出的处于界面带中的混合材料就通过管子66进入到独立的容器64中，经过适当的时间间隔，即所有处于界面带的材料输送到容器64后，关闭阀门50和56。同时，通过关闭阀门22停止水流进入容器10。

控制阀门56、68、98，然后控制阀门58，68和98，利用管子26的水流把管道52中较纯的阴离子材料和阳离子材料分别冲到容器10和12中。

然后，把容器12中的阳离子交换树脂进行再生。再生可分两步进行。首先，用二氨基丙烷或者是二氨基乙烷溶液或者其他更适用的多价再生剂进行处理，然后用硫酸或硝酸溶液进行再生。操作者也可只用硫酸或硝酸溶液进行再生。已知把树脂在硫酸或硝酸再生剂中浸泡过夜即12小时，将是十分有益的。但是，浸泡将明显地增加整个再生过程的时间，虽然有益，但并非过程所必需的工序。

再生后，把阳离子树脂上的再生溶液冲洗干净，把树脂先冲至所需的等电点，用去离子水浸泡过夜即12小时后，再冲洗至等电点，这样处理将会是有益的，但是，浸泡处理明显增加了整个再生过程的时

间。虽然有益，但它并非整个过程所必需的工序。

打开相应的阀门，通过管子18和28引水至容器10中，并通过管道52和60，把容器10中经过再生纯化和洗净的树脂的一部分转移到第四个容器即贮存容器(没有在图中标明，但它可能是前面第一次提到的贮存设备，也可能是另外的容器)中。留在容器10中的阴离子树脂的体积应约等于在正常混合床中阳离子树脂体积的25%。转移走的阴离子树脂的体积应等于正常混合床中阴离子树脂的量。因此，在再生系统中阴离子树脂的体积比在水纯化中所用的多25%。

打开阀门82和84，通过管子20和30将水流通到容器12中，在水的传送作用下，通过输料管道80把经再生和洗净的阳离子树脂从容器12转移到容器10中。转移完毕后，把在容器中经再生的阳离子和阴离子材料进行混匀，然后，放置3小时。

在容器10中，混合后的树脂再进行分离。

进行回洗后，通过输水管18把一定流速的水输到容器10中，把容器中的材料分三层，即上层的经再生的阴离子材料层，中间的含有再生了的阴离子和再生了的阳离子材料混合物的界面层，下层的经再生了的阳离子材料层。水通过输水管28和阀门40流出容器10后，通过输水管36和排水管44相连。最好，在初始阶段，把流速控制在较高的水平，然后，在其余时间里即分层过程中，把流速减减小，一般流速以通过容器10中两边平行的那部分空间的线速度表示，一般开始是12米/小时，然后是8米/小时。

一旦分层完毕后，就要把进入容器10的水的流速调节到适当的水平，以便把材料从容器10中转移出去。关阀门40，同时打开阀门56和58，经再生的阳离子材料靠水力推动下，从容器10通过输料管52，转移到容器12中。在转移过程中，容器10维持着满水位。这样随着阴离子层顶端水平的不断下降，水流弥补了由于阳离子材料转移出去而空

出的空间。而且在转移过程中也使分层过程不间断地进行。当容器10中的阳离子材料近乎转移完毕时，最好打开阀门50，以放慢转移速度。这样，容器10中的水经过控制阀50流出，通过输料管道52的水的流速就被降至较低的水平。

随着转移过程的进行，电导管54不断监测着材料之间的界面的情况。在此，界面是指较纯的经再生的阳离子材料和较纯的经再生的阴离子材料的接触面。而事实上，是由两种材料相互渗透扩张而成的界面带，随着界面带通过电导管54，电导率显著下降，利用这种特性就可监测到界面，不同材料的界面，也可以通过光学传感器进行监测，也可以通过同时使用电导和光学二种传感器来进行监测。

一旦电导管54监测到界面，适当的延迟一段时间后关闭阀68，隔断输料管52的出口和阀门的进口。只有纯的经再生的阳离子材料通过阀门58顺流而下。由于材料之间的颜色不同，所以可在管道52上安装上观察窗100，这样在电导管54测到界面后，操作者就可通过在窗上靠目视检查观察到材料类型的变化。从而决定（或最后查对）延迟时间的长短，同时关闭阀门58，打开阀门68，这样从容器10中转移出的处于界面带中的混合材料，就通过管子66进入到独立的容器64中。经过适当的时间间隔，所有处于界面带的材料输送到容器64后，关闭阀门50和56，同时通过关闭阀门22停止水流进入容器10。

开启阀门68，再开启阀门58，从输水管26输入水，把管道52里的相当纯的经再生的阳离子材料冲入容器12中。

打开阀门82和84，通过输水管20和30，引水流到容器12中，在水力输送下，通过管道80把经再生纯化的和洗净的阳离子材料，从容器12转移到容器10中。

在与贮存容器（图示中未标明）相连接的管路中，打开阀门88和其他需要打开的阀门，将水流导入贮存的容器中，依靠水力输送作用

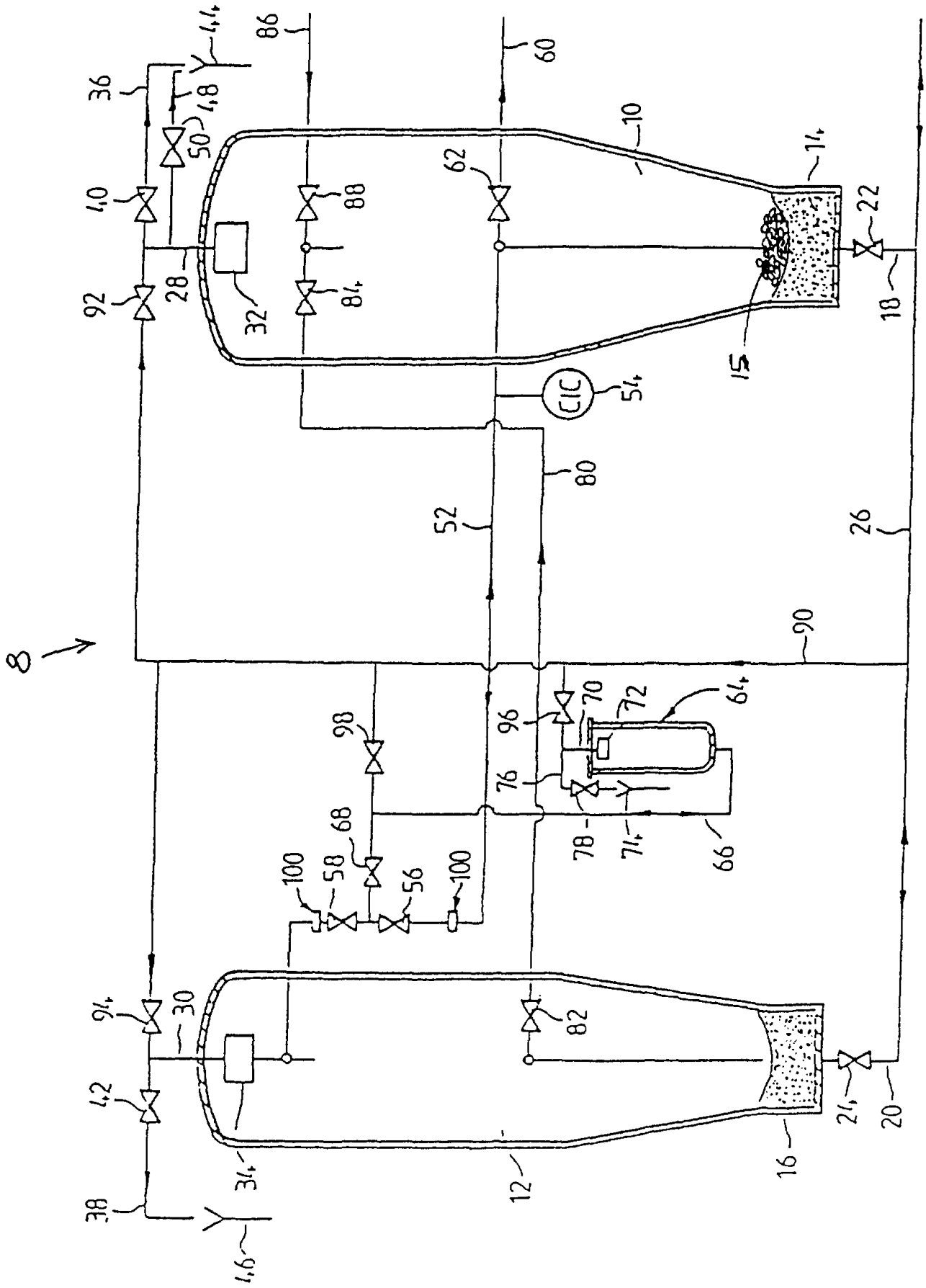
，通过管道86，把经再生纯化和洗净的阴离子材料从贮存容器中转移出来。

当经再生纯化和洗净的阴离子和阳离子材料转移到容器10中后，将它们重新混合。它们可以一直置于容器10中直到工作中需要时再使用，也可转移到贮存容器（图示中未标出）中保存。在任何一种情况下，在实际使用这些树脂前，它们的电导率都要洗至非常低的程度。

无论怎样，当容器10最后腾空后，在独立的容器64中的混合材料就被转移到容器10中，等待下一批再生的材料一起再生。该转移过程，通过关闭阀门58和98，然后打开阀门56、68和96，依靠管道26中的水流输送作用来完成。如果需要，在输送以后，可通过关闭阀门96，开启阀门56、68和98引入水把管道52进行最后的冲洗。

可以理解，该方法在实际运用时存在着由工厂的实际步局决定的许多差异。在所述的方法中并未使用惰性树脂，但是惰性树脂可用于进一步致善分离效能，惰性材料的密度介乎于阴离子和阳离子的材料的密度之间，所以，在分层时，所形成的界面层事实上正如在专利说明书202761013中所述的是完全由纯的惰性树脂组成的。

该方法也同样适用于其它的混合床再生设备上，由于设计上的差异，这些设备设有在这里描述，但是按照本专利说明书所详细描述的方法可以很容易地在这些设备上运用，尽管这样做有时需要做些管道的变化以及增加一些容器。


8
10
12
14
15
16
18
20
21
22
26
28
30
31
32
34
36
38
40
42
44
46
48
50
52
54
56
58
60
62
64
66
68
70
71
72
74
76
78
80
82
84
86
88
90
92
94
96
98
100
CIC