(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 111989146 B
(45)授权公告日 2025.04.15

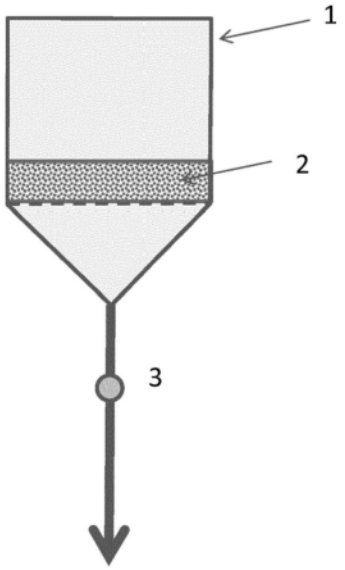
(21)申请号 201980026178.4
(22)申请日 2019.04.09
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 111989146 A
(43)申请公布日 2020.11.24
(30)优先权数据
18167620.6 2018.04.16 EP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2020.10.15
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2019/058886 2019.04.09
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2019/201661 DE 2019.10.24
(73)专利权人 拜耳公司
地址 德国勒沃库森
(72)发明人 K·A·恩格尔哈特 R·格罗斯
(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所 11256
专利代理师 郜红
(51)Int.Cl.
*B01D 9/00*(2006.01)
*B01D 29/085*(2006.01)
*B01D 29/60*(2006.01)
(56)对比文件
EP 0009527 A1,1980.04.16
US 3815745 A,1974.06.11
Marjatta Louhi-Kultanen.Filter cake washing: Partial dissolution of organic particles and real-time monitoring based on Raman spectroscopy.Separation and Purification Technology.2008,第59卷270-276.
审查员 赵婵
权利要求书2页 说明书10页 附图6页

(54)发明名称

# 通过滤液测量的方式监测和控制过滤的方法

(57)摘要

本发明涉及用于在过滤系统中监测、过程控制和监督固体过滤、尤其是所述固体的洗涤过程的解决方案,且尤其涉及用于监测和控制用于饼过滤的过滤设备中过滤和洗涤固体的过程的方法,其中至少一个测量设备施加在所述过滤设备的滤液出口之中或之上,所述测量设备测量至少在洗涤过程期间来自用于饼过滤的过滤设备的滤液流的至少一个参数。




CN 111989146 B

1.监测用于饼过滤的过滤设备中的固态散体材料上的过滤和洗涤操作的方法,其中

-所述过滤设备具有洗涤介质进料器,用于饼过滤的过滤元件,用于除去滤液流的滤液出口以及在所述滤液出口之中或之上的至少一个测量设备,所述测量设备用于测量所述滤液流的一个或多个参数值,

-在所述过滤和洗涤操作期间,借助于用于饼过滤的过滤元件,将悬浮介质中的固态散体材料以饼的形式与悬浮介质分离,将所述悬浮介质以滤液流的形式引导进入滤液出口,并且所述测量设备经所述洗涤操作的时间段测量所述滤液流的至少一个或多于一个参数值,

其特征在于,经所述洗涤操作的时间段进行测量的参数值的计算机执行的变化分析,所述变化分析用于确定所述洗涤操作的结束和/或所述洗涤操作的有效性,并且使用所述变化分析用于结束所述洗涤操作;

其中所述滤液流的参数选自:一种或多种主要或次要组分的折射率、密度、超声传输时间、氧化还原电势和累积光谱特性;和

其中通过以下步骤确定所述洗涤操作的结束:

a)将测量的参数值提供给评估系统,

b)计算在时间t-1和t的测量数据之间的测量曲线的一阶导数,

c)如果来自b)的一阶导数大于零或大于所述方法被认为已结束的测量曲线的导数的预定义值,则继续所述洗涤操作;对于进一步的测量曲线重复步骤b),

d)如果来自b)的一阶导数为零,如果其小于或等于预定义值,则结束所述洗涤操作和/或通过用户界面通信所述洗涤过程的结束;和/或其中通过以下步骤确定所述洗涤操作的有效性:

a.在所述洗涤操作中的预定义时间段内将测量数据的测量值传输至所述评估系统,

b.计算在时间t-1和t的测量数据之间的测量曲线的一阶导数,

c.将所述一阶导数与其中所述洗涤操作被认为是有效的一阶导数的批准的预定义的值范围进行比较,

d.如果所述一阶导数在来自c的值的预定义范围之外,则结束洗涤操作和/或通过用户界面给出差异的通知,

作为步骤d的替代或补充

e.计算时段C,其中所述一阶导数在来自c的预定义的值范围内,

f.从e计算斜率值,作为时段C的平均斜率,

g.从e计算时段C内的斜率值的变化性,

h.如果来自f的斜率值在所述斜率值的预定义的工作范围内并且来自g的斜率的变化性小于或等于其中所述洗涤操作被认为有效的变化性的预定义公差限,则继续所述洗涤过程,

i.如果来自f的斜率值在所述斜率值的预定义的值范围之外和/或来自g的斜率值的变化性高于变化性的预定义公差限,则发出警告和/或结束所述洗涤操作。

2.如权利要求1中所请求保护的方法,其中测量所述滤液流的折射率和/或密度。

3.如权利要求1至2中任一项中所请求保护的方法,其中将所述洗涤操作的时间段内的所述参数值作为测量数据传输至用于存储所述测量数据的存档模块,并与时间t一起存储。

4.如权利要求1中所请求保护的方法,其中确定直至所述洗涤操作结束为止的洗涤操作所消耗的洗涤介质的量并将其固定为用于下一洗涤操作的洗涤介质的最佳量。

5.如权利要求1或2中所请求保护的方法,其中所述方法用于在线监测所述洗涤操作。

6.如权利要求1中所请求保护的方法,其中确定所述滤液流中的至少一种组分的至少一种浓度。

7.用于监测在用于饼过滤的过滤设备中的固态散体材料上的过滤和洗涤操作的系统,其中所述系统包括:

-归档模块,其经配置用于在所述过滤和洗涤操作的时段内,存储从所述过滤设备的滤液出口之中或之上的至少一个测量设备传输的具有时间t的滤液流的参数值,以及用于将所述参数值转移至评估系统,

-评估系统,其连接至所述归档模块,并配置为在所述过滤和洗涤操作的时间段内分析所述参数值的变化,并使用此变化分析通过实施权利要求1所述的方法来确定所述洗涤操作的结束和/或所述洗涤操作的有效性;

-用于发出结束所述洗涤操作的控制命令的元件,和/或

-用于所述洗涤操作的结束和/或所述洗涤操作的有效性的显示元件。

8.过滤设备,其包括洗涤介质进料器,用于饼过滤的过滤元件和滤液出口,安装在所述滤液出口之中或之上的至少一个用于测量所述滤液流中的参数值的测量设备以及如权利要求7中所请求保护的系统。

9.如权利要求8中所请求保护的过滤设备,其中所述测量设备可以测量所述滤液流或者可替代地所述滤液流中的至少一种代表性成分的一种或多种选自以下的参数:折射率,密度,超声传输时间,pH,电导率,氧化还原电势和/或光谱特性,作为累积参数。

10.如权利要求8或9中所请求保护的过滤设备,其选自吸滤器、离心机、布氏漏斗、砂芯漏斗(Fritten)、过滤坩埚、鼓式过滤器、盘式过滤器、带式过滤器和压滤机。

11.如权利要求8中所请求保护的过滤设备,其中所述过滤设备具有可控制的洗涤介质进料器,其可以接收用于打开或关闭所述洗涤介质进料器的命令。

# 通过滤液测量的方式监测和控制过滤的方法

## 技术领域

[0001] 本申请涉及用于在过滤车间中监测、过程控制和监督固体过滤、尤其是洗涤这些固体的操作的解决方案。所述固体是自由流动的材料,通常是颗粒或粉末形式的结晶或沉淀的结果,并且通常也称为固态散体材料(bulk material)。

## 背景技术

[0002] 从结晶或沉淀开始生产固体活性成分的常规生产方法细分如下:

[0003] 1.结晶/沉淀,也称为固体形成:生产过程的该步骤形成悬浮在母液中的固体,

[0004] 2.过滤:在用于压力、真空或离心过滤的过滤设备(下文中也统称为过滤设备)中,将固体与母液分离。

[0005] 常规的过滤设备例如是吸滤器、离心机、鼓式或盘式过滤器等,但也可以是具有平筛面或砂芯漏斗(Fritten)的瓷漏斗或玻璃漏斗,或另一多孔过滤器元件。在使用吸滤器的情况下,例如,将待过滤的悬浮液转移至设备,在压力或真空下将滤液与固体分离,并引出。在图1中通过实例的方式以示意性形式显示吸滤器。

[0006] 通常,在固体过滤的步骤3中,随后在置换和/或重悬浮洗涤操作中洗涤滤饼,以“将固体洗涤干净”,即获得固体所需的质量特征。在该步骤中,通常经固定数量的洗涤步骤将固定量的溶剂(新鲜的或再循环的)均匀地分布在滤饼上。洗涤次数取决于所需的固体纯度。通常,在洗涤步骤之间不打开过滤设备,且因此由于该原因和其他原因,滤饼的采样是不可能的。

[0007] 固体在步骤4中干燥。这通常也在压力吸滤器(吸干器)上或分开的干燥步骤中完成。

[0008] 在步骤3和4之间,可能还存在配制步骤,例如添加增塑剂、稳定剂等。

[0009] 通常,过滤和洗涤操作被视为“黑匣子”,其通过试验和错误进行优化(Ruslim等人,Chemical Engineering Science 62(2007)3951-3961)。Ruslim等人解决了在过滤和洗涤操作中洗涤介质的不均匀分布的问题。他在线研究滤饼的测量,但优选离线测量,并写道,滤饼的测量比滤液流的测量更好。他仅使用滤液流的测量来完全检查杂质。

[0010] LOUHI-KULTANEN等人描述了一种用于用拉曼光谱仪控制过滤和洗涤操作的方法和测量设备,其中同样在滤饼中进行测量。这是局部测量(在滤饼表面上)或侵入性测量方法(浸入式光学器件),其损坏滤饼。此外,该方法不能进行迹线测量,因为拉曼光谱仪的测量限值为1%。LOUHI-KULTANEN等人没有给出对于滤液流量的测量的任何指示(LOUHI-KULTANEN等人:"Filter cake washing:Partial dissolution of organic particles and real-time monitoring based on Raman spectroscopy",SEPARATION AND PURIFICATION TECHNOLOGY,ELSEVIER SCIENCE,AMSTERDAM,NL,vol.59,no.3,4February 2008(2008-02-04),第270-276页,XP022453823,ISSN:1383-5866,DOI:10.1016/J.SEPPUR.2007.06.017)。

[0011] 根据当前的现有技术,在工业过滤和洗涤操作过程中,固体仍在过滤设备中(即点

2或3)的质量控制不会进行。通常,仅在完成步骤4之后进行分析。通常,从干燥的滤饼中提取固体样品,并通常在实验室中通过色谱的方式进行分析。通常在专业领域中假设,只能通过直接滤饼分析来确定滤饼的质量。作为结果,迄今为止,在线测量技术的进步并未影响过滤过程中的滤饼质量的监测。如果测试的滤饼不符合规格,则必须对干燥的产物进行重新处理,丢弃或切割。洗涤介质的量和洗涤策略(置换、逆流或浆料洗涤)通常实验确定一次,并且通过滤饼的分析进行验证。

[0012] 如果固体的早期质量控制是可能的,则可能在质量较差的情况下立即进行反应,例如进行额外的洗涤(条件是可以将杂质洗出并且不包含在晶体中)。在质量非常好的情况下,视情况而定,可能免除洗涤或洗涤介质,且因此省去溶剂或水。两种变型都将使得能够直接大大节省成本和时间。

[0013] Kopra等人公开了一种用于在具有折射计的纸浆洗涤中控制造纸工业的过滤和洗涤操作的方法和测量设备。在该过程中,确定被引导进入过滤设备并从过滤设备出来的洗涤介质的折射率,其目的在于确定是否可以重复使用洗涤介质。使用测量值调节洗涤介质进料器,以避免不想要的洗涤损失。Kopra等人没有给出关于利用这些测量值以便获得关于洗涤操作的进展或滤饼的质量的结论的任何指示。考虑到过滤设备,这在任何情况下都是不可能的,因为没有与相应的洗涤区分开的测量值。(Kopra等人"Application of the refractometer in the measurement and monitoring of brown stock washing, doctoral dissertation",1January 2015(2015-01-01),XP055374630,URL:https://aaltodoc.aalto.fi/bitstream/handle/123456789/15451/isbn9789526061344.pdf?sequence=1&isAllowed=y).]。

## 发明内容

[0014] 因此,解决的问题是提供过滤和洗涤过程的监测的解决方案的问题,所述解决方案可用于在线监测,使得能够得出关于过程的进展、尤其是关于滤饼质量的结论,不需要任何中断洗涤过程用于滤饼的质量控制,并且不引起对滤饼的损坏。

[0015] 该目标通过使用测量技术来测量来自过滤器设备的滤液流来实现,其中在过滤和洗涤操作的时段内测量滤液流的参数值,并且在该时间段内分析这些的变化。已经令人惊讶地发现,在过滤期间的这种分析使得能够得出关于过滤和洗涤过程的进展和质量的结论。

[0016] 本申请首先提供了根据权利要求1及其从属权利要求所述的监测和控制用于饼过滤的过滤设备中的固态散体材料的过滤和洗涤操作的方法,其中至少一个测量设备安装在所述过滤设备的滤液出口之中或之上,所述测量设备测量洗涤操作期间来自用于饼过滤的过滤设备的滤液流的一个或多个参数,并且在该时间段内分析测量的参数值的变化。

[0017] 在本申请的上下文中,滤液流的合适的可测量参数尤其是滤液流中的至少一种代表性成分(主要和/或次要组分)的折射率、密度、超声传输时间、氧化还原电势和光谱累积和/或物质特异性特性,例如滤液的吸收、阻抗、颜色或荧光信号。对于水性介质,也可能使用pH和/或电导率。

[0018] 然而,测量方法的选择取决于过程中使用的物质(尤其是一种或多种产物和/或一种或多种副产物)。特别优选在过滤和洗涤的过程中使用滤液的折射率和/或密度的测量。

也可能组合上面提及的方法中的一种或多种。对于质量控制以及纯测量值(原始数据),同样也可能使用事先确定的校准函数来确定(次要)组分的浓度。

[0019] 在该方法的优选实施方案中,进行折射率和本领域中常规的滤液质量的测量值(根据VDI指南2762)的平行记录。

[0020] 该方法既适合于连续过程的监测又适合于分批过程的监测。为了应用目的,在连续洗涤过程中,将洗涤介质连续计量至滤饼上,使得滤饼在其整个区域上被均匀地覆盖。在分批过程中,将预定量的洗涤介质施加至滤饼用于洗涤。

[0021] 优选地,该方法包括用于分析测量数据的计算机执行的步骤。通常,这些步骤由适当配置的计算机系统执行。

[0022] 为了分析测量数据,例如经由数据接口(OPC,SQL,现场总线,例如profibus,modbus,以太网,模拟信号等)从一个或多个测量设备发送这些;导入的测量数据被存储在归档模块中,例如数据库模块,其中记录测量数据和时间戳t,和优选用于清楚标识生产批次的所有信息。

[0023] 数据库模块连接至评估系统。在本申请的上下文中的评估系统是经配置用于执行方法步骤的测量控制系统或计算机。

[0024] 因此,本申请进一步提供了用于控制用于饼过滤的过滤设备中的固态散体材料上的过滤和洗涤操作的计算机系统,其中所述计算机系统包括:

[0025] -归档模块,其经配置用于在过滤和洗涤操作的时段内,存储从所述过滤设备的滤液出口之中或之上的至少一个测量设备传输的具有时间戳t的滤液流的参数值,以及用于将这些转移至评估系统,

[0026] -评估系统,其连接至所述归档模块,并配置为在该时间段内分析所述参数值的变化,并使用此变化分析来确定所述过滤和洗涤操作的结束和/或所述洗涤操作的有效性,

[0027] -用于所述过滤和洗涤操作的结束和/或所述洗涤操作的有效性的显示元件,和/或

[0028] -用于发出结束所述过滤和洗涤操作的命令的元件。

[0029] 通常,所述评估系统连接至用于控制洗涤介质进料器并且配置成能够发出用于继续或结束洗涤介质进料器的命令的系统。

[0030] 更优选地,在所述评估系统的帮助下开始和结束洗涤介质的进料,或者凭借向可控制的洗涤介质进料器发出相应的命令的评估系统(例如阀)来进行新的洗涤操作。通常,洗涤介质进料器可经由一个或多个用于控制洗涤介质进料器的控制元件(例如过程控制系统)来控制。

[0031] 在该方法的一个具体实施方案中,进行极限值评估和/或变化分析。

[0032] 在原始数据或由此计算的浓度值的极限值评价中,测量数据分析通常包括以下步骤:

[0033] 1.在所述过滤和洗涤过程中的预定义时间段内,将滤液流的监测参数的测量值转移至所述评估系统,至少直至达到预先通过实验或根据经验确定且对应于滤饼的期望质量的预定义参数值。如果达到该值,则可以假定滤饼已经根据规格进行洗涤;洗涤操作可以结束。

[0034] 1.1.在连续过程中,在从1达到参数值时,洗涤介质的进料结束;滤饼被进一步处

理。

[0035] 1.2.在分批过程中,将通信洗涤过程的结束。对于另外的滤饼的下一次分批洗涤,可能任选地根据来自1的预定义的参数调节(通常减少)洗涤介质的量。下面进一步详细描述调节洗涤介质的量的方法。

[0036] 2.如果未达到预定义的参数值(参见1.),则可以假定滤饼未经最佳洗涤;洗涤操作通过如下继续

[0037] 2.1.在连续过程中,延长洗涤介质进料。

[0038] 2.2.在分批过程中,可以对已经洗涤的饼进行额外的洗涤。在具有新滤饼的下一批次中,可以增加洗涤介质的量。

[0039] 如果尽管进行描述的措施(参见2.1或2.2),但未达到预定义的参数值,则仅通过置换母液进行纯化是不够的。通常,改变洗涤策略;例如,可能进行浆料洗涤(悬浮洗涤)或置换和浆料洗涤的组合。

[0040] 作为极限值评价的替代或补充,该方法包括用于对原始数据或从原始数据确定的浓度值进行变化分析的步骤。

[0041] 在对原始数据或由此计算的浓度值的变化分析中,测量数据分析通常包括以下步骤:

[0042] 3.在所述过滤和洗涤过程中的预定义时间段内,将滤液流的监测参数的测量值转移至评估系统中。从测量值生成曲线的一阶导数的计算。如果测量曲线的一阶导数(=斜率)停止变化或低于预定义值,则可以采取以下措施:

[0043] 3.1.在连续过程中,洗涤介质的进料结束。根据来自1.的极限值评价(达到/未达到),任选地采取另外的措施,例如改变洗涤策略。

[0044] 3.2.在分批过程中,将通信洗涤过程的结束。对于下一个洗涤步骤,根据来自1的极限值评价,任选地调节(减少或增加)洗涤介质的量。

[0045] 在该方法的一个具体实施方案中,通过一个或多个另外的数据分析的方式从测量数据确定洗涤的质量。为了该目的,优选在时段C中计算测量曲线的斜率(两次测量之间,例如时间戳t-1和t的测量之间)。对于已预定义为批准的斜率,将计算的斜率与值的范围(工作范围)进行比较;通常已经从先前的洗涤中以满意的质量确定这一点。当斜率在洗涤的过程中离开工作范围时,洗涤操作或洗涤的有效性可能存在差异,因此可能存在故障。

[0046] 当以下情况时可能存在故障:

[0047] a)斜率太平,例如,由滤饼中的裂缝引起。

[0048] b)斜率不均一,例如由滤饼中的孔或通道引起。

[0049] 斜率的评价使得能够理解或监测过程,使得可以开始合适的对策。例如,这些可能是:注意滤饼的(不)饱和度,检查用于故障的过滤介质,使滤饼平滑等。

[0050] 通常,该斜率等于洗涤速度Δ浓度/Δ时间,或者替代地为Δ测量信号/Δ时间,其中Δ=变化。例如,这使得能够进行过程优化,例如

[0051] a)升高的斜率意指升高的洗涤速度,这可以例如通过升高的压力来实现。这导致较短的洗涤时间,其缩短了循环时间。

[0052] b)降低的斜率意指增加的洗涤时间。这增加了洗涤介质至固态孔系统中的扩散时间,这可以增加洗涤有效性。

[0053] 如果识别故障,则系统发出警告;该系统任选地结束洗涤操作。

[0054] -洗涤的有效性

[0055] 在该方法的一个具体实施方案中,通过以下步骤确定洗涤操作的有效性:

[0056] a)从测量曲线确定时段C,其中测量曲线随着至少为或等于预定义值X的斜率变化(参见图2),

[0057] b)从a)计算斜率值,作为时段C内的平均斜率,

[0058] c)从a)计算部分C中斜率的变化性,

[0059] d)如果斜率值在预定义的工作范围内,并且斜率的变化性小于X,则洗涤操作有效地进行;继续洗涤操作,直至斜率值达到预定值以达到足够的洗涤质量,

[0060] e)如果斜率值≤预定义的最小值(平坦斜率)和/或斜率值的变化性高,则怀疑饼中存在梯度形成或不连续性。发出警告和/或增加过滤压力。

[0061] 最佳洗涤比由后续批次的洗涤曲线分析(通过洗涤比测量,图3或5)确定。如果测量值没有进一步的变化,则已经超过最佳洗涤比,即洗涤介质的最佳量。

[0062] 在本发明的方法的一个具体实施方案中,确定直到计算的洗涤操作结束为止对于洗涤操作消耗的洗涤介质的量,并将其固定为用于下一洗涤操作的洗涤介质的最佳量。在分批洗涤操作的情况下,添加新量的洗涤介质用于洗涤滤饼。在连续方法中,在线计算洗涤介质的量并且发出警告,例如在超过洗涤介质的最佳量的情况下。

[0063] 可以在线或随后以其整体考虑/解释测量值(过程优化)。

[0064] 更具体地,来自用于饼过滤的过滤设备的滤液流中的测量以及获得的测量值的后续分析可以实现与滤液流中次要组分的浓度或与滤液流的可测量累积参数相关的滤饼质量的产物特异性验证。

[0065] 本发明的方法尤其提供了关于过程进展的以下信息:

[0066] • 评价过程的进度,

[0067] • 鉴定停止/终点标准

[0068] • 鉴定过程故障,例如不规则的滤饼结构

[0069] • 过程的稳定性

[0070] • 优化洗涤介质的量的指示

[0071] 该信息用于进行间接滤饼分析。

[0072] 在本发明的方法的第一实施方案中,折射率的确定被用作相对于次要组分的累积信号。

[0073] 相应地位于过滤设备中的测量仪器用于在线确定测量值,例如滤液流中的折射率。优选将测量仪器安装在滤液出口5中-或者以非加压方式或者任选地在压力导管中(图1)。

[0074] 测量值及其随时间的变化可以用作质量控制的特征。通常,将在线测量的值与测量值和次要组分/产品质量之间预先确定的校准功能进行比较(图2)。

[0075] 本申请还提供了一种过滤设备,其包括洗涤介质进料器,过滤元件,滤液出口和用于在滤液流中进行测量的测量设备,其中选择所述测量设备用于测量滤液流的一种或多种参数,例如折射率,密度,超声传输时间,pH,电导率,氧化还原电势和/或光谱特性。根据本发明,测量设备安装在滤液出口之中或之上。通常,将所述测量设备安装至所述过滤设备的

滤液导管中。

[0076] 优选地,所述过滤设备另外包括用于测量滤液的质量的测量设备。通常,借助于天平,确定/记录在滤液收集容器中的滤液的质量。或者,借助于流量计从体积流速/质量流速确定/记录滤液的质量。

[0077] 优选地,本发明的测量值与滤液质量的测量值相组合。

[0078] 合适的过滤设备为吸滤器、离心机、布氏漏斗、砂芯漏斗(Fritten)、过滤坩埚、鼓式过滤器、盘式过滤器、带式过滤器和压滤机,但不限于此。

## 具体实施方式

[0079] 用于定性评价固体洗涤的实施例A:

[0080] 在第一组实验中,在置换洗涤中借助于折射率检查洗涤滤液的检查,并例如使用Sivanto产品举例说明。

[0081] 为此目的,在过滤/洗涤中,在限定的接合处从滤液流以多份取样品。使用折射计(来自Anton Paar的Abbemat300)离线测量折射率,并将其与洗涤溶液的折射率进行比较(图3)。考虑到该过程的有规律进展,测量将接近洗涤溶液的折射率。首先,滤液由母液组成,且因此在折射率的过程中观察到平台期。如果在置换洗涤中母液被洗涤介质逐渐置换,则折射率下降,直至达到恒定值。该值最佳地达到所用洗涤介质的值。

[0082] 因此,已经显示,该折射率适合作为累积信号用于检测滤液中的浓度的降低;可以显示并识别浓度和单位时间过滤率与预期值的差异。

[0083] 在个别情况下检查与滤饼质量的相关性,并且这对于Sivanto是可能的。在每种情况下,洗涤结束后(每次实验用不同量的洗涤介质进行),通过HPLC分析在洗涤期间来自滤液流和滤饼的样品。

[0084] 在进一步的实验中,将过程折射计集成至用于过滤的实验室测试床的滤液出口中,作为在线测量技术。为此目的,使用来自KPatents的PR-43型的过程折射计,其具有nD 1.32-1.53的测量范围。流量适配器用于实验室实验。

[0085] 用于定性和定量评价模型颗粒的固体洗涤的实施例B:

[0086] i.实验程序:

[0087] 根据VDI指南2762,在100cm$^2$实验室压力过滤器中在0.2巴表压和室温下进行过滤和洗涤实验。将过程折射计(来自Anton的Abbemat300)集成于滤液导管中。以时间分辨的方式记录滤液的折射率和质量。实验结束后,确定滤饼的高度和质量。

[0088] 在S=1的滤饼的饱和度S下结束过滤,将超纯水小心地铺在滤饼上,且然后进行洗涤和机械除湿。实验结束后,用来自Anton Paar的Abbemat 300在23℃下测定母液滤液和洗涤滤液的折射率。

[0089] 为了将确定的折射率(在线)转换为NaCl浓度和质量,用离线折射计记录校准线。

[0090] 使用的模型颗粒是SiLibeads S型0-50μm玻璃珠(源自Sigmund Lindner GmbH)。固体浓度为400g/kg。使用的杂质是浓度为200g/kg的NaCl。施加的悬浮液的量为约1000g,即将120g NaCl作为溶解的杂质引入系统中。对于洗涤,使用1192g超纯水(对应于4.31水/1干滤饼的洗涤比),以获得非常干净的滤饼。

[0091] 将干燥的滤饼重悬浮于超纯水中,并进行萃取搅拌。离心后,测定上清液中的折射

率。这对应于水的值。另外,借助于比色杯测试确定上清液中的游离$Cl^-$为0。这意味着本实施例中的洗涤的滤饼不含有任何NaCl。

[0092] iii.实验评估:

[0093] • 在线分析:定性评估

[0094] 在滤液质量和折射率的平行记录中,在根据图4进行的实验中得到以下观察:

[0095] -在过滤和洗涤期间,滤液的质量增加,然后在实验结束时在从滤饼除去水分期间保持恒定。由于仅母液离开滤饼,因此折射率在过滤期间保持恒定。在随后的洗涤中,折射率从母液的值降低至纯洗涤介质的值。

[0096] 如果达到几乎纯的洗涤介质的平台期值,则可以假定通过置换洗涤不会进一步洗掉滤饼。换句话说,为了进一步纯化,有必要检查另一种洗涤策略,例如浆料洗涤。如果折射率的值没有进一步变化,则可以结束洗涤。

[0097] 如果以上数据基于洗涤比,则可以直接确定洗涤介质的必需量(参见以下描述)。

[0098] 图5显示折射率(RI)针对洗涤比的变化。显而易见的是,增加水的量,母液滤液的恒定测量值降低。在洗涤结束时,达到平台期值。

[0099] RI的降低和保持在恒定值表明无法实现进一步的洗涤效果。换句话说,甚至用更大的洗涤比,滤饼的洗涤效果没有进一步改进。该纯定性评估可用于在该实施例中以1.5的洗涤比结束洗涤。这直接节省了时间和洗涤介质的成本。在操作中记录此类数据可以为关于洗涤时间和洗涤介质消耗的优化产生足够的数据基础。

[0100] 可以对真实产物用更高程度的复杂性实现定量评估。对于模型项目,这在下文列出。

[0101] • 在线分析:定量评估

[0102] 为了定量评估在线测量数据,选择滤液的RI和质量针对过滤和洗涤的时间的关系图(参见图5)。对于每个时间段,可以从通过NaCl浓度-折射率校准线记录的数据来计算滤液的质量和NaCl的质量。

[0103] $m_{NaCl} = (m_{滤液,1} - m_{滤液,0}) * c_{NaCl,1}$

[0104] 或者,也可以如下进行曲线的积分:

[0105] 曲线下面积可以通过梯形法则测定,使得可以对于每个时间段以s*g/kg为单位确定覆盖的面积:

[0106] 时间段内的面积:$A_1 = 0.5 * (t_1 - t_0) * (c_{NaCl,1} - c_{NaCl,0})$

[0107] 通过参考时间间隔和在该时间间隔中记录的滤液质量,可能确定该时间间隔中的NaCl质量(参见表1和2)。

[0108] $$m_{NaCl,1} = \frac{A_1}{(t_1 - t_0)} * (m_{滤液,1} - m_{滤液,0})$$

[0109]

| 时间 | Δt | RI | 质量 | Δm | NaCl | 个别面积 | 个别面积 | NaCl的质量 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| s | s | | g | g | g/kg | s*g/kg | g/kg | g |
| 0.00 | 1.00 | 1.36823 | 12.4 | 12.4 | 200.2 | 197.7 | 197.7 | 2.46 |
| 1.00 | 1.00 | 1.36821 | 25.8 | 13.4 | 200.1 | 200.2 | 200.2 | 2.68 |
| 2.00 | 1.00 | 1.36824 | 41.2 | 15.4 | 200.3 | 200.2 | 200.2 | 3.08 |
| 3.00 | 1.00 | 1.36816 | 53.0 | 11.8 | 199.8 | 200.1 | 200.1 | 2.36 |
| 4.00 | 1.00 | 1.36813 | 66.1 | 13.1 | 199.7 | 199.7 | 199.7 | 2.62 |
| 5.00 | 1.00 | 1.36816 | 80.1 | 14.0 | 199.8 | 199.7 | 199.7 | 2.79 |
| 6.00 | 1.00 | 1.36812 | 90.8 | 10.7 | 199.6 | 199.7 | 199.7 | 2.14 |
| 7.00 | 1.00 | 1.36811 | 103.1 | 12.3 | 199.5 | 199.6 | 199.6 | 2.45 |
| 8.00 | 1.00 | 1.3681 | 115.8 | 12.7 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 2.54 |
| 9.00 | 1.00 | 1.36811 | 126.1 | 10.4 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 2.07 |
| 10.00 | 1.00 | 1.36812 | 134.6 | 8.5 | 199.6 | 199.6 | 199.6 | 1.69 |
| 11.00 | 1.00 | 1.36808 | 144.1 | 9.4 | 199.4 | 199.5 | 199.5 | 1.88 |
| 12.00 | 1.00 | 1.36806 | 152.9 | 8.8 | 199.3 | 199.3 | 199.3 | 1.76 |
| 13.00 | 1.00 | 1.36808 | 166.6 | 13.7 | 199.4 | 199.3 | 199.3 | 2.73 |
| 14.00 | 1.00 | 1.36805 | 176.0 | 9.5 | 199.2 | 199.3 | 199.3 | 1.89 |
| 15.00 | 1.00 | 1.36811 | 186.0 | 10.0 | 199.5 | 199.4 | 199.4 | 1.99 |
| 16.00 | 1.00 | 1.3681 | 194.8 | 8.7 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 1.74 |
| 17.00 | 1.00 | 1.36808 | 202.7 | 7.9 | 199.4 | 199.4 | 199.4 | 1.57 |
| 18.00 | 1.00 | 1.36803 | 211.1 | 8.4 | 199.1 | 199.2 | 199.2 | 1.68 |
| 19.00 | 1.00 | 1.36803 | 220.1 | 9.0 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.79 |
| 20.00 | 1.00 | 1.36802 | 228.3 | 8.2 | 199.0 | 199.1 | 199.1 | 1.63 |
| 21.00 | 1.00 | 1.36803 | 236.6 | 8.3 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.65 |
| 22.00 | 1.00 | 1.36804 | 243.7 | 7.2 | 199.2 | 199.1 | 199.1 | 1.43 |
| 23.00 | 1.00 | 1.36803 | 252.4 | 8.7 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.73 |
| 24.00 | 1.00 | 1.36803 | 258.0 | 5.6 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.12 |
| 25.00 | 1.00 | 1.36803 | 266.9 | 8.9 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.78 |
| 26.00 | 1.00 | 1.36803 | 273.8 | 6.9 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.37 |
| 27.00 | 1.00 | 1.36802 | 280.8 | 7.0 | 199.0 | 199.1 | 199.1 | 1.40 |
| 28.00 | 1.00 | 1.36803 | 289.3 | 8.5 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.70 |
| 29.00 | 1.00 | 1.36803 | 297.8 | 8.5 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.69 |
| 30.00 | 1.00 | 1.36803 | 305.2 | 7.4 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.47 |
| 31.00 | 1.00 | 1.36802 | 313.2 | 8.0 | 199.0 | 199.1 | 199.1 | 1.58 |
| 32.00 | 1.00 | 1.368 | 320.6 | 7.4 | 198.9 | 199.0 | 199.0 | 1.47 |
| 33.00 | 1.00 | 1.36797 | 328.4 | 7.9 | 198.8 | 198.8 | 198.8 | 1.56 |
| 34.00 | 1.00 | 1.368 | 335.3 | 6.8 | 198.9 | 198.8 | 198.8 | 1.36 |
| 35.00 | 1.00 | 1.36797 | 342.6 | 7.3 | 198.8 | 198.8 | 198.8 | 1.45 |
| 36.00 | 1.00 | 1.36803 | 350.1 | 7.5 | 199.1 | 198.9 | 198.9 | 1.49 |
| 37.00 | 1.00 | 1.36803 | 357.3 | 7.3 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.44 |
| 38.00 | 1.00 | 1.368 | 365.2 | 7.8 | 198.9 | 199.0 | 199.0 | 1.56 |
| 39.00 | 1.00 | 1.36795 | 373.2 | 8.0 | 198.6 | 198.8 | 198.8 | 1.59 |
| 40.00 | 1.00 | 1.36798 | 380.3 | 7.2 | 198.8 | 198.7 | 198.7 | 1.43 |
| 41.00 | 1.00 | 1.368 | 387.4 | 7.1 | 198.9 | 198.9 | 198.9 | 1.41 |
| 42.00 | 1.00 | 1.36797 | 393.4 | 5.9 | 198.8 | 198.8 | 198.8 | 1.18 |
| 43.00 | 1.00 | 1.36803 | 400.8 | 7.4 | 199.1 | 198.9 | 198.9 | 1.47 |
| 44.00 | 1.00 | 1.368 | 409.0 | 8.2 | 198.9 | 199.0 | 199.0 | 1.63 |
| 45.00 | 1.00 | 1.36794 | 411.4 | 2.4 | 198.6 | 198.8 | 198.8 | 0.48 |
| 46.00 | 1.00 | 1.36794 | 412.8 | 1.4 | 198.6 | 198.6 | 198.6 | 0.27 |
| 47.00 | 1.00 | 1.36794 | 413.4 | 0.6 | 198.6 | 198.6 | 198.6 | 0.13 |
| 48.00 | 1.00 | 1.36794 | 413.7 | 0.3 | 198.6 | 198.6 | 198.6 | 0.06 |
| 49.00 | 1.00 | 1.36794 | 414.0 | 0.3 | 198.6 | 198.6 | 198.6 | 0.06 |
| 50.00 | 1.00 | 1.36792 | 414.2 | 0.2 | 198.5 | 198.5 | 198.5 | 0.04 |
| 51.00 | 1.00 | 1.3679 | 414.2 | 0.0 | 198.4 | 198.4 | 198.4 | 0.00 |
| 52.00 | 1.00 | 1.36794 | 414.2 | 0.0 | 198.6 | 198.5 | 198.5 | 0.00 |

[0110] 总NaCl过滤量:83g

[0111] 表1:过滤的测量数据的积分

[0112]

| 时间 | Δt | RI | 质量 | Δm | NaCl | 个别面积 | 个别面积 | NaCl的质量 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| s | s | | g | g | g/kg | s*g/kg | g/kg | g |
| 172.00 | 1.00 | 1.36804 | 0.0 | 0.0 | 199.2 | 199.3 | 199.3 | 0.00 |
| 173.00 | 1.00 | 1.36805 | 0.0 | 0.0 | 199.2 | 199.2 | 199.2 | 0.00 |
| 174.00 | 1.00 | 1.36811 | 1.1 | 1.1 | 199.5 | 199.4 | 199.4 | 0.22 |
| 175.00 | 1.00 | 1.36811 | 5.7 | 4.6 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 0.91 |
| 176.00 | 1.00 | 1.36811 | 13.5 | 7.8 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 1.56 |
| 177.00 | 1.00 | 1.36813 | 19.9 | 6.4 | 199.7 | 199.6 | 199.6 | 1.27 |
| 178.00 | 1.00 | 1.36817 | 26.0 | 6.1 | 199.9 | 199.8 | 199.8 | 1.21 |
| 179.00 | 1.00 | 1.36812 | 33.1 | 7.2 | 199.6 | 199.7 | 199.7 | 1.43 |
| 180.00 | 1.00 | 1.36811 | 38.2 | 5.0 | 199.5 | 199.6 | 199.6 | 1.00 |
| 181.00 | 1.00 | 1.36811 | 46.7 | 8.5 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 1.70 |
| 182.00 | 1.00 | 1.36811 | 52.9 | 6.2 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 1.24 |
| 183.00 | 1.00 | 1.3681 | 59.4 | 6.6 | 199.5 | 199.5 | 199.5 | 1.31 |
| 184.00 | 1.00 | 1.36809 | 63.6 | 4.2 | 199.4 | 199.5 | 199.5 | 0.83 |
| 185.00 | 1.00 | 1.36804 | 72.2 | 8.6 | 199.2 | 199.3 | 199.3 | 1.71 |
| 186.00 | 1.00 | 1.36811 | 79.9 | 7.7 | 199.5 | 199.3 | 199.3 | 1.54 |
| 187.00 | 1.00 | 1.36812 | 90.9 | 11.0 | 199.6 | 199.6 | 199.6 | 2.19 |
| 188.00 | 1.00 | 1.36809 | 100.2 | 9.3 | 199.4 | 199.5 | 199.5 | 1.86 |
| 189.00 | 1.00 | 1.36803 | 108.6 | 8.3 | 199.1 | 199.3 | 199.3 | 1.66 |
| 190.00 | 1.00 | 1.36803 | 117.0 | 8.4 | 199.1 | 199.1 | 199.1 | 1.68 |
| 191.00 | 1.00 | 1.36799 | 125.5 | 8.5 | 198.9 | 199.0 | 199.0 | 1.69 |
| 192.00 | 1.00 | 1.36763 | 133.8 | 8.3 | 196.8 | 197.8 | 197.8 | 1.65 |
| 193.00 | 1.00 | 1.36597 | 142.3 | 8.5 | 187.4 | 192.1 | 192.1 | 1.63 |
| 194.00 | 1.00 | 1.36174 | 153.2 | 10.9 | 163.3 | 175.3 | 175.3 | 1.91 |
| 195.00 | 1.00 | 1.35479 | 161.6 | 8.5 | 123.8 | 143.6 | 143.6 | 1.22 |
| 196.00 | 1.00 | 1.34658 | 170.0 | 8.3 | 77.1 | 100.4 | 100.4 | 0.84 |
| 197.00 | 1.00 | 1.3408 | 179.9 | 9.9 | 44.2 | 60.7 | 60.7 | 0.60 |
| 198.00 | 1.00 | 1.33723 | 186.3 | 6.5 | 23.9 | 34.1 | 34.1 | 0.22 |
| 199.00 | 1.00 | 1.33544 | 195.9 | 9.6 | 13.7 | 18.8 | 18.8 | 0.18 |
| 200.00 | 1.00 | 1.33457 | 204.0 | 8.1 | 8.8 | 11.3 | 11.3 | 0.09 |
| 201.00 | 1.00 | 1.33406 | 211.9 | 7.9 | 5.9 | 7.3 | 7.3 | 0.06 |
| 202.00 | 1.00 | 1.33376 | 221.4 | 9.6 | 4.2 | 5.0 | 5.0 | 0.05 |
| 203.00 | 1.00 | 1.33355 | 230.6 | 9.2 | 3.0 | 3.6 | 3.6 | 0.03 |
| 204.00 | 1.00 | 1.33348 | 236.5 | 5.9 | 2.6 | 2.8 | 2.8 | 0.02 |
| 205.00 | 1.00 | 1.33339 | 244.9 | 8.4 | 2.1 | 2.3 | 2.3 | 0.02 |
| 206.00 | 1.00 | 1.33331 | 252.8 | 7.9 | 1.6 | 1.8 | 1.8 | 0.01 |
| 207.00 | 1.00 | 1.33323 | 263.6 | 10.8 | 1.2 | 1.4 | 1.4 | 0.01 |
| 208.00 | 1.00 | 1.33316 | 271.5 | 7.9 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 0.01 |
| 209.00 | 1.00 | 1.33309 | 281.7 | 10.2 | 0.4 | 0.6 | 0.6 | 0.01 |
| 210.00 | 1.00 | 1.33307 | 289.7 | 8.0 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.00 |
| 211.00 | 1.00 | 1.333 | 297.7 | 8.0 | -0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.00 |
| 212.00 | 1.00 | 1.33299 | 305.8 | 8.1 | -0.2 | -0.2 | -0.2 | 0.00 |

[0113] 总NaCl洗涤量:33g

[0114] 表2:洗涤的测量数据的积分

[0115] 如果将来自个别时段的NaCl的所有质量相加-即,将测量曲线积分-则结果是整个实验中洗出的NaCl的质量。在本实施例中,这总计为116g NaCl,对应于所用的NaCl量的约3%的差异。

[0116] • 来自离线测定的质量平衡:

[0117] 为了验证来自在线测量的质量平衡,确定滤液的质量和收集的滤液中的折射率。这可以用来计算质量平衡。在详述的实验中使用120g NaCl。收集414g浓度为200g/kg NaCl

的母液滤液和1347g浓度为24g/kg NaCl的洗涤滤液。结果是83g NaCl溶解在母液滤液中，且32g NaCl溶解在洗涤滤液中。由于在滤饼中没有检测到NaCl，因此可能通过测量技术回收滤液中的115g NaCl。

[0118] • 关于进行的洗涤的质量的结论

[0119] 在洗涤期间，折射率从母液的(起始)值降低至洗涤结束时的较低(平台期)值。因此，曲线以特定斜率下降。如果该斜率存在任何变化，则可能从中推断出洗涤的质量。

[0120] 下面用上述模型系统记载实施例：

[0121] 将杆插入施加的悬浮液中以便在滤饼中人工产生通道。母液过滤后从滤饼除去水分(图6A)。图7显示进展，尤其是折射率的增加。这表明洗涤前沿在整个滤饼中不均匀运行，但是已经形成不连续性-此处为通道。这仅从洗涤后的滤饼的目视检查来看不是显而易见的，如图6B所显而易见。在技术上可能的情况下，从上方检查滤饼时，不可能看到任何隐藏在滤饼内的裂缝、通道等。

## 附图说明

[0122] 图1：压力吸滤器的示意图

[0123] 1压力吸滤器，2滤饼，3测量单元(例如实例RI)

[0124] 图2：测量值(RI)随时间的趋势表示，分为过程阶段：

[0125] A-母液的置换，B-中间区域，C-批准区域，D-扩散区域，E-洗涤效果的结束。

[0126] 图3：产品Sivanto的折射率(□)和次要组分的总和(○)的比较。纯丁醇在20℃下的折射率为1.39932。(实施例A)。

[0127] 图4：作为时间t的函数的滤液质量M(○)和折射率RI(■)。区域1：过滤；区域2：洗涤。

[0128] 图5：作为洗涤比的函数的NaCl浓度(■)和折射率RI(○)。

[0129] 图6A：具有通道的滤饼，在母液过滤后除去水分。

[0130] 图6B：洗涤后机械除去水分后的滤饼。

[0131] 图7：作为时间(t)的函数的□质量(M)和●折射率(RI)。

[0132] 图8：用于控制洗涤操作的方法的框图

[0133] 1-测量数据的输入

[0134] 2-一阶导数的计算

[0135] 3-一阶导数>0或大于预定义值?

[0136] 4-洗涤操作的结束

[0137] 5-错误信息

[0138] 6-预定义范围C内的一阶导数?

[0139] 7-平均斜率和变化性的计算(步骤e-g)

[0140] 8-在预定义范围内的平均斜率和变化性?

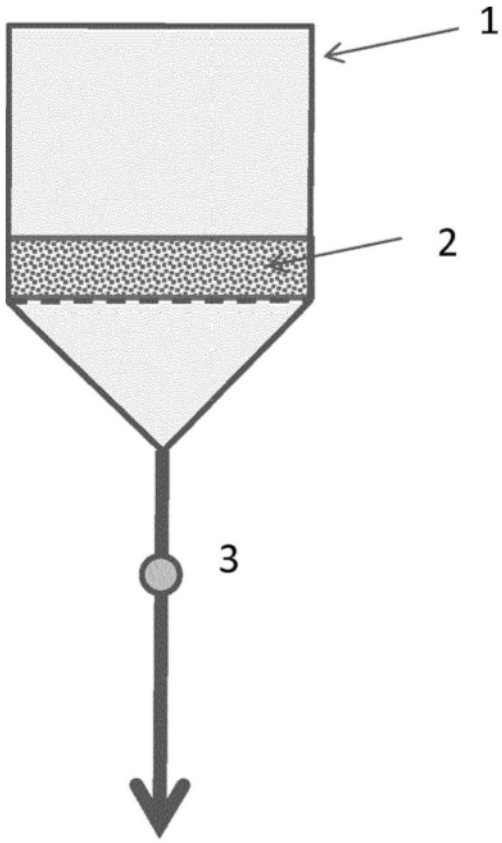



图1

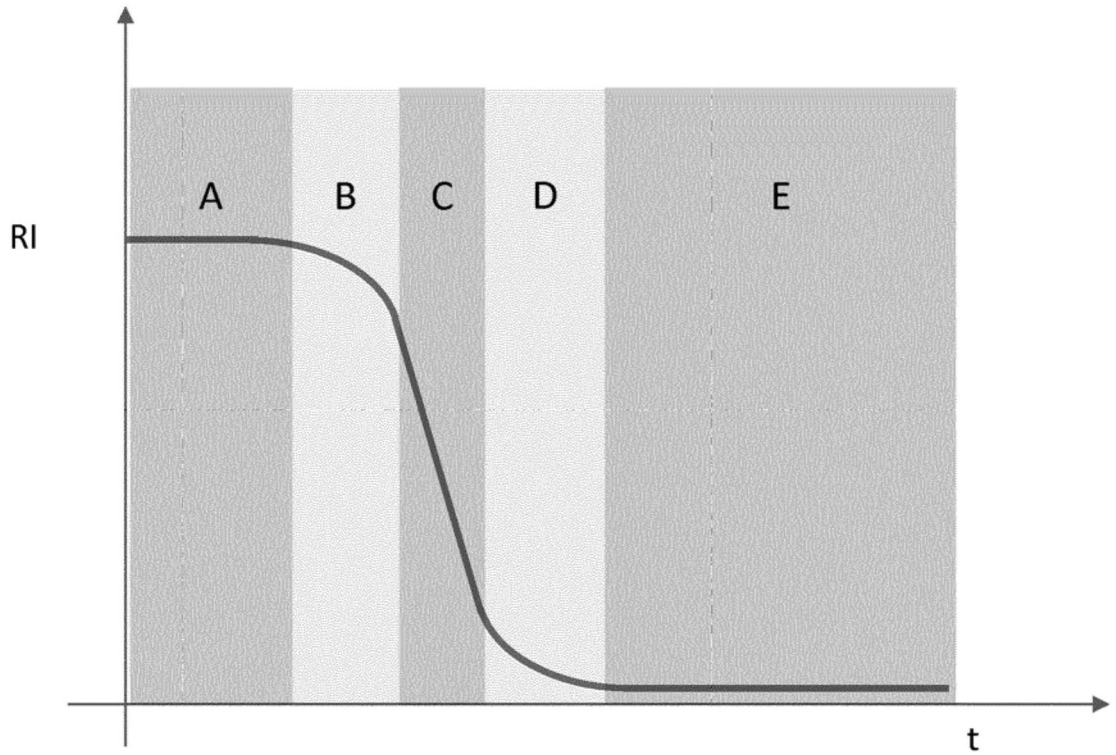

A
B
C
D
E
RI
t

图2

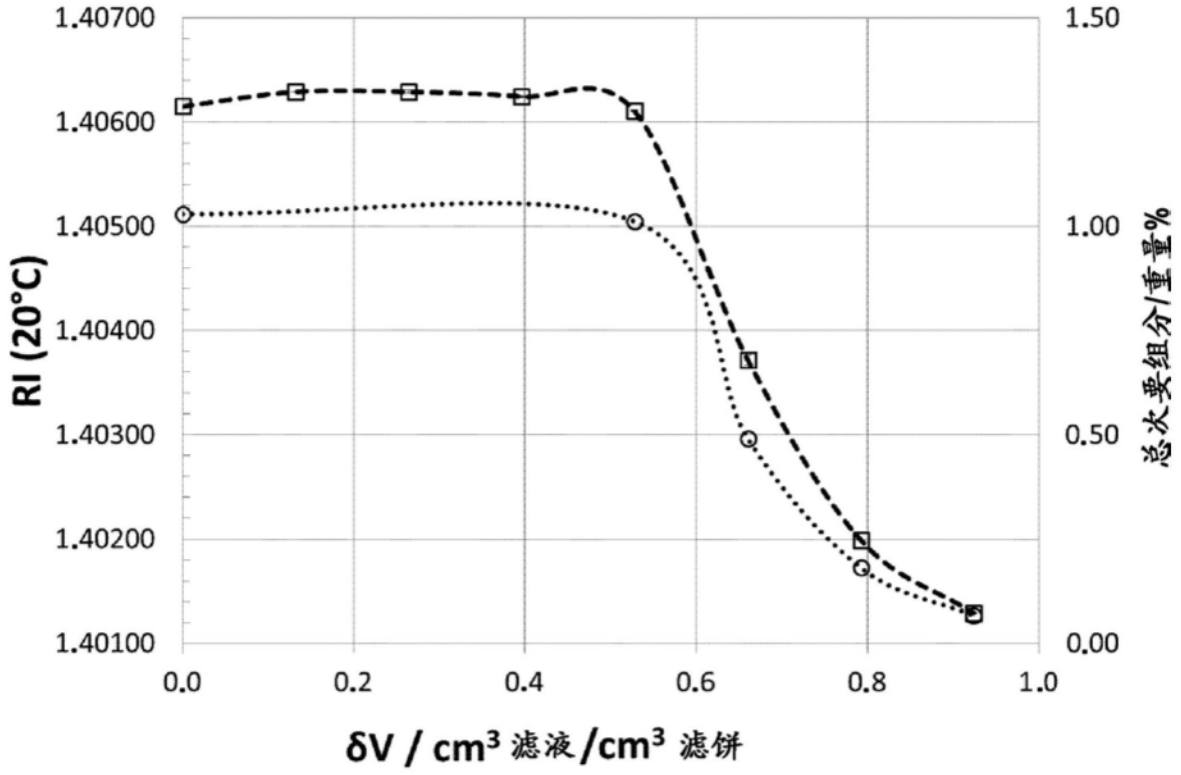

1.40700
1.40600
1.40500
1.40400
1.40300
1.40200
1.40100
RI (20°C)
1.50
1.00
0.50
0.00
总次要组分/重量%
0.0
0.2
0.4
0.6
0.8
1.0
δV / cm³ 滤液/cm³ 滤饼

图3

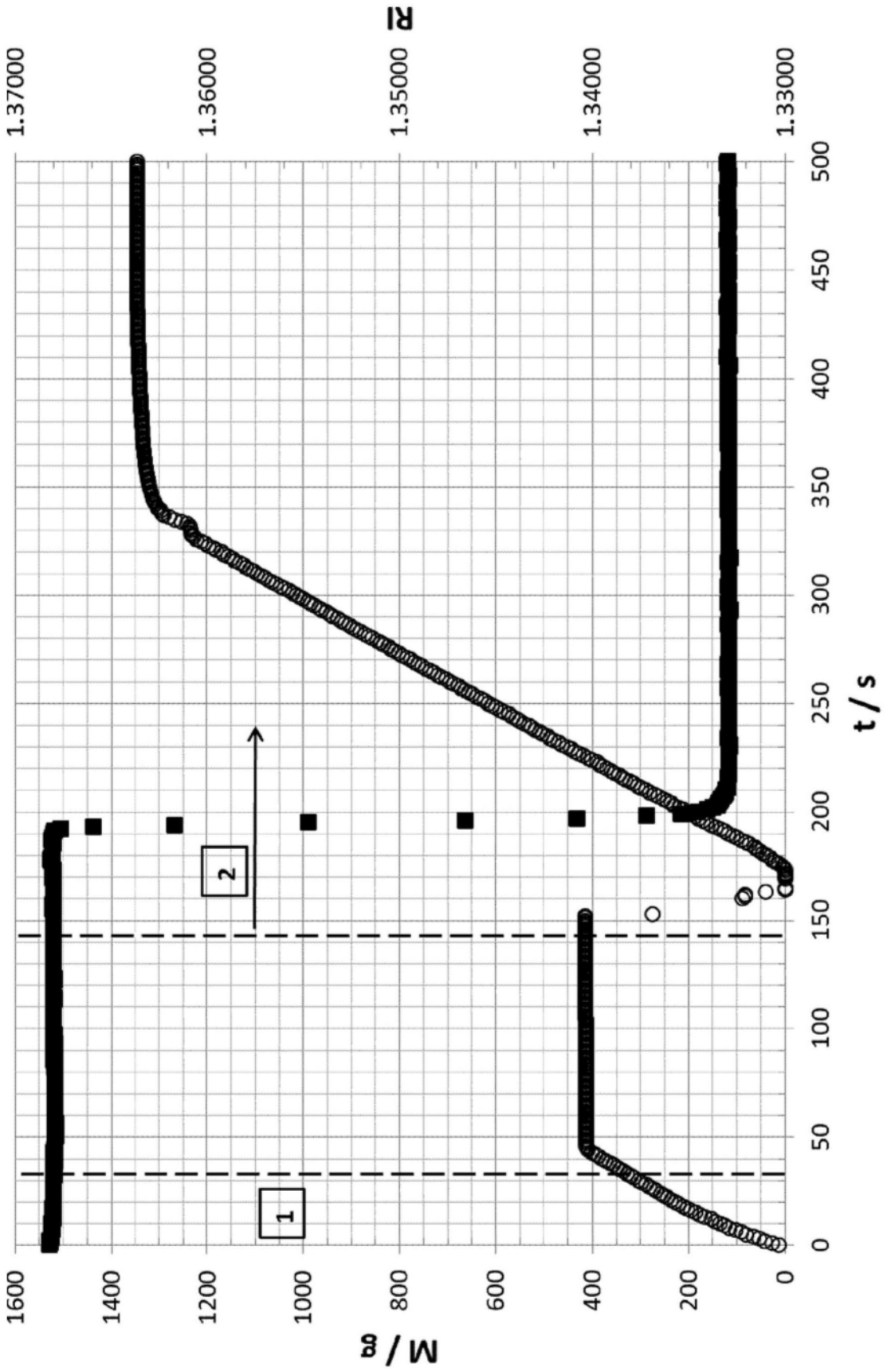

RI
1.37000
1.36000
1.35000
1.34000
1.33000
M / g
1600
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
t / s
0
50
100
150
200
250
300
350
400
450
500
1
2

图4

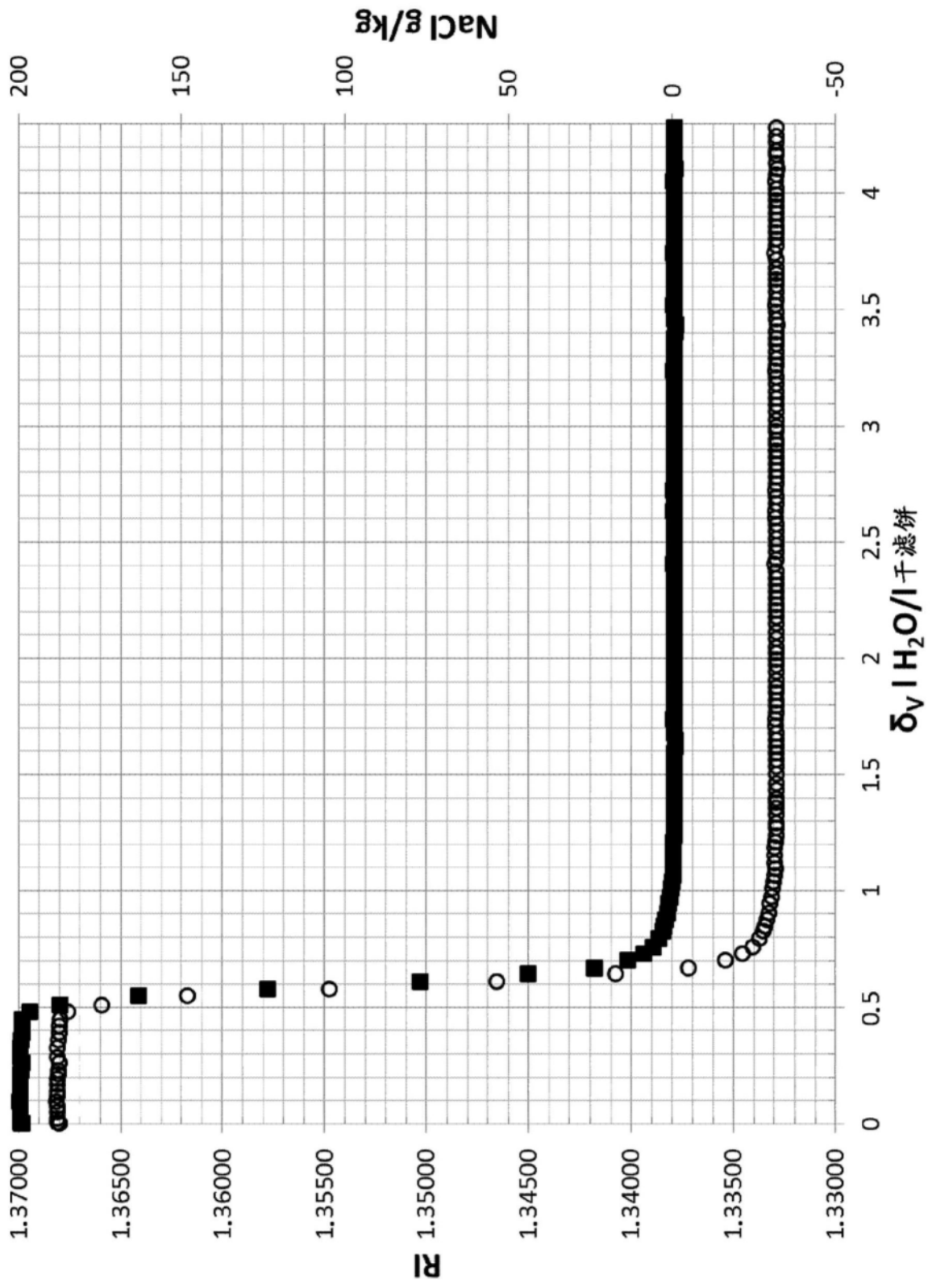

NaCl g/kg
200
150
100
50
0
-50
RI
1.37000
1.36500
1.36000
1.35500
1.35000
1.34500
1.34000
1.33500
1.33000
$\delta_V$ l $H_2O$/l干滤饼
0
0.5
1
1.5
2
2.5
3
3.5
4

图5

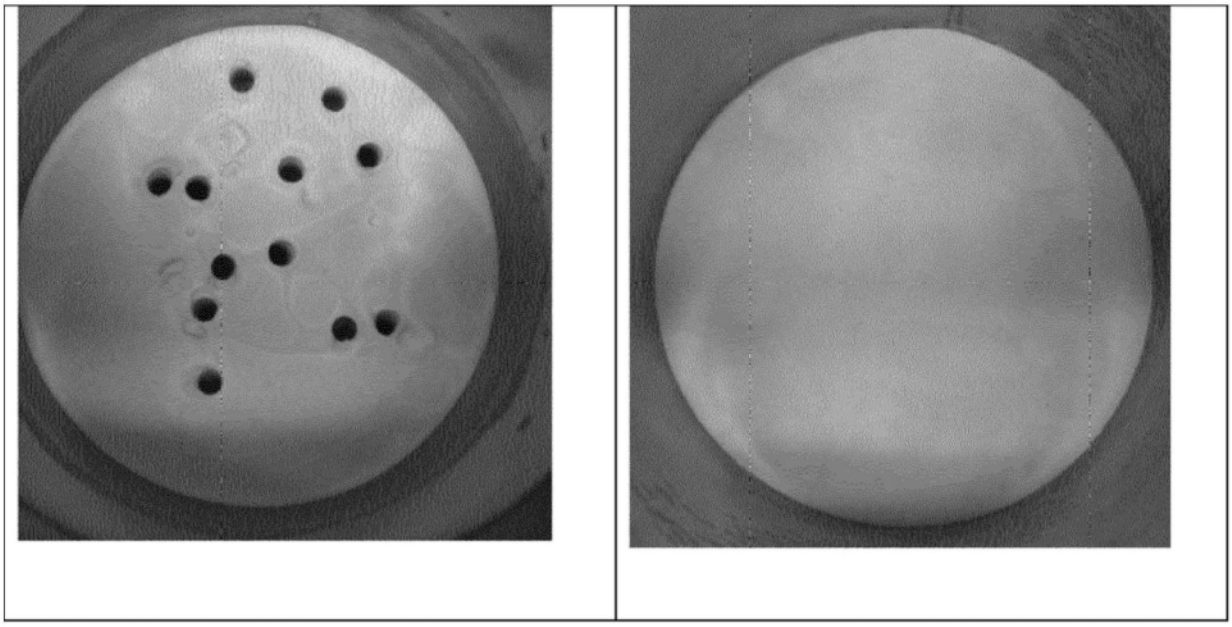


图6A 图6B

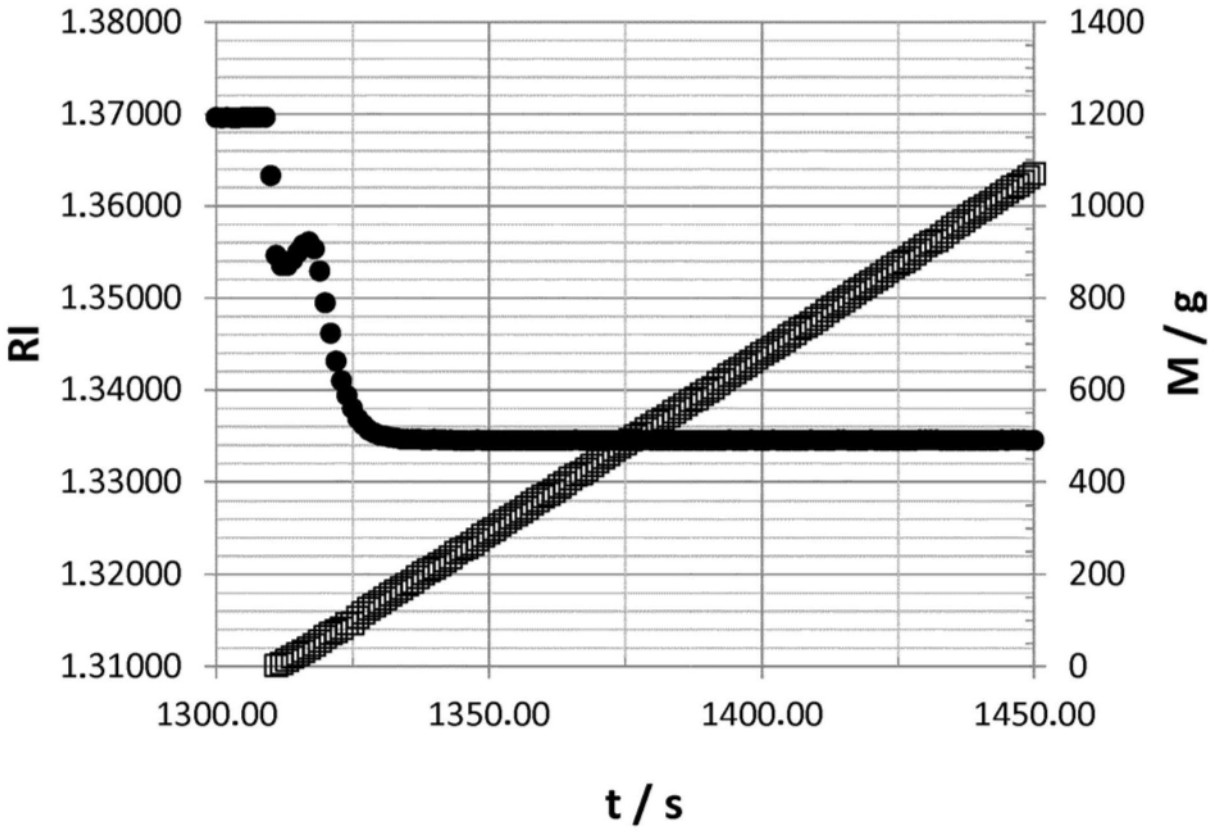

1.38000
1.37000
1.36000
1.35000
1.34000
1.33000
1.32000
1.31000
RI
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
M/g
1300.00
1350.00
1400.00
1450.00
t/s

图7

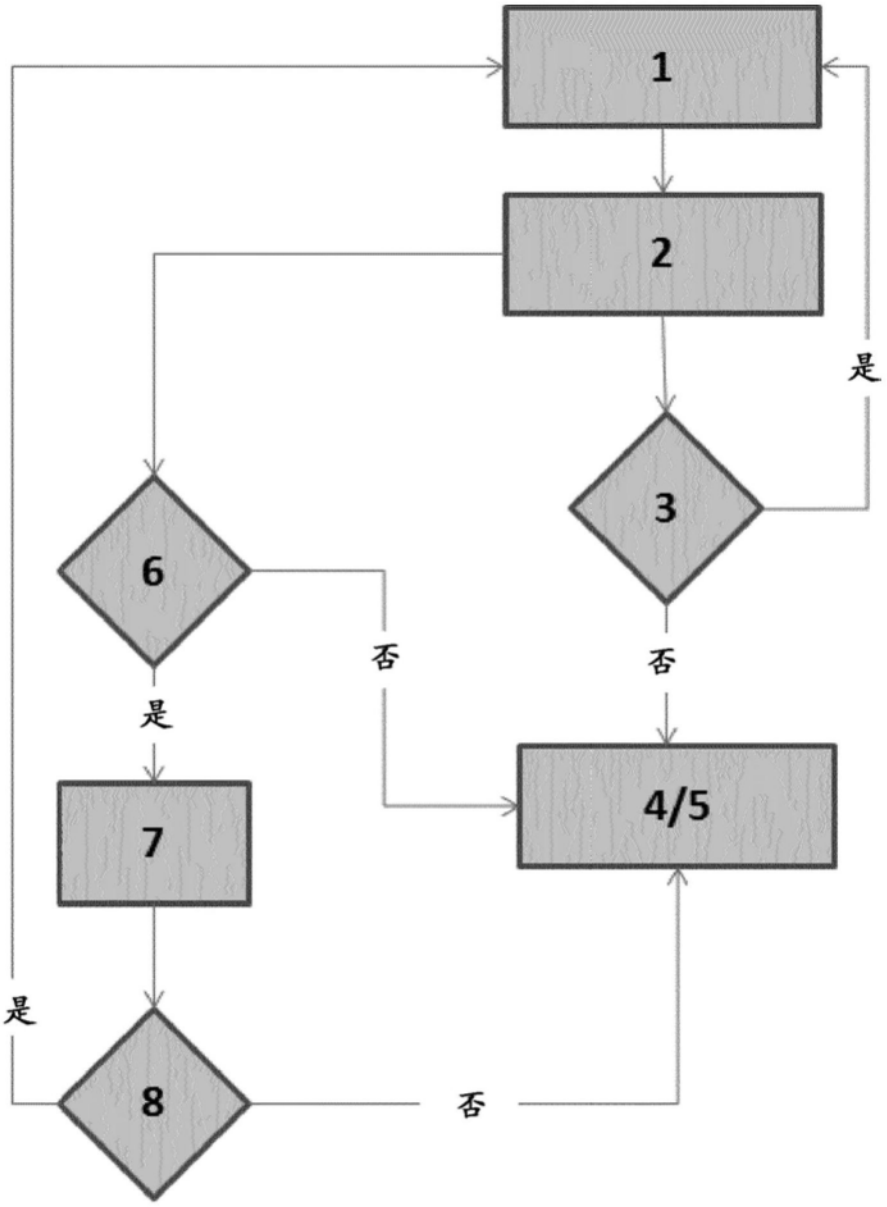



图8