



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102847442 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 08

(21) 申请号 201210328953. 1

JP 特开 2004-41935 A, 2004. 02. 12, 说明书第 14-20 段、附图 1.

(22) 申请日 2012. 09. 07

审查员 李文娟

(73) 专利权人 福建锦江石化有限公司

地址 350206 福建省福州市长乐市航空港工业集中区鹏程路 28 号

(72) 发明人 任欣 吴道斌

(74) 专利代理机构 福州元创专利商标代理有限公司 35100

代理人 蔡学俊

(51) Int. Cl.

B01D 65/02(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102512967 A, 2012. 06. 27, 说明书第 17-19 段.

JP 特开 2004-41935 A, 2004. 02. 12, 说明书第 14-20 段、附图 1.

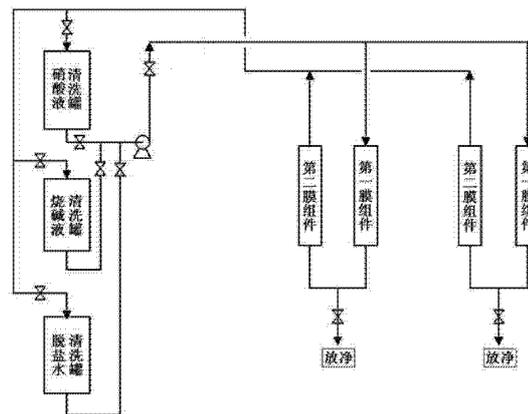
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法及其装置

(57) 摘要

本发明涉及一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法及其装置, 本发明进行陶瓷膜过滤器再生的浓度 3~5%(wt) 的烧碱水溶液、浓度 3~5%(wt) 的硝酸水溶液、脱盐水清洗液是单独进到分开的三个清洗罐中, 完成酸碱再生及清洗的全过程。本发明减轻了操作人员的劳动强度, 操作人员可以利用空闲时间轻松进行; 完成反应系统的一套膜过滤系统的酸碱再生及清洗的全过程耗时少, 正常只需耗时 13 小时左右; 同时大大降低了原材料酸、碱、脱盐水的消耗, 降低了生产成本; 也大大减少了废酸、废碱液的排放量, 减轻了环保压力。



1. 一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法,其特征在于,采用的装置包括烧碱液清洗罐、硝酸液清洗罐、脱盐水清洗罐以及至少两组陶瓷膜过滤器,每组陶瓷膜过滤器包含两个串联的第一膜组件和第二膜组件,所述烧碱液清洗罐的出液口、硝酸液清洗罐的出液口以及脱盐水清洗罐的出液口分别与第一膜组件的介质入口相连接,所述第二膜组件的介质出口分别与烧碱液清洗罐的回流口、硝酸液清洗罐的回流口以及脱盐水清洗罐的回流口相连接,所述烧碱液清洗罐的出液管、硝酸液清洗罐的出液管以及脱盐水清洗罐的出液管共用一清洗泵,所述烧碱液清洗罐的出液管、硝酸液清洗罐的出液管以及脱盐水清洗罐的出液管上均设置有出液阀,所述烧碱液清洗罐的回流管、硝酸液清洗罐的回流管以及脱盐水清洗罐的回流管上均设置有回流阀,并包括以下步骤:

(1)利用空闲时间在烧碱液清洗罐内提前配置完成浓度 3% 或 5%(wt) 的烧碱水溶液,启动清洗泵对一组陶瓷膜过滤器碱洗 3 小时,然后排净清洗液,只需排净陶瓷膜过滤器及管线内的清洗液,所述烧碱液清洗罐内的烧碱清洗液不需要排掉,仍然循环利用;

(2)利用空闲时间在硝酸液清洗罐内提前配置完成浓度 5%(wt) 的硝酸水溶液,启动清洗泵对此组陶瓷膜过滤器酸洗 3 小时,然后排净清洗液,只需排净陶瓷膜过滤器及管线内的清洗液,所述硝酸液清洗罐内的硝酸清洗液不需要排掉,仍然循环利用;

(3)利用空闲时间往脱盐水清洗罐内提前加脱盐水,启动清洗泵对此组陶瓷膜过滤器水洗 20 分钟,然后排净清洗水,需要将陶瓷膜过滤器、管线内以及脱盐水清洗罐内的清洗水排净,无需循环利用,此组陶瓷膜过滤器完成酸碱再生、清洗、备用,整个酸碱再生只需 12 小时 40 分钟;

(4)再重复上述三个步骤对下一组陶瓷膜过滤器进行再生清洗。

## 一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法及其装置

### 技术领域

[0001] 本发明属于化工技术领域,具体涉及一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法及其装置,特别适用于环己酮氨肟化反应制备环己酮肟。

### 背景技术

[0002] 环己酮氨肟化反应制备环己酮肟新工艺是将环己酮、氨、过氧化氢置于同一反应器中,一步合成环己酮肟。与其它工艺相比,具有流程短、环境友好、反应条件温和、设备投资低的优势。该工艺自 20 世纪 60 年代就受到关注,但直到最近,由于钛硅分子筛催化剂和过氧化氢生产技术的改进,才具备了工业化的经济可行性。中石化和意大利 Enichem 公司近年来大力开展该工艺的研究,各自拥有相关专利和技术,并且都先后完成了中间试验、工业化装置建成投产。

[0003] 该工艺的关键步骤是如何实现反应催化剂的分离过程。陶瓷膜过滤是一种错流形式的过滤,在压力驱动下,过滤介质在膜管内高速流动,小分子物质透过膜成为渗透液,大分子物质(催化剂)被截留,从而使流体达到分离、浓缩、纯化的目的。同时配套的在线反冲洗不能完全阻止陶瓷膜管膜面的污染堵塞,膜过滤器在长周期的过滤运行后,过滤通量会有下降,在线反冲不能恢复其通量,此时需要通过酸碱化学清洗以恢复过滤通量。

[0004] 在成功实现了工业化陶瓷膜过滤分离环己酮氨肟化反应催化剂的方法后,如何采用合适、高效的陶瓷膜过滤器酸碱再生的方法,成为了制约延长陶瓷膜管运行周期、提高生产运行周期的主要问题。

[0005] 传统的环己酮氨肟化反应制备环己酮肟反应系统催化剂陶瓷膜过滤器酸碱再生的浓度 3~5%(wt) 的烧碱水溶液、浓度 3~5%(wt) 的硝酸水溶液、脱盐水清洗液是共用唯一的一个清洗罐,来完成酸碱再生及清洗的全过程。此方法存在以下缺点:(1)操作人员操作时间紧、操作强度大;(2)完成反应系统的一套膜过滤系统(包含至少二组并联的陶瓷膜过滤器,每组陶瓷膜过滤器包含两个串联的膜组件)的酸碱再生及清洗的全过程正常需耗时 22 个小时;(3)同时原材料酸、碱、脱盐水的消耗大,不能实现原材料的循环利用;(4)也加大了废液排放量,加大了环保压力。

### 发明内容

[0006] 鉴于现有技术的不足,本发明的目的在于提供一种减轻工作强度、缩短再生时间、节能降耗且提升环保质量的陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法及其装置,该陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法及其装置特别适用于环己酮氨肟化反应制备环己酮肟。

[0007] 为了实现上述目的,本发明的一技术方案是:一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法,包括以下步骤:(1)在烧碱液清洗罐内配置完成浓度 3~5%(wt) 的烧碱水溶液,启动清洗泵对一组陶瓷膜过滤器碱洗 2.5~3.5 小时,然后排净清洗液;(2)在硝酸液清洗罐内配置完成浓度 3~5%(wt) 的硝酸水溶液,启动清洗泵对此组陶瓷膜过滤器酸洗 2.5~3.5 小时,然后排净清洗液;(3)往脱盐水清洗罐内加脱盐水,启动清洗泵对此组陶瓷膜过滤器水洗

15~25 分钟,然后排净清洗水,此组陶瓷膜过滤器完成酸碱再生、清洗、备用;(4)再重复上述三个步骤对下一组陶瓷膜过滤器进行再生清洗。

[0008] 优选的,步骤(1)中的碱洗时间为 3 小时,步骤(2)中的酸洗时间为 3 小时,步骤(3)中的水洗时间为 20 分钟。

[0009] 优选的,步骤(1)中的排净清洗液只需排净陶瓷膜过滤器及管线内的清洗液,所述烧碱液清洗罐内的烧碱清洗液不需要排掉,仍然可以循环利用。

[0010] 优选的,步骤(2)中的排净清洗液只需排净陶瓷膜过滤器及管线内的清洗液,所述硝酸液清洗罐内的硝酸清洗液不需要排掉,仍然可以循环利用。

[0011] 优选的,步骤(3)中的排净清洗液需要将陶瓷膜过滤器、管线内以及脱盐水清洗罐内的清洗水排净,无需循环利用。

[0012] 为了实现上述目的,本发明的另一技术方案是:一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的装置,包括烧碱液清洗罐、硝酸液清洗罐、脱盐水清洗罐以及至少两组陶瓷膜过滤器,每组陶瓷膜过滤器包含两个串联的第一膜组件和第二膜组件,所述烧碱液清洗罐的出液口、硝酸液清洗罐的出液口以及脱盐水清洗罐的出液口分别与第一膜组件的介质入口相连接,所述第二膜组件的介质出口分别与烧碱液清洗罐的回流口、硝酸液清洗罐的回流口以及脱盐水清洗罐的回流口相连接。

[0013] 进一步的,所述烧碱液清洗罐的出液管、硝酸液清洗罐的出液管以及脱盐水清洗罐的出液管共用一清洗泵。

[0014] 进一步的,所述烧碱液清洗罐的出液管、硝酸液清洗罐的出液管以及脱盐水清洗罐的出液管上均设置有出液阀。

[0015] 进一步的,所述烧碱液清洗罐的回流管、硝酸液清洗罐的回流管以及脱盐水清洗罐的回流管上均设置有回流阀。

[0016] 与现有技术相比较,本发明通过对传统的环己酮氨肟化反应制备环己酮肟反应系统的催化剂陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗方法的改进,取得了以下显著的效果:(1)减轻了操作人员的劳动强度,操作人员可以利用空闲时间轻松进行;(2)完成反应系统的一套膜过滤系统(包含至少二组并联的陶瓷膜过滤器,每组陶瓷膜过滤器包含两个串联的膜组件)的酸碱再生及清洗的全过程耗时少,正常只需耗时 13 小时左右;(3)同时大大降低了原材料酸、碱、脱盐水的消耗,降低了生产成本(因为使用的原材料酸、碱液可以储存在相应的储罐中重复循环利用);(4)也大大减少了废酸、废碱液的排放量,减轻了环保压力。

## 附图说明

[0017] 图 1 为现有分离催化剂方法的流程示意图。

[0018] 图 2 为本发明分离催化剂方法的流程示意图。

## 具体实施方式

[0019] 下面结合附图和实施例对本发明做进一步的阐述。

[0020] 参考图 2,一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的方法,包括以下步骤:(1)在烧碱液清洗罐内配置完成浓度 3~5%(wt)的烧碱水溶液,启动清洗泵对一组陶瓷膜过滤器碱洗 2.5~3.5 小时,然后排净清洗液;(2)在硝酸液清洗罐内配置完成浓度 3~5%(wt)的硝酸水

溶液,启动清洗泵对此组陶瓷膜过滤器酸洗 2.5~3.5 小时,然后排净清洗液;(3)往脱盐水清洗罐内加脱盐水,启动清洗泵对此组陶瓷膜过滤器水洗 15~25 分钟,然后排净清洗水,此组陶瓷膜过滤器完成酸碱再生、清洗、备用;(4)再重复上述三个步骤对下一组陶瓷膜过滤器进行再生清洗。

[0021] 在本实施例中,步骤(1)中的烧碱水溶液可以在空闲时间提前配置完成,步骤(2)中的硝酸水溶液可以在空闲时间提前配置完成,步骤(3)中的脱盐水可以在空闲时间提前完成,大大节省了时间;步骤(1)中的碱洗时间优先选用 3 小时,步骤(2)中的酸洗时间优先选用 3 小时,步骤(3)中的水洗时间优先选用 20 分钟,整个酸碱再生只需 12 小时 40 分钟。

[0022] 在本实施例中,步骤(1)中的排净清洗液只需排净陶瓷膜过滤器及管线内的清洗液,所述烧碱液清洗罐内的烧碱清洗液不需要排掉,仍然可以循环利用,节省了时间;步骤(2)中的排净清洗液只需排净陶瓷膜过滤器及管线内的清洗液,所述硝酸液清洗罐内的硝酸清洗液不需要排掉,仍然可以循环利用,节省了时间;步骤(3)中的排净清洗液需要将陶瓷膜过滤器、管线内以及脱盐水清洗罐内的清洗水排净,无需循环利用。整个酸碱再生及清洗的全过程正常只需耗时 13 小时 20 分钟,大大缩短了酸碱再生、清洗的时间并提高了酸碱再生、清洗的效率。

[0023] 参考图 2,一种陶瓷膜过滤器酸碱再生清洗的装置,包括烧碱液清洗罐、硝酸液清洗罐、脱盐水清洗罐以及两组陶瓷膜过滤器,每组陶瓷膜过滤器包含两个串联的第一膜组件和第二膜组件,所述烧碱液清洗罐的出液口、硝酸液清洗罐的出液口以及脱盐水清洗罐的出液口分别与第一膜组件的介质入口相连接,所述第二膜组件的介质出口分别与烧碱液清洗罐的回流口、硝酸液清洗罐的回流口以及脱盐水清洗罐的回流口相连接。

[0024] 在本实施例中,所述烧碱液清洗罐的出液管、硝酸液清洗罐的出液管以及脱盐水清洗罐的出液管共用一清洗泵,所述烧碱液清洗罐的出液管、硝酸液清洗罐的出液管以及脱盐水清洗罐的出液管上均设置有出液阀,通过现场阀门的开、关控制实现清洗液与对应清洗罐的切换。当然,各清洗罐的出液管也可以是分别设置有一清洗泵。

[0025] 在本实施例中,所述烧碱液清洗罐的回流管、硝酸液清洗罐的回流管以及脱盐水清洗罐的回流管上均设置有回流阀,实现了原材料的循环利用,大大降低原材料酸、碱、脱盐水的消耗,节约成本,降低了废液排放量,减轻了环保压力。

[0026] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,凡依本发明申请专利范围所做的均等变化与修饰,皆应属本发明的涵盖范围。

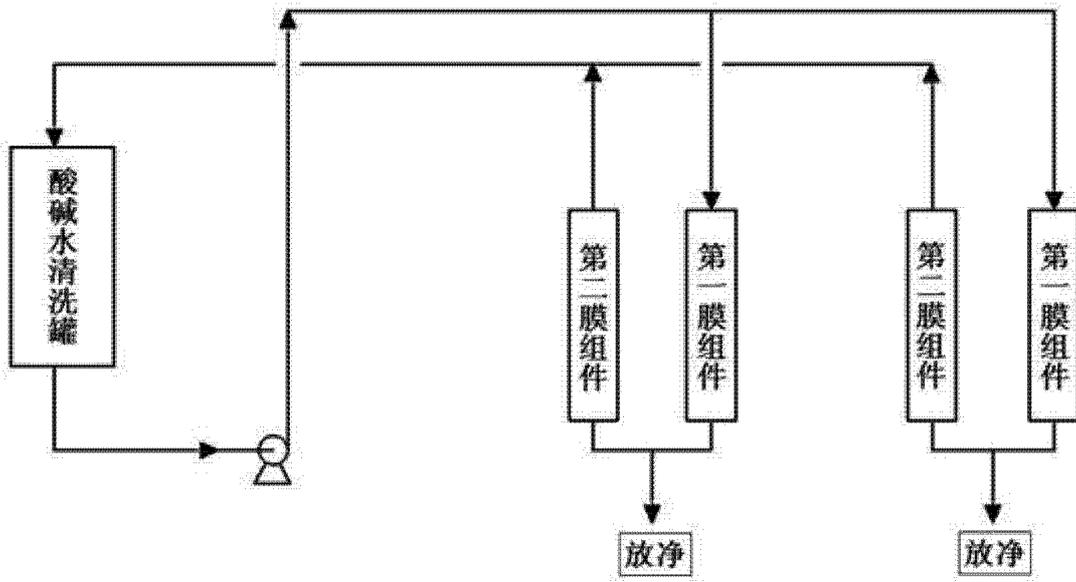


图 1

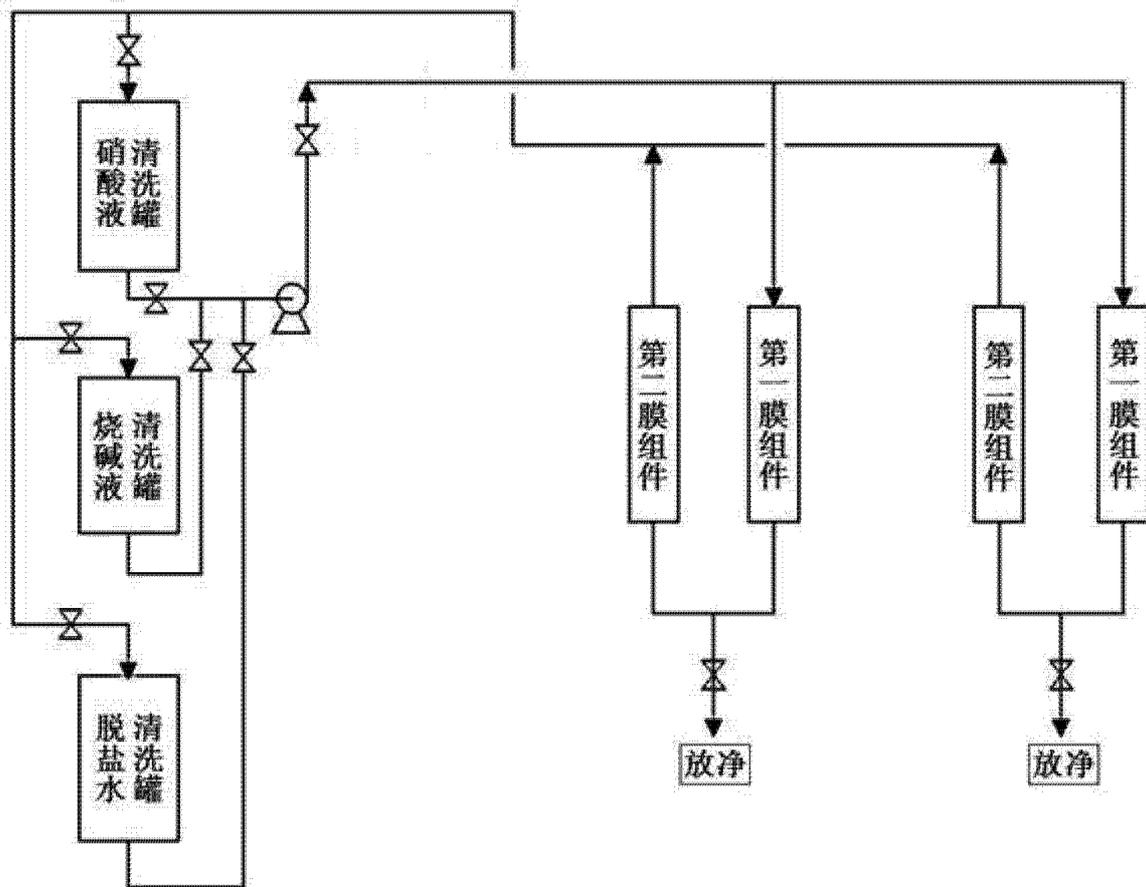


图 2