



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 01121701.4

[45] 授权公告日 2004 年 3 月 17 日

[11] 授权公告号 CN 1142030C

[22] 申请日 2001.6.19 [21] 申请号 01121701.4

[30] 优先权

[32] 2000. 6. 21 [33] JP [31] 186902/2000

[32] 2000. 12. 14 [33] JP [31] 380503/2000

[71] 专利权人 三德化学工业株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 田中富士夫 安达孝 铃木俊美

野口睦郎 小林知章

审查员 刘克宽

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所

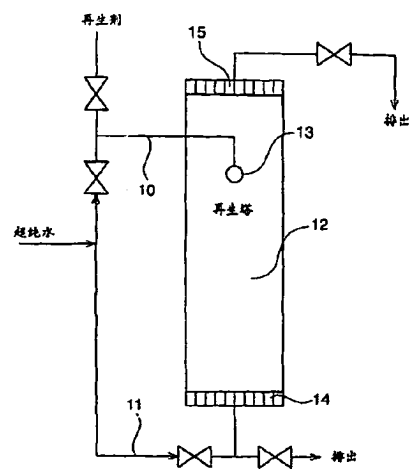
代理人 周承泽

权利要求书 1 页 说明书 10 页 附图 2 页

[54] 发明名称 对离子交换树脂再生的方法

[57] 摘要

一种再生离子交换树脂的方法，是将使用过的离子交换树脂装填在再生塔中；重复至少两次包括下列的步骤：再生剂水溶液从再生塔顶部向下通过再生塔，之后，超纯水从再生塔底部向上通过再生塔。这种方法能有效而均匀地再生离子交换树脂，而无再生剂混入用于提纯的离子交换树脂塔之虑。



ISSN 1008-4274

1. 一种用于提纯粗过氧化氢水溶液的离子交换树脂的再生方法，它包括以下步骤：

5 将使用过的离子交换树脂装填在再生塔中；

重复至少两次下列步骤：再生剂水溶液从再生塔顶部向下通过再生塔，接着，超纯水从再生塔底部向上通过再生塔，然后用水洗涤离子交换树脂；

其中所述的再生剂水溶液以 1-5/小时的空速和 0.5-1 L/L-R 的床体积从再生塔顶部向下通过再生塔，所述超纯水以 10-30/小时的空速和 0.1-0.5 L/L-R 的床
10 体积从再生塔底部向上流动通过再生塔。

2. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于在所述再生塔中，与离子交换树脂、再生剂和超纯水接触的部分都是由氟树脂、氯乙烯树脂或聚烯烃树脂构成的。

对离子交换树脂再生的方法

5 技术领域

本发明涉及对离子交换树脂再生的方法。具体而言，本发明涉及对离子交换树脂再生的一种方法，能使杂质残留达到最少。

背景技术

10 过氧化氢水溶液广泛应用于各种领域，例如，作为纸张或纸浆的漂白剂和化学抛光液的组分。近年来，过氧化氢水溶液在电子工业中的应用日益增长，例如作为硅片的清洁剂和半导体制备方法的清洁剂。因此，要求通过将其中各种杂质含量降至最低，提供纯度上质量很高的过氧化氢水溶液。

目前过氧化氢是几乎无一例外的通过蒽醌法制备的。蒽醌法如下进行：首先，
15 在氢化催化剂存在的条件下，在水不溶性溶剂中通过氢化，将蒽醌衍生物(如 2-烷基蒽醌)转化为蒽氢醌。随后，除去催化剂，用空气氧化反应产物，因此，不仅再生出原来的 2-烷基蒽醌，同时制出过氧化氢。然后用水从氧化产物中提取产生的过氧化氢，获得含过氧化氢的水溶液。该方法一般称作蒽醌自氧化法。用这种方法获得的过氧化氢水溶液含有来自设备材料的无机离子/化合物杂质如 Al、Fe、
20 Cr、Na 和 Si。因此，过氧化氢水溶液经纯化操作，除去这些杂质，达到符合实际应用质量要求的高纯度。

尤其在电子工业，要求很高纯度的过氧化氢水溶液。要求过氧化氢水溶液中有机杂质含量不大于 10ppm，金属离子杂质含量不大于 1ppb。为了除去过氧化氢水溶液中的杂质，一般使用离子交换树脂、螯合树脂、吸附树脂等。当使用这样的
25 树脂，以工业规模除去杂质时，通常采用连续液体通过方式(塔法)，确保高的操作效率和除去效率。

用过的离子交换树脂一般用再生剂再生。例如，阴离子交换树脂的再生方法是，将阴离子交换树脂填入一个塔中，随后使碱溶液、酸溶液，再次使碱溶液通过阴离子交换树脂塔。

30 然而，常规方法的缺点是，再生剂会与离子交换树脂混合，使其充分除去过氧化氢水溶液进料中离子杂质的能力丧失。而且，这种常规方法的另一个缺点，是在离子交换树脂层中会形成沟(这种现象称作“沟流”)，结果大部分再生剂通过这些沟，再生剂与离子交换树脂的接触就不均匀，导致离子交换树脂不能均匀再生。而且，常规方法是在先前用于提纯粗的过氧化氢水溶液的提纯塔中进行离

子交换树脂的再生，再生剂会残留在提纯塔中，逐渐混入纯化的过氧化物水溶液。这种常规方法的缺陷是在再生离子交换树脂，离子交换树脂塔就不能用于提纯，降低了纯化的过氧化氢水溶液的生产效率。

在这些情况下，本发明人为解决上述问题进行了广泛深入的研究。结果发现，
5 将用过的离子交换树脂填入再生塔，对该离子交换树脂进行再生，具体是重复至少两次包括下列的步骤：再生剂水溶液从再生塔的顶部喷嘴喷出，向下通过再生塔，然后纯水从再生塔底部向上通过再生塔，这不仅能够制得杂质残留物降至最低的再生离子交换树脂，而且能够均匀地进行离子交换树脂的再生。还发现，这样的再生可避免再生剂混入提纯塔，并能有效地进行过氧化氢水溶液的提纯，而
10 无需为再生中断提纯过程。在此基础上完成本发明。

发明内容

本发明的目的是提供能将杂质残留物含量降至最低的对离子交换树脂再生的方法。

15 本发明再生离子交换树脂的方法包括下列步骤：

将使用过的离子交换树脂填入再生塔；

重复至少两次包括下列的步骤：再生剂水溶液从再生塔的顶部向下通过再生塔，纯水从再生塔底部向上通过再生塔。

常规法再生离子交换树脂时，不可避免地发生沟流，不能均匀地再生离子交
20 换树脂，对离子交换容量有不良影响。与此不同，通过上述重复进行再生剂向下流动和随后的超纯水向上流动来再生离子交换树脂时，再生塔中发生离子交换树脂的对流，从而消除产生的沟流现象，结果，离子交换树脂可以有效均匀地再生。通过重复向下和向上流动，离子交换树脂重复着收缩—溶胀循环，可以洗涤离子交换树脂内部。而且，本发明中，不用提纯塔进行离子交换树脂的再生，而另用
25 一个塔(再生塔)进行离子交换树脂的再生。这就避免了再生剂混入提纯塔，并且不必中断过氧化氢水溶液的提纯。

再生剂宜以 1-5/小时的空速向下通过，超纯水宜以 10-30/小时的空速向上通过。

再生塔中，与离子交换树脂、再生剂和超纯水接触的部分均宜由氟树脂、氯
30 乙烯树脂或聚烯烃树脂构成。

附图说明

图 1 是本发明再生离子交换树脂方法的示意图；

图 2 是本发明再生离子交换树脂方法中使用的通入超纯水用的入口的截面

图。

具体实施方式

下面详细描述本发明的再生离子交换树脂的方法。

- 5 本发明的特点是，重复包括下列的步骤对使用过的离子交换树脂进行再生：再生剂水溶液从再生塔的顶部向下通过再生塔，纯水从再生塔底部向上通过再生塔。

10 参考图 1 说明本发明。图 1 是本发明再生离子交换树脂方法一种实施方案的流程图。图 1 中，数字 10 和 11 代表管道；数字 12 代表再生塔；数字 13 代表上部喷嘴；数字 14 代表底部粗滤器；数字 15 代表顶部粗滤器。

已对过氧化氢水溶液提纯使用过的离子交换树脂，例如通过真空抽吸以浆料形式从提纯塔抽出。该离子交换树脂以水悬浮液形式，通过装在再生塔顶部的粗滤器 14 输入再生塔 12。再生剂水溶液是通过管道 10，从上部喷嘴 13 输给离子交换树脂的。已通过离子交换树脂的再生剂水溶液则从底部粗滤器排出。另一方面，15 超纯水通过管道 11，经底部粗滤器 14 输给离子交换树脂。已通过离子交换树脂的超纯水则从顶部粗滤器 15 排出。

现在具体看图 1，再生剂水溶液以 1-5/小时的 SV(空速)和 0.5-1L/L-R 的 BV(床体积，表明单位体积离子交换树脂所使用的液体体积)，从再生塔顶部向下流动通过(这种向下流动通过称作向下流动)。然后停止再生剂的向下流动，超纯水则以 20 10-30/小时的 SV 和 0.1-0.5L/L-R 的 BV，从再生塔底部向上流动通过(这种向上流动通过称作向上流动)。本发明中，包括向下流动和向上流动的这一步骤重复至少两次。

最后，用超纯水洗涤离子交换树脂，具体是重复 4-9 次在 10-30/小时 SV 和 3-5L/L-R 的 BV 的向下流动以及随后在 10-30/小时 SV 和 3-5L/L-R 的 BV 的向上流 25 动来进行洗涤。对单位体积的树脂用 30-60 倍体积的超纯水进行此最后的洗涤。

这种再生中，离子交换树脂重复着收缩-溶胀循环，从而可以洗涤离子交换树脂的内部。而且，这也消除了沟流现象，使离子交换树脂能全部均匀再生。

现在看图 2，超纯水最好从底部粗滤器 14 的侧孔通入。图 2 是底部粗滤器的剖面图。使用如图 2 所示有侧孔的底部粗滤器时，不仅能承受离子交换树脂的重量，而且超纯水能均匀通过离子交换树脂层。还由于粗滤器对离子交换树脂重量 30 的承受力，能一次再生大量离子交换树脂。

再生剂水溶液的空速宜在 1-5/小时范围，1-4/小时更好。超纯水的通过空速宜在 10-30/小时范围，10-25/小时更好。

本发明的再生塔中，与离子交换树脂、再生剂和超纯水接触的部分(具体有

液体进料管、再生塔内壁)较好均由氟树脂、氯乙烯树脂或聚烯烃树脂构成。这些部分由这些树脂构成时,可避免混入来自这些部分的杂质。

氟树脂,一般使用聚四氟乙烯树脂(PTFE)、四氟乙烯/全氟烷基乙烯基醚共聚物树脂、四氟乙烯/六氟丙烯共聚物(FEP)、聚三氟氯乙烯树脂(PCAFE)、四氟乙烯/乙烯共聚物(ETFE)、聚偏氟乙烯树脂(PVDF)、聚氟乙烯树脂(PVF)等。用聚烯烃树脂时,可使用聚乙烯、聚丙烯等。

需再生的树脂可以是阴离子交换树脂或阳离子交换树脂。而且,再生塔中交换树脂也可以是一种阴离子交换树脂和一种阳离子交换树脂的混合床。本发明中,宜使用只有一种交换树脂的床。

可供本发明使用的阳离子交换树脂有 H⁺型阳离子交换树脂,称作强酸性阳离子交换树脂。强酸性阳离子交换树脂中,一般选择引入了磺酸根的网状分子结构的强酸性阳离子交换树脂用作 H⁺型阳离子交换树脂。例如,PK216、SK1B 和 IR-120B 可用作上述的 H⁺型强酸性阳离子交换树脂。

H⁺型阳离子交换树脂进行再生时,使用普通的无机酸如硫酸和盐酸的水溶液。再生剂水溶液中无机酸浓度宜在 5-15%(重量)范围,5-12%(重量)更好。再生剂用量较好的为需处理阳离子交换树脂量(体积)的至少 3 倍,更好为 4-12 倍。

再生剂一般以 1-5/小时的 SV(空速)和 0.5-1L/L-R 的 BV 向下通过。随后的超纯水洗涤则是 10-30/小时的 SV 和 0.5-1L/L-R 的 BV 向上通过。

再生剂通过,随后超纯水通过以后,再对再生的离子交换树脂进行充分洗涤,具体是包括超纯水的向下通过和向上通过,该洗涤周期重复 4-9 次。超纯水宜以 10-30/小时的 SV 和 3-5L/L-R 的 BV 向上流动,再以 10-30/小时的 SV 和 3-5L/L-R 的 BV 向下流动。单位体积的树脂较好用 30-60 倍体积的超纯水洗涤。

使用新的阳离子交换树脂(Na⁺型)时,宜首先进行调适。该调适可通过下列步骤完成,首先用无机酸水溶液(再生剂水溶液)再生此新的阳离子交换树脂,随后用 30-60%(重量)过氧化氢水溶液以 5-40/小时 SV 和 50-100L/L-R 的 BV 通过阳离子交换树脂,最后用无机酸水溶液(再生剂水溶液)再生阳离子交换树脂。

可用于本发明的阴离子交换树脂有碳酸根离子、碳酸氢根离子、氢氧根离子、氟离子和其它离子的交换树脂。

这些阴离子交换树脂中,可供使用的一般有强碱性树脂,其制法是对一种交联的苯乙烯/二乙烯基苯共聚物进行氯甲基化,然后用三甲胺或二甲基乙醇胺来胺化此氯甲基化产物成为季胺盐;也可使用弱碱性树脂,包括有伯胺或叔胺作为交

换基团的交联的苯乙烯/二甲基苯共聚物；还可使用包括含叔胺作为交换基团的交联丙烯酸聚合物树脂；又可使用包含有未取代或取代的吡啶基的聚合物的吡啶类阴离子交换树脂。其中，优选使用是有季胺基团的强碱性阴离子交换树脂。许多有季胺基团的阴离子交换树脂可购得，代表例包括 Diaion(商标名)PA 系列(例如，5 PA316 和 PA416)以及 SA 系列(例如，SA10A 和 SA20A)，和 Amberlite(商标名)IRA 系列(例如，IRA-400、IRA-410、IRA-900 和 IRA-904)。这些树脂一般都能以氯离子形式在市场购得。

根据目标离子的类型，适当选择用于阴离子交换树脂的再生。阴离子交换树脂为碳酸根离子或碳酸氢根形式时，已知的碳酸盐或碳酸氢盐如碳酸钠、碳酸氢10 钠、碳酸钾或碳酸氢钾可用作再生剂。当阴离子交换树脂为氢氧根离子形式时，使用强碱如氢氧化钠或氢氧化钾作为再生剂。而阴离子树脂是氟离子形式时，使用氟化钠、氟化钾或氟化铵作为再生剂。

当阴离子交换树脂为氢氧根离子形式时，再生剂水溶液合适的盐浓度在 2-10 % (重量) 范围，较好的为 2-8% (重量)；阴离子交换树脂为碳酸根或碳酸氢根离15 子形式时，再生剂水溶液的盐浓度为 5-15% (重量)，较好的为 5-12% (重量)；阴离子交换树脂为氟离子形式时，再生剂水溶液的盐浓度为 1-4% (重量)，较好的为 2-4% (重量)。再生剂用量(体积)较好为需处理阴离子交换树脂量(体积)的至少 3 倍，更好的为 4-12 倍。

再生剂一般以 1-5/小时的 SV(空速)和 0.5-1L/L-R 的 BV 向下通过。随后的超20 纯水洗涤则是 10-30/小时的 SV 和 0.5-1L/L-R 的 BV 向上通过。

再生剂通过，随后超纯水通过以后，再对再生的离子交换树脂进行充分洗涤，具体是包括超纯水向下通过和向上通过，该洗涤周期重复 4-9 次。超纯水宜以 10-30/小时的 SV 和 3-5L/L-R 的 BV 向上流动，再以 10-30/小时的 SV 和 3-5L/L-R 的 BV 向下流动。单位体积的树脂较好的用 30-60 倍体积的超纯水洗涤。

25 使用新的阴离子交换树脂(Cl⁻型)时，宜首先进行调适。该调适可通过下列步骤完成，首先用强碱水溶液再生新的阴离子交换树脂(Cl⁻型)，再用碳酸盐或碳酸氢盐水溶液进行再生，冷却至 5℃或更低温度的 30-60% (重量)过氧化氢水溶液随后以 5-40/小时 SV 和 50-100L/L-R 的 BV 通过阴离子交换树脂，然后根据最终目的，用碳酸盐水溶液或碳酸氢盐水溶液和氟化物水溶液(都可用作再生剂水溶液)30 再生阴离子交换树脂。

通过例如真空抽吸抽出经再生处理的离子交换树脂，然后在压力下以水悬浮

液形式通过进液口(未示出)进行提纯塔。这样,离子交换树脂就可用于提纯过氧化氢水溶液。

5 本发明中,即使在离子交换树脂层中产生沟流,由于能消除沟流,也不会发生不均匀的再生,离子交换树脂就可以有效而均匀地再生。而且,本发明中,离子交换树脂的内部可以洗涤。而且离子交换树脂的再生是使用提纯塔以外的离子交换树脂塔(再生塔)进行的。因此,可避免再生剂混入提纯塔,无需中断过氧化氢水溶液的提纯过程。

实施例

10 下面结合一些实施例进一步说明本发明,这些实施例不构成对本发明范围的限制。

在此,采用无焰原子吸收光谱法、ICP-AES法和ICP-MS法测定金属离子杂质。ppm、ppb和ppt均以重量为基准。

15 实施例 1

在含表1所列金属离子杂质的60.1%(重量)过氧化氢水溶液(粗的过氧化氢水溶液)中,加入酸式焦磷酸钠,使酸式焦磷酸钠浓度为0.070克/升。该混合物静置3天进行老化,然后通过平均孔径为0.1微米的过滤器。作为金属离子杂质组分的金属原子铝与作为加入的酸式焦磷酸钠组分的磷原子的比值(Al/P的原子比)为0.039。

20 此经过滤的过氧化氢水溶液以15/小时的空速(SV),首先连续通过填有H⁺型阳离子交换树脂的第一级塔,使过氧化氢水溶液与H⁺型阳离子交换树脂接触。随后,此经处理的过氧化氢水溶液以15/小时的空速(SV),连续通过填有氟离子形式的阴离子交换树脂塔,使过氧化氢水溶液与氟离子形式的阴离子交换树脂接触。

25 之后,经此处理的过氧化氢水溶液冷却至-3℃,再以15/小时的空速(SV),连续通过填有碳酸氢根离子形式的阴离子交换树脂塔。最后,经上述处理后的过氧化氢水溶液以15/小时的空速(SV),连续通过填有H⁺型的阳离子交换树脂的第二级塔,使过氧化氢水溶液与H⁺型阳离子交换树脂接触。

上述使用过的离子交换树脂按照下面方式再生。

30 使用过氧化氢水溶液提纯塔以外的另一个离子交换塔(再生塔)进行该离子交换树脂的再生。

用过的 SK1B 的再生产物用作第一级和第二级的 H^+ 型阳离子交换树脂。其再生是使用 10% (重量) 盐酸水溶液作为再生剂。重复 10 次包括下列的步骤进行阳离子交换树脂的再生, 即以 2.25/小时的 SV 和 0.75L/L-R 的 BV 使再生剂水溶液向下通过该塔, 停止再生剂水溶液的通过, 然后超纯水以 13.2/小时的 SV 和 0.3L/L-R 的 BV 向上通过该塔。之后重复包括超纯水以 13.2/小时的 SV 和 3.3L/L-R 的 BV 向下通过该塔以及以同样的 SV 和 BV 向上通过该塔的周期 6 次, 这样来用超纯水洗涤阳离子交换树脂。这样进行了 H^+ 型阳离子交换树脂的再生。

用过的 SA20A 的再生产物用作氟离子形式的阴离子交换树脂。其再生是使用 3% (重量) 的氟化钠水溶液 (SiF_6 含量: 100ppm 或更低) 作为再生剂。重复 6 次包括下列的步骤进行阳离子交换树脂再生, 即以 2.25/小时的 SV 和 0.75L/L-R 的 BV 使再生剂水溶液向下通过该塔, 停止再生剂溶液的通过, 再使超纯水以 13.2/小时的 SV 和 0.3L/L-R 的 BV 向上通过该塔。之后重复包括超纯水以 13.2/小时的 SV 和 3.3L/L-R 的 BV 向下通过该塔以及以同样的 SV 和 BV 向上通过该塔周期 6 次, 这样来用超纯水洗涤阳离子交换树脂。这样进行了氟离子型阴离子交换树脂的再生。

用过的 SA20A 的再生产物用作碳酸氢根离子形式的阴离子交换树脂。具体是首先用氢氧化钠再生使用过的阴离子交换树脂。使用 5% (重量) 氢氧化钠水溶液作为再生剂。重复 6 次包括下列的步骤进行阴离子交换树脂的再生, 即以 2.25/小时的 SV 和 0.75L/L-R 的 BV 使再生剂水溶液向下通过该塔, 停止再生剂水溶液通过, 再使超纯水以 13.2/小时的 SV 和 0.3L/L-R 的 BV 向上通过该塔。之后重复包括超纯水以 13.2/小时的 SV 和 3.3L/L-R 的 BV 向下通过该塔以及以同样的 SV 和 BV 向上通过该塔周期 5 次。

随后, 该阴离子交换树脂再用碳酸氢钠水溶液再生。使用 8% (重量) 碳酸氢钠水溶液作为再生剂。重复 12 次包括下列的步骤进行阴离子交换树脂再生, 即以 2.25/小时的 SV 和 0.75L/L-R 的 BV 使再生剂水溶液向下通过该塔, 停止再生剂水溶液通过, 再使超纯水以 13.2/小时的 SV 和 0.3L/L-R 的 BV 向上通过该塔。之后重复包括超纯水以 13.2/小时的 SV 和 3.3L/L-R 的 BV 向下通过该塔以及以同样的 SV 和 BV 向上通过该塔周期 6 次, 这样来用超纯水洗涤阳离子交换树脂。这样结束了碳酸氢根形式阴离子交换树脂的再生。

经过上述再生的各种离子交换树脂以浆料形式填入各提纯塔。

过氧化氢水溶液完成了通过离子交换树脂塔后, 从去除绝大多数杂质的经纯

化的过氧化氢水溶液取样，用超纯水稀释，调节过氧化氢水溶液浓度至 31% (重量)。

通过无焰原子光谱法和 ICP-MS 法测定制得的纯化过氧化氢水溶液的金属离子杂质浓度。另一方面，采用无焰原子光谱法和 ICP-AES 法测定过氧化氢水溶液进料的金属离子杂质浓度。

结果列于表 2。

表 1

过氧化氢水溶液进料中的金属杂质含量

| 杂质 | 分析值 (ppb) |
|----|-----------|
| Al | 770 |
| Cu | 0.2 |
| Fe | 4.5 |
| K | 132 |
| Na | 15160 |
| Pb | 2 |
| Ca | 0.6 |
| Mg | 0.6 |

表 2

制得的纯化过氧化氢水溶液中金属离子杂质含量

| | 测定极限 (ppt) | 测定值 (ppt) | | 测定极限 (ppt) | 测定值 (ppt) |
|----|---------------|--------------|----|---------------|--------------|
| Ag | 0.5 | ND | Mg | 0.2 | ND |
| Al | 0.2 | 0.2 | Mn | 0.3 | ND |
| As | 2 | ND | Mo | 0.3 | ND |
| Au | 0.2 | ND | Na | 0.5 | ND |
| B | 4 | ND | Nb | 0.1 | ND |
| Ba | 0.1 | ND | Ni | 0.7 | ND |
| Be | 5 | ND | Pb | 0.1 | ND |
| Bi | 0.2 | ND | Pd | 0.3 | ND |
| Ca | 2 | ND | Pt | 0.2 | ND |
| Cd | 0.3 | ND | Sb | 0.3 | ND |
| Co | 1 | ND | Si | 50 | ND |
| Cr | 1 | 1 | Sn | 0.8 | ND |
| Cu | 0.5 | ND | Sr | 0.05 | ND |
| Fe | 0.5 | 0.7 | Ta | 0.1 | ND |
| Ga | 0.5 | ND | Ti | 2 | ND |
| Ge | 2 | ND | Tl | 0.1 | ND |
| In | 0.1 | ND | V | 1 | ND |
| K | 2 | ND | Zn | 2 | ND |
| Li | 0.02 | ND | Zr | 0.1 | 0.1 |

ND: 指金属杂质量低于测定极限。

5 比较例 1

按照与实施例 1 相同的方式进行过氧化氢水溶液的提纯, 不同之处是使用按下述方式再生的离子交换树脂。制得的纯化过氧化氢水溶液的金属离子杂质浓度, Na 离子、K 离子和 Al 离子浓度分别高达 120ppt、60ppt 和 100ppt。

离子交换树脂的再生

用过的 SK1B 的再生产物用作第一级和第二级的 H^+ 型阳离子交换树脂。其再生是使用 10% (重量) 的盐酸水溶液作为再生剂。该再生剂水溶液以 2.25/小时的 SV 和 4L/L-R 的 BV 向下通过该塔, 然后, 超纯水以 13.2/小时的 SV 和 40L/L-R 的 BV 向上通过该塔, 进行超纯水洗涤。这样获得再生的 H^+ 型阳离子交换树脂。

用过的 SA20A 的再生产物作为氟离子形式的阴离子交换树脂。其再生是使用 3% (重量) 的氟化钠水溶液 (SiF_6 含量: 100ppm 或更低) 作为再生剂。再生剂水溶液以 2.25/小时的 SV 和 4.5L/L-R 的 BV 向下通过阴离子交换树脂, 然后, 超纯水以 13.2/小时的 SV 和 40L/L-R 的 BV 向上通过, 进行超纯水洗涤。这样获得了再生的氟离子形式的阴离子交换树脂。

用过的 SA20A 的再生产物作为碳酸氢根离子形式的阴离子交换树脂。其再生是首先用 5% (重量) 的氢氧化钠水溶液作为再生剂。该再生剂水溶液以 2.25/小时的 SV 和 4.5L/L-R 的 BV 向下通过阴离子交换树脂, 之后, 超纯水以 13.2/小时的 SV 和 40L/L-R 的 BV 向上通过, 进行超纯水洗涤。随后, 该阴离子交换树脂再用碳酸氢钠水溶液再生。该再生剂水溶液以 2.25/小时的 SV 和 4.5L/L-R 的 BV 向下通过阴离子交换树脂, 之后, 超纯水以 13.2/小时的 SV 和 40L/L-R 的 BV 向上通过, 进行超纯水洗涤。这样获得了再生的碳酸氢根离子形式的阴离子交换树脂。

上述再生的各种离子交换树脂以浆料形式填入各提纯塔。

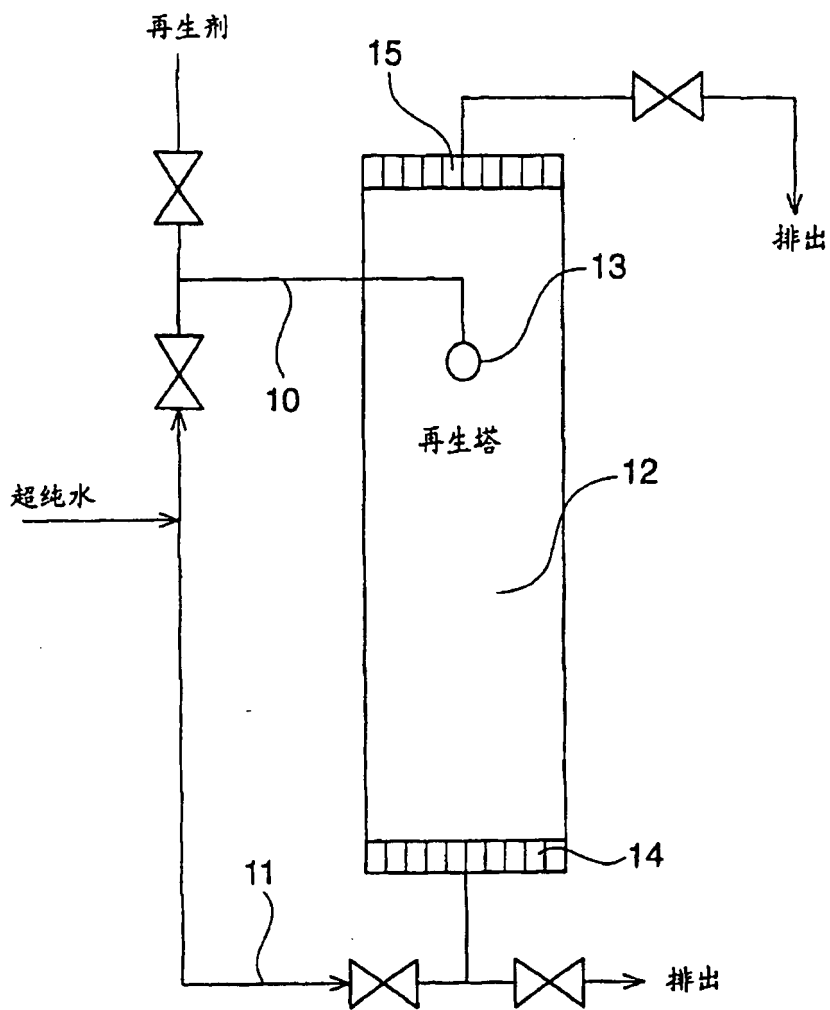


图 1

