

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07C 15/08

C07C 7/14



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01811877.1

[45] 授权公告日 2005 年 8 月 31 日

[11] 授权公告号 CN 1216837C

[22] 申请日 2001.12.19 [21] 申请号 01811877.1

[30] 优先权

[32] 2001. 5. 8 [33] US [31] 60/289,313

[86] 国际申请 PCT/US2001/049188 2001.12.19

[87] 国际公布 WO2002/090301 英 2002.11.14

[85] 进入国家阶段日期 2002.12.27

[71] 专利权人 BP 北美公司

地址 美国伊利诺斯州

[72] 发明人 理查德·A·威尔塞克

审查员 张 靖

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责
任公司

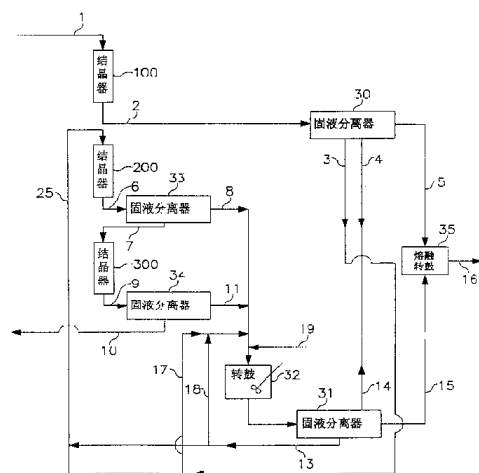
代理人 丁业平 王维玉

权利要求书 4 页 说明书 31 页 附图 3 页

[54] 发明名称 制备高纯度对二甲苯的结晶方法

[57] 摘要

本发明是一种新颖的由含至少 55 至 60wt% 对二甲苯的原料生产高纯度对二甲苯的高能效方法，其中在不需要进一步的重浆化和重结晶的情况下在温度从约 10°F 到约 55°F 的第一结晶步骤中获得第一部分高纯度的对二甲苯产品，其中另外一部分的高纯度对二甲苯产品是重浆化步骤之后获得的，在该步骤中加热由随后低温结晶得到的结晶对二甲苯，不需要进一步制冷，产生温度在 10°F 至约 55°F 的浆料。



ISSN 1008-4274

1. 一种由包含 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少为 60 重量%的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法，该方法包括：
- 5 a) 在从 10°F 至 55°F 的温度下，在第一结晶器中使所述原料流结晶；
- b) 回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；
- c) 在第一分离单元中从母液中分离出对二甲苯晶体，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，收集液体对二甲苯产品；
- 10 d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分转移到工作温度比第一结晶器温度低的第二结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；
- e) 在第二分离单元中从母液中分离出对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；
- 15 f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分转移到工作温度比第二结晶器温度低的第三结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；
- g) 在第三分离单元中从母液中分离出对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；
- 20 h) 在浆化设备里用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体，以形成温度比最低温结晶器的温度高的浆料混合物；
- i) 在第四分离单元中分离浆料混合物以产生滤液和结晶的对二甲苯产品，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，收集液体对二甲苯产品；
- 25 j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第二结晶器；并且
- k) 将至少另外一部分选自下组的滤液再循环至浆化设备：来自第一分离单元的滤液，来自第四分离单元的滤液，以及来自第一和第四分离单元的滤液。
- 30

2. 权利要求 1 的方法，其中第一结晶器在 30°F 至 55°F 温度下工作，第二结晶器在 -10°F 至 35°F 温度下工作，第三结晶器在 -35°F 至 5°F 温度下工作，步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 10°F 至 55°F。

5

3. 权利要求 1 的方法，其中第一结晶器在 35°F 至 45°F 温度下工作，第二结晶器在 15°F 至 25°F 温度下工作，第三结晶器在 -10°F 至 -5°F 温度下工作，步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 30°F 至 50°F。

10

4. 权利要求 1 的方法，其中步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 38°F 至 42°F。

5. 权利要求 1 的方法，其中含对二甲苯的原料流包括至少 75wt% 对二甲苯。

15

6. 权利要求 1 的方法，其中相结合的对二甲苯产品包括至少 99.5wt% 对二甲苯。

7. 权利要求 1 的方法，其中步骤 (h) 中的浆料混合物包括 30% 至 60 重量%的结晶对二甲苯。

20

8. 权利要求 1、2、3、4、5、6 或 7 的方法，其中来自步骤 (c) 的结晶对二甲苯产品在熔融前与来自步骤 (i) 的结晶对二甲苯产品结合。

25

9. 权利要求 1 的方法，其中在浆化设备中形成的浆料混合物中的对二甲苯晶体量大于送进浆化设备的对二甲苯晶体量。

10. 一种由包含 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少为 55 重量%的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法，该方法包括：

30

- a) 在从 10°F 至 55°F 的温度下在第一结晶器中使所述原料流结晶；
- b) 回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；
- 5 c) 在第一分离单元中，从母液中分离出对二甲苯晶体，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，收集液体对二甲苯产品；
- d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分转移到工作温度比第一结晶器温度低的第二结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；
- 10 e) 在第二分离单元中从母液中分离出对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；
- f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分转移到工作温度比第二结晶器温度低的第三结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；
- 15 g) 在第三分离单元中从母液中分离出对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；
- h) 在浆化设备里用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体，以形成比最低温结晶器温度高的浆料混合物；
- i) 在第四分离单元中分离浆料混合物以产生滤液和结晶的对二甲苯产品，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，收集液体对二甲苯产品；
- 20 j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第一结晶器；并且
- k) 将至少另外一部分选自下组的滤液再循环至浆化设备：来自第一分离单元的滤液，来自第四分离单元的滤液，以及来自第一和第四分离单元的滤液。
- 25

11. 权利要求 10 的方法，其中第一结晶器在 10°F 至 55°F 温度下工作，第二结晶器在 -10°F 至 35°F 温度下工作，第三结晶器在 -35°F 至 5°F 温度下工作，步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 10°F 至 55°F。

30

12. 权利要求 10 的方法，其中第一结晶器在 20°F 至 30°F 温度下工作，第二结晶器在 5°F 至 15°F 温度下工作，第三结晶器在 -10°F 至 -5°F 温度下工作，步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 30°F 至 50°F。

5

13. 权利要求 10 的方法，其中第一结晶器在 30°F 至 55°F 温度下工作，第二结晶器在 -10°F 至 35°F 温度下工作，第三结晶器在 -35°F 至 5°F 温度下工作，步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 30°F 至 50°F。

10

14. 权利要求 10 的方法，其中第一结晶器在 35°F 至 45°F 温度下工作，第二结晶器在 15°F 至 25°F 温度下工作，第三结晶器在 -10°F 至 -5°F 温度下工作，步骤 (h) 中的浆料混合物的温度是 38°F 至 42°F。

15

15. 权利要求 10 的方法，其中含对二甲苯的原料流包括至少 75wt% 对二甲苯。

16. 权利要求 10 的方法，其中相结合的对二甲苯产品包括至少 99.5wt% 对二甲苯。

20

17. 权利要求 10 的方法，其中步骤 (h) 中的浆料混合物包括 30% 至 60 重量%的结晶对二甲苯。

25

18. 权利要求 10、11、12、13、14、15 或 16 的方法，其中来自步骤 (c) 的结晶对二甲苯产品在熔融前与来自步骤 (i) 的结晶对二甲苯产品结合。

19. 权利要求 10 的方法，其中在浆化设备中形成的浆料混合物中的对二甲苯晶体量大于送进浆化设备的对二甲苯晶体量。

制备高纯度对二甲苯的结晶方法

5 发明领域

本发明涉及一种新颖的由 C₈ 芳香烃，优选至少包括 60 重量% (wt %) 对二甲苯的原料制备高纯度对二甲苯 (pX) 的高能效方法，其中在温度从约 10°F 至约 55°F 进行第一步结晶步骤，其后分离洗涤过的对二甲苯晶体，并不需要进一步的重浆化和重结晶就能获得第一部分高纯度的对二甲苯产品；另外一部分的高纯度的对二甲苯是在重浆化步骤后得到的，在该步骤中加热在接下来的更低的温度下结晶得到的对二甲苯晶体，在温度从约 10°F 到约 55°F 获得浆料，不需进一步的制冷。对二甲苯晶体从浆料母液中分离以获得高纯度的对二甲苯产品。在发明的一个可替换的实施方式中，原料可以包括至少约 55 重量%的对二甲苯。

发明背景

由于对二甲苯在用于制造聚酯织物的对苯二酸制造中的用途，二甲苯异构体的分离已经具有特殊的意义。对二甲苯是制造聚对苯二甲酸乙二醇酯主要组成部分对苯二酸的有用的化学中间体。纯度至少约为 99.5 重量%，更加优选至少纯度约 99.7 重量%的对二甲苯，通过对二甲苯的氧化，被用于生产对苯二酸。在通常用于生产对二甲苯 (pX) 的 C₈ 芳香烃原料中的其他组成是邻二甲苯 (oX)、间二甲苯 (mX) 和苯乙烷：邻二甲苯被用于邻苯二甲酸酐的制造中，邻苯二甲酸酐被用于制造基于邻苯二甲酸酯的增塑剂；间二甲苯被用于间苯二酸的制造中，间苯二酸被用在特种聚酯纤维、油漆和树脂的生产中；苯乙烷 (EB) 用于制造苯乙烯。

包含苯乙烷和二甲苯的芳香族 C₈ 混合物精炼原料将典型地含有如下内容：

	苯乙烷	约 0 wt% 至约	50wt%
	对二甲苯	约 0 wt% 至约	25wt%
	邻二甲苯	约 0 wt% 至约	35wt%
	间二甲苯	约 20 wt% 至约	90wt%
5	非芳香烃	约 0 wt% 至约	10wt%
	C ₉ ⁺ 芳香烃	约 0 wt% 至约	30wt%

C₈ 芳香烃的平衡混合物通常包含约 22 重量%的对二甲苯、约 21 重量%的邻二甲苯和约 48 重量%的间二甲苯。

10

用于分离二甲苯异构体的方法包括低温结晶，分馏，选择磺化，和后续水解，选择溶剂分离；然而这些方法需要高的操作成本。

15

由于组分具有不同的熔点的事实，可采用结晶方法从包括对二甲苯、邻二甲苯、间二甲苯和苯乙烷的 C₈ 芳香原料流中分离对二甲苯。对二甲苯 13°C凝固，间二甲苯-48°C凝固，邻二甲苯在-25°C凝固，而苯乙烷在-95°C凝固。

20

结晶已经被商业化用于典型地从接近化学平衡的二甲苯和苯乙烷的混合物中分离和纯化对二甲苯。由于对二甲苯在这些混合的二甲苯流中的低浓度，通常需要很低的温度来有效地通过结晶从 C₈ 馏分回收对二甲苯。此外，存在通常由阻止完全将全部的对二甲苯从 C₈ 馏分中分离的邻二甲苯/对二甲苯或者间二甲苯/对二甲苯二元低共熔温度作为的操作低温界限。位于或低于此界限无论邻二甲苯还是间二甲苯都会和对二甲苯共结晶。在结晶中使用这样的低温是昂贵的，需要使用大量的能源。这就需要在从包含对二甲苯和其它 C₈ 芳香烃的原料中结晶和纯化对二甲苯的更加高能效的方法。

25

30

US 6,111,161 公开了一种从含 C₇-C₉ 芳香烃进料中生产高纯度的对二甲苯的方法，其中第一部分富集至少 30 重量%对二甲苯，这部

分通过在至少一个结晶区域进行至少一次高温结晶进行纯化。上述第一部分在高温 T1 下在结晶区域中结晶，温度在+10 至-25℃之间是有利的。回收在母液中的晶体悬浮液，至少在第一分离区域中，将晶体从母液中分离。将获得的晶体至少在部分熔融区域进行部分熔融，获得晶体的悬浮液。在至少一个分离和洗涤区域，悬浮的晶体被分离和洗涤，获得纯净的对二甲苯晶体和洗涤液，纯净的晶体任选被完全熔融，收集熔融的对二甲苯液体流。

US 5,448,005 公开了一种从高重量百分比对二甲苯的原料生产高纯度对二甲苯的方法，原料包括至少约 70 wt%，优选至少约 80 wt% 的对二甲苯，该方法在从约 0°F 至约 50°F 范围的某一温度下使用单一温度结晶生产阶段，还使用捕捉阶段来提高对二甲苯的回收率。方法使用的单一温度生产阶段结晶器采用只用对二甲苯产品进行的洗涤。

本发明具有其它结晶方法没有的优势。相对于 US 6,111,161 和 US 5,448,005 公开的设计而言，本发明减少了制冷需求。因此需要较少的能量消费，相对其它的设计，节约了成本。它是通过在分离顺序的前期就分离出一部分或大部分的最终产品，因此降低了需要较低温度制冷的材料的数量而达到这一目标的。并不将从较低温度的阶段得到的饼再循环回第一结晶器，而是使用一个重浆化转鼓充分加热晶体，因此不需要更多的制冷就能够回收额外的对二甲苯产品。根据标准工程实践的计算，本发明的制冷压缩机的马力能够比基于 US 6,111,161 技术的可比设计低 13%。

发明概述

本发明涉及由包含 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少约为 60 重量% 的含对二甲苯的原料流生产对二甲苯的方法，该方法包括：

a) 在从约 10°F 至约 55°F 的温度下，在第一结晶器中使所述原料流结晶；

b) 回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；

c) 在第一分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 收集液体对二甲苯产品;

5 d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到工作温度比第一结晶器温度低的第二结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

e) 在第二分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;

10 f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到工作温度比第二结晶器温度低的第三结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

g) 在第三分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;

15 h) 在浆化设备里, 用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体, 形成比最低温结晶器的温度高的浆料混合物;

i) 在第四分离单元分离浆料混合物, 以提供滤液和结晶对二甲苯产品, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 收集液体对二甲苯产品;

20 j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第二结晶器; 并且

k) 将至少另外一部分选自如下的滤液再循环至浆化设备: 从第一分离单元得到的滤液、从第四分离单元得到的滤液和从第一和第四分离单元得到的滤液。

25 优选在步骤(c)中获得的结晶对二甲苯产品与在步骤(i)中获得的结晶对二甲苯产品在熔融前结合。这可以合适地通过把两种对二甲苯产品送入同一个熔融转鼓中达到。

30 本发明也涉及由包含 C_8 芳香烃且对二甲苯浓度至少约为 60 重量%的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法, 方法包括:

a) 在从约 10°F 至约 55°F 的温度下, 在第一结晶器中使所述原料流结晶;

b) 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

5 c) 在第一分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 收集液体对二甲苯产品;

d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到在从约-10°F 至约 35°F 之间温度工作的第二结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

10 e) 在第二分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;

f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到在从约-35°F 至约 5°F 之间温度工作的第三结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

15 g) 在第三分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;

h) 在浆化设备里, 用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体, 以形成温度为从约 10°F 至约 55°F 之间的浆料混合物;

20 i) 在第四分离单元分离浆料混合物, 以提供滤液和结晶的对二甲苯产品, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 取出液体对二甲苯产品;

j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第二结晶器; 并且

25 k) 将至少另外一部分选自如下的滤液再循环至浆化设备: 从第一分离单元得到的滤液、从第四分离单元得到的滤液和从第一和第四分离单元得到的滤液。

本发明还涉及由包含 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少约为 60 重量%的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法, 方法包括:

30 a) 在从约 30°F 至约 55°F 的温度下, 在第一结晶器中使所述原

料流结晶；

b) 回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；

c) 在第一分离单元，从母液中分离对二甲苯晶体，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，收集液体对二甲苯产品；

5

d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分，转移至在从约 15°F 至约 25°F 之间温度工作的第二结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；

e) 在第二分离单元，从母液中分离对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；

10

f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分，转移至在从约 -10°F 至约 -5°F 之间温度工作的第三结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；

g) 在第三分离单元，从母液中分离对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；

15

h) 在浆化设备里，用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体，形成温度为从约 30°F 至约 50°F 之间的浆料混合物；

i) 在第四分离单元分离浆料混合物，以提供滤液和结晶的对二甲苯产品，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，取出液体对二甲苯产品；

20

j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第二结晶器；并且

k) 将至少另外一部分选自如下的滤液再循环至浆化设备：从第一分离单元得到的滤液、从第四分离单元得到的滤液和从第一和第四分离单元得到的滤液。

25

本发明也涉及由包含 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少约为 55 重量 % 的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法，方法包括：

a) 在从约 10°F 至约 55°F 的温度下，在第一结晶器中结晶上述原料；

30

- b) 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;
- c) 在第一分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 收集液体对二甲苯产品;
- 5 d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移至工作温度比第一结晶器温度低的第二结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;
- e) 在第二分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;
- 10 f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到工作温度比第二结晶器温度低的第三结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;
- g) 在第三分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;
- 15 h) 在浆化设备里, 用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体, 形成比最低温结晶器的温度高的浆料混合物;
- i) 在第四分离单元分离浆料混合物, 以提供滤液和结晶的对二甲苯产品, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 收集液体对二甲苯产品;
- 20 j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第一结晶器; 并且
- k) 将至少另外一部分选自如下的滤液再循环至浆化设备: 从第一分离单元得到的滤液、从第四分离单元得到的滤液和从第一和第四分离单元得到的滤液。
- 25
- 本发明还涉及由包括 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少约为 55 重量%的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法, 方法包括:
- a) 在从约 10°F 至约 55°F 的温度下, 在第一结晶器中使所述原料流结晶;
- 30 b) 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

c) 在第一分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 收集液体对二甲苯产品;

5 d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到在从约-10°F至约 35°F之间温度工作的第二结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

e) 在第二分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;

10 f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分, 转移到在从约-35°F至约 5°F之间温度工作的第三结晶器, 使滤液结晶, 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

g) 在第三分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 并将对二甲苯晶体送至浆化设备;

15 h) 在浆化设备里, 用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体, 形成温度为约 10°F至约 55°F之间的浆料混合物;

i) 在第四分离单元分离浆料混合物, 提供滤液和结晶的对二甲苯产品, 用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体, 使对二甲苯晶体完全熔融, 取出液体对二甲苯产品;

20 j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第一结晶器; 并且

k) 将至少另外一部分选自如下的滤液再循环至浆化设备: 从第一分离单元得到的滤液、从第四分离单元得到的滤液和从第一和第四分离单元得到的滤液。

25 本发明还涉及由包含 C₈ 芳香烃且对二甲苯浓度至少约为 55 重量%的含对二甲苯原料流生产对二甲苯的方法, 方法包括:

a) 在从约 20°F至约 30°F的温度下, 在第一结晶器中使所述原料流结晶;

b) 回收流出物, 该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体;

30 c) 在第一分离单元, 从母液中分离对二甲苯晶体, 用液体对二

甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，收集液体对二甲苯产品；

5 d) 将第一分离单元得到的滤液的至少一部分，转移到在从约 5°F 至约 15°F 之间温度工作的第二结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；

e) 在第二分离单元，从母液中分离对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；

10 f) 将第二分离单元得到的滤液的至少一部分，转移到在从约-10°F 至约-5°F 之间温度工作的第三结晶器，使滤液结晶，回收流出物，该流出物包含在母液中的对二甲苯晶体；

g) 在第三分离单元，从母液中分离对二甲苯晶体，并将对二甲苯晶体送至浆化设备；

h) 在浆化设备里，用含对二甲苯的液体接触对二甲苯晶体，形成温度为约 30°F 至约 50°F 之间的浆料混合物；

15 i) 在第四分离单元分离浆料混合物，提供滤液和结晶的对二甲苯产品，用液体对二甲苯洗涤对二甲苯晶体，使对二甲苯晶体完全熔融，取出液体对二甲苯产品；

j) 将至少一部分从第四分离单元得到的滤液再循环至第一结晶器；并且

20 k) 将至少另外一部分选自如下的滤液再循环至浆化设备：从第一分离单元得到的滤液、从第四分离单元得到的滤液和从第一和第四分离单元得到的滤液。

25 在本发明的方法中步骤 (c) 中产生的结晶对二甲苯便利地与步骤 (i) 中产生的结晶对二甲苯在熔融转鼓或者其他适合的熔融装置中混和，并且熔融产生高纯度的液体对二甲苯产品。

30 一部分的高纯度液体对二甲苯产品被优选用于洗涤在步骤 (c) 和步骤 (i) 中获得的对二甲苯晶体。洗涤液对晶体对二甲苯的比例在约 0.10:1 至约 0.5:1 重量比是合适的，更加优选约 0.2:1 至约 0.35:1 重

量比。用于洗涤纯化的结晶对二甲苯的优选的对二甲苯来源是用本发明方法生产的纯化的液体对二甲苯产品。

5 通过混和在第二和第三结晶过程中获得的对二甲苯晶体和含对二甲苯的液体，形成浆料混合物，该混合物也可称作重浆化混合物，因为从第二和第三结晶器产生的在分离之前与母液一起呈浆状的对二甲苯晶体在浆化容器或浆化设备中与含对二甲苯的液体接触，用以形成另一浆料。优选使用例如合适的机械搅拌装置等搅拌或混和浆料。浆料混合物要在浆化设备（也可称为浆化容器或者重浆化转鼓）中停留
10 足够的时间以提高其中包含的结晶对二甲苯的纯度，使之达到希望的纯度。对于优选的本发明的连续方法，在浆化容器中的浆料停留时间一般是约 0.2 到约 2 小时，更加优选约 0.5 到 1 小时。

15 本发明的方法生产的对二甲苯具有约 99.5 wt%对二甲苯或更高的纯度，优选约 99.7 wt%对二甲苯或更高的纯度；最优选约 99.8 wt%对二甲苯或更高的纯度。

附图的简要说明

20 图 1 展示了使用三个结晶步骤和一个重浆化步骤的本发明一个具体实施方式的示意图，其中至少一部分从重浆化转鼓中得到的流出物的分离中得到的不合格滤液再循环至第二结晶步骤。不需要再循环或重结晶就在第一结晶步骤获得高纯度的对二甲苯产品。

25 图 2 展示了本发明一个具体实施方式的示意图，其中至少一部分从重浆化转鼓得到的流出物的分离中得到的不合格滤液与进入第一结晶步骤的原料混和，而不是被送到第二结晶步骤。

图 3 展示了一方法，其中在第一结晶步骤中形成的结晶对二甲苯不进入在结晶过程和分离过程之后的产品，而是与在第二和第三结晶/分离步骤中形成的结晶对二甲苯饼混和，再送入重浆化步骤。

30 优选的具体实施方式的描述

本发明涉及一种从包含对二甲苯的原料流中回收高纯度的对二甲苯产品的高能效方法，其中原料流中的对二甲苯的浓度要比 C₈ 芳香烃平衡混合物中的浓度要大。优选原料流至少包括约 60 重量%的对二甲苯。原料流也可能包含包括邻二甲苯、间二甲苯和苯乙烷在内的其它的 C₇ 至 C₉ 芳香烃化合物。所述方法基于两个使得本方法优于其它方法的概念。第一个概念围绕着结晶和分离的第一阶段。通过对方法的条件和设备的适当选择，第一阶段能够不需要进一步的加工就可以生产出高纯度的产品。与其它在获得最终产品前要再循环和重结晶的方法相比较，这提高了效率和成本效率。第二个观念围绕使用重浆化技术来加热所有的结晶对二甲苯的饼，这些饼温度太低以至于不能方便地直接获得高纯度的对二甲苯产品，但是更重要的不需要制冷，因此减少能量需求和成本。重浆化转鼓用于加热从低温结晶器中获得的对二甲苯晶体，这些结晶器太冷以至于不能直接或者便利地制得对二甲苯产品。如果对二甲苯晶体的温度过低，用于取代饼中不纯母液的对二甲苯洗涤液就会结冻，不能穿透饼。

本发明的结晶方法可以被用于与满足以下条件的任何方法结合来生产高纯度的对二甲苯产品，该方法产生的流包含至少约 60%重量比 (wt%) 对二甲苯，优选高于约 60wt% 对二甲苯，更加优选至少约 70wt% 对二甲苯，更加优选至少约 75wt% 对二甲苯，更加优选至少约 80wt% 对二甲苯，更加优选至少约 85wt% 对二甲苯，更加优选至少约 90wt% 对二甲苯，最优选至少约 95wt% 对二甲苯。在本发明的一个实施方式中，原料流可以包含至少约 55wt% 对二甲苯。

本发明的方法生产的对二甲苯的纯度为约 99.5wt% 对二甲苯或更高，优选约 99.7wt% 对二甲苯或更高，更优选约 99.8wt% 对二甲苯或更高。

图 1 举例说明了本发明的一个实施方式。在下面的讨论中，当提到图时，流的号码对应于流传输的线路的号码。含对二甲苯的原料通

过线路 1 到达至少一个高温结晶器 100，在该结晶器中原料被冷却至一足够的温度从而只使对二甲苯结晶，而不使邻二甲苯和间二甲苯结晶。优选线路 1 中的原料（流 1）包括至少约 60wt% 的对二甲苯。流 1 可以从任何一个能够产生含约 60wt% 对二甲苯的原料的适当来源中获得。例如，它能够从吸附工序获得，如 UOP 制的 HYSORB™ 单元；它能够从压力回转吸附（PSA）单元中获得；它能够从反应工序中获得，如甲苯歧化反应（TDP）单元；或者它能够从另一个结晶工序获得，如一个低温结晶阶段。各种具有相同或不同的对二甲苯组成的原料也能够组合，为本发明的方法提供原料。希望流 1 的组成是至少约 60 重量% 对二甲苯，优选高于约 60wt% 的对二甲苯，更加优选至少约 70wt% 的对二甲苯，更加优选至少约 75wt% 的对二甲苯，更加优选至少约 80wt% 的对二甲苯，更加优选至少约 85wt% 的对二甲苯，更加优选至少约 90wt% 的对二甲苯，更加优选大于约 90wt% 的对二甲苯，还更优选至少约 95wt% 的对二甲苯。

15

含有至少约 60wt% 对二甲苯的 C₈ 芳香烃流（流 1）经线路 1 被送至温度从约 10°F 至约 55°F，优选从约 30°F 至约 55°F，更优选从约 35°F 至约 45°F 的高温结晶器 100，制得线路 2 中包括对二甲苯晶体和母液的浆料的流出物（流 2），浆料经线路 2 被运送至液固分离单元 30，液固分离单元 30 在足够低的温度工作，以维持结晶对二甲苯的结晶状态。不需要冷却来维持这一工作温度。流 2 的状态随着流 1 的组成不同而改变。对于流 1 包含约 90wt% 的对二甲苯的实施方式，线路 2 中的流出物流（流 2）的温度可能为约 40°F。在本发明中，优选所有结晶器都约在大气压下操作；可是，这时意味着应维持结晶器内部的足够的压力，用以防止在出现泄漏时空气的进入。因此，在操作中，结晶器室通常维持在比大气压稍高的压力下。这比需要更厚壁和更坚固法兰来处理增加的压力的压力下工作方法成本低。

25

C₈ 芳香烃流 1 被送至的结晶器 100 能够以不同顺序包含本领域技术人员已知的不同数量和不同类型的结晶装置。例如，可以使用单一

30

的结晶装置，也可以使用多个单元。如果使用多个单元，结晶容器可以排列成并联的、串联的或是其它的更复杂的构造。可使用多种类型的结晶装置，如导流管结晶器和刮壁结晶器。使用的结晶器的类型并不是关键的。可以间接地提供制冷，不掺合性地对加工材料进行制冷。典型的例子包括围绕结晶容室或壳体的夹套以及结晶室外的管式热交换。丙烯是优选的制冷剂。可选择的，可以直接提供制冷，其中刻意对加工材料进行掺合性的制冷。典型的例子包括往导流管结晶器中注入冷的二氧化碳或冷的氮气。结晶器中典型的停留时间在从约 30 分至约 5 小时的范围内，优选约 30 分至约 3 小时，更优选约 0.5 至 2 小时。

虽然没有在图 1 中展示，一个可选择的方法实施方式可以被用来提高可操作性，该方法将两类再循环流之一或者二者都引入结晶装置中。第一再循环流将使结晶器的流出物的一部分再循环回结晶器 100。这可以如图 1 所示，将线路 2 中的浆料流出物的一部分送回结晶器 100。第二再循环流将从紧接结晶器 100 下游的液固分离单元 30 中出来的一股或多股滤液流的一部分再循环。这可以如图 1 所示，将线路 3 中和/或线路 4 中的滤液流出物的至少一部分送回结晶器 100。

如在图 1 中展示的，来自结晶器 100 的包含对二甲苯晶体和母液浆料的流出物流，经线路 2 传送至包含一个或多个液固分离装置的分离单元 30。在一个优选的实施方式中，液固分离单元 30 包含一个或多个用于从母液中分离对二甲苯晶体的离心机。在本发明方法中用作分离器的离心机可以是刮碗离心机或者推进式离心机或者其二者的结合。其它的液固分离装置如洗涤柱或者旋转过滤器也可以在所述方法中用于分离对二甲苯晶体。能够使用的洗涤柱可以是 NIRO 洗涤柱或 TNO 液压洗涤柱，如那些全文引入本文作为参考的美国专利 Nos.4,734,102 和 4,735,781 中描述的洗涤柱。

当全部的液固分离器都是离心机时，优选使用含有较高浓度对二

5 甲苯的初始原料，例如含至少约 80wt%对二甲苯，优选至少约 85wt%对二甲苯，更优选至少约 90wt%对二甲苯。当要被分离的结晶对二甲苯浆料的温度低于约 37°F，优选使用洗涤柱进行分离，或者如果使用离心机，用如甲苯的溶剂进行洗涤。然而使用甲苯或者除高纯度对二甲苯以外的溶剂作为洗涤液将需要额外的蒸馏步骤和额外的将甲苯从对二甲苯产品中分离的设备，这将提高所述方法的成本。

10 当液固分离装置 30 是离心机时，它产生被洗涤的对二甲苯晶体的产品流。这些对二甲苯产品流经线路 5 被送至熔融转鼓，在那里对二甲苯晶体被完全熔融以提供高纯度的液体对二甲苯产品。这些高纯度对二甲苯的一部分作为产品通过产品收集线路 16 从熔融转鼓 35 中移出，不需进一步的加工，换言之不需额外的结晶和离心循环。不需额外的加工，直接将得自第一分离装置的对二甲苯的一部分作为液体对二甲苯产品的过程使得本发明方法相对那些需要对对二甲苯晶体进一步加工如重结晶和重离心的结晶方法而言效率高而且节省成本。洗涤操作能在分离装置 30 中实行，以将对二甲苯产品流 5 的纯度提高至 99.5wt%对二甲苯或更高，优选 99.8wt%对二甲苯或更高。如果实行洗涤操作，一部分对二甲苯熔融物返回至分离器 30，喷洒在分离器 30 末端的饼上。洗涤液与对二甲苯晶体的与合适比例为约 0.05 至约 0.5 重量比，优选约 0.15 至约 0.25 重量比。当液固分离器是离心机，而且使用纯净的对二甲苯为洗涤液时，优选被分离的对二甲苯晶体和母液的浆料的温度为至少约 37°F 的温度。液固分离装置 30 也产生在图 1 中的经线路 3（流 3）和线路 4（流 4）传输的一股或多股滤液流。流 3 是不合格的滤液流，流 4 是比流 3 含有更多的对二甲苯的洗涤滤液流。对于流 1 含有约 90wt%对二甲苯的实施方式，流 3 可能含有约 81wt%的对二甲苯，流 4 可能含有约 84wt%的对二甲苯。这些重量百分数能随着使用的离心机的类型和选用的洗涤比例的不同而变化。通常就是当使用离心机作为分离装置时，如果对二甲苯产品流 5 含有固体，可将固体熔融而产生液体产品。如果使用了洗涤液，可以是对二甲苯产品本身或是其它材料如甲苯或甲醇。如果洗涤液不是对二甲苯

15

20

25

30

产品，将使用进一步的分离措施以获得最终的对二甲苯产品和回收洗涤材料。为了这个目的，典型的是使用两个蒸馏柱。优选地，洗涤液是对二甲苯产品的一个级分。

5 对于只有一个来自分离装置 30 的滤液流的实施方式，图 1 中的
线路 4 没有流出物流动，可以消除。对于产品阶段装置中的推进式离心
10 离心机，典型地如图 1 所示有两股滤液流。线路 3（流 3）中的滤液的
组成在对二甲苯的含量上比线路 4（流 4）中的滤液的组成低，其中
线路 3 中为不合格的滤液，线路 4 中为洗涤滤液。线路 4 中的滤液能
15 够像图 1 中所示的那样经线路 19 作为稀释剂被送至重浆化转鼓 32。
为了控制重浆化转鼓 32 的温度，经线路 4 传送的滤液流可在被加进
重浆化转鼓前使用热交换器（未显示）加热。

 通过线路 3 传送的不合格滤液流的一部分可以作为稀释剂经线路
15 17 被送至重浆化转鼓 32。为了控制重浆化转鼓的温度，如果需要，
经线路 17 传送至重浆化转鼓 32 的流 3 的部分滤液可以被加热。滤液
流 3 的其余部分与线路 13 中来自液固分离器 31 的不是经线路 18 再
循环至重浆化转鼓 32 用作重浆化转鼓 32 中稀释剂的任何滤液在线路
20 13 中结合。来自线路 3 和线路 13 的结合流经线路 25 被送至工作温度
比第一结晶器 100 温度低的第二结晶器 200。结晶器 200 在从约-10°F
至约 35°F 工作，优选从约 15°F 至约 25°F 的温度下。来自较低温结晶
器 200 的包括对二甲苯晶体和母液的流出物，经线路 6 被传送至包括
25 一个或多个液固分离装置的分离器 33。对于展示的例子，线路 6 中的
流出物温度约 25°F。图 1 中说明的实施方式利用一个单一的离心机作
为分离器 33，尽管可以使用一个以上的离心机或者其它分离装置。来
30 自离心机 33 的结晶对二甲苯饼经线路 8 传送至重浆化转鼓 32。来自
离心机 33 的滤液经线路 7 被送至比第二结晶器 200 温度低的第三结
晶器 300。对于流 1 含约 90wt% 对二甲苯的实施方式，流 7 将含约 68wt
% 的对二甲苯。结晶器 300 在约-35°F 至约 5°F 工作，优选从约-10°F 至
约-5°F。如以上解释的，可以使用其它的分离装置代替离心机 33 和 34。

虽然没有在图 1 中显示, 如果需要, 可以包括一个或多个洗涤步骤。如果采用洗涤, 可能得到对二甲苯组成每股都不同的多股滤液。这些滤液流可以既可以回收也可以根据他们的特别的组成向前送至所述设备的不同部分。首选的实施方式不采用洗涤。

5

来自结晶器 300 的流出物, 即包括结晶对二甲苯和母液的浆料, 经线路 9 被送至包括一个或多个液固分离装置的分离器 34。在图 1 示例说明的实施方式中, 经线路 9 传输的结晶器流出物约为 -5°F 。在示例的实施方式中, 使用了一个单一的推进式离心机作为分离器 34。来自离心机 34 的对二甲苯饼经线路 11 被送至重浆化转鼓 32, 而滤液经线路 10 被移除。线路 10 中的滤液流可以用来在流 1 进入高温结晶器 100 之前, 冷却 C_8 芳香烃原料流 1。这将减少这个结晶器的制冷需求。线路 10 中的滤液流接下来既可以被送至反应器, 如将苯乙烷转变为其它化合物从而可以更容易的从其它的 C_8 芳香烃中分离的反应器, 也可以送至另一个分离工序。对于流 9 温度在 -5°F 的实施方式, 流 10 中含有约 45wt% 的对二甲苯。

重浆化转鼓 32 在一个足够高的温度工作, 因此来自重浆化转鼓的流出物能够被送至一个或多个能够生产更高纯度的产品的液固分离装置。虽然不是必要的, 重浆化转鼓的温度可以比任何前面提及的结晶器的温度高。就一切情况而论, 它要比最低温结晶器的温度高。浆料温度为至少约 10°F 是合适的, 优选约 30°F , 更优选约 35°F 至约 45°F , 更优选温度在从约 38°F 至 42°F , 最优选温度在从约 40°F 至 42°F 。在浆料中, 结晶对二甲苯与含对二甲苯的液体接触一个足够的时间, 以使晶体和母液达到平衡。这一时间优选从约 0.1 至约 0.2 小时, 更优选从约 0.4 至约 1 小时。浆料中的液体的数量应该是足以提供可被浆化和被泵抽送的量。用于浆料的液体是包含对二甲苯的液体。那些含有较高浓度的流更优选用于浆料液。例如对于在图 1 中展示的实施方式, 首先将优选流 4 和流 14, 其次流 3 和/或流 13。在浆料充分平衡后, 被纯化的结晶对二甲苯被从液体中分离, 优选使用液体对二甲

5 苯洗涤以除去吸附的母液。用于洗涤的液体对二甲苯优选是具有纯度为至少约 99.5 重量%，优选至少约 99.7 重量%，更优选至少约 99.8 重量%的高纯度的对二甲苯。液体对二甲苯洗涤剂与结晶对二甲苯的重量比一般是约 0.05:1 至约 0.5:1，更优选约 0.15:1 至约 0.25:1；还更优选约 0.18:1 至约 0.2:1。一使纯化的结晶对二甲苯熔融，就生产出具有纯度至少为 99.5 重量%，更优选至少约 99.7 重量%，最优选至少约 99.8 重量%的液体产品对二甲苯。

10 一旦重浆化转鼓 32 比结晶器 100 热，有可能线路 13 中的滤液流的对二甲苯浓度接近或超过进料至线路 1 中对二甲苯的浓度。在这种情况下，线路 13 中不再循环至重浆化转鼓 32 的那部分滤液流可以被送入结晶器 100，而不是结晶器 200，进一步提高所述方法的能效。这是在图 2 中展示的方法。重浆化转鼓 32 在约 10°F 至约 55°F，优选从约 30°F 至约 50°F 工作。

15 在重浆化转鼓 32 中制备对二甲苯晶体和含对二甲苯液体的浆料。用于制备结晶对二甲苯和液体对二甲苯的浆料的含对二甲苯液体可以是通过从母液中分离结晶对二甲苯的方法产生的一股或多股母液流。用于浆化的含对二甲苯液体具有适合提供结晶对二甲苯和液体浆料
20 的量。对于图 1 的流 1 中包含约 90wt% 对二甲苯的实施方式，进入重浆化转鼓的液体优选包括含 84wt% 对二甲苯的流 4 的全部，含 86wt% 对二甲苯的流 14 的全部，和含 83wt% 对二甲苯的流 13 的 32%。其余的一般是邻二甲苯、间二甲苯、苯乙烷和其它从方法中得到的碳氢化合物的混合物。浆料中结晶对二甲苯的量一般是约 30 至约 60 重量
25 %，优选约 30 至约 55 重量%，最优选约 35 至约 50 重量%。浆料优选通过优选的机械搅拌器进行搅拌。浆料停留在浆化容器 32 足够的时间，以让浆料的所有部分接近平衡。对于本发明实施方式中的首选的连续化操作，浆化容器 32 中浆料的停留时间适合为约 0.2 至约 2 小时，更优选约 0.4 至约 1 小时。

30

液固分离器 31 由重浆化转鼓 32 中给料。能够使用的分离装置的类型已经在先前的有关流 2 的时候中讨论过了。在图 1 显示的一个方法实施方式里，使用了两个离心机。也可以提供洗涤（未显示）。当使用洗涤，来自熔融转鼓 35 中的纯净的对二甲苯熔融物的一部分被用于洗涤离心机末端的对二甲苯饼。来自分离器 31 的结晶对二甲苯饼经线路 15 被送至熔融转鼓 35，对二甲苯晶体被完全融化，以提供纯净的对二甲苯产品。一部分的熔融对二甲苯可以作为洗涤液再循环至离心机 31。对于在图 1 中展示的实施方式，在线路 15 中的对二甲苯流是来自离心机 31 的产品流，线路 13 和线路 14 中的滤液流是来自离心机 31 的滤液流。全部的对二甲苯产品流经线路 16 从熔融转鼓 35 传输出来，是来自线路 5 和线路 15 的对二甲苯产品流的混和。线路 14 中的滤液流（洗涤滤液）具有比线路 13 中的滤液流（不合格滤液）高的对二甲苯组成。线路 14 中的洗涤滤液流与线路 4 中的洗涤滤液流混和，经线路 19 被送至重浆化转鼓 32 作为稀释剂。线路 13 中的不合格滤液流的一部分也可以被送往重浆化转鼓 32 作为稀释剂。如上面讨论的那样，不合格滤液流 13 的剩余部分与不合格滤液流 3 混和，被送至结晶器 200。任一或者所有的在重浆化转鼓用作稀释剂的流可以通过使用热交换器（未显示）来加热。此外，各种稀释剂流的一些和全部可以在进入重浆化转鼓之前或者在通过热交换器之前结合。也可使用其它的可替代的方法来控制重浆化转鼓的温度，如通过使用蒸汽套来加热重浆化转鼓。

本发明中有两个重要的概念。第一个概念围绕结晶和分离的第一阶段。通过对加工条件和设备的恰当选择，第一阶段能在不需要进一步加工的情况下生产出高纯度产品（流 5）。

在提供的例子里，在纯度为约 99.85wt% 对二甲苯的最终产品（在线路 16 中由产品流 5 和 15 结合成的流）中，有超过 50% 是从第一结晶/分离阶段获得的。这部分的材料不通过下游的设备；因此相对其它的方法而言（尤其那些在 US 6,111,161 中讨论的），降低了能量需求，

而且可能减少了建设成本。

第二个重要的概念围绕重浆化转鼓，它的作用是加热过冷以至于不能方便地直接获得高纯度对二甲苯产品的所有饼。最重要的，重浆化转鼓不需制冷，相比其它的工序设计，虽然可能需要加热，这仍将减少能量成本。因此来自较冷的结晶阶段的饼可使用重浆化转鼓进行加工以获得高纯度的对二甲苯产品（线路 15 中的结晶对二甲苯流），而不需要进一步的制冷。（重浆化转鼓的使用使得本发明与美国专利 5,448,005 揭示的发明有着明显的不同。）最后本发明中的重浆化转鼓不仅仅只是使晶体部分熔融以获得悬浮液的装置。如上面提供的例子那样，尽管进行加热，本发明中的重浆化转鼓具有在重浆化转鼓的流出物中产生比所有不同输入流所提供的更多的结晶对二甲苯固体的能力。因此本发明也包括那些浆化设备中所形成的浆料混合物中对二甲苯晶体的量大于送进浆化设备的对二甲苯晶体量的具体实施方式。

15

不同结晶阶段的温度和结晶阶段的数目依据制冷循环的选择、制冷剂的选择和流 1 的组成的变化而变化。分离装置的选择还可改变示意图以及对二甲苯产品的最终纯度。例如洗涤柱一般只有一股不合格的滤液流，他们能够比离心机产生更高纯度的产品。

20

图 2 显示了本发明方法的另一个实施方式。包括至少约 55% 的对二甲苯的原料（流 102）经线路 102 送至结晶器 150。流 102 的组成希望是至少约 55 重量%（wt%）的对二甲苯，优选大于约 55wt% 的对二甲苯，更优选至少约 60wt% 对二甲苯，更优选至少约 70wt% 对二甲苯，更优选至少约 75wt% 对二甲苯，更优选至少约 80wt% 对二甲苯，更优选至少约 85wt% 对二甲苯，更优选至少约 90wt% 对二甲苯，最优选至少约 95wt% 对二甲苯。结晶器 150 在约 10°F 至约 55°F，优选约 20°F 至约 30°F 的温度下工作。

30

包括对二甲苯晶体和母液的结晶器 150 流出物，被送至分离单元

130, 该单元包括一个和多个离心机; 用于从母液中分离对二甲苯晶体。除了离心机以外的分离设备, 如洗涤柱或旋转过滤器, 也可用于此步骤和方法中使用液固分离装置的其它步骤。结晶对二甲苯饼在离心机内部使用高纯度对二甲苯材料洗涤。离心机 130 产生高纯度对二甲苯产品 (流 106) 和两股滤液流 (流 104 和流 105)。流 105 是洗涤滤液, 具有比不合格滤液即流 104 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液被送至重浆化转鼓 132, 以为重浆化操作提供一些液体。所有的不合格滤液经线路 104 被送至工作温度比结晶器 150 温度低的结晶器 250。结晶器 250 在从约-10°F至约 35°F, 优选从约 5°F至约 15°F的温度下工作。

来自结晶器 250 的流出物, 包括在母液中的结晶对二甲苯的浆料, 经线路 107 被送至包括至少一个离心机或其它分离装置的分离单元 133。来自离心机 133 的结晶对二甲苯饼经线路 109 被送至重浆化转鼓 132, 而不合格滤液 (流 108) 经线路 108 被送至工作温度比结晶器 250 温度低的结晶器 350。结晶器 350 在从约-35°F至约 5°F, 优选从约-10°F至约-5°F的温度下工作。

来自结晶器 350 的流出物 (流 110), 包括在母液中的结晶对二甲苯的浆料, 经线路 110 被送至包括至少一个离心机或其它分离装置的分离单元 134。来自离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 132。不合格滤液 (流 111) 包含约 45wt%对二甲苯, 并且在被送至单元的其它地方之前与原料流 101 热交换。例如, 它可以被送至苯乙烷反应器或另外的分离工序。来自重浆化转鼓 132 的浆料, 包括结晶对二甲苯和母液, 经线路 113 被送至包括一个和多个离心机用于从母液中分离对二甲苯晶体的分离单元 131。结晶对二甲苯饼在离心机内部使用高纯度对二甲苯材料洗涤。这些离心机产生额外的高纯度对二甲苯产品, 即流 116, 其与高纯度的对二甲苯产品流 106 结合, 如需要在熔融转鼓 (未显示) 中熔融, 经线路 117 收集。分离单元 131 也产生两股滤液流 (流 114 和 115)。流 115 是洗涤滤液, 具有比不合格滤液

即滤液流 114 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液经线路 115 被送至重浆化转鼓 132，以为重浆化操作提供一些液体。不合格滤液的一部分经线路 114 被送至重浆化转鼓 132，以为重浆化操作提供其余部分的液体。重浆化转鼓 132 在从约 10°F 至约 55°F 的温度下工作，优选从约 30°F 至约 50°F，更优选从约 35°F 至约 45°F，更优选从约 38°F 至约 42°F，最优选从约 40°F 至约 42°F 的温度。其余的来自分离单元 131 的不合格滤液（流 114）与结晶器 150 上游的流 101 结合，以形成原料流 102。对于流 102 中含有约 70wt% 对二甲苯的实施方式，流 114 将含有约 83wt% 对二甲苯。在本发明方法的这个实施方式中，结晶器 150 在从约 10°F 至约 55°F，优选从约 20°F 至约 30°F 的温度下工作。结晶器 250 在从约 -10°F 至约 35°F，优选从约 5°F 至约 15°F 的温度下工作，而结晶器 350 在从约 -35°F 至约 5°F，优选从约 -10°F 至约 -5°F 的温度下工作。

15 接下来的实施例将用于解释本发明在此公开的某些实施方式。然而，本领域技术人员应理解，这些实施例不应解释为限制本发明的范围，可在不背离本发明精神的情况下在本发明基础上作出多种改变。

20 根据标准工程实践，计算实施例中的性能。对于一个详细的比较，在每个可比较的例子之间，原料和产品是同样的。每个实施例具有三个可用的制冷级别。在每个实例中，来自最冷的结晶器的流出物被设置在 -5°F，确保每个对比例的总的对二甲苯回收率几乎一样。在各阶段间还维持合理的平衡的情况下，选择其它两个结晶阶段以将尽可能多的负荷转移至最温暖的结晶器。为保持结晶器的第一阶段足够的温暖，以使基于图 1 和图 2 设计的第一套分离装置能够生产高纯度的对二甲苯产品，需要超越这一标准。可以预计，保持第一结晶器在较温暖的温度可以将更多的制冷负荷转移至较低温度的结晶器（这是它做的）。也可以预料，这相对于对比例将增加制冷压缩机功率的要求；然而，出人意料的，情况并不是这样。图 1 和图 2 的方法设计需要较小的压缩机功率，这是出人意料的和非显而易见的。这表明本发明的

25

30

方法具有更高能效的优点，因此也可预期消耗较低的成本。

5 实施例 1、实施例 2 和对比例 A 比较都生产 115,840 lb/hr 的纯度为 99.80wt% 对二甲苯的对二甲苯产品的三种不同方法的特性。实施例 1 和实施例 2 例示了本发明的实施方式，在其中全部高纯度对二甲苯产品的一部分从第一结晶过程的流出物中制得，而不须使它经历重浆化步骤或者部分熔融步骤，对比例 A 例示了一个对比方法，其中得自第一结晶/分离过程的结晶对二甲苯饼不进入产品，而是相反的与从后续的低温度的结晶/分离步骤的结晶对二甲苯饼结合，并进行重浆化步骤。

10

对于每个方法，使用含 90wt% 对二甲苯的原料，高纯度对二甲苯产品包含 99.8wt% 的对二甲苯。每个例子的对二甲苯总回收率是 91%。所有的液固分离都使用离心机。当实施例 1、实施例 2 和对比例 A 相比，实施例 1 的方法具有最高能效，实施例 2 是其次具有高能效的。图 2 中例示的实施例 2 的方法设计在纯度为 99.80wt% 对二甲苯的对二甲苯产品的生产速率同样为 115,840 lb/hr 的情况下，要比实施例 1 的方法多需要约 3% 的制冷压缩机功率，而对比例 A 的方法比实施例 1 的方法需要大 5% 的制冷压缩机功率。

15

20

实施例 1

对于本实施例，在图 1 的流程图中例示的方法实施方式的操作，显示在丙烯制冷压缩机的功率消耗上，在三种方法设计中（实施例 1、实施例 2 和对比例 A）中具有最高能效。包含 90wt% 对二甲苯的原料在结晶器 100 中被冷却至 40.5°F 的温度。结晶器的流出物被送至包括两个离心机的分离单元 30。结晶对二甲苯饼在离心机内部用高纯度的对二甲苯材料洗涤。离心机产生 63,120 lb/hr 的高纯度产品即流 5，和两股滤液流（流 3 和流 4）。流 4 是洗涤滤液，并且具有比不合格滤液即流 3 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液（流 4）被送至重浆化转鼓 32，以为重浆化操作提供一些必备的液体。所有的不合格滤

25

30

液（流 3）被送至结晶器 200。结晶器 200 在 25°F 工作。结晶器 200 的流出物被送至包括一离心机的分离单元 33。来自所述离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 32，而不合格滤液经线路 7 被送至在 -5°F 操作的结晶器 300。这个结晶器的流出物也被送至包括一离心机的分离单元 34。来自离心机 34 的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 32。线路 10 中的不合格滤液流包含约 45wt% 对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料流 1 进行热交换。来自重浆化转鼓 32 的浆料被送至包括两台离心机的分离单元 31。结晶对二甲苯饼在离心机内部用高纯度的对二甲苯材料洗涤。这些离心机提供额外的 52,720 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品（流 15），与线路 5 中的高纯度产品（流 5）结合，熔融，经线路 16 收集。流 14 是洗涤滤液，具有比不合格滤液流 13 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液经线路 14 被送至重浆化转鼓 32，为重浆化操作提供一些液体。不合格滤液的约 32% 被送至重浆化转鼓 32 为重浆化操作提供其余的液体。重浆化转鼓 32 在 42°F 工作。来自分离单元 31 的其余的不合格滤液与结晶器 200 上游的流 3 结合，被送至结晶器 200。在本实施例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 66、48 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 2707 马力（hp）。

实施例 2

在图 2 中例示的方法设计在纯度为含对二甲苯 99.80wt% 的对二甲苯产品的生产速率同样为 115,850 lb/hr 的情况下，需要更多约 3% 的制冷压缩功率。包含 90wt% 对二甲苯的原料（流 102）被送至在 40°F 温度下工作的结晶器 150。结晶器的流出物被送至包括三个离心机的分离单元 130。结晶对二甲苯饼在离心机内部用高纯度的对二甲苯材料洗涤。离心机 130 产生 69,100 lb/hr 的高纯度产品（流 106），和两股滤液流（流 104 和流 105）。流 105 是洗涤滤液，并且具有比不合格滤液流 104 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液被送至重浆化转鼓 132，为重浆化操作提供一些必备的液体。所有的不合格滤液被送至结晶器 250。结晶器 250 在 25°F 工作。流出物被送至包括一个离心机的分离单元 133。来自离心机 133 的结晶对二甲苯饼落入重浆化

转鼓 132, 而不合格滤液 (流 108) 被送至在 -5°F 操作的结晶器 350。这个结晶器的流出物 (流 110) 被送至包括一个离心机的分离单元 134。来自所述离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 132。不合格滤液 (流 111) 包含约 45wt% 对二甲苯, 在被送至单元的其它部位之前, 与原料流 101 进行热交换。来自重浆化转鼓 132 的包括结晶对二甲苯和母液的浆料经线路 113 被送至包括两台离心机的分离单元 131, 并被分离。结晶对二甲苯饼在这些离心机内部用高纯度的对二甲苯材料洗涤。这些离心机生产额外的 46,740 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品, 流 116, 与产品流 106 结合, 熔融, 经线路 117 收集。分离单元 131 也产生了 10 两股滤液流 (流 114 和 115)。流 115 是洗涤滤液, 具有比不合格滤液流 114 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液被送至重浆化转鼓 132, 为重浆化操作提供一些必备的液体。不合格滤液的约 6% 被送至重浆化转鼓 132 为重浆化操作提供其余的必备的液体。重浆化转鼓在 42°F 工作。来自分离单元 131 的其余的不合格滤液 (流 114) 与结晶器 150 上游的流 101 结合, 以组成原料流 102。在本例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 63、48 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 2791 马力, 这比在图 1 中描述的设计 (实施例 1) 需要的 15 马力高 3.1%。

20 对比例 A

其中来自处理所有三个结晶阶段流出物的分离装置的结晶对二甲苯饼结合并送入重浆化操作的对比方法设计 (如图 3 所示), 在纯度为含对二甲苯 99.80wt% 的对二甲苯产品的生产速率同样为 115,850 lb/hr 的情况下, 比实施例 1 的方法需要更多约 5% 的制冷压缩机功率。包含 25 90wt% 对二甲苯的原料被送至在 39.5°F 温度下工作的结晶器 400。结晶器的流出物经线路 203 被送至包括两个离心机的分离单元 217。来自这些离心机的结晶对二甲苯饼经线路 205 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液流 204 被送至在 25.5°F 工作的结晶器 500。结晶器 500 的流出物经线路 206 被送至包括一个离心机的分离单元 218。来自分离单元 218 的结晶对二甲苯饼经线路 208 落入重浆化转鼓 220。不合 30

格滤液流 207 被送至在-5°F操作的结晶器 600。这个结晶器的流出物（流 209）经线路 206 被送至包括一个离心机的分离单元 219。来自分离单元 219 的结晶对二甲苯饼经线路 211 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液（流 210）包含约 45wt%对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料流 201 进行热交换。来自重浆化转鼓 220 的浆料经线路 212 被送至包括四台离心机的分离单元 221。结晶对二甲苯饼在这些离心机内部用高纯度的对二甲苯材料洗涤。这些离心机产生全部的 115,840 lb/hr 的高纯度产品，流 215。流 214 是洗涤滤液，并且具有比不合格滤液流 213 更高的对二甲苯浓度。所有的洗涤滤液被送至重浆化转鼓 220，为重浆化操作提供一些必备的液体。不合格滤液的约 82%经线路 218 被送至重浆化转鼓 220 为重浆化操作提供其余的必备的液体。重浆化转鼓在 42°F工作。来自离心机的其余的不合格滤液与结晶器 400 上游的原料流 201 结合，以组成原料流 202。在本例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 63、48 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 2837 马力，这比在图 1 中描述的设计需要的马力高 4.8%。

实施例 3、实施例 4 和对比试验 B 比较都生产 115,840 lb/hr 的纯度为 99.90wt%对二甲苯的对二甲苯产品的三种不同方法的性能。对于每个方法，使用含 90wt%对二甲苯的原料。每个例子的总的对二甲苯的回收率是 91%。实施例 3、实施例 4 和对比比例 B 描述的方法各自与实施例 1、实施例 2 和对比比例 A 中描述的方法一样，除了在一些液固分离过程中使用 TNO 液压洗涤柱以产生高纯度的对二甲苯产品，而不全部使用离心机作为液/固分离器。实施例 3 和实施例 4 例示了本发明的实施方式，而对比比例 B 例示了一对比方法。可以看出，当对实施例 3、实施例 4 和对比比例 B 进行比较时，实施例 3 的方法具有最高能效，实施例 4 的方法对比比例 B 的方法更有能效。实施例 4 的方法在纯度为 99.90wt%的对二甲苯产品的生产速率同样为 115,840 lb/hr 的情况下，只比实施例 3 的方法多需要约 2%的制冷压缩机功率，而对比比例 B 的方法比实施例 3 的方法多需要约 7%的制冷压缩机功率。

30

实施例 3

在本实施例中，展示了图 1 的流程图中例示的本发明方法的实施方式的操作。在丙烯制冷压缩机的功率消耗上，图 1 的流程图中例示的方法的实施方式显示出在三种方法设计中（实施例 3、实施例 4 和对比例 B）中是最能效的。包含 90%对二甲苯的原料在结晶器 100 中被冷却至 40.5°F 的温度。结晶器的流出物被送至包括两个 TNO 液压洗涤柱（见美国专利 Nos.4,734,102 和 4,735,781，为了描述洗涤柱，将其全文引入作为参考）的分离单元 30。洗涤柱产生 66,410 lb/hr 的高纯度产品即流 5，和一股单一的滤液流即流 3。所有的流 3 被送至结晶器 200。因为使用了洗涤柱，所以在这个实施方式中没有流 4。结晶器 200 在 25°F 工作。来自结晶器 200 的流出物被送至包括一个离心机的分离单元 33。来自离心机 33 的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 32，而不合格滤液（流 7）被送至在 -5°F 操作的结晶器 300。这个结晶器的流出物也被送至包括一个离心机的分离单元 34。来自离心机 34 的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 32。不合格滤液（流 10）包含约 45wt%对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料流 1 进行热交换。来自重浆化转鼓 32 的浆料被送至包括一台 TNO 液压洗涤柱的分离单元 31。这个 TNO 液压洗涤柱提供额外的 49,430 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品（流 15）。约 84%的从洗涤柱得到的滤液被送至重浆化转鼓 32，为重浆化操作提供液体。重浆化转鼓在 42°F 工作。从洗涤柱得到的滤液的其余部分与结晶器 200 上游的流 3 结合。在本例中，不存在流 14。在本例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 66、48 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 2670 马力。

实施例 4

在本实施例中，展示了图 2 的流程图例示的方法实施方式的操作。这个方法实施方式，在纯度为含对二甲苯 99.90wt%的对二甲苯的产品的生产速率同样为 115,850 lb/hr 的情况下，需要更多约 2%的制冷压缩机功率。包含 90wt%对二甲苯的原料经线路 102 被送至在 40°F 温度下工作的结晶器 150。结晶器的流出物被送至包括三个 TNO 液

压洗涤柱的分离单元 130。洗涤柱产生 70,040 lb/hr 的高纯度产品即流 106，和一股单一的被送至结晶器 250 的滤液流即流 104。在这个特别的例子里没有流 105。结晶器 250 在 24°F 工作。来自结晶器 250 的流出物被送至包括一个离心机的分离单元 133，将对二甲苯晶体从母液中分离。来自离心机 133 的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 132，而不合格滤液（流 108）被送至在 -5°F 操作的结晶器 350。结晶器 350 的流出物被送至包括一个离心机的分离单元 134，将对二甲苯晶体从母液中分离。来自离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 132。不合格滤液（流 111）包含约 45wt% 对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料流 101 进行热交换。来自重浆化转鼓 132 的浆料被送至包括两个 TNO 液压洗涤柱的分离单元 131。这些洗涤柱产生额外的 45,800 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品（流 116），其与高纯度对二甲苯产品流 106 结合，经线路 117 收集。来自分离单元 131 的滤液（流 114）的约 84% 经线路 118 被送至重浆化转鼓 132 为重浆化操作提供液体。重浆化转鼓在 42°F 工作。来自洗涤柱的其余滤液经线路 114 与结晶器 150 上游的原料流 101 结合。在本例中不存在流 115。在本例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 63、47 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 2718 马力，这比在图 1 中描述的设计高 1.8%。

20 对比例 B

其中来自处理所有三个结晶阶段流出物的分离装置的结晶对二甲苯饼结合并送入重浆化操作的对比方法设计（如图 3 所示），在纯度为含对二甲苯 99.90wt% 的对二甲苯的产品的生产速率同样为 115,840 lb/hr 的情况下，比上面的实施例 3 中展示的本发明方法设计需要更多约 7% 的制冷压缩机功率。包含 90wt% 对二甲苯的原料（流 202）被送至在 39°F 温度下工作的结晶器 400。结晶器的流出物被送至包括两个离心机的分离单元 217，将对二甲苯晶体从母液中分离。来自这些离心机的结晶对二甲苯饼经线路 205 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液流 204 被送至在 25°F 工作的结晶器 500。流出物经线路 206 被送至包括一个离心机的分离单元 218。来自分离单元 218 的结晶对二甲苯

饼经线路 208 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液（流 207）被送至在-5
F 操作的结晶器 600。这个结晶器的流出物经线路 209 被送至包括一
个离心机的分离单元 219。来自分离单元 219 的结晶对二甲苯饼经线
路 211 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液（流 210）包含约 45wt% 对
5 二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料流 201 进行热交换。
来自重浆化转鼓 220 的浆料经线路 212 被送至包括三个 TNO 液压洗
涤柱的分离单元 221。这些洗涤柱产生全部的经线路 215 收集的 115,840
lb/hr 的高纯度对二甲苯产品。约 90% 的来自洗涤柱的滤液（流 213）
经线路 218 被送至重浆化转鼓 220 为重浆化操作提供必备的液体。重
10 浆化转鼓在 42°F 工作。来自洗涤柱的其余的滤液与结晶器 400 上游的
流 201 结合，组成原料流 202。在本例中流 214 不存在。在本例中使
用的三个级别的丙烯制冷处于在约 62、48 和 26 psia 的压力下。制冷
压缩机需要约 2849 马力，这比实施例 4 的方法设计高 6.7%。

15 实施例 5、实施例 6 和对比例 C 比较都生产 115,840 lb/hr 的纯度
为 99.90wt% 对二甲苯的对二甲苯产品的三种不同方法的性能。实施
例 5、实施例 6 和对比例 C 描述的方法各自与实施例 3、实施例 4 和
对比例 B 中描述的方法一样，除了初始原料的对二甲苯浓度较低之外。
对于每个方法，使用含 70wt% 对二甲苯的原料。每个例子的对二甲苯
20 总回收率是 69%。实施例 5 和实施例 6 例示了本发明的实施方式，而
对比例 C 例示了一对比方法。可以看出，当对实施例 5、实施例 6 和
对比 C 进行比较时，实施例 6 的方法具有最高能效，实施例 5 是其次
高能效的。对于实施例 5 的方法实施方式，制冷压缩机需要约 4884
马力，这比实施例 6 的方法需要的多约 8.9%。对于对比例 C 的方法，
25 制冷压缩机需要约 5178 马力，这比实施例 6 的方法需要的马力高 15.5
%，比实施例 5 的方法需要的马力高 6.0%。

实施例 5

30 在本发明实施方式的这个例子中，图 1 的流程图中例示的方法实
施方式显示出比在图 2 中例示的方法实施方式设计需要更高约 9% 的

制冷压缩机功率。包含 70wt%对二甲苯的原料在结晶器 100 中被冷却至 22°F 的温度。包括对二甲苯晶体和母液的结晶器流出物被送至包括四个 TNO 液压洗涤柱的分离单元 30。洗涤柱产生 51,940 lb/hr 的高纯度产品（流 5）和一股单一的滤液流（流 3）。在这个实施方式里，
5 所有的流 3 经线路 3 被送至结晶器 200。因为使用了洗涤柱，所以在这个特别的例子中没有流 4。结晶器 200 在 14°F 工作。流出物经线路 6 被送至包括三个离心机的分离单元 33，在所述离心机中结晶对二甲苯从母液中分离。来自离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 32，而不合格滤液经线路 7 被送至在 -5°F 操作的结晶器 300。结晶器 300
10 的包括结晶对二甲苯和母液的流出物被送至包括两个用于分离的离心机的分离单元 34。来自离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 32。不合格滤液（流 10）包含约 42wt%对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料（流 1）进行热交换。来自重浆化转鼓 32 的浆料被送至包括两个 TNO 液压洗涤柱的分离单元 31。这些 TNO 液压洗涤柱
15 提供额外的 63,900 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品，流 15，其与高纯度的对二甲苯产品流 5 结合并在线路 16 中收集。约 29%的从洗涤柱 31 得到的滤液被送至重浆化转鼓 32，为重浆化操作提供液体。重浆化转鼓在 42°F 工作。从洗涤柱 31 得到的滤液的其余部分与结晶器 200 上游的流 3 结合。在本例中，不存在流 14。在本例中使用的三个级别的
20 丙烯制冷处于在约 47、39 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 4884 马力，这比实施例 6（图 2）描述的设计的需求高 8.9%。

实施例 6

在本发明的实施方式的这个例子中，在三个设计（实施例 5、实
25 施例 6 和对比例 C）中，基于本例的丙烯制冷压缩机的功率消耗，图 2 的流程图中例示的方法实施方式显示出有最低的能量密度。包含 70wt%对二甲苯的原料被送至在 24°F 温度下工作的结晶器 150。包括结晶对二甲苯和母液的结晶器流出物被送至包括三个 TNO 液压洗涤柱的分离单元 130。洗涤柱产生 68,350 lb/hr 的高纯度产品（流 106）和一股单一的经线路 104 被送至结晶器 250 的滤液流（流 104）。在这个
30

特别的例子里没有流 105。结晶器 250 在 11°F 工作。来自结晶器 250 的流出物被送至包括三个离心机的分离单元 133。来自离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 132，而不合格滤液经线路 108 被送至在 -5°F 操作的结晶器 350。该结晶器的流出物被送至包括两个离心机的分离单元 134。来自离心机的结晶对二甲苯饼落入重浆化转鼓 132。不合格滤液（流 111）包含约 42wt% 对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料（流 101）进行热交换。来自重浆化转鼓 132 的浆料被送至包括一个 TNO 洗涤柱的分离单元 131。这个洗涤柱产生额外的 47,490 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品，流 116，其与高纯度对二甲苯产品流 106 结合，经线路 117 收集。来自洗涤柱的滤液（流 114）的约 34% 被送至重浆化转鼓 132 为重浆化操作提供液体。重浆化转鼓在 42°F 工作。来自洗涤柱 131 的其余滤液与结晶器 150 上游的流 101 结合，以组成流 102。在本例中不存在流 115。在本例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 47、36 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 4483 马力。

对比例 C

其中来自处理所有三个结晶阶段流出物的分离装置的结晶对二甲苯饼结合并送入重浆化操作的对比方法设计（如图 3 所示），在纯度为含对二甲苯 99.90wt% 的对二甲苯的产品的生产速率同样为 115,840 lb/hr 的情况下，比实施例 2 的方法需要更多约 16% 的制冷压缩机功率。包含 70wt% 对二甲苯的原料（流 202）被送至在 25°F 温度下工作的结晶器 400。包括结晶对二甲苯和母液的结晶器流出物被送至包括三个离心机的分离单元 217。来自这些离心机的结晶对二甲苯饼经线路 205 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液（流 204）被送至在 13°F 工作的结晶器 500。来自结晶器 500 的对二甲苯和母液的流出物被送至包括三个离心机的分离单元 218。来自离心机的结晶对二甲苯饼经线路 208 落入重浆化转鼓 220。不合格滤液（流 207）被送至在 -5°F 操作的结晶器 600。结晶器 600 的流出物被送至包括两个离心机的分离单元 219。来自离心机的结晶对二甲苯饼经线路 211 落入重浆化转鼓

220。不合格滤液（流 210）包含约 42wt% 对二甲苯，在被送至单元的其它部位之前，与原料流 201 进行热交换。来自重浆化转鼓 220 的浆料被送至包括三个 TNO 液压洗涤柱的分离单元 221。这些洗涤柱产生全部的经线路 215 收集的 115,840 lb/hr 的高纯度对二甲苯产品。约 5 45% 的来自洗涤柱的滤液（流 213）经线路 218 被送至重浆化转鼓 220 为重浆化操作提供液体。重浆化转鼓在 42°F 工作。来自洗涤柱的其余的滤液与结晶器 400 上游的流 201 结合。在本例中流 214 不存在。在本例中使用的三个级别的丙烯制冷处于在约 48、38 和 26 psia 的压力下。制冷压缩机需要约 5178 马力，这比实施例 6（图 2）描述的设计高 15.5%，比实施例 5（图 1）描述的设计高 6.0%。

10

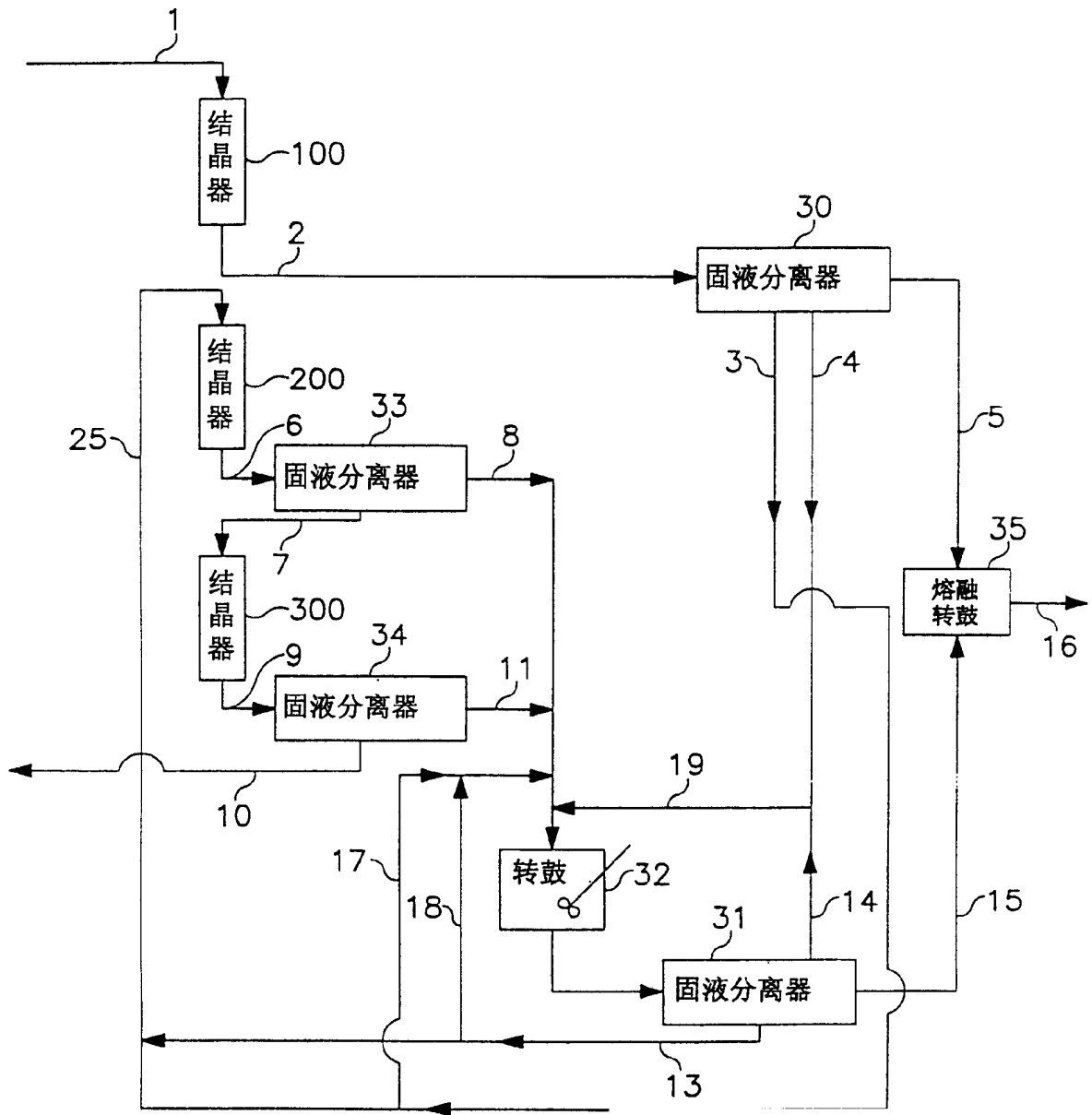


图1

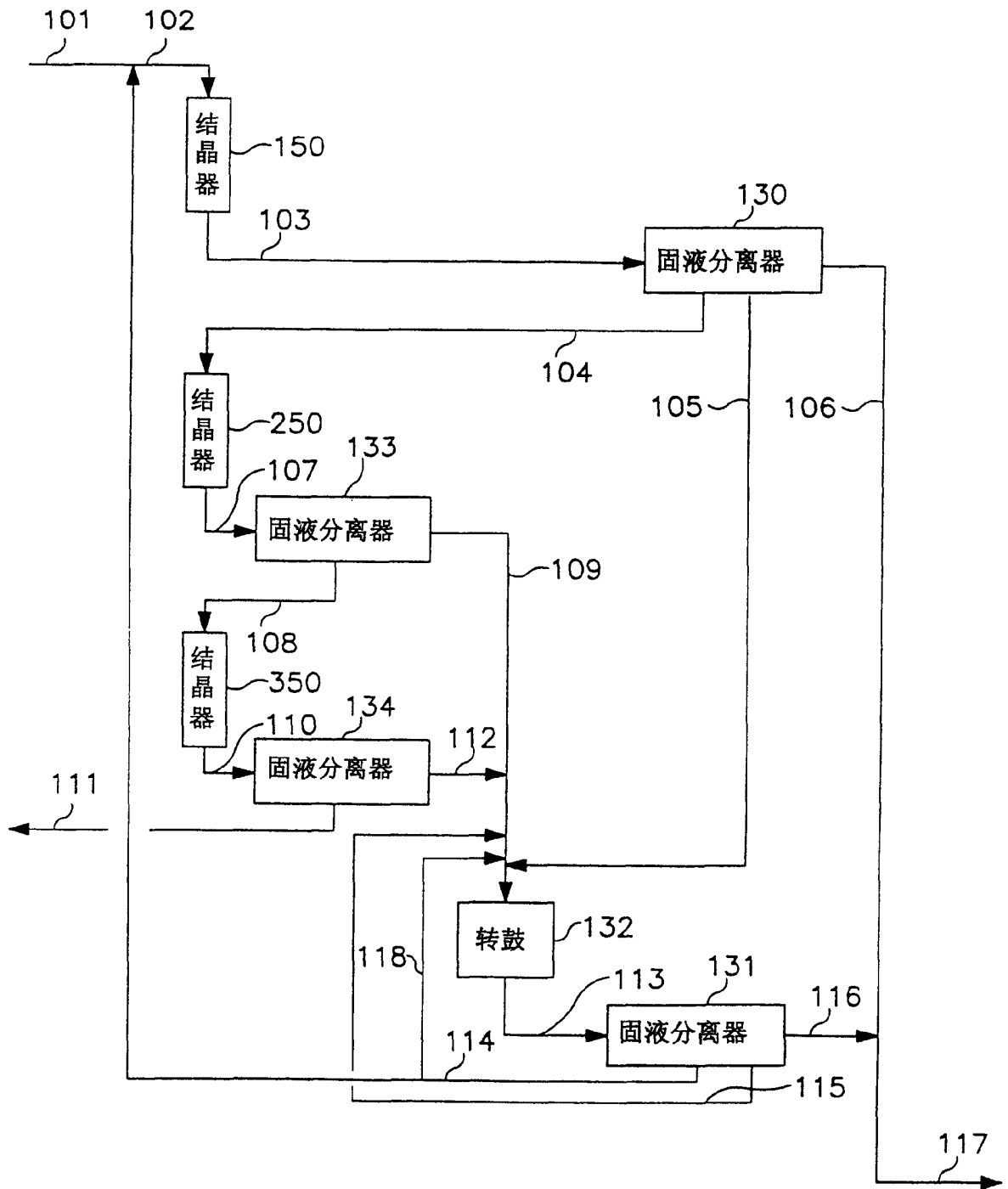


图2

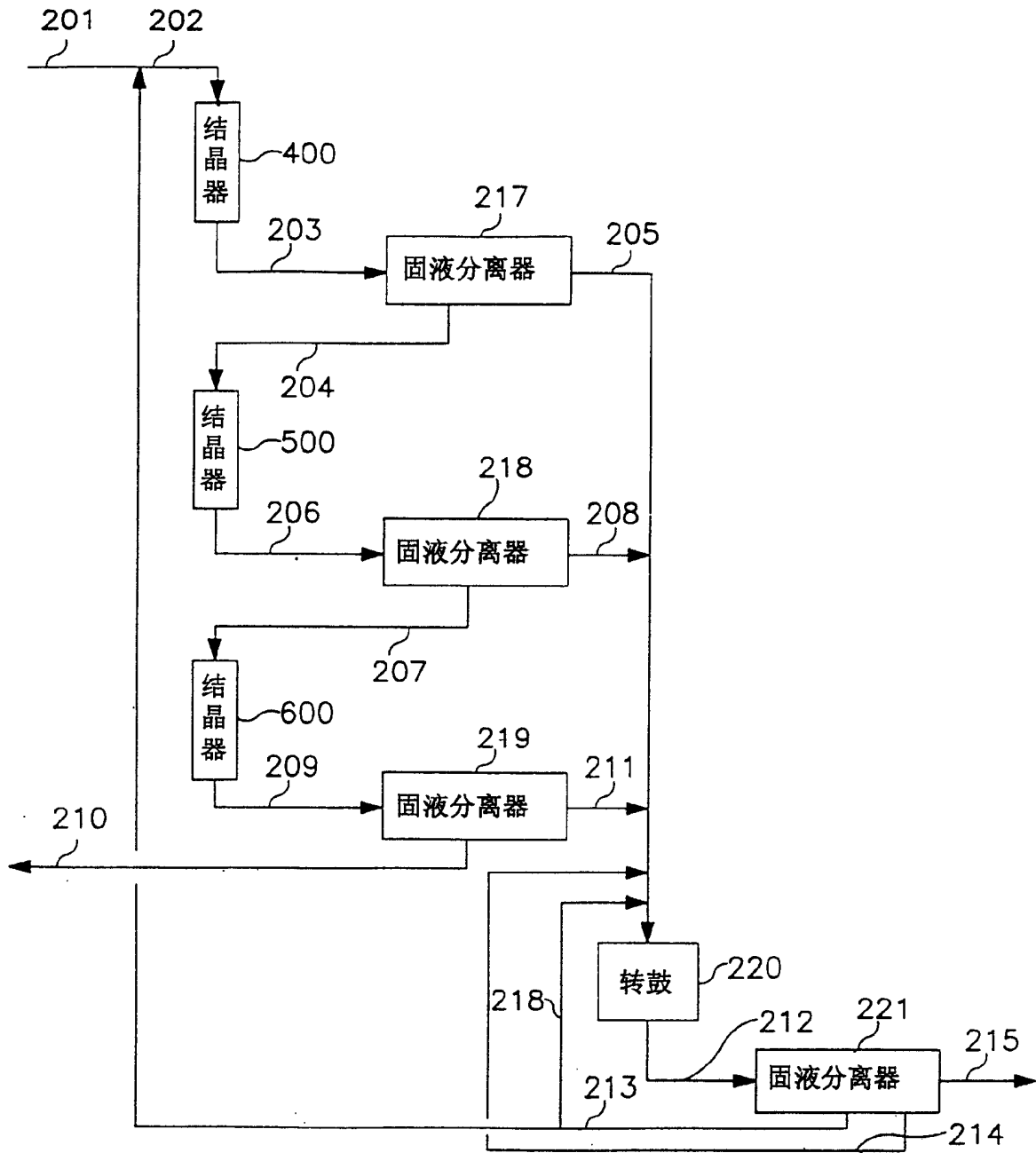


图3