



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101318895 B

(45) 授权公告日 2012. 05. 09

(21) 申请号 200710110271. 2

(22) 申请日 2007. 06. 08

(73) 专利权人 中国纺织工业设计院

地址 100037 北京市海淀区甘家口增光路
21 号

(72) 发明人 罗文德 周华堂 姚瑞奎 张蕤
陈燕玲 李利军 汪英枝 谢祥志

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公
司 72001

代理人 范赤

(51) Int. Cl.

C07C 63/26 (2006. 01)

C07C 51/42 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1414940 A, 2003. 04. 30, 权利要求 1.

审查员 周元

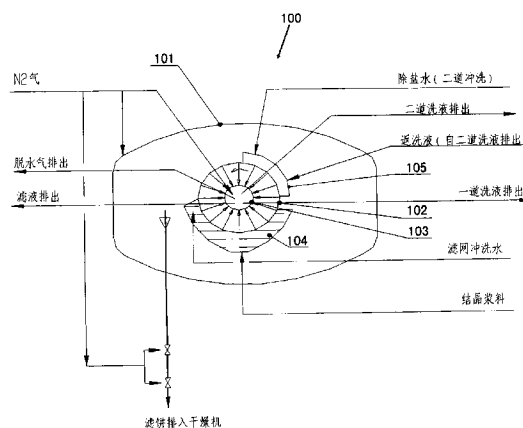
权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种分离提纯对苯二甲酸的新方法

(57) 摘要

本发明公开了采用高巴壳式转鼓过滤机分离提纯对苯二甲酸的方法。本发明进一步公开了采用一道高巴壳式转鼓过滤机分离提纯对苯二甲酸的方法。本发明还公开了采用高巴壳式转鼓过滤机和选自沉降式离心机、旋转真空过滤机、旋转压力过滤机等的一种或多种组合起来分离提纯对苯二甲酸。



1. 一种分离提纯对苯二甲酸的方法,其特征在于采用了高巴壳式转鼓过滤机,所述高巴壳式转鼓过滤机包括处于压力下的如下四个功能分区:

- 1) 压滤区,在其中过滤含有对苯二甲酸晶体的浆料;
- 2) 洗涤区,在其中洗涤来自压滤区的滤饼;
- 3) 除湿区,在其中除湿来自洗涤区的滤饼;和
- 4) 卸料区,在其中将来自除湿区的滤饼从所述高巴壳式转鼓过滤机中卸除。

2. 权利要求 1 的方法,其特征在于所述分离提纯在一道或多道高巴壳式转鼓过滤机中完成。

3. 权利要求 2 的方法,其特征在于所述分离提纯在一道高巴壳式转鼓过滤机中完成。

4. 权利要求 3 的方法,其特征在于,在所述洗涤区中用温度为 $90 \sim 95^{\circ}\text{C}$ 、压力为 $0.7 \sim 0.8\text{MPaG}$ 的除盐水以 $40000 \sim 80000\text{kg/h}$ 的流速对滤饼进行二道冲洗。

5. 权利要求 4 的方法,其中还包括将来自卸料区的滤饼在高巴壳式转鼓过滤机之外进行常压干燥,以获得最终制品。

6. 权利要求 4 的方法,其中压滤区的过滤组件两侧压降为 $0.05 - 0.25\text{MPa}$ 。

7. 权利要求 4 的方法,其中洗涤区中采用二道洗涤。

8. 权利要求 7 的方法,其中,先用二道洗涤排出液进行一道洗涤,再用纯净除盐水进行二道洗涤。

9. 权利要求 4 的方法,在除湿区中采用气压除湿,气体压力为 $0.45-0.6\text{MPaG}$,滤饼两侧压降为 $0.05-0.25\text{MPa}$ 。

10. 权利要求 1 的方法,其特征在于还采用了选自沉降式离心机、旋转真空过滤机和旋转压力过滤机的一种或多种。

11. 一种用于分离提纯对苯二甲酸的系统,其特征在于所述系统包括高巴壳式转鼓过滤机,所述高巴壳式转鼓过滤机包括处于压力下的如下四个功能分区:

- 1) 压滤区,在其中过滤含有对苯二甲酸晶体的浆料;
- 2) 洗涤区,在其中洗涤来自压滤区的滤饼;
- 3) 除湿区,在其中除湿来自洗涤区的滤饼;和
- 4) 卸料区,在其中将来自除湿区的滤饼从所述高巴壳式转鼓过滤机中卸除。

12. 权利要求 11 的系统,其特征在于所述系统还包括选自沉降式离心机、旋转真空过滤机和旋转压力过滤机的一种或多种。

一种分离提纯对苯二甲酸的新方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化合物的分离提纯方法,尤其涉及对苯二甲酸的分离提纯方法。

背景技术

[0002] 精对苯二甲酸 (PTA) 是生产聚酯 (PET) 的重要原料之一。随着 PET 工业的快速发展,对 PTA 的需求量也迅速增加。目前,常用的对苯二甲酸 (TA) 的生产方法是将对二甲苯氧化、结晶,制得含大量杂质的粗对苯二甲酸 (CTA),然后在高温高压下将 CTA 溶解在水中,在催化剂的作用下进行加氢精制,使得原来不溶于水的杂质溶解在水中,随后将浆料进行降温降压结晶和分离提纯,获得最终的精对苯二甲酸 (PTA)。

[0003] 现有的分离提纯对苯二甲酸的方法采用沉降式压力离心机、常压式离心机、旋转真空过滤机 (RVF) 或者旋转压力过滤机 (RPF)。采用沉降式压力离心机进行分离提纯的问题在于沉降式压力离心机为高速旋转设备 (一般转速为 $\sim 3000\text{RPM}$),故障多,密封件易损,维修费用高,投资和能耗大。常压式离心机也存在着同样的问题。

[0004] 当采用旋转真空过滤机进行分离提纯时,由于在该设备内滤液、气体、洗涤液均需要通过中心管在两相状态下抽出,要损失一定压力,而且真空度无法有较大的提高,所以过滤推动力小,相同过滤面积产量低。另外,过滤两侧压力、温度不同,滤网易结晶堵塞,滤机清洗周期短,真空泵耗能大,系统复杂。

[0005] 当一步法采用以密封块分区的旋转压力过滤机时,由于洗涤区较大,压滤区面积减小,所以分离提纯能力下降,需采用较多台旋转压力过滤机才能完成额定产量,而且还存在着滤饼过厚导致 p-TA 洗涤不净的风险。另一种 BirdYoung 旋转压力过滤机中由于许多部件穿过压力容器,密封和拆卸检修都很困难,同时由于气体耗量大,需要设置循环气体压缩机。具体请参见在 2005 年 6 月 1 日授予因卡国际公司的中国专利 CN1204107C,其中公开了采用旋转压力过滤机 (BirdYoung Rotary Filter, Baker Process Inc.) 分离提纯对苯二甲酸。

[0006] 所以,在对苯二甲酸的分离提纯领域仍然迫切需要不仅能保证过滤除杂效果,而且能降低能耗和投资的方法和装备。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供既能保证洗涤除杂效果,又能降低设备投资及能耗,而且在生产上稳妥实用的分离提纯对苯二甲酸的方法。

[0008] 根据本发明的一个方面,提供了采用高巴壳式转鼓过滤机 (HBF) 分离提纯对苯二甲酸的方法。

[0009] 根据本发明的另一方面,提供了在一道高巴壳式转鼓过滤机上分离提纯对苯二甲酸的方法,其中包括在过滤机的压滤区中过滤含有对苯二甲酸的浆料,在过滤机的洗涤区洗涤来自压滤区的滤饼,在过滤机的除湿区对来自洗涤区的滤饼进行气压除湿,以及在过滤机的卸料区将滤饼卸料到出料槽中。

[0010] 根据本发明的另一方面,提供了在两道高巴壳式转鼓过滤机上分离提纯对苯二甲酸的方法。

[0011] 根据本发明的又一方面,提供了一种分离提纯对苯二甲酸的方法,其中采用了高巴壳式转鼓过滤机和其它过滤设备的组合。

[0012] 由于高巴壳式转鼓过滤机的转鼓置于压力容器内,过滤机内的密封面少,磨损件少,更换滤布或检修时可以在全裸滤机上进行操作,所以采用了高巴壳式转鼓过滤机的本发明的分离提纯对苯二甲酸的方法不仅仅产品质量有保证,而且功耗极低,投资最少,相同过滤面积下产量最大。

附图说明

[0013] 图 1 描述了本发明的高巴壳式转鼓过滤机的工作原理图。

[0014] 图 2 描述了本发明的在一道高巴壳式转鼓过滤机上分离提纯对苯二甲酸的工艺流程图。

[0015] 图 3 给出了本发明的在一道高巴壳式转鼓过滤机上分离提纯对苯二甲酸的工艺物料平衡图。

[0016] 图 4 给出了根据本发明在一道高巴壳式转鼓过滤机和一道旋转真空过滤机上分离提纯对苯二甲酸的工艺流程图。

具体实施方式

[0017] 下面结合附图对本发明进行具体描述,其中在全部附图中相同的部件采用相似的附图标记表示,比如附图 1 中附图标记 100 和图 4 中的附图标记 400 都表示高巴壳式转鼓过滤机。

[0018] 本发明中所述的“高巴壳式转鼓过滤机”是具有图 1 所示结构和工作原理的过滤机 100:将过滤转鼓 102 全部置于压力容器 101 内,容器内通入压力气体,过滤、洗涤、除湿、卸料等全部操作都在压力条件下完成。过滤机本身没有功能分区,其转鼓 102 上安装有若干个过滤单元,每个过滤单元都有导管通入控制头 103,控制头 103 内设置有隔膜腔,将控制头 103 分隔成不同腔室。当转鼓 102 转动时,导管分别接触不同腔室,每个腔室都有管道连接到机外系统。所述机外系统根据工艺过滤功能要求设置。当转鼓 102 转动时,导管变换接触腔室,从而发生不同过滤功能。隔膜腔室具体如何划分以及各个腔室的具体大小,按照工艺要求而定。根据本发明的一个优选方面,隔膜腔室划分成压滤区、洗涤区、除湿区和卸料区。适用于本发明的高巴壳式转鼓过滤机包括但不限于德国 Bokela 公司的高巴壳式转鼓过滤机 (Hi-bar Oyster Drum Filter)。

[0019] 本发明的一个方面是提供分离提纯对苯二甲酸的方法,其包括:将含有结晶对苯二甲酸的浆料引入高巴壳式转鼓过滤机,分别在高巴壳式转鼓过滤机的压滤区、洗涤区、除湿区中完成过滤、洗涤和除湿,然后在卸料区卸料进入到常压操作的干燥机中干燥。

[0020] 适用于本发明进行分离提纯的含有结晶对苯二甲酸的浆料可以来自任何生产工序的含有结晶对苯二甲酸的浆料,比如来自精制单元的最后一道结晶器的对苯二甲酸浆料。所述对苯二甲酸浆料包含溶剂比如水、TA 和可溶性杂质。所述可溶性杂质主要是 p-TA。该浆料进入高巴壳式转鼓过滤机时的温度和压力使得杂质 p-TA 等溶解在所述浆料中。所

述温度和压力比如 145℃ -150℃和 0.3-0.4MPaG。浆料的加入量根据生成能力而定。

[0021] 在本发明的分离提纯对苯二甲酸的方法中,压滤区两侧压降(ΔP)保持为 0.05-0.25MPa 左右,优选 0.12MPa。所述压降通过进料压力和滤液排出进行调节。过滤机的过滤能力取决于过滤面积、过滤两侧压降和转鼓转速。在过滤时形成的滤饼厚度可以为 10 ~ 60mm,优选 30 ~ 50mm,更优选 40mm。过滤形成的滤液通过导管和控制头进入滤液槽,滤液槽内的压力和温度优选和对苯二甲酸制备工艺中的最后一道结晶器相同。滤液槽内的滤液通过控制阀在液位控制下被送入 PTA 母液回收系统。

[0022] 在本发明的分离提纯对苯二甲酸的方法中,当转鼓旋转至洗涤区时,用温度为 90 ~ 95℃、压力为 0.7 ~ 0.8MPaG 的除盐水以 40000 ~ 80000kg/h,优选 60000kg/h 的流速对滤饼进行二道冲洗,使其 p-TA 含量下降为 170ppm 以下。为了节约用水,优选地,当转鼓旋转至洗涤区时,先用来自二道洗涤槽的二道洗涤排出液对滤饼进行一道洗涤,使其 p-TA 含量从 430ppm 左右下降至 300ppm 左右;再用温度为 90 ~ 95℃、压力为 0.7 ~ 0.8MPaG 的除盐水以 40000-80000kg/h,优选 60000kg/h 的流速对滤饼进行二道冲洗,使其 p-TA 含量下降为 170ppm 以下。所述二道冲洗液在排出分离后经过加压处理,然后用作一道冲洗液。而一道冲洗液在冲洗后通过导管、控制头进入滤液气液分离罐,分离罐的压力控制为 0.35 ~ 0.4MPaG,其中气相在压力下排出,液相送到干燥机的淋洗塔中喷淋。

[0023] 在本发明的分离提纯对苯二甲酸的方法中,当转鼓旋转至除湿区时,滤饼在气压下干燥。气压控制在 0.4 ~ 0.6MPa,优选 0.45 ~ 0.55MPa,从而将滤饼两侧压降维持在 0.05 ~ 0.2MPa,优选大约 0.15MPa。所述气压由气体提供。所述气体可以选空气、氮气等,优选氮气。在此步骤中,将滤饼除湿至滤饼含湿量为 8 ~ 15%,优选大约 10 ~ 12%。滤饼含湿量和除湿区面积有关,可以通过调节干燥气体的压力(气体量)来达到规定含湿量。所得滤饼中 p-TA 含量小于 100ppm。除湿后得到的气液混合物通过导管、控制头进入气液分离罐,其中气相在压力控制下排出,而液相进入返洗液。

[0024] 在本发明的分离提纯对苯二甲酸的方法中,当转鼓旋转至卸料区时,压力气体通过控制头、导管进入滤饼内侧,将滤饼从滤网上吹落,滤网上残存的滤饼用刮刀除净,滤饼落入出料槽。去除滤饼后的滤网用水冲洗干净后,旋转至压滤区。其中所述压力气体包括氮气和空气等,优选氮气。

[0025] 在本发明的分离提纯对苯二甲酸的方法中,通过程序操作两个气动阀门和阀间贮料斗将滤饼从高巴壳式转鼓过滤机的出料槽中取出。当贮料斗上部阀门打开时,贮料斗下部阀门处于关闭状态,并充气密封此阀门。此时,料斗间充以氮气,平衡壳内压力,高巴壳式转鼓过滤机出料槽内的滤饼由此落入阀间贮料斗。落料完成后上部阀门关闭,并充气密封,使出料斗内的滤饼在此下落,进入干燥机的加料口,所述干燥机是常压系统。由此反复操作,将滤饼从高巴壳式转鼓过滤机的出料槽送入常压干燥机系统进行干燥。

[0026] 就本发明的常压干燥机系统而言,可以采用本领域公知的任何常压干燥机系统,在此不再详述。

[0027] 如上所述,当在一道高巴壳式转鼓过滤机中完成对苯二甲酸的分离提纯时,工艺流程简单,操作稳定,多个工艺参数可调,产品质量有保证。同时,由于高巴壳式转鼓过滤机中转鼓本身没有进行功能分区,而是在控制头内设置不同腔室,依靠在转鼓转动的过程中过滤单元的导管和不同腔室接触来实现功能分区,所以在过滤机内部的密封面少,功耗极

少,价格又相对便宜,相同过滤面积下产量最大,因而为对苯二甲酸分离提纯行业提供了极其有益的新方法。

[0028] 根据本发明的另一方面,提供了一种分离提纯对苯二甲酸的方法,其中将高巴壳式转鼓过滤机和现有技术的过滤设备结合起来进行分离提纯。现有技术的过滤设备包括但不限于旋转压力过滤机、压力离心机、常压离心机或者旋转真空过滤机等。在这种情况下,高巴壳式转鼓过滤机可以根据需要进行不同的分区,比如仅仅分成压滤区、除湿区和卸料区等。可以将从高巴壳式转鼓过滤机中出料的滤饼经过再浆后,送入所述其它过滤设备。图4给出了高巴壳式转鼓过滤机(HBF)和旋转真空过滤机(RVF)结合用来分离提纯对苯二甲酸。采用再浆槽411和泵412连接高巴壳式转鼓过滤机400和旋转真空过滤机413。

[0029] 根据本发明的又一方面,也可以采用两道高巴壳式转鼓过滤机实现对苯二甲酸的分离提纯。在这种情况下,高巴壳式转鼓过滤机可以根据需要分成不同的功能区,第一道高巴壳式转鼓过滤机分成压滤区、除湿区和卸料区,而第二道高巴壳式转鼓压滤机分成压滤区、除湿区和卸料区。同样,可以进行其它类型的分区,具体取决于工艺的需求。两道高巴壳式转鼓过滤机之间可以通过再浆槽连通。

[0030] 表1列出了本发明的高巴壳式转鼓过滤机(HBF)分离提纯对苯二甲酸方法和现有方法的对比。从中可以发现,在采用了本发明的巴壳式转鼓过滤机的方法中,成本、维修费用都明显下降。其中,根据本发明在一道高巴壳式转鼓过滤机上进行分离提纯,成本和能耗都显著低于其它分离提纯方法。

[0031] 表1、不同分离提纯方法的比较

[0032]

方法	投资 (万元)	电耗 (KWH/H)	维护 难易	维修 费用
传统工艺	8000	800	难	高
旋转压力过滤机 (BHS)	4000	250	较易	中
旋转压力过滤机 (Bird)	4000	300	中	中
高巴壳式转鼓过 滤机	3000	30	易	低

[0033] 在本发明的一个具体实施方案中,采用如下步骤分离提纯对苯二甲酸:

[0034] (1)CTA浆料经加热溶解加氢反应后,再经四段降压降温结晶,形成固含量35~38%,p-TA含量1200~1500ppm的浆料。温度145~150℃,压力0.3~0.4MPaG。此浆料以泵增压至0.5~0.6MPaG,送入HBF的压滤区过滤,调节压力保持过滤两侧压降(ΔP)0.05~0.25MPa左右。压滤机过滤能力取决于压滤面积、过滤两侧压降、HBF压滤机转速。滤饼在压滤区逐渐形成,厚度10~60mm,滤液通过导管、控制头而进入滤液槽,此槽压力温度同第四结晶器,在液位控制下将滤液送入PTA母液回收系统。浆料加入量根据生产能力确定,浆料槽液位通过控制阀调节。

[0035] (2) 当转鼓旋转至洗涤区时,用除盐水对滤饼进行逆流反洗,使滤饼上残存的 p-TA 含量降至 170ppm 以下。即滤饼先用二道洗涤排出液洗涤,使其 p-TA 含量从 430PPM 左右,下降至 300ppm 左右,再用纯净除盐水进行二道冲洗,使其 p-TA 含量降至 170ppm 以下,二道冲洗液排出分离后加压,作为一道冲洗液。一道排出洗液通过导管、控制头而进入滤液气液分离罐,分离罐控制压力 0.35 ~ 0.4MPaG,分离罐气相在压力控制下排出,分离液去干燥机淋洗塔喷淋。

[0036] (3) 当转鼓旋转至气压干燥区时,滤饼在气压下干燥除湿,气体压力可控制在 0.45 ~ 0.6MPaG,此气体为氮气,界区总管压力 0.7 ~ 0.8MPaG。根据生产脱湿要求,干燥区滤饼两侧压降可在 0.05 ~ 0.25MPa 范围内调整,干燥至滤饼含湿量 ~ 10%,p-TA 含量小于 100ppm。干燥区气液混合物通过导管、控制头而进入气液分离罐,分离罐气相在压力控制下排出,分离液体进入返洗液。

[0037] (4) 气压干燥后滤饼旋转至卸料区,压力氮气通过控制头、导管进入滤饼内侧,将滤饼从滤网吹落,滤网上残存滤饼以刮刀除净,滤饼落入出料槽。去除滤饼后的滤网以水冲洗干净后,旋转至过滤 / 滤饼形成区,重复上述各步操作。

[0038] (5) 滤饼卸出压力转换系统,通过程序操作两个气动阀门和阀间贮料斗来完成。当贮料斗上部阀门打开时,贮料斗下部阀门处于关闭状态,并充气密封此阀,此时料斗间充以氮气,平衡壳内压力, HBF 滤机出料槽内滤饼落入阀间贮料斗。落料完成后上部阀门关闭,并充气密封,中间贮料斗排气泄压;下部阀门解除气囊密封,气动开启下部阀门,贮料斗内物料再次下落,掉入干燥机加料口(常压系统)。如此反复操作,完成滤饼由压力系统送至常压干燥机系统。

[0039] 下面将通过实施例并结合附图对本发明进行更详细的说明,其中所述实施例仅仅出于举例说明的目的,而不是对本发明的限制。

[0040] 实施例

[0041] 如图 2 和图 3 所示,将来自第四结晶器的固相含量为 ~ 36.5%、粘度 ~ 0.7cp、p-TA 含量为 ~ 1330ppm、p-TA 颗粒的平均直径为 110 ~ 120 μ m、压力为 0.35MPaG,而且温度约为 148°C 的 CTA 浆料,用泵增压至 0.55MPaG,然后进料到高巴壳式(HBF)旋转压力过滤机 200 的压滤区。压滤区内滤布两侧维持压降为大约 0.12MPa。在压滤区中逐渐形成厚度为 ~ 50mm 的滤饼,滤液通过导管进入温度、压力和第四结晶器相同的滤液槽 219,在液位控制下将滤液送入 PTA 母液回收系统。

[0042] 当转鼓旋转至洗涤区时,用除盐水对滤饼进行两道逆流反洗,即先用二道洗涤排出液进行一道洗涤,使其 p-TA 下降至 300ppm 左右,再用纯净除盐水进行二道冲洗,使其 p-TA 含量降至 170ppm 以下。其中所述二道冲洗液在排出后经过加压处理,用作一道冲洗的冲洗液。一道洗涤液在排出后进入导管、控制头到达滤液气液分离罐 222,分离罐的压力控制为 0.35MPaG-0.4MPaG。分离罐中的气相在压力控制下排出,分离液送入干燥机淋洗塔喷淋。

[0043] 当转鼓旋转至除湿区时,在 N_2 气下进行干燥除湿,气压控制在大约 0.55MPaG,维持滤饼两侧压降为大约 0.15MPa。除湿后的滤饼含湿量 ~ 12%,p-TA 含量小于 100ppm。将除湿后形成的氮气和水分混合物通过导管、控制头进入气液分离罐 220,所述分离罐压力控制为 0.35MPaG。分离罐气相在压力控制下排出,分离液体进入返洗液。

[0044] 当转鼓旋转至卸料区时,压力氮气通过控制头、导管进入滤饼内侧,将滤饼从滤网上吹落,滤网上残存滤饼用刮刀除净,滤饼落入出料槽。去除滤饼后的滤网用水冲洗干净,随转鼓的旋转返回过滤 / 滤饼形成区,重复上述操作。

[0045] 将滤饼从出料槽中取出,送至常压干燥机系统进行干燥,以获得最终制品。

[0046] 上面的描述主要是为了便于理解,而不是对本发明的限制。对本领域技术人员而言,显而易见的是在不偏离本发明的精神和所附权利要求的范围的情况下,可以对本发明做出各种修改和改变。

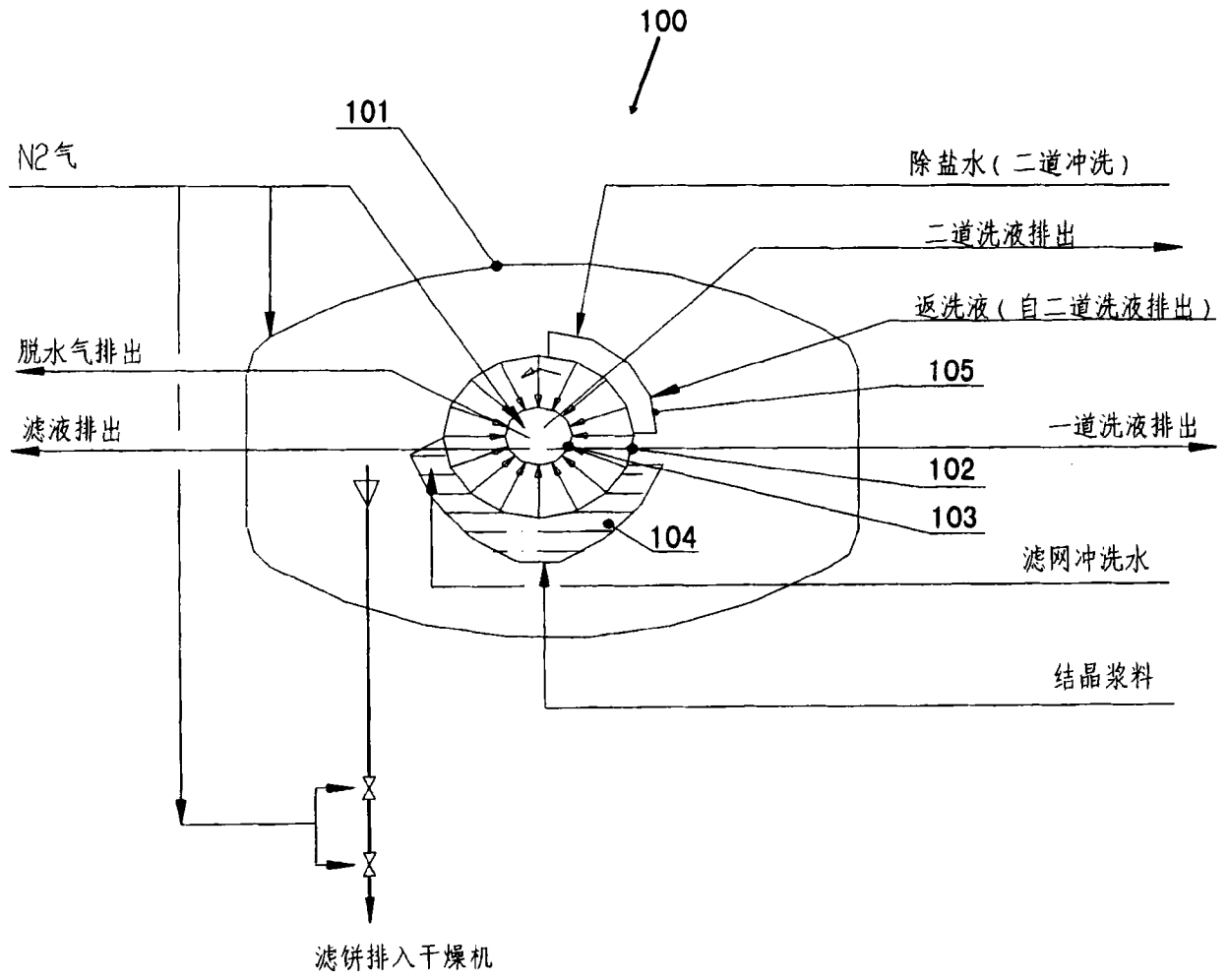


图 1

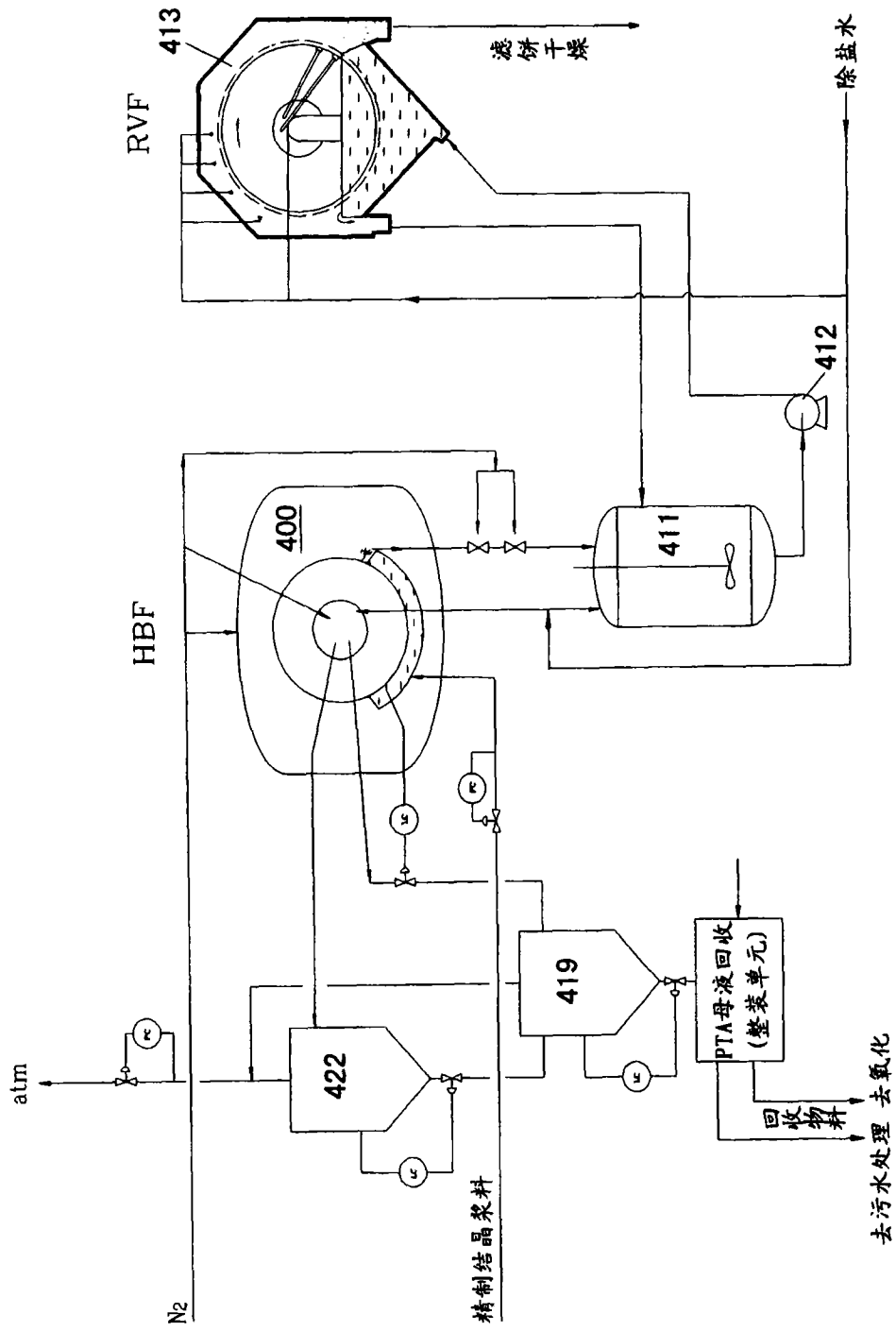


图 4