



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I751105 B

(45) 公告日：中華民國 111 (2022) 年 01 月 01 日

(21) 申請案號：105101913

(22) 申請日：中華民國 105 (2016) 年 01 月 21 日

(51) Int. Cl. : **B01D3/04 (2006.01)****B01D3/00 (2006.01)**

(30) 優先權：2015/01/21 歐洲專利局

15151884.2

(71) 申請人：德商巴地斯顏料化工廠 (德國) BASF SE (DE)

德國

(72) 發明人：萊姆 雷納 RAHM, RAINER (DE)；碧利奇史密特 邁可 BLECHSCHMITT, MICHAEL (DE)；赫夫 克里斯汀 HUF, CHRISTIAN (DE)；巴克 麥可 BUCKEL, MICHAEL (DE)；史加勒 湯瑪斯 SCHULER, THOMAS (DE)；巴克 傑哈德 BUCKEL, GERHARD (DE)

(74) 代理人：陳長文

(56) 參考文獻：

TW 201347822A

CN 101391975A

DE 3639719A1

DE 4009199A1

US 5501582

US 5525039

審查人員：莊文源

申請專利範圍項數：10 項 圖式數：2 共 15 頁

(54) 名稱

用於純化蒸餾羧酸酐之管柱

(57) 摘要

本發明係關於用於純化蒸餾羧酸酐之管柱(1)，其包含底部物迴路，該底部物迴路具有容納於其中之蒸發器(21)及用於使在底部抽出之產物穿過該蒸發器(21)並返回至該管柱中之幫浦(23)。該幫浦(23)係磁耦合幫浦，其中在軸向方向上延伸之磁鐵支架(27)形成於轉子(25)之外圓周上且該轉子(25)利用密閉殼體(39)在抽吸側之相對側上密封。

The invention relates to a column (1) for purifying distillation of carboxylic anhydrides, comprising a bottoms circuit with a vaporizer (21) accommodated therein, and a pump (23) for passing product withdrawn at the bottom through the vaporizer (21) and back into the column. The pump (23) is a magnetically coupled pump in which a magnet holder (27) which extends in axial direction is formed on the outer circumference of the rotor (25) and the rotor (25) is sealed with a containment shell (39) on the opposite side from the suction side.

指定代表圖：

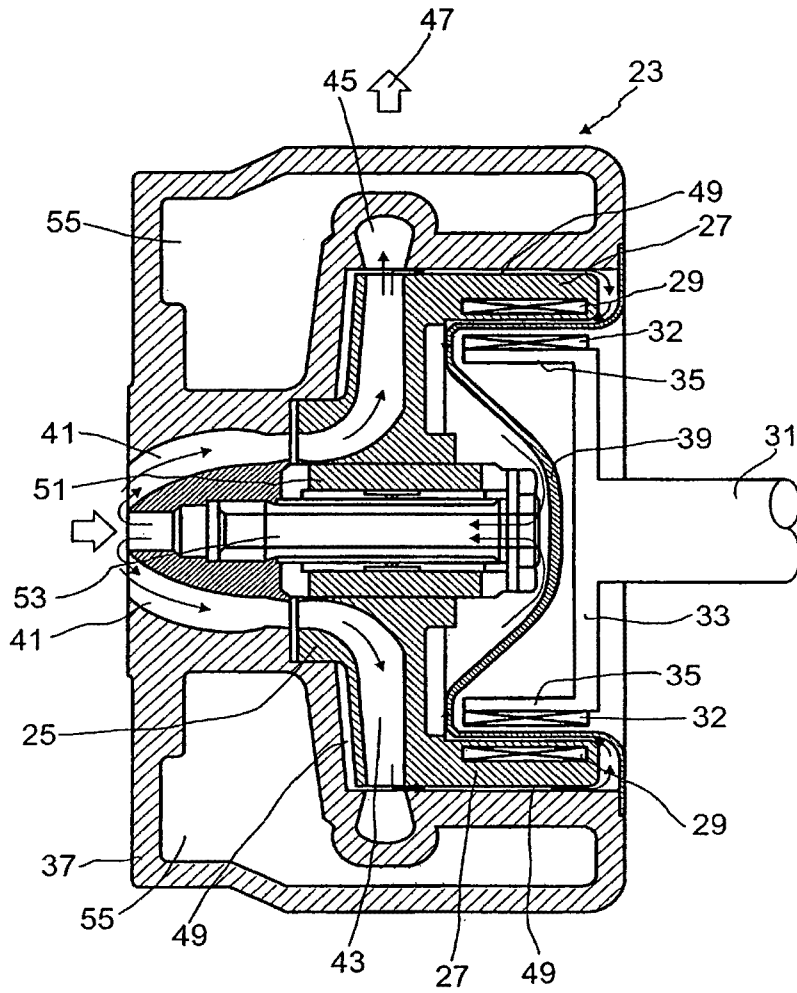


圖 2

符號簡單說明：

- 23 . . . 幫浦
- 25 . . . 轉子
- 27 . . . 磁鐵支架
- 29 . . . 磁鐵
- 31 . . . 驅動軸
- 32 . . . 磁鐵
- 33 . . . 板狀加寬部分
- 35 . . . 磁鐵支架
- 37 . . . 外殼
- 39 . . . 密閉殼體
- 41 . . . 流動通道
- 43 . . . 轉子 25 中之流動通道
- 45 . . . 環形空間
- 47 . . . 壓力側出口
- 49 . . . 間隙
- 51 . . . 轉子軸
- 53 . . . 中心孔
- 55 . . . 腔

I751105

發明摘要

※ 申請案號：

※ 申請日：

※IPC 分類：

【發明名稱】

用於純化蒸餾羧酸酐之管柱

COLUMN FOR PURIFYING DISTILLATION OF CARBOXYLIC ANHYDRIDES

【中文】

本發明係關於用於純化蒸餾羧酸酐之管柱(1)，其包含底部物迴路，該底部物迴路具有容納於其中之蒸發器(21)及用於使在底部抽出之產物穿過該蒸發器(21)並返回至該管柱中之幫浦(23)。該幫浦(23)係磁耦合幫浦，其中在軸向方向上延伸之磁鐵支架(27)形成於轉子(25)之外圓周上且該轉子(25)利用密閉殼體(39)在抽吸側之相對側上密封。

【英文】

The invention relates to a column (1) for purifying distillation of carboxylic anhydrides, comprising a bottoms circuit with a vaporizer (21) accommodated therein, and a pump (23) for passing product withdrawn at the bottom through the vaporizer (21) and back into the column. The pump (23) is a magnetically coupled pump in which a magnet holder (27) which extends in axial direction is formed on the outer circumference of the rotor (25) and the rotor (25) is sealed with a containment shell (39) on the opposite side from the suction side.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（2）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

- | | |
|----|------------|
| 23 | 幫浦 |
| 25 | 轉子 |
| 27 | 磁鐵支架 |
| 29 | 磁鐵 |
| 31 | 驅動軸 |
| 32 | 磁鐵 |
| 33 | 板狀加寬部分 |
| 35 | 磁鐵支架 |
| 37 | 外殼 |
| 39 | 密閉殼體 |
| 41 | 流動通道 |
| 43 | 轉子25中之流動通道 |
| 45 | 環形空間 |
| 47 | 壓力側出口 |
| 49 | 間隙 |
| 51 | 轉子軸 |
| 53 | 中心孔 |
| 55 | 腔 |

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】

用於純化蒸餾羧酸酐之管柱

COLUMN FOR PURIFYING DISTILLATION OF CARBOXYLIC ANHYDRIDES

本發明係源於用於純化蒸餾羧酸酐之管柱，其包含底部物迴路，該底部物迴路具有容納於其中之蒸發器及用於使在底部抽出之產物穿過蒸發器並返回至管柱中之幫浦。

羧酸酐、尤其鄰苯二甲酸酐係化學工業中之重要通用化學品。鄰苯二甲酸酐在相當大程度上係用作鄰苯二甲酸烷基酯(其以大體積用作諸如PVC等塑膠之塑化劑)之起始材料。鄰苯二甲酸酐係自萘及/或鄰二甲苯藉由在氣相中催化氧化來製備。所獲得粗產物流通常包含大於99.5重量%之鄰苯二甲酸酐。此通常在分離器中以液體或固體形式分離且然後藉由蒸餾來純化。對於蒸餾純化，將包含鄰苯二甲酸酐之粗產物流以液體形式或在蒸發後進給至蒸餾管柱。用於製備鄰苯二甲酸酐之相應製程係(例如)自WO-A 01/14308得知。

對於包含鄰苯二甲酸酐之粗產物流之純化，蒸餾管柱係在減壓下操作。低沸物係在蒸餾管柱之頂部抽出，且經純化之鄰苯二甲酸酐經由側餾分抽出。

在管柱之底部抽出流，將其至少部分地在熱傳遞器(heat transferer)中加熱且再循環至管柱中。出於此目的，借助於適宜幫浦使再循環至管柱中之底部流循環。

在用於純化鄰苯二甲酸酐之已知製程中，底部區域中之產物流

受含鐵成份、尤其來自上游分離器系統之銹污染，且因此對所用幫浦系統提出了高的要求以能夠以穩定方式使底部流循環且能夠使幫浦故障最小化。

通常，使用離心幫浦用於此目的。通常，該等離心幫浦具有單動或雙動滑環密封，但不可能排除產物洩漏至外部，其只能在操作過程中困難地停止且可導致非計劃停機。適宜滑環類型之選擇與對材料及設計之高要求相關聯。此處，已發現自專門材料(例如來自Hastelloy®)製作之雙動滑環密封係適宜的。

與具有滑環密封之離心幫浦相比，磁耦合設計中之氣密密封離心幫浦並未展現不希望之至外部洩漏，但該等對於底部產物中之含鐵粒子敏感。可磁化鐵成份藉助磨損至幫浦必須自操作取出並更換之程度而對磁耦合離心幫浦之密閉殼體造成損壞。

因此，本發明之目標係提供用於純化蒸餾羧酸酐之管柱，其中可避免洩漏及對用於使底部流循環之幫浦之損壞。

該目標係藉由用於純化蒸餾羧酸酐之管柱來達成，該管柱包含底部物迴路，該底部物迴路具有容納於其中之蒸發器及用於使在底部抽出之產物穿過蒸發器並返回至管柱中之幫浦，其中幫浦係磁耦合幫浦，其中在軸向方向上延伸之磁鐵支架形成於轉子之外圓周上且轉子利用密閉殼體在抽吸側之相對側上密封。

藉助使用磁耦合幫浦，首先使用氣密密封型之幫浦，使得可排除幫浦區域中之洩漏。與其中磁鐵安裝於轉子軸中之標準磁耦合幫浦相比，幫浦以使得在轉子之外圓周上形成在軸向方向上延伸之磁鐵支架之方式構形導致明顯縮短之設計。已驚訝地發現，在其中磁鐵安裝於轉子之外圓周上之幫浦構形之情形下，因存於底部流中之鐵粒子所致之損壞可明顯減少。因此，相應幫浦之使用導致職業安全之明顯改良，且實際上排除由於幫浦之損壞而出現之非計劃製程停機。

為了能夠以基本上無磨損方式操作幫浦，使欲藉由幫浦運送之液體流動穿過在轉子之外圓周上在軸向方向上延伸之磁鐵支架與外殼之間及磁鐵支架與密閉殼體之間所形成之間隙。轉子藉助容納於磁鐵支架中之磁鐵來驅動，使得轉子無接觸地驅動，且轉子軸承亦可容納於外殼中且不需要穿過外殼在外部進行。此避免潛在洩漏位點。無接觸式驅動排除由於摩擦所致之磨損。為防止液體中之鐵粒子對旋轉幫浦部件之磨損，需要使液體流動穿過幫浦空間中之所有間隙，且不會形成其中液體聚集且其中因此粒子亦可經濃縮、此然後可導致磨損且因此在連續操作過程中損壞幫浦之死空間。

流動穿過幫浦空間中之間隙之液體之足夠高流動速率係(例如)借助磁鐵支架與外殼之間之間隙及磁鐵支架與密閉殼體之間之間隙之橫截面積小於在轉子內延伸運行之流動通道之橫截面積來達成。由於轉子在旋轉過程中之離心力，徑向流動通道使得將液體輸送至轉子周圍之環形聚集空間中且自此至壓力側上之出口。間隙之較小橫截面積具有僅小部分液體進入間隙中之效應。另外，由於間隙之小橫截面積，故在間隙中可達成高速度，使得粒子不會聚集於間隙之區域中並導致磨損。

為獲得穿過磁鐵支架與密閉殼體之間及磁鐵支架與外殼之間之間隙之流動，幫浦較佳經構形使得流動穿過磁鐵支架與外殼之間及磁鐵支架與密閉殼體之間之間隙之液體運送穿過轉子之軸中之中心孔返回至幫浦之抽吸側。因此，由於轉子中之徑向流動通道，故在抽吸側出現減壓，液體亦在抽吸側方向上抽吸穿過轉子中之孔。此達成穿過磁鐵支架與外殼之間及磁鐵支架與密閉殼體之間之間隙之流動，使得不存在可透過磨損導致損壞幫浦之旋轉組件之粒子聚集。由於其他液體連續流入穿過間隙，故達成定期液體交換及沖洗。

為避免損壞幫浦之組件，尤其轉子軸承，此外，較佳將具體而

言耐久(即硬的)材料用於其等。尤佳自燒結碳化物材料(例如碳化鎢)來製造轉子軸承。使用燒結碳化物材料(例如碳化鎢)導致轉子軸承區域中之磨損減少，使得在此處亦達成幫浦之較大使用壽命且可避免定期維護間隔以外之幫浦失效。

為避免密閉殼體中由於流動液體所夾帶粒子造成之磨損，該密閉殼體較佳自基於鎳之合金製造。使用基於鎳之合金具有其另外具有良好耐化學品性之額外優點，使得可避免由仍存於來自製備羧酸酐(例如羧酸)之流中之任何腐蝕性組份造成之損壞。適宜的基於鎳之合金係例如可以Hastelloy®商標名獲得之基於鎳之合金。此通常係由鎳及鉬組成之合金，其另外亦可包含鉻。

另外當密閉殼體壁具有在3 mm至5 mm範圍內之厚度時係較佳的。此壁厚度確保密閉殼體中發生之任何輕微腐蝕不會導致嚴重損壞以導致幫浦失效。具有密閉殼體之幫浦之構造具有在檢查之情況中，密閉殼體可作為可消耗部件以簡單方式更換的額外優點。

為防止存於底部流中之組份於幫浦中凝固且因此導致可能的故障，另外當幫浦外殼可加熱時係較佳的。此處當幫浦外殼藉助溫度控制介質穿過其流動之腔來加熱時尤佳。藉助由於在轉子之外圓周之軸向方向上延伸之磁鐵支架且驅動轉子之磁耦合幫浦之緊湊設計，可將整個外殼構形為加熱套。此允許外殼之簡單構造。無需彼此獨立地加熱複數個外殼部件之每一者。另外，溫度控制介質之個別流足以加熱幫浦。

所用溫度控制介質可係熟習此項技術者已知之任何期望之溫度控制介質。適宜溫度控制介質係(例如)熱油或蒸汽。

具有溫度控制介質流動穿過其之腔之幫浦外殼之構形且因此僅具有單一加熱套之構形具有達成最佳熱分佈之其他優點。在外殼之區域中無冷橋或溫度差異。在具有溫度控制介質流動流動穿過其之複數

個獨立區域之外殼構形之情形下，可在個別區域之間形成冷橋，此進而可導致液體中之組份凝固。

在較佳實施例中，溫度量測探針位於密閉殼體中。密閉殼體中之溫度量測探針係用於量測轉子與電磁聯結器之間之密閉殼體之表面的溫度。此使得提早鑑別幫浦中之任何不允許溫度上升，其可指示(例如)已有軸承損壞或磁耦合幫浦乾運行，使得可藉由磁耦合幫浦之及時停機來防止失效及隨後損壞。

本發明管柱適用於純化蒸餾任何羧酸酐。尤佳者係使用該管柱用於純化蒸餾鄰苯二甲酸酐。

本發明之工作實例於圖中顯示且於以下描述中詳細闡述。

【圖式簡單說明】

圖1 用於純化蒸餾之管柱，

圖2 本發明所用幫浦之截面圖。

圖1於示意圖中顯示用於純化蒸餾之管柱。

用於純化蒸餾羧酸酐、尤其用於純化蒸餾鄰苯二甲酸酐之管柱1通常具有內部構件。管柱中所提供之內部構件可係(例如)塔板。或者，亦可使用(例如)結構化或非結構化填料，例如呈無規填料之形式。然而，較佳者係使用板式塔。所用塔板可係(例如)泡罩塔板、槽形泡罩塔板、閘式塔板、篩板、雙流塔板或柵式塔板。若填料用作內部構件，則適宜實例係Pall Rings®、Berl®鞍、金屬絲網環、Raschig Rings®、Intalox®鞍、Interpak®無規填料及Intos®無規填料。可使用之有序填料係(例如) Sulzer-Mellapak®、Sulzer-Optiflow®、Kuhni-Rombopak®及Montz-Pak®以及織物填料。

管柱1經由進料3供應有欲純化之混合物。欲純化之混合物通常係粗製羧酸酐產物流，其通常除欲獲得之羧酸酐以外可包含其他羧酸酐及作為雜質之羧酸。藉由進料3供應至管柱1之粗產物流中所獲得羧

酸酐之比例已通常已大於95重量%、尤其大於98重量%。因此，藉由管柱1中純化蒸餾所移除之雜質佔少於5重量%、尤其少於2重量%之比例。

為了能夠連續操作管柱，當在進料3下方使用固體相容內部構件、尤其雙流塔板時係特別有利的。

頂部流5經由管柱1之頂部排出。頂部流5供應至頂部冷凝器7，使一部分頂部流5冷凝並經由在管柱頂部之回流管9使其作為冷凝物再循環。未冷凝部分之頂部流5經由餾分11自製程移除。

作為純產物獲得之羧酸酐自管柱1經由側餾分13抽出。在此處其中側餾分13在進料3下方之所示實施例中，產物流係以氣態形式抽出。在熱交換器15中，濃縮氣態產物流。

在鄰苯二甲酸酐之純化蒸餾中，管柱1通常在0.05巴至0.5巴、較佳0.07巴至0.3巴、更佳0.09巴至0.25巴且最佳在壓力為約0.1巴之管柱頂部之絕對壓力下操作。管柱中之溫度通常在管柱頂部處為約160°C至230°C且在管柱底部中為180°C至270°C。側餾分處之溫度通常係170°C至260°C、較佳200°C至240°C。

可分批或較佳連續實施蒸餾。粗產物流較佳以液體或氣態形式、尤其以液體形式供應至管柱。以液體形式抽出通常係在進料3進入管柱1中之上方實現；以氣態形式抽出(其係較佳的)通常在進料3下方實現，如此處所示。

在管柱底部，抽出底部流17，其中子流19作為高沸點部分自製程抽出。引導剩餘之底部流17穿過蒸發器21並返回至管柱中。適宜蒸發器21係熟習此項技術者已知之任何蒸發器。較佳係使用強制循環急驟蒸發器或降膜式蒸發器。

為了能夠引導底部流17穿過蒸發器21並返回至管柱1之底部中，使用幫浦23。

根據本發明，幫浦23係磁耦合幫浦，其中在軸向方向上延伸之磁鐵支架形成於轉子之外圓周上且轉子利用密閉殼體在抽吸側之相對側上密封。

相應幫浦顯示於圖2中。

本發明幫浦23係具有轉子25之磁耦合幫浦，轉子25具有在外圓周上在軸向方向上延伸之磁鐵支架27。磁鐵支架27容納磁鐵29。與磁鐵29相對者係連接至驅動軸31之磁鐵32。出於此目的，在驅動軸31上形成板狀加寬部分33，其終止於亦徑向延伸之磁鐵支架35。磁鐵29、32係經安裝使得其異性極彼此相對。驅動軸31之旋轉導致由於磁鐵29、32之吸引而使轉子25亦開始運動之效應。

轉子25由外殼37環繞。同時，外殼37在面向驅動軸31之側上具有密閉殼體39，轉子及外殼利用其與驅動軸隔離。此密閉殼體39經引導穿過磁鐵29與32之間之間隙。如上文已闡述，密閉殼體39較佳自基於鎳之合金、尤其鎳鉬合金(例如Hastelloy®)製造。密閉殼體39之壁厚度較佳在3 mm至5 mm範圍內。

在驅動軸31之相對側上為幫浦23之抽吸側，藉助其吸入液體。出於此目的，流動通道41形成於外殼37中。流動通道41通向轉子25中之流動通道43。轉子25中之流動通道43基本上在徑向方向上延伸。流動通道43終止於在外殼37中形成之環形空間45中，環形空間45連接至液體通過其輸送之壓力側出口47。由於轉子25之旋轉，在液體通過其輸送至環形空間45中之流動通道43中產生離心力。由於環形空間45中之液體之壓力，液體通過壓力側出口47運送出幫浦。同時，液體之流動導致抽吸側上之減壓，使得更多液體經由流動通道41抽吸入幫浦中。

在轉子25與外殼37之間形成間隙49，一部分吸入之液體流動穿過其。液體圍繞具有在轉子25之外圓周上在軸向方向上延伸之磁鐵支

架27之轉子25流動。液體在轉子軸51之方向上流動穿過轉子25與密閉殼體39之間之間隙。在轉子軸51中形成中心孔53，液體藉助其流動返回至幫浦23之抽吸側。

轉子軸51支撐外殼37中之轉子25，轉子25之軸承較佳自燒結碳化物材料、尤其自碳化鎢製造。

在此處所示實施例中，外殼37具有溫度控制介質可流動穿過其之腔55。此允許控制幫浦23之溫度，使得可避免(例如)由於液體冷卻而使部分液體結晶並形成固體，此可導致幫浦之操作中斷。

為能夠鑑別(例如)由於乾運行或軸承損壞所致之任何不允許溫度改變，可將溫度量測探針(此處未顯示)放置於密閉殼體39之區域中。為防止洩漏，較佳將溫度量測探針安裝於密閉殼體39之外部。因此，溫度量測探針量測密閉殼體39表面處之溫度。由於密閉殼體39設計為低壁厚度，即使在密閉殼體之表面處亦感知溫度改變，且因此此安裝亦確保足夠快速反應時間以避免損壞幫浦。

【符號說明】

1	管柱
3	進料
5	頂部流
7	頂部冷凝器
9	回流管
11	餾分
13	側餾分
15	熱交換器
17	底部流
19	子流
21	蒸發器

23	幫浦
25	轉子
27	磁鐵支架
29	磁鐵
31	驅動軸
32	磁鐵
33	板狀加寬部分
35	磁鐵支架
37	外殼
39	密閉殼體
41	流動通道
43	轉子25中之流動通道
45	環形空間
47	壓力側出口
49	間隙
51	轉子軸
53	中心孔
55	腔

申請專利範圍

1. 一種用於純化蒸餾羧酸酐之管柱，其包含底部物迴路，該底部物迴路具有容納於其中之蒸發器(21)及用於使在底部抽出之產物流動穿過該蒸發器(21)並返回至該管柱中之幫浦(23)，其中該幫浦(23)係磁耦合幫浦，其中在軸向方向上延伸之磁鐵支架(27)形成於轉子(25)之外圓周上且該轉子(25)利用密閉殼體(39)在吸入側之相對側上密封，其中欲藉由該幫浦(23)運送之液體流動穿過在該磁鐵支架(27)與外殼(37)之間及該磁鐵支架(27)與該密閉殼體(39)之間形成之間隙。
2. 如請求項1之管柱，其中該磁鐵支架(27)與該外殼(37)之間之該間隙及該磁鐵支架(27)與該密閉殼體(39)之間之該間隙之橫截面積小於在該轉子(25)內徑向延伸之流動通道(43)之橫截面積。
3. 如請求項1或2之管柱，其中流動穿過該磁鐵支架(27)與外殼(37)之間及該磁鐵支架(27)與密閉殼體(39)之間之該間隙之該液體經運送穿過該轉子(25)之軸(51)中之中心孔(53)返回至該幫浦(23)之抽吸側。
4. 如請求項1之管柱，其中該轉子(25)之軸承係自碳化鎢製造。
5. 如請求項1之管柱，其中該密閉殼體(39)具有在3mm至5 mm範圍內之壁厚度。
6. 如請求項1之管柱，其中該密閉殼體(39)係自基於鎳之合金製造。
7. 如請求項1之管柱，其中該幫浦外殼(37)係可加熱的。
8. 如請求項7之管柱，其中該幫浦外殼(37)係藉助有溫度控制介質流動通過之腔(55)來加熱。
9. 如請求項1之管柱，其中於該密閉殼體(39)中放置一溫度量測探

針。

10. 如請求項1之管柱，其中該羧酸酐係鄰苯二甲酸酐。

圖式

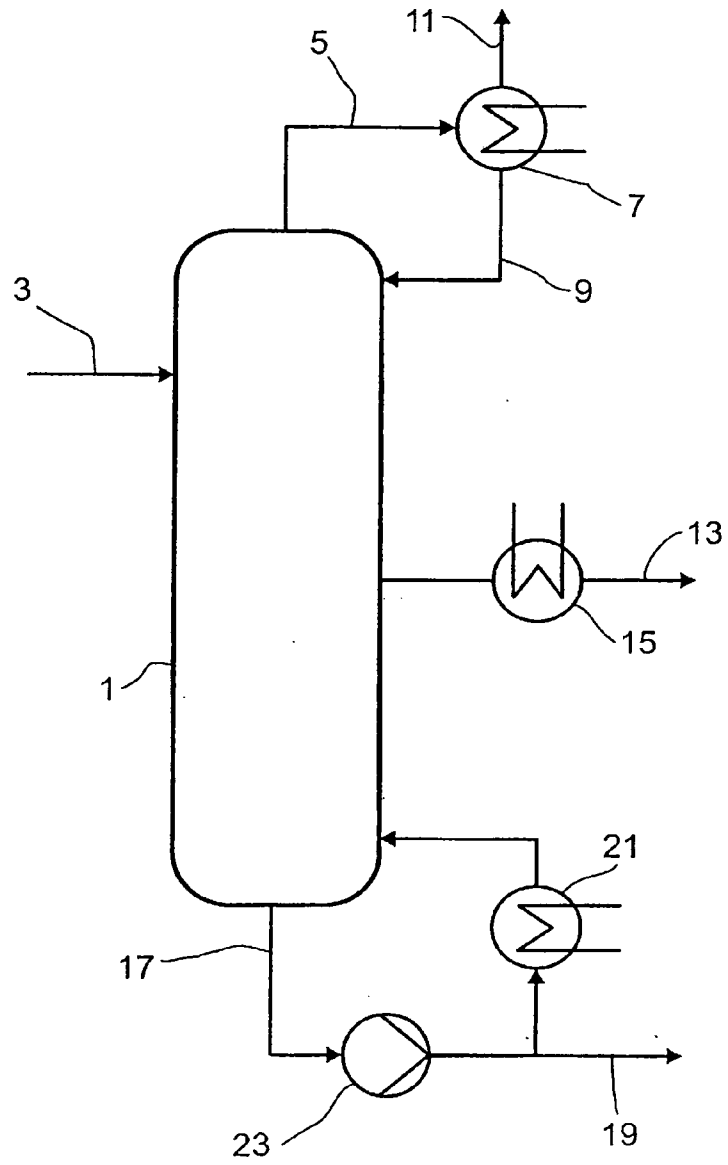


圖 1

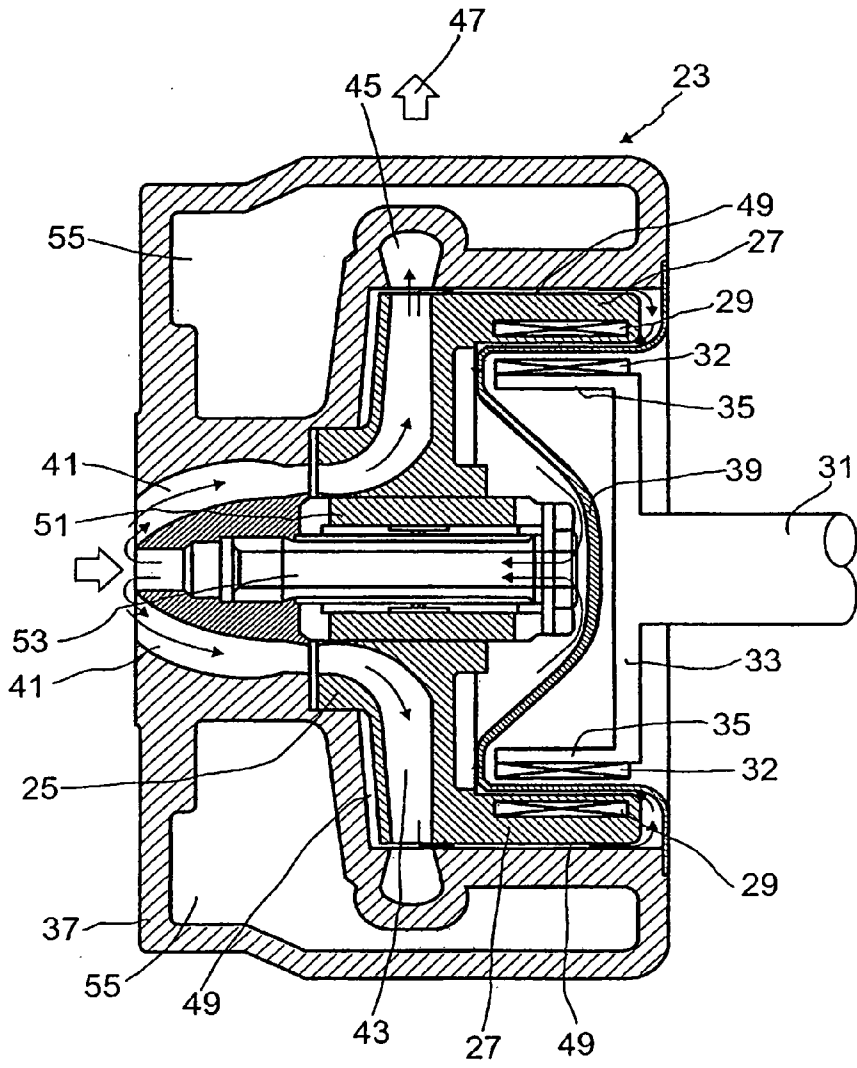


圖 2