



(51) МПК

C07C 7/14 (2006.01)*C07C 15/08* (2006.01)*B01D 21/00* (2006.01)*B01D 37/00* (2006.01)*B01D 9/00* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2011109086/04**, 16.07.2009(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.07.2009

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
14.08.2008 US 12/191,745(43) Дата публикации заявки: **20.09.2012** Бюл. № 26(45) Опубликовано: **27.01.2014** Бюл. № 3(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **US 2005056599 A1**, 17.03.2005. **US**
2007225539 A1, 27.09.2007. **US 2002107427 A1**,
08.08.2002. **SU 350244 A3**, 04.09.1972. **SU**
1030352 A1, 23.07.1983. **SU 479748 A1**,
05.08.1975. **SU 515436 A3**, 25.05.1976.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: **14.03.2011**(86) Заявка РСТ:
US 2009/050821 (16.07.2009)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2010/019342 (18.02.2010)Адрес для переписки:
**119019, Москва, Гоголевский б-р, 11, 3-й
этаж, "Гоулингз Интернэшнл Инк."**

(72) Автор(ы):

**УИЛСАК Ричард А. (US),
РОБЕРТС Скотт А. (US),
ДЖАНУЛИС Роуз М. (US)**

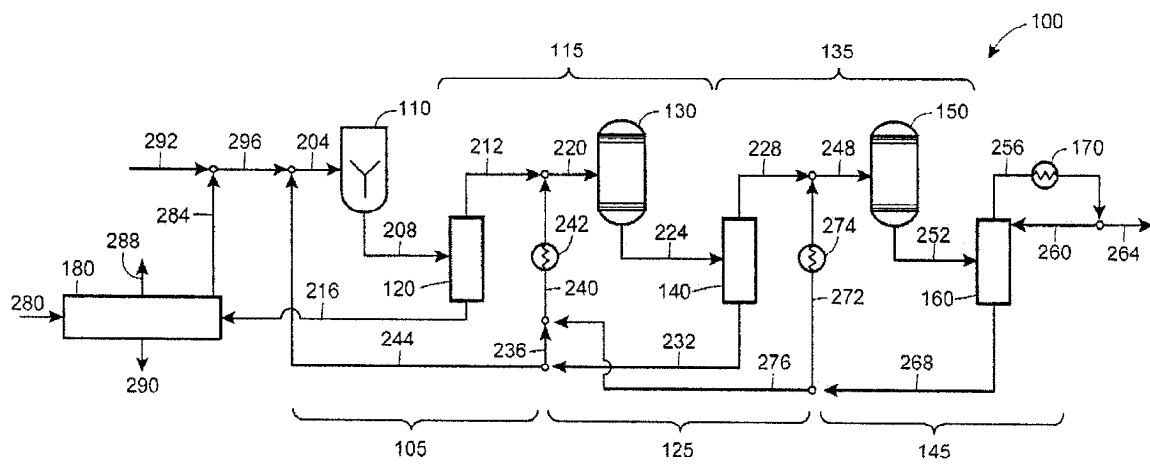
(73) Патентообладатель(и):

**БП КОРПОРЕЙШН НОРТ АМЕРИКА
ИНК. (US)****(54) СПОСОБЫ РАЗДЕЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ ПУТЕМ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ИЗ РАСПЛАВА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к вариантам способа разделения. Один из вариантов включает выделение пара-ксилола и молекулярного кислорода из суспензии, содержащей пара-ксилол и другие изомеры

ксилола, при котором на стадии разделения устанавливают давление, которое на 0.5-30 psi выше атмосферного давления. Использование настоящего изобретения позволяет удалять кислород из аппаратуры выделения и очистки. 2 н. и 6 з.п. ф-лы, 2 пр., 5 табл., 4 ил.



ФИГ. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 505 517** (13) **C2**

(51) Int. Cl.

C07C 7/14 (2006.01)

C07C 15/08 (2006.01)

B01D 21/00 (2006.01)

B01D 37/00 (2006.01)

B01D 9/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2011109086/04, 16.07.2009**

(24) Effective date for property rights:
16.07.2009

Priority:

(30) Convention priority:
14.08.2008 US 12/191,745

(43) Application published: **20.09.2012 Bull. 26**

(45) Date of publication: **27.01.2014 Bull. 3**

(85) Commencement of national phase: **14.03.2011**

(86) PCT application:
US 2009/050821 (16.07.2009)

(87) PCT publication:
WO 2010/019342 (18.02.2010)

Mail address:

**119019, Moskva, Gogolevskij b-r, 11, 3-j ehtazh,
"Goulingz Internehshnl Ink."**

(72) Inventor(s):

**UILSAK Richard A. (US),
ROBERTS Skott A. (US),
DZhANULIS Rouz M. (US)**

(73) Proprietor(s):

**BP KORPOREJShN NORT AMERIKA INK.
(US)**

(54) METHODS OF SEPARATION AND PURIFICATION BY CRYSTALLISATION FROM LIQUID

(57) Abstract:

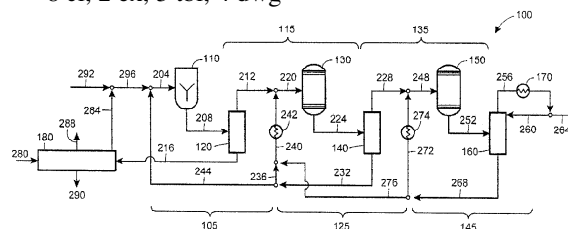
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: one of versions includes separation of steam-xylol and molecular oxygen from suspension, which contains steam-xylol and other isomers of xylol, in which at separation stage pressure, which is by 0.5-30 psi higher than atmospheric, is set.

EFFECT: application of claimed invention makes it possible to remove oxygen from separation and

purification equipment.

8 cl, 2 ex, 5 tbl, 4 dwg



ФИГ. 1

Область техники

Настоящее изобретение в целом относится к способам выделения твердых веществ из суспензии твердого вещества в жидкости, например к способам разделения и очистки путем кристаллизации из расплава. Более конкретно изобретение относится к способам разделения или очистки, которые в определенных рабочих условиях преимущественно препятствуют попаданию молекулярного кислорода в процесс. Поэтому предлагаемый способ более эффективен, чем традиционные способы отделения твердых веществ от суспензии твердого вещества в жидкости, и по меньшей мере столь же безопасен.

Уровень техники

Способы разделения твердых веществ и жидкости играют важную роль во многих областях промышленности, в том числе, но не ограничиваясь этим, в химической промышленности, в фармацевтической промышленности и в промышленной обработке воды и стоков. Такие способы разделения твердых веществ и жидкости многообразны и могут включать, но не ограничиваются ими, вакуум-фильтрацию или фильтрацию под давлением, центрифугирование, седиментацию и осветление. Во многих химических процессах при получении конкретных промежуточных химических продуктов способы разделения твердых веществ и жидкости играют критическую роль. Например, пара-ксилол (п-ксилол или pX) является промежуточным продуктом, из которого после очистки получают терефталевую кислоту. Давно известный метод очистки пара-ксилола кристаллизацией с центрифугированием позволял получать пара-ксилол с чистотой на уровне примерно 99.7%.

Способ очистки пара-ксилола обычно является частью значительно более масштабного способа производства пара-ксилола из углеводородного сырья, содержащего смесь ароматических углеводородов C_8 . В этом более масштабном способе содержащее воду сырье обычно обезвоживают в дистилляционной колонне. Обычно кислород, присутствующий в исходном сырье, уносится из верхнего отгона колонны вместе с водяным паром. Сухое сырье, разумеется, нет необходимости обезвоживать. Следом за этой стадией осушенные (любым способом) ароматические углеводороды C_8 очищают с использованием различных установок. Обедненный пара-ксилолом поток, полученный в результате такой очистки, содержит орто-ксилол (о-ксилол или oX), мета-ксилол (м-ксилол или mX), этилбензол и другие компоненты. Обычно обедненный пара-ксилолом поток испаряют и вводят в реакцию в присутствии катализатора и водорода (в реакторе изомеризации) с образованием равновесной смеси изомеров ксилола (т.е. массовое соотношение оX:mX:pX равно 1:2:1), которую затем направляют в секцию фракционирования, где ароматические углеводороды C_8 разделяют и направляют на очистку для получения очищенного пара-ксилола.

Было установлено, что присутствие кислорода отрицательно влияет на изомеризацию как составную часть способа. Например, наличие кислорода в сырье, подаваемом в реактор изомеризации, приводит к загрязнению реактора, а также расположенных перед ним теплообменников. Это уменьшает длительность рабочего цикла. В конце рабочего цикла процесс следует остановить для регенерации катализатора и удаления кокса из теплообменников. Присутствия кислорода следует избегать и в других способах, где используются сепараторы для отделения твердых веществ от жидкости. Было установлено, что при получении пара-ксилола из смеси ароматических углеводородов C_8 отсутствие кислорода или сведение к минимуму его содержания является важным фактором повышения эффективности процесса.

Очистку пара-ксилола обычно начинают с сырья, содержащего ароматические углеводороды C_8 , которое обычно включает смесь изомерных орто-, мета- и пара-ксилолов, этилбензола, некоторых неароматических углеводородов и некоторых ароматических углеводородов C_{9+} . Типичные смеси ароматических углеводородов C_8 обычно содержат примерно 22 масс.% пара-ксилола, примерно 21 масс.% орто-ксилола, примерно 47 масс.% мета-ксилола и примерно 10 масс.% других компонентов (в основном этилбензола). Способы разделения изомеров ксилола включают низкотемпературную кристаллизацию, фракционную дистилляцию и адсорбцию.

Несмотря на то, что общие методики дистилляции (основанные на различии в температурах кипения компонентов смеси) и адсорбции (основанные на разном сродстве компонентов смеси к твердому адсорбенту) часто применимы к типичным смесям жидкость-жидкость, для кристаллизации не нужен адсорбент, эта методика более толерантна к различиям в составе сырья и обычно не нуждается в дорогостоящей предварительной обработке сырья. Например, для выделения пара-ксилола из сырья, содержащего ароматические углеводороды C_8 , кристаллизация часто предпочтительна по сравнению с адсорбцией и дистилляцией, т.к. кристаллизация не требует дорогостоящего адсорбента (как в способе адсорбции), а изомерные ксилолы и этилбензол имеют близкие температуры кипения (что затрудняет дистилляцию), но очень разные температуры плавления. Чистый пара-ксилол затвердевает при $56^{\circ}F$ ($13^{\circ}C$), чистый мета-ксилол затвердевает при $-54^{\circ}F$ ($-48^{\circ}C$), чистый орто-ксилол затвердевает при $-13^{\circ}F$ ($-25^{\circ}C$), а чистый этилбензол при $-139^{\circ}F$ ($-95^{\circ}C$). Поскольку содержание пара-ксилола в потоках смешанного сырья не велико, то для эффективного выделения пара-ксилола из этих потоков сырья путем кристаллизации необходимо охлаждение до весьма низких температур.

Как в любом химическом процессе, оптимизация капитальных и эксплуатационных затрат стимулирует выбор конкретных технологических решений для получения продуктов и побочных продуктов удовлетворительного качества. Эти решения, конечно, могут осложняться и ограничиваться физическими свойствами продуктов и побочных продуктов. Кроме того, выбор таких решений осложняется, например, тем, что в технологической схеме следует избегать введения или образования примесей. Важными факторами при выборе технологического решения для выделения и очистки пара-ксилола путем кристаллизации являются, например, эксплуатационные расходы, связанные с охлаждением до низких температур, и капитальные затраты на аппаратуру для разделения твердых веществ и жидкости. Кроме того, как более подробно здесь объяснено, в способах производства пара-ксилола кислород считают примесью, поскольку он снижает эффективность процесса. Кислород также считается нежелательной примесью и в других производствах по очистке и разделению твердых веществ и жидкости.

Следовательно, существует потребность в эффективных способах разделения и очистки твердых веществ и жидкости, обеспечивающих удаление кислорода из установок разделения и очистки. Кроме того необходимы эффективные способы очистки и разделения твердых веществ и жидкости, в которых также сведено до минимума или вовсе исключено попадание кислорода в технологическую схему разделения и очистки. В конкретном случае получения пара-ксилола нужны эффективные способы выделения и очистки пара-ксилола, которые обеспечивают удаление кислорода из аппаратуры выделения и очистки. Кроме того нужны эффективные способы выделения и очистки пара-ксилола, в которых также сведено до

минимума или вовсе исключено попадание кислорода в аппаратуру для разделения и очистки.

Сущность изобретения

5 Как показано выше, было установлено, что отсутствие или сведение до минимума содержания кислорода является важным фактором в эффективном способе производства пара-ксилола. Для отделения пара-ксилола от остальной ароматики C₈ обычно применяли и применяют установки разделения (например, центрифуги). Однако даже при использовании центрифуг не удается избежать проникновения
10 кислорода. Центрифуги с сетчатым барабаном, например, работают при небольшом повышенном давлении. Несмотря на это, в ходе работы центрифуги, например, при очистке ксилолов, в сальнике между трубкой, подающей сырье в центрифугу, и ее ротором будет создаваться вакуум. Присутствие пустот в сальнике будет приводить к подсосу воздуха (и содержащегося в нем кислорода) во внутреннее пространство
15 центрифуги.

Авторы установили, что применение способа очистки (или разделения) согласно настоящему изобретению ограничивает попадание молекулярного кислорода в различные технологические потоки производства пара-ксилола, например в потоки
20 сырья, направляемого в реакторы изомеризации. Соответственно было также установлено, что некоторые стадии разделения (например, с использованием фильтрующих колонн) можно использовать согласно данному изобретению в производстве пара-ксилола без уменьшения безопасности и эффективности предлагаемых здесь способов. Уменьшение концентрации молекулярного кислорода
25 дает множество преимуществ, которые до сих пор были не доступны в способе производства пара-ксилола. Например, этот фактор будет создавать более благоприятные условия для работы оборудования, находящегося в технологической схеме после установок разделения, например, для реактора изомеризации и любых
30 теплообменников, расположенных между установками разделения и реактором изомеризации. Уменьшение концентрации молекулярного кислорода приведет к уменьшению числа случаев загрязнения, забивки реактора и закоксовывания катализатора в реакторе. Уменьшение концентрации молекулярного кислорода также
35 обеспечит возможность реже проводить регенерацию катализатора и связанный с этим простой реактора. Кроме того, уменьшение концентрации молекулярного кислорода, по-видимому, позволит избежать случаев загрязнения и забивки любых теплообменников, расположенных между установками разделения и реактором изомеризации. Эти преимущества отразятся на уровне затрат и производительности
40 способа получения пара-ксилола.

В целом описание относится к способу, который включает отделение пара-ксилола и молекулярного кислорода от суспензии, содержащей пара-ксилол и другие изомеры ксилола, в условиях, которые препятствуют проникновению молекулярного
45 кислорода в систему. Предпочтительно отделять пара-ксилол и молекулярный кислород от суспензии в фильтрующей колонне в условиях, которые препятствуют проникновению молекулярного кислорода в систему, с образованием слоя на фильтре, содержащего пара-ксилол, и фильтрата, содержащего обедненный пара-ксилолом жидкий продукт.

50 В другом варианте способ является способом разделения, который включает очистку пара-ксилола от суспензии, содержащей пара-ксилол и другие изомеры ксилола, в условиях, которые препятствуют попаданию молекулярного кислорода в аппаратуру разделения, с образованием обедненного пара-ксилолом продукта и

изомеризации этого продукта разделения. Предпочтительно очищать пара-ксилол от суспензии в фильтрующей колонне в условиях, которые препятствуют проникновению молекулярного кислорода в аппаратуру разделения, с образованием слоя на фильтре, содержащего пара-ксилол, и фильтрата, содержащего жидкие компоненты, в том числе обедненный пара-ксиллом продукт.

Установлено, что в фильтрующей колонне, работающей в указанных условиях, будет минимизировано содержание молекулярного кислорода в фильтрате, что, в свою очередь, будет препятствовать нежелательному закоксовыванию катализатора, а также загрязнению и закупорке аппарата изомеризации. Например, как более подробно описано ниже, в фильтрующей колонне, работающей по меньшей мере при обычном давлении и предпочтительно при повышенных давлениях (например, примерно от 2 фунт/кв. дюйм (psig) до примерно 30 psig), будет минимизировано содержание молекулярного кислорода в фильтрате. В наиболее предпочтительных условиях фильтрующая колонна работает при повышенном давлении, по меньшей мере примерно на 0.5 фунт/кв. дюйм (psi) выше атмосферного давления (т.е. по меньшей мере примерно 0.5 psig), даже более предпочтительно по меньшей мере примерно на 1.5 psi выше атмосферного давления, еще более предпочтительно по меньшей мере примерно на 3 psi выше атмосферного давления, даже более предпочтительно по меньшей мере примерно на 5 psi выше атмосферного давления, еще более предпочтительно по меньшей мере примерно на 10 psi выше атмосферного давления и далее более предпочтительно по меньшей мере примерно на 15 psi выше атмосферного давления. Весьма предпочтительным является интервал давлений в фильтрующей колонне выше атмосферного давления на примерно от 1.5 psi до примерно 3 psi (т.е. примерно от 1.5 psig до 3 psig). Хотя избыток давления по сравнению с атмосферным является необходимым условием для обеспечения минимального подсоса молекулярного кислорода или его отсутствия, давление, значительно превышающее атмосферное, потребует таких затрат на процесс, которые превысят его экономическую выгоду. Кроме того, нельзя превысить допустимое давление в сосуде для разделения, и это устанавливает верхний предел рабочего давления, которое в большинстве случаев не достигается, но было бы желательным. Следовательно, вопрос давления требует тщательного контроля, с тем чтобы реализовать многие преимущества, ставшие возможными благодаря представленным здесь данным.

Кроме того, чтобы избежать отрицательного влияния молекулярного кислорода на способ производства пара-ксилола, потоки, направляемые в установки разделения (например, в фильтрующую колонну) практически не должны содержать молекулярного кислорода. Здесь принято считать, что поток практически не содержит молекулярного кислорода, если он не содержит столько молекулярного кислорода (например, растворенного O_2 в жидком потоке, газообразного O_2 в газовом потоке), чтобы при попадании его в фильтрат (конкретно в жидкий вторичный компонент фильтрата) оказывал бы отрицательное влияние на работу нижерасположенной аппаратуры (например, установки изомеризации или теплообменника, расположенного между аппаратами изомеризации и разделения). Например, предпочтительно, чтобы каждый поток сырья, подаваемый в фильтрующую колонну, содержал примерно 5 частей на миллион (м.д.) по массе или менее (более предпочтительно примерно 2 м.д. или менее и даже еще предпочтительнее примерно 1 м.д. или меньше) молекулярного кислорода в расчете на общую массу потока, а индивидуальный поток просто не содержал молекулярного кислорода.

Соответственно концентрация молекулярного кислорода в жидком вторичном компоненте фильтрата из фильтрующей колонны меньше концентрации в подаваемом сырье и предпочтительно составляет примерно 2 м.д. по массе или менее (более предпочтительно примерно 0.7 м.д. по массе или менее) в расчете на общую массу
5 фильтрата фильтрующей колонны.

Применение фильтрующих колонн, рабочие условия которых указаны ниже, также повышает эффективность способа как в отношении разделения полученных компонентов, так и эксплуатационных расходов. Например, в способе
10 кристаллизации/повторного взмучивания с применением фильтрующих колонн для очистки и выделения пара-ксилола можно повысить выход и одновременно снизить эксплуатационные затраты на цикл кристаллизации и охлаждения и рецикл изомеризации.

Здесь также раскрыты дополнительные варианты способа. Например, в одном
15 таком варианте способ очистки твердого продукта из исходной суспензии включает подачу суспензии и вытесняющей жидкости в фильтрующую колонну. Суспензия включает твердые полученные компоненты и жидкий вторичный компонент, причем как суспензия, так и вытесняющая жидкость практически не содержат молекулярного
20 кислорода. В фильтрующей колонне полученные твердые компоненты по меньшей мере частично разделяются с образованием фильтрата (включающего жидкий вторичный компонент и по меньшей мере часть вытесняющего потока) и осадка на фильтре (включающего полученные твердые компоненты), и в результате концентрация молекулярного кислорода в фильтрате становится меньше или равной
25 концентрации молекулярного кислорода в суспензии. Предпочтительно, чтобы концентрация молекулярного кислорода в фильтрате составляла примерно 2 м.д. по массе или менее, более предпочтительно 0.7 м.д. по массе или менее и даже более предпочтительно примерно 0.4 м.д. по массе или менее. Предпочтительно, чтобы
30 вытесняющий поток практически не содержал молекулярного кислорода и включал газ и/или жидкость, которые были бы нереакционноспособными по отношению к кристаллам полученного компонента, например, азот (наиболее предпочтительно), диоксид углерода, водород, метан, природный газ, гелий, ксенон, аргон, неон и их комбинации. Необязательные стадии процесса включают подачу в фильтрующую
35 колонну промывной жидкости (причем промывная жидкость также практически не содержит молекулярного кислорода) и/или превращение в нижерасположенном химическом реакторе по меньшей мере части жидкого вторичного компонента фильтрата в жидкофазный компонент.

В другом варианте способ кристаллизации продукта включает первую
40 кристаллизацию жидкого потока сырья, содержащего жидкий вторичный компонент и полученный жидкий компонент с температурой плавления выше температуры плавления жидкого вторичного компонента. Жидкий поток сырья кристаллизуется в кристаллизаторе, работающем при температуре, достаточной для кристаллизации по
45 меньшей мере части полученного жидкого компонента с образованием отходящего потока суспензии, включающего кристаллы полученного компонента и жидкий вторичный компонент. Затем кристаллы полученного компонента и жидкий вторичный компонент в отходящем потоке суспензии по меньшей мере частично
50 разделяют в фильтрующей колонне с образованием фильтрата, который включает жидкий вторичный компонент, и осадка на фильтре, содержащего кристаллы полученного компонента. По меньшей мере часть жидкого вторичного компонента в фильтрате затем превращают в жидкий полученный компонент.

В еще одном варианте способ повторного взмучивания по меньшей мере частично закристаллизованного продукта включает стадию повторного взмучивания суспензии, которая содержит по меньшей мере частично отделенные (предпочтительно в фильтрующей колонне) кристаллы полученного компонента, находящиеся в жидком полученном компоненте, а также жидкий вторичный компонент, жидкий продукт и жидкие вторичные компоненты, присутствующие в исходной суспензии, причем температура плавления кристаллов полученного компонента выше температуры плавления жидкого вторичного компонента; при этом образуется фильтрат (в том числе жидкий вторичный компонент) и поток обогащенного продукта (включающего кристаллы полученного компонента). Как поток обогащенного продукта, так и разбавитель для повторной суспензии (включающий жидкий полученный компонент и жидкий вторичный компонент) подают (объединяя их) в резервуар для повторной суспензии, содержащий кристаллы полученного компонента. Затем в резервуаре для повторной суспензии кристаллы полученного компонента уравнивают с жидким продуктом и жидкими вторичными компонентами в течение времени, достаточного для образования отходящего потока повторной суспензии, содержащего как кристаллы полученного компонента, так и жидкий вторичный компонент.

В другом варианте способ получения закристаллизованного продукта включает проведение двух или нескольких последовательных стадий кристаллизации, причем каждая стадия кристаллизации включает первую кристаллизацию потока жидкого сырья, содержащего жидкий вторичный компонент и жидкий полученный компонент с температурой плавления выше температуры плавления жидкого вторичного компонента. Поток жидкого сырья подвергают кристаллизации в кристаллизаторе, работающем при температуре, достаточной для кристаллизации по меньшей мере части жидкого полученного компонента, с образованием отходящего потока суспензии, содержащего кристаллы полученного компонента и жидкий вторичный компонент. Затем кристаллы полученного компонента и жидкий вторичный компонент исходящего потока повторной суспензии по меньшей мере частично разделяют в фильтрующей колонне, в промывной колонне или на центрифуге (хотя используют по меньшей мере одну фильтрующую колонну) с образованием фильтрата, содержащего полученный жидкий компонент, жидкий вторичный компонент, и потока обогащенного продукта, содержащего кристаллы полученного компонента. Поток жидкого сырья для каждой стадии кристаллизации включает фильтрат с предыдущей вышерасположенной стадии кристаллизации.

В еще одном варианте способ выделения твердого продукта из фильтрата после центрифуги включает сначала по меньшей мере частичное разделение в центрифуге потока исходной суспензии, содержащей жидкость и диспергированное твердое вещество, с образованием по меньшей мере фильтрата с высоким содержанием твердого вещества и осадка на центрифуге. Фильтрат с высоким содержанием твердого вещества содержит жидкость и диспергированные твердые вещества, причем массовая концентрация диспергированных веществ в фильтрате с высоким содержанием твердого вещества составляет примерно от 5 масс.% до примерно 50 масс.% в расчете на общую массу фильтрата с высоким содержанием твердого вещества, а осадок на центрифуге содержит жидкость и диспергированные твердые вещества, причем массовая концентрация диспергированных твердых веществ в осадке на центрифуге составляет более 50 масс.% в расчете на общую массу осадка на центрифуге. Затем диспергированные твердые вещества и жидкость в фильтрате с высоким содержанием твердого вещества по меньшей мере частично разделяют в

фильтрующей колонне с образованием фильтрата из фильтрующей колонны, содержащего жидкость, а осадок в фильтрующей колонне включает диспергированные твердые вещества, причем массовая концентрация диспергированных твердых веществ в осадке фильтрующей колонны больше, чем в фильтрате из фильтрующей колонны.

Для отделения и очистки пара-ксилола (который можно закристаллизовать в твердом состоянии) из смеси ароматических углеводородов Cs, содержащей орто-ксилол, мета-ксилол и/или этилбензол, можно использовать любой из указанных вариантов. Как следует из приведенных данных, описанный способ не ограничивается только очисткой пара-ксилола от смеси изомерных ксилолов, но он также пригоден для любых способов разделения твердых веществ и жидкостей, в которых молекулярный кислород является нежелательной примесью.

Дополнительные особенности изобретения станут очевидными специалистам в данной области из последующего подробного описания в сочетании с рисунками, примерами и приложенной формулой изобретения.

Краткое описание рисунков

Для более полного понимания описания необходимо рассмотреть следующие подробности и сопровождающие рисунки:

Фигура 1 представляет блок-схему способа кристаллизации/повторного взмучивания суспензии, включающего две стадии повторного взмучивания суспензии и фильтрующие колонны для выделения полученного твердого (кристаллического) компонента;

Фигура 2 представляет блок-схему способа кристаллизации/повторного взмучивания суспензии, включающего произвольное число стадий повторного взмучивания суспензии и фильтрующие колонны для выделения полученного твердого (кристаллического) компонента;

Фигура 3 представляет блок-схему способа, иллюстрирующую последовательно расположенные кристаллизаторы и фильтрующие колонны для выделения полученного твердого (кристаллического) компонента; и

Фигура 4 представляет блок-схему способа, иллюстрирующую последовательно расположенные центрифуги и фильтрующие колонны для выделения полученного твердого (кристаллического) компонента из фильтрата центрифуги.

Описанные способы допускают разные варианты, а конкретные варианты изобретения проиллюстрированы на рисунках (и далее будут описаны) при том, что описание носит чисто иллюстративный характер и не ограничивает изобретение конкретными вариантами, которые далее будут описаны и проиллюстрированы.

Подробное описание изобретения

В целом здесь раскрыты способы выделения твердых веществ из суспензии твердого вещества в жидкости в условиях, которые препятствуют проникновению в технологическую схему молекулярного кислорода, причем присутствие молекулярного кислорода (O_2) отрицательно влияет на эффективность способа, его безопасность и/или выход продуктов. Соответственно в общем варианте предлагаемого способа пара-ксилол и молекулярный кислород отделяют от суспензии, содержащей эти компоненты и другие изомеры ксилола, в условиях, которые препятствуют проникновению молекулярного кислорода. Предпочтительно пара-ксилол и молекулярный кислород отделять от суспензии в фильтрующей колонне в условиях, которые препятствуют проникновению молекулярного кислорода, с образованием осадка на фильтре, содержащего пара-ксилол, и фильтрата,

содержащего полученный жидкий компонент, который содержит обедненный пара-ксилолом продукт.

В другом примерном общем варианте способ представляет собой способ разделения, который включает очистку пара-ксилола из суспензии, содержащей пара-ксилол и другие изомеры ксилола, в условиях, которые препятствуют попаданию молекулярного кислорода в аппаратуру разделения, с образованием обедненного пара-ксилолом продукта и изомеризацию обедненного пара-ксилолом продукта разделения. Предпочтительно выделять пара-ксилол из суспензии в фильтрующей колонне в условиях, которые препятствуют попаданию в аппаратуру разделения молекулярного кислорода, с образованием осадка на фильтре, содержащего пара-ксилол, и фильтрата, содержащего полученный жидкий компонент, который включает обедненный пара-ксилолом продукт.

Согласно этим примерным общим вариантам, фильтрат может также содержать вытесняющий поток. Предпочтительно, чтобы по меньшей мере либо осадок на фильтре и либо вытесняющий поток из фильтрата содержали по меньшей мере часть молекулярного кислорода, введенного в процесс. Использованное здесь выражение «по меньшей мере часть введенного молекулярного кислорода» означает по меньшей мере примерно 40%, предпочтительно по меньшей мере примерно 45% и более предпочтительно по меньшей мере примерно 50% введенного молекулярного кислорода. Более того, предпочтительно, чтобы по меньшей мере либо осадок на фильтре либо вытесняющий поток из фильтрата включали практически весь введенный молекулярный кислород. Использованное здесь выражение «практически весь введенный молекулярный кислород» означает по меньшей мере примерно 80%, предпочтительно по меньшей мере примерно 90% и более предпочтительно по меньшей мере примерно 95% введенного молекулярного кислорода.

Среди других раскрытых здесь вариантов можно назвать способы с использованием фильтрующих колонн для выделения твердых веществ из суспензии твердых веществ в жидкости, например, в способах очистки кристаллизацией из расплава в условиях, гарантирующих отсутствие загрязнения технологических потоков молекулярным кислородом. При этом используют несколько операций, описанных ниже. Один из вариантов включает такой режим работы фильтрующей колонны, который ограничивает проникновение молекулярного кислорода в фильтрат фильтрующей колонны. Другой вариант включает использование фильтрующих колонн в комбинации со способом кристаллизации/повторного взмучивания, причем конкретные варианты направлены в том числе на комбинирование кристаллизатора и фильтрующей колонны или резервуара для повторной суспензии и фильтрующей колонны. Дополнительный вариант включает использование фильтрующих колонн в комбинации с последовательно расположенными кристаллизаторами. Другой вариант включает использование фильтрующей колонны в комбинации с центрифугой для выделения остаточных твердых веществ, проходящих через центрифугу в фильтрат центрифуги. Данные тестирования и моделирования показывают, что способы с использованием фильтрующих колонн согласно данному описанию эффективно ограничивают поступление в аппаратуру молекулярного кислорода и дополнительно повышают эффективность процесса.

Один предпочтительный вариант описания включает способ очистки твердого продукта из исходной суспензии в условиях, которые уменьшают или препятствуют поступлению молекулярного кислорода в потоки процесса (например, один или

несколько потоков, выходящих из аппаратов очистки твердого продукта). Пример такого варианта может включать сначала подачу суспензии твердое вещество/жидкость, содержащей разделяемые компоненты, вытесняющий поток и необязательно промывную жидкость, в фильтрующую колонну, причем все три

5 потоков практически не содержат молекулярного кислорода.

Исходная суспензия твердое вещество/жидкость включает полученные твердые компоненты, которые надо разделить/выделить в фильтрующей колонне, и жидкий вторичный компонент, который надо удалить из исходной суспензии. Раскрытый

10 способ очистки пригоден для отделения любого полученного твердого компонента, диспергированного в суспензии вместе с любым жидким вторичным компонентом. Если очистка связана со стадией кристаллизации и/или повторного взмучивания, то оба разделяемые компонента имеют разные температуры плавления и полученный

15 твердый компонент может представлять собой кристаллы компонента, образовавшиеся на предшествующей стадии кристаллизации/повторного взмучивания полученного жидкофазного компонента. В предпочтительном варианте предлагаемые способы (в том числе описанные ниже) используют для отделения и очистки пара-

20 ксилола от других углеводородов, и поэтому предпочтительно, чтобы полученный компонент (в жидком виде или твердом/кристаллическом виде) включал пара-ксилол. Аналогично предпочтительно, чтобы жидкий вторичный компонент содержал орто-ксилол, мета-ксилол и/или этилбензол. Использованный здесь термин жидкий

25 вторичный компонент означает единственный «компонент», но может относиться либо к одному химическому соединению, либо к смеси химических соединений, которые можно отделить от конкретного полученного компонента с применением описанных способов.

Фильтрующая колонна представляет собой аппарат для отделения твердого вещества от жидкости и концентрирования суспензии. Примеры подходящих

30 фильтрующих колонн описаны в предварительных патентных заявках США №№2005/0056599 и 2007/0225539, которые включены здесь ссылкой. Фильтрующая колонна представляет собой полый цилиндр, содержащий одну или несколько трубок заданного внешнего диаметра, расположенных внутри полого цилиндра вдоль его

35 оси. В стенке каждой трубки имеется по меньшей мере один фильтр, который обеспечивает единственную прямую связь между внутренним пространством трубки и внутренним пространством полого цилиндра. В фильтрующей колонне твердое

40 вещество отделяется от жидкости, содержащейся в суспензии (например, полученный твердый компонент, суспендированный в маточном растворе), и суспензия направляется на первый конец фильтрующей колонны. Вытесняющий поток (например, газ или жидкость, не смешивающиеся с жидкостью суспензии) создает

45 обратное давление на втором конце фильтрующей колонны, способствуя продвижению части суспензионной жидкости через фильтр внутрь трубки, и эту часть отбирают в качестве фильтрата (например, маточного раствора) из трубок

50 фильтрующей колонны, образуя таким образом концентрированную суспензию (т.е. слой) твердых веществ в полном цилиндре и вокруг трубок. Концентрированную суспензию твердых веществ отбирают со второго конца фильтрующей колонны по желобу для отбора продукта, например, в виде осадка концентрированного продукта, содержащего небольшие количества суспензионной жидкости (например, маточного раствора) и/или вытесняющей жидкости.

Промывную жидкость необязательно подают в желоб с продуктом для очистки желоба от закупорки. Предпочтительно, чтобы при использовании промывной

жидкости желоб с продуктом также имел резервуар для зоны повторного
взмучивания, например, в тех случаях, когда промывная жидкость включает
возвращенную суспензионную жидкость (маточный раствор) и/или полученный
жидкий компонент. В таком варианте фильтрующей колонны с повторным
5 образованием суспензии резервуар зоны повторного взмучивания выполняет роль
резервуара для отдельного повторного взмучивания суспензии (см. ниже). Аналогично
резервуару для повторного взмучивания суспензии отходящий поток суспензии,
представляющий собой кристаллы полученного компонента, диспергированные в
10 жидкости, включающей жидкий вторичный компонент и часть полученного
некристаллического жидкого компонента, выходит из фильтрующей колонны для
повторной суспензии через выход на первом конце фильтрующей колонны для
повторной суспензии. Фильтрующая колонна, включающая резервуар зоны
повторного взмучивания суспензии, является предпочтительной конфигурацией, т.к.
15 эта конфигурация компактна, позволяет уменьшить число элементов оборудования и
кроме того поддерживать аппаратуру в рабочем состоянии (т.е. в отличие от
центрифуги, в которой осадок на фильтре перемещается под действием силы тяжести и
его необходимо поднимать). Использованный здесь термин «фильтрующая колонна»
20 относится как к описанному выше общему варианту, так и к варианту, включающему
также резервуар для зоны повторного взмучивания суспензии и промывной жидкости.

В целом вытесняющий поток может включать газ и/или жидкость, предпочтительно
инертные, не смешивающиеся и/или не являющиеся растворителями для полученного
компонента (например, полученный компонент/кристаллы не растворимы в
25 вытесняющей жидкости и жидкий продукт/вторичные компоненты не смешиваются с
вытесняющей жидкостью). В случае, когда полученный компонент содержит пара-
кислород, вытесняющий поток не должен практически содержать молекулярного
кислорода (например, растворенного O_2 в жидком вытесняющем потоке,
30 газообразного O_2 в газообразном вытесняющем потоке). Если полученный компонент
содержит пара-кислород, то предпочтительно, чтобы вытесняющий поток представлял
собой газ, который выбирают из группы, состоящей из азота, диоксида углерода,
водорода, метана, этана, природного газа, одного или нескольких благородных газов
(например, гелия, ксенона, аргона, неона) и их смесей. Особенно предпочтительным
35 вытесняющим потоком является азот. Газообразный азот эффективно удаляет любую
форму кислорода, присутствующего в сырье, и дает уверенность в том, что фильтрат
будет содержать меньше кислорода, чем сырье. В зависимости от того, насколько
эффективно осуществляется рецикл азота, присутствующий в рецикле кислород можно
40 удалить перед повторным использованием циркулирующего азота; однако эта
процедура потребует дополнительных затрат.

После того, как исходная суспензия, вытесняющий поток и (необязательно)
промывная жидкость поданы в фильтрующую колонну, отделяют полученный
твердый компонент и жидкий вторичный компонент суспензии в виде фильтрата и
45 осадка на фильтре. Фильтрат содержит жидкий вторичный компонент и
вытесняющую жидкость и может также содержать небольшое остаточное количество
полученного компонента (например, полученный жидкий компонент, изначально
присутствующий в исходной суспензии, и/или мелкие частицы полученного твердого
компонента, способные проходить через фильтр фильтрующей колонны). Осадок на
50 фильтре в основном состоит из полученных твердых компонентов, но также содержит
остаток жидкого вторичного компонента, который не прошел через фильтр в виде
фильтрата. В способе очистки пара-кислорода осадок на фильтре обычно имеет

влажность примерно от 15 масс.% до примерно 20 масс.%, и это означает, что осадок на фильтре содержит примерно 80-85 масс.% кристаллов твердого пара-ксилола и примерно 15-20 масс.% жидкой смеси углеводов C_8 .

Было установлено, что указанный рабочий режим фильтрующей колонны может обеспечить отсутствие (или препятствовать попаданию) молекулярного кислорода в технологические потоки (например, в фильтрат фильтрующей колонны). Было установлено, что фильтрующая колонна, работающая в описанных условиях, минимизирует содержание молекулярного кислорода в фильтрате, что препятствует нежелательному коксообразованию и закупорке установки изомеризации (реактора). В отличие от других сепараторов для разделения твердого тела и жидкости (например, центрифуг) фильтрующая колонна, работающая в указанных условиях, гарантирует, что концентрация молекулярного кислорода в фильтрате будет меньше или равна концентрации молекулярного кислорода в исходной суспензии. Соответственно для того, чтобы минимизировать содержание молекулярного кислорода в фильтрате, фильтрующие колонны должны работать по меньшей мере при атмосферном давлении и предпочтительно при давлении выше атмосферного (например, примерно 2-30 psig). Наиболее предпочтительным вариантом режима работы фильтрующей колонны является работа при повышенном давлении, по меньшей мере примерно на 0.5 psi выше атмосферного давления (т.е. по меньшей мере примерно 0.5 psig), даже более предпочтительно по меньшей мере примерно на 1.5 psi выше атмосферного давления, еще более предпочтительно по меньшей мере примерно на 3 psi выше атмосферного давления, даже более предпочтительно по меньшей мере примерно на 5 psi выше атмосферного давления, еще более предпочтительно по меньшей мере примерно на 10 psi выше атмосферного давления и наиболее предпочтительно по меньшей мере примерно на 15 psi выше атмосферного давления. Особенно предпочтительным интервалом давлений для работы фильтрующей колонны является интервал примерно на 1.5-3 psi выше атмосферного давления (т.е. примерно 0.5-3 psig). Повышенное давление является необходимым условием для того, чтобы молекулярный кислород не проникал в аппаратуру, однако если давление будет намного превышать атмосферное, это приведет к нежелательному увеличению эксплуатационных расходов и перекроет экономическую выгоду от предлагаемого способа. Кроме того, используемый сосуд для разделения имеет предельный уровень давления, которое нельзя превысить, и это устанавливает верхний предел рабочего давления, которое в большинстве случаев не достигается, но тем не менее является желательным. Следовательно, необходимо тщательно контролировать давление, чтобы реализовать многие преимущества, ставшие возможными благодаря представленным здесь данным.

Приведенные здесь значения рабочего давления на стадии разделения (или давления в фильтрующей колонне, указанные в предыдущем параграфе) являются наиболее низкими из возможных давлений, при которых могут работать разные зоны (внутреннее пространство, вводы сырья и выходы) аппаратуры разделения. Например, если установка разделения представляет собой фильтрующую колонну, понятно, что колонна не является изобарической и ее практическая работа основана на градиентах давления. Для определения градиента давления в колонне обычно его измеряют в трех точках. Давление исходной суспензии является наиболее высоким из трех величин. Второе высокое давление является давлением на входе вытесняющего потока. Наиболее низкое из трех значений давления - это давление, при котором вытесняющий поток и фильтрат покидают колонну. Давление в любой точке внутри

колонны ограничено этим высшим и низшим давлением. Соответственно, поскольку давление, при котором вытесняющий поток и фильтрат выходят из колонны, выше атмосферного (обычного) давления, то можно считать, что давление в какой-либо точке внутри колонны также выше атмосферного (обычного) давления. Кроме того, поскольку давление в колонне (установке разделения) выше атмосферного (обычного), молекулярный кислород не может туда проникать.

В целом количество молекулярного кислорода в обедненном продуктом потоке (например, обедненном пара-ксилолом), выходящем из установки разделения, относится к количеству кислорода, поступающего в установку вместе с сырьем и удаляемого из установки вытесняющим потоком. Потоки сырья в фильтрующую колонну практически не должны содержать молекулярного кислорода. В соответствии с условиями процесса фильтрующая колонна работает при давлении выше атмосферного и не содержит подвижных деталей. Как принято здесь, поток практически не содержит молекулярного кислорода, если он не содержит такое количество молекулярного кислорода (например, растворенного O_2 в жидком потоке, газообразного O_2 в газовом потоке), которое при попадании в фильтрат (конкретно в жидкий вторичный компонент в нем) оказало бы отрицательное влияние на работу нижерасположенной установки (например, установки изомеризации или теплообменника, расположенного между установками изомеризации и разделения). Например, предпочтительно, когда каждый поток сырья, подаваемый в фильтрующую колонну, содержит примерно 5 частей на миллион (м.д.) по массе или менее (более предпочтительно примерно 2 м.д. или менее и даже более предпочтительно примерно 1 м.д. или менее) молекулярного кислорода в расчете на общую массу потока, и индивидуальный поток может просто не содержать молекулярного кислорода. При таком режиме работы фильтрующая колонна не позволит молекулярному кислороду из воздуха нарушить работу установки и загрязнить протекающие через нее технологические потоки. Соответственно предпочтительно, чтобы концентрация молекулярного кислорода в фильтрате, выходящем из фильтрующей колонны, составляла примерно 2 м.д. по массе или меньше (более предпочтительно примерно 0.7 м.д. по массе или меньше и даже более предпочтительно примерно 0.4 м.д. по массе или меньше) в расчете на общую массу фильтрата из фильтрующей колонны.

Как отмечено выше, низкий уровень содержания молекулярного кислорода особенно выгоден тогда, когда фильтрат (конкретно содержащийся в нем жидкий вторичный компонент) подают в химический реактор для превращения жидкого вторичного компонента в продукт, например, в установке каталитической изомеризации, где орто-ксилол, мета-ксилол и этилбензол превращаются в пара-ксилол (более подробно описано ниже). Молекулярный кислород в аппарате изомеризации является загрязняющей примесью, которая вызывает закоксовывание и закупорку каталитического реактора и/или аппарата предварительного нагрева перед реактором. См., например, W. T. Koetsier and J. van Leenen, "Oxygen Induced Fouling in a Xylene Isomerization Reactor Bed," Catalyst Deactivation, 1987 (G. Delmon and G. F. Froment, eds.).

На фигуре 1 показан способ кристаллизации/повторного взмучивания суспензии 100, включающий стадию кристаллизации 105 с последующей стадией первого повторного взмучивания суспензии 125 и стадией второго повторного взмучивания суспензии 145 по меньшей мере в одной фильтрующей колонне для отделения от жидкого многокомпонентного сырья полученного твердого

(кристаллического) компонента, который затем можно расплавить с образованием практически чистого полученного жидкого компонента. Стадия кристаллизации 105 включает кристаллизатор 110 установки разделения 120. За стадией кристаллизации 105 следует стадия первого повторного взмучивания суспензии 125, которая включает резервуар повторного взмучивания суспензии 130 и установку разделения 140. За стадией первого повторного взмучивания суспензии 125 следует стадия второго (или «с выдачей продукта» или «конечная») повторного взмучивания суспензии 145, которая включает резервуар повторного взмучивания суспензии 150 и установку разделения 160.

Иначе говоря, способ кристаллизации/повторного взмучивания суспензии 100 можно реализовать как последовательность из одной или нескольких стадий кристаллизации/повторного взмучивания суспензии с предшествующим кристаллизатором 110 (который подает продукт на стадию первого повторного взмучивания суспензии) и последующей установкой разделения 160 (которая очищает отходящий поток продукта с конечной стадии разделения/повторного взмучивания суспензии). Это проиллюстрировано на фигуре 1 на примере двух стадий разделения/повторного взмучивания суспензии 115 и 135, хотя в общем случае способ кристаллизации/повторного взмучивания суспензии 100 может включать только одну стадию разделения/повторного взмучивания суспензии либо более двух стадий разделения/повторного взмучивания суспензии. Стадия разделения/повторного взмучивания суспензии 115 включает установку разделения 120 и резервуар для повторного взмучивания суспензии 130 с последующей стадией разделения/повторного взмучивания суспензии 135, которая включает установку разделения 140 и резервуар для повторного взмучивания суспензии 150.

В сосуде для кристаллизации (кристаллизаторе) для выделения одного жидкого исходного компонента охлаждается жидкий продукт предыдущей стадии, состоящий по меньшей мере из двух смешивающихся компонентов. Похожий пример способа очистки кристаллизацией из расплава раскрыт в патенте США №317265, который включен здесь ссылкой. Жидкое сырье включает полученный жидкий компонент, который надо выделить из сырья, и жидкий вторичный компонент, который желательно не выделять вместе с полученным жидким компонентом, и жидкое сырье подают на вход кристаллизатора. Полученный жидкий продукт имеет температуру плавления выше температуры плавления жидкого вторичного компонента. В кристаллизаторе поток жидкого сырья охлаждается до температуры, достаточной для кристаллизации по меньшей мере части полученного жидкого компонента. Для конкретного жидкого сырья температура ограничена температурой эвтектики сырья. Таким образом, предпочтительно, чтобы кристаллизатор работал при температуре выше температуры эвтектики, определяемой смесью продукта и вторичных компонентов, чтобы избежать совместной кристаллизации вторичного компонента и полученного компонента. Предпочтительно, чтобы кристаллизатор имел достаточное соотношение объем/время контакта для кристаллизации существенной части полученного жидкого компонента жидкого сырья. Отходящий поток суспензии (т.е. суспензии твердых веществ в жидкости) выходит из кристаллизатора через выходное отверстие. Отходящий поток суспензии содержит практически чистые кристаллы полученного компонента, диспергированные в жидкости, которая в основном состоит из жидкого вторичного компонента, но также возможно включает часть незакристаллизованного полученного жидкого компонента.

В предыдущем резервуаре повторного взмучивания осадок на фильтре из

кристаллов полученного компонента уравнивают с обычно более теплым потоком разбавителя, содержащим дополнительный полученный (жидкий) компонент, с образованием суспензии, пригодной для обработки далее по ходу потока.

Подходящий резервуар повторного взмучивания описан в патенте США №6565653, который включен здесь ссылкой. Твердый осадок на фильтре, состоящий из кристаллов полученного компонента, и жидкий разбавитель, содержащий как жидкий продукт, так и вторичные компоненты, подают на вход подходящего резервуара для повторного взмучивания. Твердый осадок и жидкий разбавитель можно подавать в резервуар для повторного взмучивания по отдельности (т.е. по двум различными линиям) или их можно смешать в предыдущем резервуаре для повторного взмучивания и вводить по единой линии подачи. Резервуар для повторного взмучивания представляет собой резервуар, содержащий кристаллы полученного компонента, и характеризуется необходимым соотношением объем/время контакта для уравнивания кристаллов полученного компонента с полученным жидким компонентом в резервуаре. Во время уравнивания содержимое резервуара для повторного взмучивания предпочтительно перемешивать. Отходящий поток суспензии (т.е. суспензия твердых веществ в жидкости) выходит из резервуара для повторного взмучивания через выходное отверстие. Отходящий поток суспензии содержит кристаллы полученного компонента, диспергированные в жидкости, содержащей жидкий вторичный компонент и часть полученного незакристаллизованного жидкого компонента.

Обычно отдельная установка для разделения может представлять собой фильтрующую колонну, промывную колонну или центрифугу (описанную здесь) или любое другое устройство для отделения твердого вещества от жидкости, известное в данной области техники. В вариантах согласно данному описанию по меньшей мере один из аппаратов разделения является фильтрующей колонной, и фильтрующую колонну предпочтительно использовать по меньшей мере на одной промежуточной (или не окончательной) стадии повторного взмучивания. Например, в варианте, приведенном на фигуре 1, по меньшей мере один из аппаратов разделения 120, 140 и 160 является фильтрующей колонной, и фильтрующую колонну предпочтительно использовать в качестве одного или обоих аппаратов разделения 120 и 140. Напротив, установка разделения 160 предпочтительно является не фильтрующей колонной, а, например, промывной колонной или центрифугой.

Предпочтительно, чтобы фильтрующие колонны находились на предшествующей (т.е. промежуточной) стадии системы разделения, что обеспечивает многие преимущества. Например, по сравнению с центрифугами фильтрующие колонны не содержат вращающихся частей (что упрощает конструкцию и их содержание), требуют меньше затрат механической энергии для обработки потоков (что уменьшает затраты на охлаждение и потерю продуктов из-за плавления полученных кристаллов в осадке на центрифуге) и обеспечивают более высокую степень выделения, чем центрифуги, при более низком содержании твердых веществ в фильтрате. Кроме того, фильтрующие колонны позволяют легко обеспечить нужную влажность осадка на фильтре путем варьирования количества вытесняющего потока, и их можно использовать для создания более компактных в пространстве технологических схем и/или повышения производительности существующих способов путем замены центрифуг на фильтрующие колонны. Также было установлено, что в описанных здесь определенных рабочих условиях фильтрующие колонны исключают подсос кислорода в технологические потоки. Важным преимуществом по сравнению с

промывными колоннами также является отсутствие вращающихся частей, т.к. промывные колонны обычно имеют вращающиеся части, а при отсутствии вращающихся частей имеют сравнительно низкую производительность в расчете на единицу объема. Кроме того, фильтрующие колонны в сравнимых условиях

производительнее и будут работать в более широком диапазоне температур, чем промывные колонны.

Напротив, нефилтрующие колонны предпочтительно использовать в качестве аппаратов разделения на конечных стадиях. Обычно промывные колонны и центрифуги обеспечивают потоки более чистых продуктов по сравнению с фильтрующими колоннами, и поэтому потоки продуктов требуют меньшей дополнительной обработки перед хранением или использованием. В то время как в фильтрующей колонне обычно выделяют большую долю кристаллов полученного компонента, поступающего в установку разделения в потоке продуктов, в фильтрующей колонне обычно выделяют из потока продуктов также большую часть жидкого вторичного компонента.

Промывная колонна (или гидравлическая промывная колонна) представляет собой аппарат разделения твердых веществ и жидкости для концентрирования суспензии. Примеры подходящих промывных колонн описаны в патентах США №№4734102 и 4735781, которые включены здесь ссылкой. Промывная колонна представляет собой полый цилиндр, содержащий одну или несколько трубок заданного внешнего диаметра, расположенных внутри полого цилиндра вдоль его оси. Стенка каждой трубки включает по меньшей мере один фильтр, который обеспечивает единственную прямую связь между внутренним пространством трубки и внутренним пространством полого цилиндра. Промывная колонна отделяет твердые вещества от жидкости в суспензии твердого вещества в жидкости (например, полученный твердый компонент, суспендированный в маточном растворе), направляя суспензию на первый конец промывной колонны и промывную жидкость на второй конец промывной колонны противотоком к суспензии с образованием слоя в полом цилиндре и вокруг трубок. Фильтрат (например, маточный раствор), отделенный от суспензии, отбирают через фильтры на фильтрующих трубках внутрь трубок и затем отводят из промывной колонны (например, с первого конца промывной колонны). Концентрированную суспензию полученного твердого компонента отбирают со второго конца промывной колонны. Промывная жидкость, введенная на втором конце промывной колонны, повторно взмучивает концентрированную суспензию твердых веществ и расплавляет некоторую часть выделенных твердых веществ. При использовании промывной колонны для разделения/очистки суспензии, полученной путем кристаллизации расплава, промывная жидкость содержит расплавленные кристаллы продукта, выделенные из суспензии.

Пригодные для разделения твердых веществ и жидкости центрифуги практически ничем не ограничены и включают центрифуги, известные в данной области техники, например, фильтрующие центрифуги и в частности центрифуги с сетчатым барабаном, бесситовые центрифуги и/или центрифуги с толкателями. Обычно центрифуга имеет вход для подачи суспензии твердое вещество/жидкость (например, полученного твердого компонента, суспендированного в маточном растворе), которые необходимо разделить, первый выход для концентрированной суспензии твердых веществ (например, осадка продукта на фильтре) и второй выход для отфильтрованной жидкости (например, маточного раствора) из поступающей суспензии. В некоторых вариантах (например, при использовании центрифуги с сетчатым барабаном)

центрифуга имеет также третий выход для отфильтрованной жидкости из поступающей суспензии, причем потоки через второй и третий выходы отличаются относительным содержанием твердых веществ (например, остаточного не выделенного полученного компонента) в каждом потоке. В таких вариантах второй выход может быть использован для потока фильтрата с низким содержанием твердых веществ, а третий выход для потока фильтрата с высоким содержанием твердых веществ.

В варианте, приведенном на фигуре 1, процесс очистки полученного компонента и выделения начинается с подачи потока жидкого сырья 204 в кристаллизатор 110. Как описано выше, поток сырья 204 включает полученный жидкий компонент и жидкий вторичный компонент, причем полученный жидкий компонент имеет температуру плавления выше, чем у жидкого вторичного компонента. Хотя в потоке сырья 204 обычно нужно соотношение жидких компонентов - полученного и вторичного - может быть любым, предпочтительный поток сырья 204 для очистки пара-ксилола содержит примерно 10-30 масс.% (более предпочтительно примерно 15-25 масс.%) пара-ксилола. Кристаллизатор 110 работает при температуре, достаточной для кристаллизации по меньшей мере части полученного жидкого компонентов из потока жидкого сырья 204 с образованием отходящего потока суспензии 208, который содержит как кристаллы полученного компонента, так и жидкий вторичный компонент. Например, в случае, когда поток сырья 204 содержит примерно 22-23 масс.% пара-ксилола, температура кристаллизации при атмосферном давлении составляет примерно -89°F (-67°C) или примерно на 2°F (1.1°C) выше температуры двойной эвтектики - примерно -91°F (-68°C). Температура кристаллизации обычно зависит от количества пара-ксилола в любых потоках, возвращаемых в поток сырья 204. В непрерывном способе очистки пара-ксилола предпочтительно, чтобы время контакта в кристаллизаторе 110 было достаточным для кристаллизации значительной части полученного жидкого компонента в потоке сырья 204, например, по меньшей мере примерно 50 масс.% (более предпочтительно по меньшей мере примерно 70 масс.%) жидкого полученного компонента в потоке сырья 204.

Отходящий поток суспензии 208 затем подают в аппарат разделения 120, который в предпочтительном варианте является фильтрующей колонной, но может также представлять собой промывную колонну или центрифугу. В фильтрующей колонне 120 по меньшей мере частично отделяют кристаллы полученного компонента от жидкого вторичного компонента в отходящем потоке суспензии 208 с образованием осадка на фильтре 212 и фильтрата 216. Осадок на фильтре 212 в основном содержит твердый осадок кристаллов полученного компонента. Предпочтительно, чтобы практически все кристаллы полученного компонента из отходящего потока суспензии 208 выделились в виде осадка на фильтре 212, и в осадке на фильтре 212 массовая концентрация полученного компонента (т.е. объединенных жидкости и твердого вещества) была выше, чем в фильтрате 216. Осадок на фильтре 212 также содержит небольшое количество жидкости, обычно в виде жидкого вторичного компонента и полученного жидкого компонента. Конкретно, предпочтительно, чтобы осадок на фильтре 212 содержал примерно 50-99 масс.% (более предпочтительно примерно 75-88 масс.%) кристаллов полученного компонента в расчете на общую массу осадка на фильтре, включая любые жидкости. Фильтрат 216 в основном представляет собой жидкий поток жидкого вторичного компонента, и предпочтительно, чтобы практически весь жидкий вторичный компонент из отходящего потока суспензии 208 уходил в фильтрат 216. Однако фильтрат 216 может

содержать небольшое количество полученного жидкого компонента и/или кристаллов полученного компонента. В целом фильтрат 216 можно направить в возвратный поток или предпочтительнее вернуть в процесс для дальнейшей переработки.

Предпочтительно, чтобы фильтрующая колонна 120 включала также поток вытесняющей жидкости (не показан) в качестве движущей силы вытеснения жидкого продукта и вторичных компонентов отходящего потока суспензии 208 с образованием фильтрата 216.

Осадок на фильтре 212 и разбавитель для повторного взмучивания 240 затем подают в первый резервуар повторного взмучивания 130 в потоке 220. Разбавитель для повторного взмучивания 240 представляет собой жидкий поток, включающий как полученный жидкий компонент, так и жидкий вторичный компонент. Как показано на фигуре 1, осадок на фильтре 212 и разбавитель для повторного взмучивания 240 смешивают перед первым резервуаром повторного взмучивания 130 и затем подают туда в виде одного потока 220. Однако в альтернативном варианте (не показан) осадок на фильтре 212 и разбавитель для повторного взмучивания 240 можно подавать в первый резервуар повторного взмучивания 130 в виде двух отдельных потоков.

В другом варианте (не показан) предыдущая установка разделения 120 может быть центрифугой. В этом случае отходящий поток центрифуги, который подают в первый резервуар повторного взмучивания 130, аналогичен осадку на фильтре 212 (т.е. в основном это твердый осадок кристаллов полученного компонента с небольшим количеством жидкого вторичного компонента и полученного жидкого компонента).

Резервуар повторного взмучивания 130 представляет собой резервуар, содержащий суспензию твердых веществ в жидкости, включающую кристаллы полученного компонента, полученный жидкий компонент и жидкий вторичный компонент. В резервуаре повторного взмучивания 130 кристаллы полученного компонента уравнивают с жидким продуктом и вторичными компонентами в течение времени, достаточного для образования отходящего потока повторной суспензии 224. В результате уравнивания отходящий поток повторной суспензии нагревается по сравнению с температурой осадка на фильтре 212. В непрерывном процессе объем резервуара повторного взмучивания 130 и скорость подачи осадка на фильтре 212 и разбавителя повторного взмучивания 240 можно подобрать таким образом, чтобы обеспечить время контакта, достаточное для уравнивания.

Отходящий поток повторной суспензии 224 затем подают в установку разделения 140, которая работает аналогично установке разделения 120. Установка разделения 140 может быть фильтрующей колонной, промывной колонной или центрифугой. Предпочтительно, чтобы установка разделения 140 представляла собой фильтрующую колонну. Фильтрующая колонна 140 работает аналогично фильтрующей колонне 120, образуя осадок на фильтре 228, аналогичный осадку на фильтре 212, и фильтрат 232, содержащий как полученный жидкий компонент, так и жидкий вторичный компонент. Хотя фильтрат 232 можно направить в виде возвратного потока, предпочтительнее вернуть его в процесс для дальнейшей переработки. Как показано на фигуре 1, часть 236 фильтрата 232 возвращают в резервуар повторного взмучивания 130 в виде разбавителя для повторной суспензии 240 (в этом случае фильтрат 232 включает по меньшей мере некоторое количество полученного жидкого компонента) и часть 244 фильтрата 232 возвращают в кристаллизатор 110 в виде части потока жидкого сырья 204. Разбавитель повторной суспензии 240 можно нагреть в нагревателе для разбавителя 242 таким образом, чтобы

установить нужную температуру суспензии твердых веществ в жидкости в резервуаре для повторного взмучивания 130.

Осадок на фильтре 228 и разбавитель повторной суспензии 272 затем подают во второй резервуар для повторного взмучивания 150 в потоке 248. Второй резервуар повторного взмучивания 150 работает аналогично первому резервуару повторного взмучивания 130, образуя отходящий поток повторной суспензии 252, включающий кристаллы полученного продукта, полученный жидкий компонент и жидкий вторичный компонент.

Отходящий поток повторной суспензии 252 затем подают в последнюю установку разделения 160, как показано в варианте на фигуре 1. Предпочтительно, чтобы последняя установка разделения 160 представляла собой сепаратор твердых веществ и жидкости, а не фильтрующую колонну, например, это может быть промывная колонна или центрифуга. Первым продуктом аппарата разделения 160 является фильтрат 268 (аналогичный другим предыдущим фильтратам 216 и 232). Фильтрат 268 является жидким потоком, содержащим как полученный жидкий компонент, так и жидкий вторичный компонент, хотя он может содержать небольшое количество кристаллов полученного компонента. Хотя фильтрат 268 можно направить в возвратный поток, предпочтительно вернуть его в процесс для дальнейшей переработки. Как показано на фигуре 1, часть фильтрата 268 возвращают во второй резервуар повторного взмучивания 150 в качестве разбавителя для повторной суспензии 272, и часть 276 фильтрата 268 возвращают в первый резервуар повторного взмучивания 130 как часть разбавителя для повторной суспензии 240. Разбавитель для повторной суспензии 272 можно нагреть в нагревателе разбавителя 274 таким образом, чтобы установить нужную температуру суспензии твердых веществ в жидкости в резервуаре для повторного взмучивания 150. В установке разделения 160 также получают поток продукта 256. Поток продуктов 256 может содержать в основном кристаллы полученного компонента вместе с полученным жидким компонентом (например, промытый осадок на фильтре, полученный в том случае, когда установка разделения 160 представляет собой центрифугу), или он может включать существенную часть как кристаллов полученного компонента, так и полученного жидкого компонента (например, выход промытой суспензии, если установка разделения 160 является промывной колонной). Предпочтительно нагреватель 170 использовать для расплавления кристаллов любых оставшихся полученных компонентов в потоке продуктов 256. Часть потока расплавленных продуктов 256 предпочтительно вернуть в установку разделения 160 в виде промывной жидкости 260, а часть отобрать в виде конечного потока продуктов 264, представляющего собой поток очищенного полученного компонента. Предпочтительно, чтобы промывная жидкость 260 и/или поток конечного продукта 264 содержали полученный жидкий компонент в массовой концентрации по меньшей мере примерно 99.5 масс.% (предпочтительно по меньшей мере примерно 99.7 масс.%, более предпочтительно по меньшей мере примерно 99.8 масс.%, например, примерно 99.9 масс.%).

Выход продукта можно увеличить путем подачи на рецикл фильтрата из установки разделения на стадии кристаллизации в химический реактор, в котором по меньшей мере часть жидкого вторичного продукта превращается в полученный жидкий компонент, который затем можно вернуть на стадию кристаллизации 105. Например, если предлагаемый процесс используют для разделения и очистки пара-ксилола, то предпочтительно фильтрат 216 из установки разделения 120 вернуть в установку

изомеризации 180 (т.е. химический реактор) для превращения жидкого вторичного компонента (т.е. орто-ксилола, мета-ксилола и/или этилбензола) в жидкий продукт (т.е. пара-ксилол), что повышает общий выход всего процесса 100. Установка
 5 изомеризации 180 обычно включает реактор каталитической конверсии орто-ксилола, мета-ксилола и/или этилбензола в пара-ксилол и установку дистилляции для
 разделения потока полученных ароматических углеводородов C_8 на более тяжелые и более легкие компоненты. Подробности изомеризации и дистилляции известны
 10 специалистам в данной области техники, например, они описаны в патенте США 5284992, который включен здесь ссылкой.

Как показано на фигуре 1, обедненный пара-ксилолом фильтрат 216 (например, содержащий примерно до 15 масс.% пара-ксилола) и подаваемый водород 280
 15 направляют в установку изомеризации 180. Выражение «обедненный пара-ксилолом» и его варианты, используемые для описания потока работающей установки, относятся к потоку, выходящему из работающей установки, который содержит меньшее
 количество пара-ксилола, чем в потоке, подаваемом в эту работающую установку. В результате каталитической реакции в установке изомеризации 180 вводимые орто-
 20 ксилол, мета-ксилол и/или этилбензол превращаются в пара-ксилол, но также образуются более тяжелые и более легкие углеводороды. Продукты реакции отделяют
 в зоне дистилляции установки изомеризации 180 с образованием потока легких углеводородов 288 (например, включающего алифатические и ароматические
 углеводороды C_1 - C_7), потока тяжелых углеводородов 290 (например, включающего алифатические и ароматические углеводороды C_9 и выше) и продуктов
 25 изомеризации 284. Поток продуктов изомеризации 284 обычно содержит следующую смесь ароматических углеводородов C_8 : примерно 20-25 масс.% (например,
 примерно 22 масс.%) пара-ксилола, примерно 15-30 масс.% орто-ксилола, примерно 40-55 масс.% мета-ксилола и примерно 5-15 масс.% этилбензола. Как показано на
 30 фигуре 1, поток продуктов изомеризации 284 и сырье из смеси ксилолов 292 объединяют с образованием сырья для стадии кристаллизации 296. Сырье для стадии
 кристаллизации 296 и возвращаемую часть 244 фильтрата 232 затем объединяют с образованием потока жидкого сырья 204, направляемого в кристаллизатор 110.

Хотя описанный вариант способа кристаллизации/повторного взмучивания с
 35 использованием фильтрующих колонн на фигуре 1 включает стадию кристаллизации с двумя последующими стадиями повторного взмучивания, раскрытый способ этим не
 ограничивается. На фигуре 2 проиллюстрирован общий способ кристаллизации/повторного взмучивания с использованием фильтрующих колонн,
 40 включающий стадию кристаллизации 305, после которой последовательно расположены n промежуточных стадий повторного взмучивания 325 и окончательная
 стадия взмучивания 345. Возможно любое число промежуточных стадий повторного взмучивания 325, включая нуль (т.е. $n \geq 0$, где $n=0$ представляет один способ
 повторного взмучивания), и минимальное число стадий очистки/разделения равно
 45 двум: стадия кристаллизации 305 с последующей стадией окончательного повторного взмучивания 345. Выигрыш от увеличения числа стадий повторного взмучивания
 состоит в том, что можно достичь заданной чистоты продукта при более эффективном расходе энергии или, альтернативно, для более высокой чистоты продукта при
 50 эквивалентной затрате энергии. Помимо потенциального различия в числе стадий повторного взмучивания, установки и потоки с аналогичными номерами на фигурах 1
 и 2 выполняют аналогичные функции и не нуждаются в дополнительном подробном описании.

Например, на стадии кристаллизации 305 кристаллизатор 310 на фигуре 2 с потоком сырья 404 и отходящей суспензией 408 функционально аналогичен описанному выше кристаллизатору 110 на фигуре 1. Отходящую суспензию 408 затем подают в установку разделения 320 (предпочтительно фильтрующую колонну), в которой по меньшей мере частично разделяют кристаллы полученного продукта и жидкий вторичный компонент в отходящей суспензии 408 с образованием осадка на фильтре 412 и фильтрата 416.

Как показано на фигуре 2, поток исходной повторной суспензии для каждой стадии повторного взмучивания 325_n включает обогащенный поток продукта с предыдущей стадии очистки или повторного взмучивания. Гораздо легче это можно представить, как описано ниже, на примере способа с $n=3$ и различных технологических потоков в середине цикла из трех стадий повторного взмучивания, т.е. стадии повторного взмучивания 325₂. На этой средней стадии повторного взмучивания 325₂ сырье 420₂, подаваемое в резервуар повторного взмучивания 330₂ включает вклад от предыдущего осадка на фильтре 428₁. На этой средней стадии повторного взмучивания 325₂ отходящий поток повторной суспензии 424₂ затем подают в установку разделения 340₂ (предпочтительно фильтрующую колонну) с образованием осадка на фильтре 428₂ и фильтрата 432₂. В более общем смысле сырье 420 в резервуар повторного взмучивания 330 на n -й стадии повторного взмучивания 325 включает вклад от предыдущего осадка на фильтре (т.е. осадок на фильтре 412 при $n=1$ и обогащенный продуктом поток выходят со стадии кристаллизации 305 или осадок на фильтре 428 при $n \geq 2$ и обогащенный продуктом поток выходят с $(n-1)$ -й стадии повторного взмучивания 325). На n -й стадии повторного взмучивания 325 отходящий поток повторной суспензии 424 подают в аппарат разделения 340 (предпочтительно фильтрующую колонну) с образованием осадка на фильтре 428 и фильтрата 432. Предпочтительно, чтобы отходящий поток повторной суспензии на каждой стадии повторного взмучивания включал возвращенную часть фильтрата со стадии повторного взмучивания, по меньшей мере с одной такой стадии повторного взмучивания и последующей стадии повторного взмучивания. Возвращаясь снова к способу с $n=3$ и рассматривая различные технологические потоки в середине трех стадий повторного взмучивания (т.е. стадию повторного взмучивания 325₂), видно, что часть 436₂ фильтрата 432₂ возвращают в резервуар повторного взмучивания 330₂ в качестве разбавителя для повторной суспензии 440₂ (нагретого, например, с помощью нагревателя повторной суспензии 442₂) на средней стадии повторного взмучивания 325₂. Порцию 444₂ фильтрата 432₂ возвращают в предыдущий резервуар повторного взмучивания 330₁ первой стадии повторного взмучивания 325₁. В общем смысле фигура 2 показывает, что порцию 436 фильтрата 432 возвращают в резервуар повторного взмучивания 330 в виде разбавителя повторной суспензии 440 (нагретой, например, с помощью нагревателя повторной суспензии 442) на n -ю стадию повторного взмучивания 325, а порцию 444 фильтрата 432 возвращают либо в предыдущий кристаллизатор 310 (т.е. при $n=1$), либо в резервуар повторного взмучивания 330 $(n-1)$ -й стадии повторного взмучивания 325 (т.е. в потоке 476 при $n \geq 2$).

На конечной стадии повторного взмучивания 345 осадок на фильтре 428 с предыдущей промежуточной стадии повторного взмучивания 325 и разбавитель для повторной суспензии 472 подают в резервуар повторного взмучивания 350 в потоке 448. Отходящий поток повторной суспензии 452 из резервуара повторного взмучивания 350 затем подают в установку разделения 360 (предпочтительно промывную колонну или центрифугу) с образованием потока продукта 456 и

фильтрата 468. Предпочтительно порцию фильтрата 468 вернуть в резервуар повторного взмучивания 350 в качестве разбавителя для повторной суспензии 472 (нагретой, например, с помощью нагревателя повторной суспензии 474), а порцию 476
 5 фильтрата 468 возвращают на предыдущую промежуточную стадию повторного взмучивания 325 в виде добавки к разбавителю для повторной суспензии 440. Нагреватель 370 предпочтительно использовать для расплавления кристаллов любых оставшихся полученных компонентов в потоке продуктов 456. Часть потока расплавленных продуктов 456 предпочтительно вернуть в установку разделения 360 в
 10 виде промывной жидкости 460, а часть отбирать в виде потока конечного продукта 464, который является потоком очищенного полученного жидкого компонента.

Фигура 3 иллюстрирует дополнительный вариант данного изобретения, который
 15 включает многостадийный способ кристаллизации 500. Способ 500 включает по меньшей мере две стадии кристаллизации, например, первую стадию кристаллизации 505 и последующую вторую стадию кристаллизации 525, связанные с фильтрующими колоннами для отделения полученного твердого (кристаллического) компонента жидкого многокомпонентного сырья (например, для разделения и
 20 очистки пара-ксилола от орто-ксилола, мета-ксилола и/или этилбензола). Первая стадия кристаллизации 505 включает кристаллизатор 510 и установку разделения 520. Аналогично вторая стадия кристаллизации 525 включает кристаллизатор 530 и установку разделения 540. По меньшей мере один из аппаратов разделения 520 и 510 является фильтрующей колонной. Другой аппарат может быть фильтрующей
 25 колонной или чем-то другим, например, промывной колонной или центрифугой.

Аналогично варианту на фигуре 1, способ очистки полученного компонента и выделения продукта начинается с подачи потока жидкого сырья 604 в кристаллизатор 510. Поток жидкого сырья 604 включает полученный жидкий
 30 компонент и жидкий вторичный компонент, причем температура плавления полученного жидкого компонента выше температуры плавления жидкого вторичного компонента. Аналогично кристаллизатору 110 кристаллизатор 510 работает при температуре, достаточной для кристаллизации по меньшей мере части полученного жидкого компонента из потока жидкого сырья 604 с образованием отходящего
 35 потока суспензии 608, содержащего как кристаллы полученного компонента, так и жидкий вторичный компонент.

Отходящий поток суспензии 608 затем подают в фильтрующую колонну 520 для по
 40 меньшей мере частичного отделения кристаллов полученного компонента и жидкого вторичного компонента от отходящего потока суспензии 608 с образованием осадка на фильтре 612 и фильтрата 616. Осадок на фильтре 612 представляет собой твердый осадок, состоящий в основном из кристаллов полученного компонента.

Предпочтительно, чтобы практически все кристаллы полученного компонента из отходящего потока суспензии 608 попали в осадок на фильтре 612, и массовая
 45 концентрация полученного компонента (т.е. твердого и жидкого) в осадке на фильтре 612 была выше, чем в фильтрате 616. Осадок на фильтре 612 можно выделить из процесса 500 в виде потока продукта или при необходимости подвергнуть дальнейшей очистке. Фильтрат 616 представляет собой в основном жидкий поток жидкого вторичного компонента, и предпочтительно, чтобы практически весь жидкий
 50 вторичный компонент из отходящего потока суспензии 608 уходил в фильтрат 616. Однако фильтрат 616 может содержать полученный жидкий компонент и/или кристаллы полученного компонента.

На второй стадии кристаллизации 525 (и на любой другой последующей стадии кристаллизации) поток жидкого сырья включает фильтрат с предыдущей стадии кристаллизации. Таким образом, как показано, фильтрат 616 подают в кристаллизатор 530 с образованием отходящего потока суспензии 620, который

разделяют в фильтрующей колонне 540 на осадок на фильтре 624 и фильтрат 628. Преимущество использования фильтрующей колонны вместо центрифуги при последовательном расположении кристаллизаторов (или в описанных выше вариантах кристаллизации/повторного взмучивания) заключается в том, что фильтрующая колонна добавляет значительно меньше энергии (тепла) фильтрату, чем центрифуга. Конкретно говоря, механическое воздействие центрифуги во время разделения сообщает тепловую энергию кристаллам полученного компонента, вызывая плавление части кристаллов, что уменьшает выход кристаллов полученного компонента в осадке на фильтре центрифуги. Напротив, во время нормальной работы фильтрующей колонны генерируется мало тепла или оно вовсе не генерируется, что препятствует потерям в результате плавления и повышает реальный выход кристаллов полученного компонента. Более того, как подробно показано выше, было установлено, что стадии разделения (например, с использованием фильтрующих колонн), работающие в описанных здесь условиях производства пара-ксилола, с успехом ограничивают попадание молекулярного кислорода в различные технологические потоки.

На фигуре 4 показан еще один дополнительный вариант данного изобретения, который включает многостадийный способ разделения суспензии твердых веществ в жидкости 700. Процесс 700 включает центрифугу 710 и последующую фильтрующую колонну 720. В этом дополнительном варианте фильтрующая колонна 720 может увеличить выделение твердых веществ, которые иначе были бы потеряны в потоке фильтрата из центрифуги.

На фигуре 4 исходную суспензию 804, содержащую жидкость и диспергированные твердые вещества, подают на центрифугу 710 (например, центрифугу с сетчатым барабаном). В центрифуге 710 происходит по меньшей мере частичное разделение компонентов исходной суспензии 804 с образованием следующих трех выходящих потоков: осадка на центрифуге 808, содержащего жидкость и более 50 масс.% диспергированных твердых веществ, фильтрата 812 с низким содержанием твердых веществ, содержащего примерно 5 масс.% или меньше диспергированных твердых веществ, и фильтрата 816 с высоким содержанием твердых веществ, содержащего жидкость и примерно 5-50 масс.% (например, по меньшей мере примерно 10 масс.%) диспергированных твердых веществ. Фильтрат 816 с высоким содержанием твердых веществ затем подают в фильтрующую колонну 720, где образуется осадок 820, содержащий диспергированные твердые вещества, и фильтрат 824, содержащий жидкость. Массовая концентрация диспергированных твердых веществ в осадке 820 на фильтрующей колонне выше, чем в фильтрате 824 из фильтрующей колонны.

В целом осадок на центрифуге 808 и осадок на фильтрующей колонне 820 можно отвести в виде потока продукта и направить на дальнейшую переработку (например, очистку, плавление, хранение). Фильтрат 812 с низким содержанием твердых веществ и фильтрат из фильтрующей колонны 824 можно сбрасывать в стоки или обрабатывать дальше. Например, при использовании варианта способа из фигуры 4 для разделения и очистки пара-ксилола (т.е. диспергированными твердыми веществами являются кристаллы пара-ксилола, а жидкость представляет собой смесь углеводородов C₈, содержащую жидкий пара-ксилол) фильтраты 812 и 824, которые сравнительно

обеднены пара-ксилолом, можно направить в аппарат изомеризации для получения дополнительного количества пара-ксилола и затем вернуть на разделение/очистку (например, как описано выше).

Относительно раскрытого способа (и его различных вариантов) специалисты в данной области должны понимать, что для осуществления данного изобретения необходимы подходящее оборудование и система регулирования. Технологическое оборудование включает, но не ограничивается этим, соответствующие трубопроводы, краны, оборудование рабочей аппаратуры (например, реакционные сосуды с соответствующими входами и выходами, теплообменники, установки разделения и т.п.), снабженные регулируемыми устройствами и оборудованием для контроля качества. Более того, специалистам в данной области будет понятно, что большинство описанных рабочих операций, такие как, например, показанные на фигуре 1 и последующие, можно проводить параллельно на аналогичном оборудовании: установки разделения 120, 140 и 160; нагреватели 170, 242 и 274 и резервуары для повторных суспензий 130 и 150. Здесь также описано другое оборудование для способа, особенно его предпочтительные варианты.

Примеры

Следующие примеры иллюстрируют изобретение, но не ограничивают его объем.

Пример 1

Для определения влияния сепараторов на содержание молекулярного кислорода в технологических потоках из различных сепараторов было проведено тестирование исходного сырья и выходящих потоков жидкого вторичного компонента в фильтрах из разных сепараторов. Содержание кислорода определяли с помощью анализатора кислорода ORBISPHERE Model 2611E (выпускает Hach Ultra, Женева, Швейцария), который был откалиброван по воздуху, содержащему 20.9% кислорода. Перед определением кислорода образцы нагрели до 25°C и измерения проводили в закрытой системе (т.е. полностью изолированной от атмосферного кислорода).

В процессе очистки пара-ксилола была протестирована фильтрующая колонна, в которой используют азот в качестве вытесняющего потока и которая работает как установка разделения первой стадии (т.е. аналогична установке разделения 120 на фигуре 1). Подаваемая в фильтрующую колонну исходная суспензия и фильтрат проанализировали на содержание молекулярного кислорода в течение примерно суток. Данные за весь период тестирования (суммированные в таблице 1) показывают, что кислород не поступал в фильтрующую колонну. Эти данные показывают, что в фильтрующей колонне поглощалось некоторое количество кислорода из сырья и жидкий вторичный компонент содержал меньше кислорода, чем сырье. Конкретно, сырье содержало примерно 1.5 частей на миллион (м.д.) по массе кислорода, в то время как жидкий вторичный компонент фильтрата содержал менее примерно 0.4 м.д. кислорода. Благодаря сравнительно низкому содержанию кислорода жидкий вторичный компонент особенно пригоден для возвращения в установку изомеризации для дальнейшего получения пара-ксилола. Давление в фильтрующей колонне определяли в фунтах на квадратный дюйм (psig), и тогда не нужно фиксировать отношение атмосферного/обычного давлений.

Таблица 1

Содержание молекулярного кислорода в потоках фильтрующей колонны и рабочие давления фильтрующей колонны					
Время замера	O ₂ в фильтрующей колонне (м.д.)		Давление в фильтрующей колонне (psig)		
	Сырье	Фильтрат	Вход исходной суспензии	Вход N ₂	Выход фильтрата и N ₂

0.00 час	1.84	0.38	~150	~50	~2.5
19.67 час	1.41	0.30	~100	~40	~2
25.25 час	1.37	0.30	~100	~55	~2

Для сравнения в способе очистки пара-ксилола была также протестирована традиционная центрифуга в качестве установки разделения первой стадии (т.е. аналогичной установке разделения 120 на фигуре 1). Исходную суспензию и фильтрат двух центрифуг проанализировали на содержание молекулярного кислорода. В традиционные высокоскоростные центрифуги кислород проникает как в режиме стационарной работы, так и тогда, когда центрифугу периодически открывают для обслуживания и ремонта. В отличие от фильтрующей колонны данные, суммированные в таблице 2, показывают, что кислород поступает в традиционные центрифуги. Конкретно содержание кислорода увеличивается от 0.15 м.д. в сырье, подаваемом в центрифугу, до более примерно 0.7 м.д. (например, примерно до 0.8-1.5 м.д.) в фильтрате, выходящем из центрифуги. Поскольку содержание кислорода в фильтрате повышено по сравнению с фильтратом фильтрующей колонны, подача фильтрата из центрифуги в установку изомеризации без дополнительных стадий, направленных на уменьшение содержания кислорода, может привести к значительному закоксовыванию и/или закупорке установки изомеризации и ее предварительного нагревателя.

Таблица 2		
Содержание молекулярного кислорода в потоках центрифуги		
Центрифуга #	O ₂ в сырье на входе в центрифугу (м.д.)	O ₂ в фильтрате центрифуги (м.д.)
1	0.15	0.76
2	0.15	1.51

Пример 2

Процесс кристаллизации/двойного повторного взмучивания для очистки пара-ксилола (т.е. как показано на фигуре 1) был промоделирован для сравнения эффективности способа с использованием в качестве установки разделения фильтрующей колонны вместо центрифуг. В таблице 3 представлены данные о массовом балансе способа из фигуры 1, в котором оба аппарата разделения 120 и 140 являются фильтрующими колоннами, а аппарат разделения 160 представляет собой промывную колонну. В таблице 4 представлены данные о массовом балансе способа на фигуре 1, в котором все аппараты разделения 120, 140 и 160 представляют собой центрифуги. В таблицах 3 и 4 «номер потока» относится к потокам, помеченным на фигуре 1. «Состав» включает вклад в данный компонент от любой твердой и/или жидкой фазы, присутствующей в потоке. «Другие C₈» включают орто-ксилол, мета-ксилол, этилбензол и любые другие остальные алифатические и ароматические углеводороды. В каждом способе обычно получают потоки пара-ксилола повышенной чистоты на выходе каждой стадии (например, вплоть до чистоты пара-ксилола 99.9 масс.% в потоке 264 способа с фильтрующей колонной) и поток фильтрата 216, относительно богатый мета-ксилолом, орто-ксилолом и этилбензолом.

Таблица 3				
Способ очистки пара-ксилола с использованием фильтрующих колонн				
Номер потока	296	216	264	292
Температура (°F)	97.5	74.6	80.0	
Скорость потока (фунт/час Чистый поток п-ксилола)	710.9	610.9	100.0	130.4
	148.6	48.9	99.9	23.2

Содержание (масс.%) п-ксилола	20.9	8.0	99.9	17.8
Другие	79.1	92.0	0.1	82.2

5

Таблица 4

Способ очистки пара-ксилола с использованием центрифуг

Номер потока	296	216	264	292
Температура (°F)	97.5	73.1	80.0	
Скорость потока (фунт/час Чистый поток п-ксилола	732.3	632.3	100.0	130.7
	153.1	53.1	99.85	23.3
Состав (масс.%) п-ксилола Другие	20.9	8.4	99.85	17.8
	79.1	91.6	0.15	82.2

10

Значения, приведенные в таблицах 3 и 4, были пересчитаны на выход пара-ксилола 100 фунт/час в конечном полученном потоке 264, исходя из материального баланса. Распределение потоков сырья в разных аппаратах разделения твердых веществ и жидкости 120, 140 и 160 определили в расчете на приведенные выше массовые доли твердых веществ в осадке на фильтре и фильтрате для каждой установки разделения. Содержание твердых веществ (т.е. образовавшихся в результате кристаллизации пара-ксилола) в кристаллизаторе 110 и в резервуарах для повторного взмучивания 130 и 150 рассчитано в предположении о термическом равновесии.

15

20

25

30

35

В таблице 5 приведено сравнение общих параметров процесса с использованием фильтрующей колонны (таблица 3) и центрифуги (таблица 4). Такие параметры эффективности процесса, как «чистота», относятся к концентрации пара-ксилола в конечном потоке продукта 264, «выделение» относится к количеству пара-ксилола в конечном потоке продукта 264 по отношению к количеству пара-ксилола в сырье для стадии кристаллизации 296 и «выход» относится к количеству пара-ксилола в конечном потоке продукта 264 относительно количества углеводов в сырье из смеси ксилолов 292. «Сырье для установки изомеризации» относится к общему количеству углеводов, подаваемых в установку изомеризации 180 в фильтрате 216, в расчете на единицу количества пара-ксилола, полученного в конечном потоке продукта 264. «Нагрузка кристаллизатора» означает нагрузку на единичную операцию охлаждения кристаллизатора. Как «сырье для установки изомеризации», так и «нагрузка кристаллизатора» являются безразмерными величинами, нормированными на соотношение сырье/нагрузка, рассчитанное для случая центрифуги. В таблице 5 также приведены температуры двойной эвтектики, относящиеся к составам, подаваемым в кристаллизатор 110.

40

Таблица 5

Сравнение способов очистки пара-ксилола

Параметр способа	Фильтрующая колонна	Центрифуга	% Различия
Эффективность по п-ксилолу (масс.%)			
Чистота п-ксилола	99.9	99.85	
Выделение п-ксилола за проход	67.2	65.2	
Выход п-ксилола	76.6	76.4	
Сырье для установки изомеризации (-)	0.966	1.000	-3.4%
Нагрузка кристаллизатора (-)	0.973	1.000	-2.7%
Двойная эвтектика (°F)	-90.9	-90.9	

50

Данные таблицы 5 показывают преимущества способа очистки пара-ксилола с использованием фильтрующей и промывной колонн в описанных здесь условиях по сравнению со способом, использующим технологию разделения твердых веществ и

жидкости на традиционной центрифуге. В целом способ с фильтрующей колонной, работающий в приведенных здесь условиях (например, способ с фильтрующей колонной), более эффективен и обеспечивает более высокую чистоту пара-ксилола в конечном продукте и лучшие показатели степени выделения и выхода. Способ с
 5 фильтрующей колонной также значительно уменьшает нагрузку на установку изомеризации 180. В способе с центрифугой концентрация пара-ксилола в фильтрате 216 выше на 0.4 масс.% пара-ксилола, и это означает, что более значительная часть пара-ксилола не выделяется и без особой необходимости
 10 возвращается в способ с центрифугой (т.е. возвращается примерно на 8.6% больше пара-ксилола по сравнению со способом с фильтрующей колонной). Эта потеря может быть обусловлена, например, механическим теплом, выделяющимся в центрифуге, которое может расплавить некоторую часть твердого пара-ксилола, кристаллизующегося в кристаллизаторе 110, а это приводит к тому, что часть пара-
 15 ксилола проходит в фильтрат 216 вместо того, что выделяется в осадок на фильтре 212. Уменьшение скорости потока вещества, возвращаемого в установку изомеризации 180 при использовании фильтрующих колонн (т.е. уменьшение на 3.4%), в указанных условиях приводит к уменьшению эксплуатационных расходов на
 20 установку изомеризации 180. Способ с фильтрующей колонной также более энергетически эффективен благодаря более низкой нагрузке на охлаждение кристаллизатора (т.е. уменьшению этой нагрузки на 2.7%). Эта эффективность перевешивает любые черты неэффективности, обусловленные тем, что в фильтрующей колонне получают более влажный осадок на фильтре, чем в центрифуге.

Поскольку другие модификации и изменения, соответствующие конкретным рабочим требованиям и безопасности, будут очевидны специалистам в данной области, не следует считать, что изобретение ограничено примерами, выбранными для раскрытия изобретения, а включает все варианты и модификации, не отклоняющиеся
 30 от истинного смысла и объема данного изобретения.

Соответственно приведенное выше описание служит только для ясности понимания и не содержит излишних ограничений, поскольку специалистам будут очевидны возможные модификации в объеме изобретения.

Во всем описании, включающем составы, способы или аппаратуру, а также
 35 компоненты, стадии или материалы, предполагается, что составы, способы или аппаратура могут также включать любые комбинации указанных компонентов или материалов, если не указано иное. Предполагается, что комбинации компонентов включают гомогенные и/или гетерогенные смеси, как будет понятно специалисту в
 40 данной области из приведенного описания.

Формула изобретения

1. Способ разделения, включающий выделение пара-ксилола и молекулярного кислорода из суспензии, содержащей пара-ксилол и другие изомеры ксилола, при
 45 котором на стадии разделения устанавливают давление, которое на 0.5-30 psi выше атмосферного давления.

2. Способ по п.1, в котором пара-ксилол и молекулярный кислород выделяют из суспензии в фильтрующей колонне с образованием осадка на фильтре, содержащего
 50 пара-ксилол, и фильтрата, содержащего жидкий вторичный компонент, причем жидкий вторичный компонент содержит продукт, обедненный пара-ксилолом.

3. Способ по п.2, в котором рабочее давление в фильтрующей колонне на 0.5-30 psi выше атмосферного давления.

4. Способ по п.2, в котором суспензия содержит также примерно 5 частей на миллион (м.д.) по массе молекулярного кислорода в расчете на общую массу суспензии.

5. Способ по п.2, в котором жидкий вторичный компонент в фильтрате не содержит молекулярный кислород в количестве, не влияющем на работу оборудования.

6. Способ по п.2, в котором фильтрат содержит также вытесняющий поток и по меньшей мере либо осадок на фильтре либо вытесняющий поток для фильтрата содержит по меньшей мере часть введенного в аппаратуру молекулярного кислорода.

10 7. Способ по п.6, в котором по меньшей мере либо осадок на фильтре либо вытесняющий поток для фильтрата содержит практически весь попавший в аппаратуру молекулярный кислород.

15 8. Способ разделения, включающий выделение пара-ксилола из суспензии, состоящей из пара-ксилола и других изомеров ксилола, при давлении на 0,5-30 psi выше атмосферного, с образованием обедненного пара-ксиллом продукта и изомеризацию продукта разделения, обедненного пара-ксиллом.

20

25

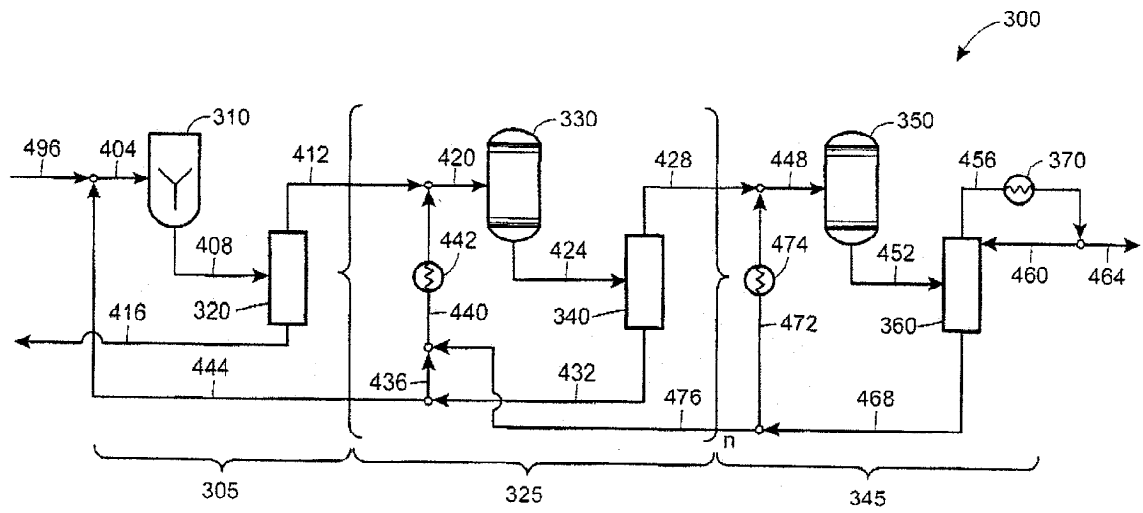
30

35

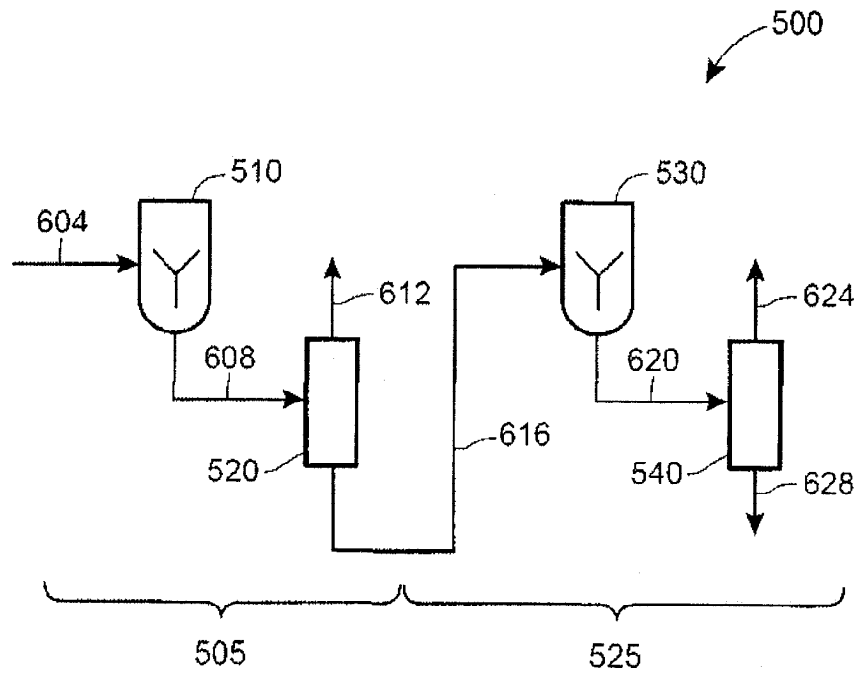
40

45

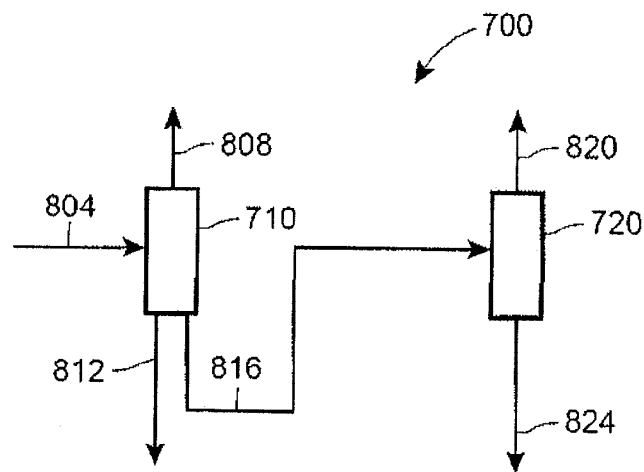
50



ФИГ. 2



ФИГ. 3



ФИГ. 4