

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

126371

Patent dodatkowy
do patentu 1 _____

Zgłoszono: 22.06.79 (P. 216526)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 31.01.81

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1985

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
[Leczenie]

Int. Cl.³

C07C 63/26
C07C 51/42

Twórca wynalazku:

Uprawniony z patentu: JGC Corporation, Tokio; Orient Kagaku Kogyo
K.K., Osaka (Japonia)

Sposób wyodrębniania kwasu tereftalowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania kwasu tereftalowego.

W przemysłowym procesie wytwarzania kwasu tereftalowego wykorzystuje się na ogół utlenianie p-ksylenu wobec katalizatora, takiego jak sól lub sole metali ciężkich, np. Co lub Co+Mn, za pomocą tlenu cząsteczkowego, w środowisku niższego kwasu alifatycznego, zwykle kwasu octowego.

Istnieje kilka wariantów prowadzenia tego procesu, w których stosowane są różne warunki. Etap oczyszczania przez uwodornienie w środowisku wodnym stosuje się w celu otrzymania kwasu tereftalowego o wymaganej czystości, jeżeli wysoka czystość produktu nie jest konieczna etap ten jest pomijany.

Istotny etap w przemysłowym procesie wytwarzania kwasu tereftalowego stanowi wyodrębnianie tego produktu w postaci suchego proszku z mieszaniny z kwasem octowym i/lub wodą stosowanymi jako rozpuszczalnik. W tym celu kwas tereftalowy oddzielony w separatorze odśrodkowym osusza się w przepływie gazu niekondensującego, np. azotu w wyparce obrotowej. Tą metodą można zmniejszyć pozostałość cieczy w kwasie tereftalowym do około 0.1% wagowego.

Szybkość suszenia tą metodą jest jednak niska ponieważ zależy ona od ciśnienia pary kwasu octowego i/lub wody w stosowanej temperaturze ogrzewania. Proces suszenia posiada zatem szereg niedogodności, jak długi okres pozostawiania ma-

2

teriału w wyparce, co wymaga stosowania dużego aparatu, obniżone przewodnictwo cieplne ze względu na adhezję kwasu tereftalowego na ściankach rur, w których przepływa substancja ogrzewająca (para) i związane z tym trudności eksploatacyjne. Poza tym suszenie to wymaga układu zapewniającego cyrkulację gazu suszącego, np. azotu, to znaczy dmuchawy połączonej ze skruberm do odzyskiwania kwasu tereftalowego porwanego w strumieniu gazu z wymiennikiem ciepła do ogrzewania gazu suszącego. Praca układu suszącego wymaga utrzymania stałej szybkości rozdziału w separatorze odśrodkowym dla zapewnienia równomiernego wprowadzania zawiesiny do suszarki obrotowej przez podajnik ślimakowy. Jeżeli zawartość pozostałej cieczy zmienia się, wówczas kwas tereftalowy zestala się w podajniku ślimakowym, co z kolei zahamowuje transport, a nawet zmusza do przerwania pracy układu suszącego. Szczelność wyparki obrotowej dla gazu jest trudna do osiągnięcia co pociąga za sobą straty gazu.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wyodrębniania kwasu tereftalowego, w którym znacznie zmniejszono trudności związane z suszeniem kwasu tereftalowego i wyeliminowanie suszarki obrotowej.

Sposób wyodrębniania kwasu tereftalowego przez usunięcie kwasu octowego i/lub wody z zawiesiny zawierającej kwas tereftalowy oraz kwas octowy i/lub wodę według wynalazku polega na tym, że

zawieszinę tę ogrzewa się w podgrzewaczu rurowym, w skład którego wchodzi co najmniej jedna rura grzewcza kończąca się z jednej strony w komorze rozdzielczej, w którym zawieszinę przeprowadza się w mieszaninę ciała stałego — gaz. Mieszanie tę wprowadza się do komory rozdzielczej w celu rozdzielania fazy stałej i gazowej, otrzymując kwas tereftalowy w postaci suchego proszku przy czym zawartość kwasu tereftalowego w zawieszinie jest mniejsza od wartości „C” określonej następującym wzorem:

$$C = (2.5\theta^{0.4} + 66)\alpha + (3.2\theta^{0.35} + 74)(1 - \alpha).$$

w którym C jest wyrażone jako procent wagowy. Q oznacza temperaturę rury grzewczej w °C, α oznacza ułamek molowy wody w zawieszinie. $(1 - \alpha)$ oznacza ułamek molowy kwasu octowego w tej zawieszinie, a kwas octowy ewentualnie poddaje się regeneracji.

Ponieważ było przyjęte, że w przypadku wprowadzenia zawiesziny o dużym stężeniu do rury grzewczej w celu odparowania cieczy musi wystąpić hamowanie i zatykanie stwierdzenie powyższe jest zaskakujące.

Sposób według wynalazku ilustrują załączone rysunki. Fig. 1 stanowi schemat przepływowego urządzenia do wytwarzania suchego kwasu tereftalowego sposobem według wynalazku. Fig. 2 przedstawia zależność dalej określonego w opisie krytycznego stężenia zawiesziny w sposobie według wynalazku. Fig. 3 przedstawia krzywe równowagi w układzie kwas octowy — woda, określające zależność między ciśnieniem w komorze rozdzielczej i temperaturę w rurze grzewczej, które pozwalają dobrać warunki w przypadku pracy pod zwiększonym ciśnieniem.

Figura 1. Zawieszinę ze zbiornika 1 wprowadza się za pomocą pompy 2 do rury grzewczej 3 przy wlocie 4. Zawieszina zostaje ogrzana w rurze za pomocą na przykład pary, przy ogrzewaniu w temperaturze 100°C, lub wody, przy ogrzewaniu do temperatury niższej od 100°C, albo innego czynnika ogrzewającego, albo za pomocą ogrzewania elektrycznego. W miarę przepływu zawiesziny przez rurę następuje odparowanie kwasu octowego i/lub wody i powstaje silnie fluidalna mieszanina dwufazowa ciało stałe — gaz. Wylot 6 rury grzewczej 3 wchodzi do komory rozdzielczej 7 w której następuje rozdział mieszaniny wprowadzanej rurą 3, na fazę stałą i gazową.

Faza gazowa wchodzi do skraplacza 8 i zostaje schłodzona wodą chłodzącą 9 i skroplona, a kondensat zbiera się w zbiorniku 10.

Alternatywnie, fazę gazową kieruje się do aparatu do regeneracji kwasu octowego w celu oddzielenia kwasu od wody. W przypadku gdy fazę gazową otrzymaną w komorze rozdzielczej stanowi kwas octowy zawierający pewną ilość wody, a kwas ten ma być zawrócony do reaktora do utleniania p-ksylenu, wówczas w celu zmniejszenia zawartości wody w kwasie octowym fazę gazową kieruje się do kolumny regeneracyjnej 15 w celu odzyskania kwasu octowego. W tym przypadku fazę gazową można skierować do kolumny poprzez wyparkę 14 do kwasu octowego, znajdującą się w instalacji do produkcji kwasu tereftalowego dla

usuwania zanieczyszczeń lugów macierzystych. Ejektor EJ redukuje ciśnienie do wartości odpowiedniej do odparowania kwasu octowego.

W przypadku gdy fazę gazową stanowi kwas octowy zawierający pewną ilość wody, gaz ten można skroplić wykorzystując następnie w innym etapie niż utlenianie, np. do przemycania wytrąconego kwasu octowego. Jeżeli fazę gazową stanowi kwas octowy o wysokim stopniu czystości, wówczas należy skraplać ten kwas i kierować do ponownego użycia. Natomiast, w przypadku, gdy faza gazowa zawiera wodę należy ją skraplać i kierować do etapu traktowania wodą.

Faza stała, to znaczy kwas tereftalowy zbiera się w komorze 7, w postaci suchego proszku lub łatwo kruszącej się masy, które odbiera się metodą ciągłą lub rzutową poprzez zawór 11 umieszczony w dnie komory 7. Komora rozdzielcza 7 zaopatrzona jest w płaszcz grzejny 12 dla zabezpieczenia przed skraplaniem fazy gazowej wewnątrz komory.

Układ kwas tereftalowy oraz kwas octowy i/lub woda o zawartości składników stałych do 70% wagowych może być traktowany jako zawieszina w konwencjonalnych urządzeniach do transportu, jak pompa do zawieszin. W pobliżu 75% znajduje się granica pozwalająca traktować ten układ jako zawieszinę, a przy zawartości 80% substancji stałych traci on ruchliwość i powinien być traktowany raczej jako wilgotna stała masa niż jako zawieszina. Sposobem według wynalazku można poddawać przeróbce układ o zawartości substancji stałych wynoszącej nawet 80—90% lub więcej, dlatego układ nadający się do suszenia sposobem według wynalazku w opisie tym określany jest jako zawieszina.

Zawieszina o wysokim stężeniu, która jest trudna do przepompowywania pompą do zawieszin, może być przetłaczana do rury grzewczej za pomocą nadciśnienia gazu, np. azotu lub pary.

W trakcie odparowywania zawiesziny o niskiej zawartości kwasu tereftalowego w połączeniu rury grzewczej i komory rozdzielczej ilość ciekłego ośrodka, a następnie również gazu powstałego po jego odparowaniu jest stosunkowo duża w porównaniu z ilością stałego kwasu tereftalowego dzięki czemu ma ona wystarczające działanie fluidyzacyjne i zdolność przenoszenia kwasu tereftalowego w postaci proszku. W tym przypadku można oczywiście prowadzić proces ciągły bez zjawiska zatykania.

Większa zawartość ośrodka ciekłego w zawieszinie wymaga z kolei dostarczenia większej ilości ciepła do rury grzewczej, a zatem pojemność robocza urządzenia pozostaje mała. Stanowi to cechę ujemną z ekonomicznego punktu widzenia i z tego względu zawieszina przerabiana sposobem według wynalazku powinna zawierać 50% wagowych lub więcej kwasu tereftalowego.

W przeciwnym przypadku, gdy zawieszina zawiera większy procent kwasu tereftalowego, siła tłocząca ośrodka ciekłego oraz powstałego z niej gazu jest mała, co umożliwia wystąpienie zjawiska zatykania.

Reasumując, w praktyce przemysłowej korzyst-

ne jest przerabianie zawiesiny o możliwie najwyższym stężeniu, przy którym jest jeszcze małe niebezpieczeństwo zatykania się aparatury, zarówno ze względu na najlepsze wykorzystanie aparatu jak i zużycie energii.

Podany wyżej wzór pozwala na określenie składu zawiesiny (α i $1-\alpha$) w określonym przypadku, przy czym dla danej temperatury stężenie powinno być niższe od stężenia krytycznego wyliczonego z tego wzoru, ewentualnie na określenie temperatury, która powinna być wyższa od temperatury spełniającej powyższe równanie dla określonego składu zawiesiny.

Figura 2 przedstawia wyżej podaną zależność. Trzy krzywe określają krytyczne stężenie zawiesiny w różnych temperaturach dla układów z $\alpha=0$ (ośrodek ciekły stanowi sam kwas octowy), $\alpha=0,767$ (kwas octowy/woda=1/33) oraz $\alpha=1,0$ (sama woda). Gdy przeróbkę zawiesiny prowadzi się w warunkach poniżej tych krzywych, wówczas proces przebiega bez zatkania się rury grzewczej.

Ciśnienie w komorze rozdzielczej może być zmieniane w szerokim zakresie. Proces przy ciśnieniu niższym od atmosferycznego prowadzi się wtedy gdy potrzebne jest schłodzenie i skroplenie fazy gazowej.

W procesie wytwarzania kwasu tereftalowego często stosowana jest regeneracja kwasu octowego oddzielonego od kwasu tereftalowego i ponowne użycie w etapie utleniania p-ksylenu. W przypadku pracy pod zmniejszonym ciśnieniem w komorze rozdzielczej oddzielony kwas octowy ewentualnie z domieszką wody przechodzi do wyparki lub kolumny destylacyjnej, przeznaczonych do jego oczyszczania, w stanie ciekłym ze względu na chłodzenie i kondensację i musi być ogrzany ponownie i przeprowadzony w stan gazowy. Wy-chładzanie, a następnie ogrzewanie kwasu octowego jest nieekonomiczne ze względu na zużycie energii, korzystne jest zatem wprowadzanie kwasu octowego w stanie gazowym do urządzeń regenerujących. Jeżeli ciśnienie w komorze rozdzielczej jest niższe niż w kolumnie do regeneracji kwasu octowego, wtedy do wprowadzenia fazy gazowej zawierającej kwas octowy należy użyć ejektor. Jako gaz napędzający do ejektora można użyć gazowy kwas octowy z podgrzewacza wtórnego kolumny do regeneracji kwasu octowego.

Aby przesyłać kwas octowy w stanie gazowym należy stosować w komorze rozdzielczej podwyższone ciśnienie, np. od normalnego do kilkuset kPa. Górne ciśnienie nie ma określonego limitu do wartości przy której następuje skraplanie gazu. W praktyce nadaje się do stosowania ciśnienie od normalnego do 588 kPa ze względu na prostotę konstrukcji urządzenia i łatwość sterowania.

Wyższe ciśnienie nie daje praktycznie żadnej korzyści. Urządzenie do regeneracji kwasu octowego, do którego wprowadza się fazę gazową, pracuje zwykle pod normalnym ciśnieniem.

Gdy ciśnienie w komorze rozdzielczej jest wysokie, wtedy także temperatura w rurze grzewczej musi być odpowiednio wysoka. Właściwa temperatura rury grzewczej zależy również od składu ciekłego ośrodka zawiesiny.

Figura 3 przedstawia krzywe równowagi w układzie gaz-ciecz dla ośrodka ciekłego: kwas octowy/woda stosunek wagowy 0/100, 50/50 i 90/10, albo odpowiednio o $\alpha=1,000$, $\alpha=0,767$ i $\alpha=0,270$ wyrażona jako ułamek molowy wody. Zakresy poniżej krzywych odpowiadają obszarom kondensacji, w których ośrodek zawiesiny znajduje się w stanie ciekłym. Konieczne jest zatem pracowanie w zakresach powyżej tych krzywych. Doskonały rozdział uzyskuje się w temperaturze o 20°C wyższej od temperatury równowagi.

Stwierdzono jednocześnie, że zbyt wysoka temperatura często obniża jakość produktu, tzn. kwasu tereftalowego, np. przez zmianę jego koloru. W celu uniknięcia ewentualnej obniżki jakości produktu należy stosować, określoną doświadczalnie, temperaturę maksymalną nie przekraczającą 240°C.

W przypadku gdy istotne jest jak największe obniżenie zawartości cieczy w wytwarzanym kwasie tereftalowym, należy odbierać kwas tereftalowy w postaci proszku lub łatwo kruszącej się masy przez zawór 11 do pojemnika 13, utrzymując pojemnik 13 pod zmniejszonym ciśnieniem niższym od ciśnienia w komorze rozdzielczej 12, albo trzymać pod zmniejszonym podłączając do pompy próżniowej. Dobry efekt daje mieszadła spiralnego. W pojemniku, np. za pomocą mieszadła spiralnego. Korzystne jest także przepuszczanie przez ten pojemnik strumienia suchego gazu obojętnego, np. azotu, a zwłaszcza gazu podgrzanego. Przepuszczanie gazu korzystnie prowadzi się przy pracy pod zmniejszonym ciśnieniem.

Sposobem według wynalazku kwas tereftalowy otrzymuje się bez kłopotów związanych z tradycyjną metodą z zastosowaniem wyparki obrotowej. Ponieważ możliwe jest stosowanie zawiesiny o wysokim stężeniu substancji stałych proces charakteryzuje wysoka wydajność i niskie zużycie energii. Utrzymywanie warunków zdefiniowanych wyżej podanym wzorem zapewnia pracę ciągłą bez zatykania się rury grzewczej.

Przykład I. Zawiesinę kwasu tereftalowego osuszono stosując urządzenie przedstawione na fig. 1. Komora rozdzielcza posiadała okienko szklane przez które można było obserwować wyrzucanie kwasu tereftalowego w postaci proszku z wylotu rury grzewczej. Ewentualne zatykanie się rury można było łatwo stwierdzić po ustaniu wpływu proszku z rury grzewczej. Do rury grzewczej wprowadzano zawiesinę zawierającą 80% wagowych substancji stałych oraz jako ośrodek ciekły sam kwas octowy. Jednorodne wprowadzanie zawiesiny przeprowadzone przez zasysanie przez komorę rozdzielczą, w której utrzymywano ciśnienie 16,0 kPa. Temperaturę rury grzewczej wynoszącą 80°C utrzymywano za pomocą gorącej wody.

Proces odbywał się bez jakiegokolwiek zatykania się rury. Po 30 minutach pracy urządzenia wydobyto kwas tereftalowy zebrany na dnie komory rozdzielczej. W produkcie określono zawartość pozostałej cieczy przez ogrzewanie w piecu elektrycznym, w atmosferze azotu, w ciągu 2 godzin, która wynosiła 650 części na milion.

Próba kontrolna I. Postępowano jak w przykładzie I stosując wyższe stężenie zawiesiny,

wynoszące 90%. Po około 2 minutach od rozpoczęcia procesu wystąpiło zatykanie się rury. Następnie zawieszinę tłoczono za pomocą gazu pod ciśnieniem 490 kPa ale korek nie został rozpuszczony.

Jeżeli w zbiorniku z zawiesziną od razu zastosowano ciśnienie 490 kPa zatykanie się rury również wystąpiło po kilku minutach.

Stwierdzono, że rura grzewcza była w środku całkowicie wypełniona kwasem tereftalowym w stanie wilgotnym i w postaci proszku.

Przykłady II—XI. Powtarzano suszenie kwasu tereftalowego stosując różny skład zawiesziny i ośrodka ciekłego oraz różne temperatury rury grzewczej, tak aby spełnione było wyżej podane równanie. Zmieniano także podciśnienie w komorze rozdzielczej.

We wszystkich przypadkach praca urządzenia trwała długo i uzyskano wysoce osuszony kwas tereftalowy w postaci proszku.

Próby kontrolne II—VII. Powtarzano suszenie kwasu tereftalowego stosując różny skład zawiesziny i ośrodka ciekłego oraz różne temperatury, takie które nie odpowiadały warunkom związanym ze sposobem według wynalazku.

Zatykanie się rury występowało po krótkim okresie pracy i nie dawało się już usunąć.

Warunki prowadzenia procesu w powyższych przykładach oraz próbach kontrolnych podano odpowiednio w tablicy 1 i 2.

Temperatury i stężenie zawiesin stosowane w tych przykładach i próbach kontrolnych wykreślono na fig. 2 z odpowiednimi odnośnikami.

Tablica 1
Przykłady

Próba	Ośrodek zawiesziny	Stęż. zawiesziny % wag.	Temp. rury grzewczej °C	Ciśnienie w komorze rozdziel. kPa	Praca ciągła	Ciecz pozostała w produkcie (części na milion)
1	$\alpha=0$	80	80	16,0	tak	650
2	„	92	200	40,0	„	710
3	„	95	250	40,0	„	750
4	$\alpha=1,0$	75	120	40,0	„	350
5	„	85	200	40,0	„	420
6	„	88	280	40,0	„	480
7	$\alpha=0,767$	85	120	40,0	„	470
8	„	88	200	40,0	„	460
9	$\alpha=0$	90	200	80,0	„	720
10	$\alpha=1,0$	85	200	80,0	„	650
11	$\alpha=0$	33	158	40,0	„	560

Tablica 2
Próby kontrolne

Próba	Ośrodek zawiesziny	Stęż. zawiesziny % wag.	Temp. rury grzewczej °C	Ciśnienie w komorze rozdziel. kPa	Praca ciągła
1	$\alpha=0$	90	80	16,0	NIE zatykanie po 2 min.
2	„	95	200	40,0	NIE zatykanie po 3 min.
3	$\alpha=1,0$	85	120	40,0	NIE
4	„	88	200	40,0	NIE
5	„	95	280	40,0	NIE zatykanie po 5—6 min.
6	$\alpha=0,767$	90	120	40,0	NIE
7	„	94	200	40,0	NIE

Przykład XII. W tym samym urządzeniu, które stosowano w przykładzie I, dołączono pojemnik na stały produkt. Do rury grzewczej wprowadzano zawieszinę zawierającą 60% wagowych substancji stałych i ośrodek ciekły o składzie 90% wagowych kwasu octowego i 10% wagowych wody ($\alpha=0,270$). Rurę grzewczą ogrzewano parą wod-

ną do 130°C. Ciśnienie w komorze rozdzielczej wynosiło 98 kPa czyli normalne.

W tych warunkach proces przebiegał bez zatykania się rury grzewczej. Po 10 minutach pracy zamknięto zawór w dnie komory rozdzielczej i kwas tereftalowy pobierano z pojemnika. Zawartość cieczy pozostałej w kwasie, określona wyżej podaną metodą, wyniosła 740 części na milion.

Przykłady XII—XXIX oraz próby kontrolne VIII—XIII. Postępowano jak w przykładzie XII stosując różne ośrodki i stężenia zawiesiny oraz temperatury rury grzewczej i ciśnienia w komorze rozdzielczej. Wyniki dla przykładów XII—XXIX przedstawiono w tablicy 3, a dla prób kontrolnych VIII—XIII w tablicy 4.

Przykład XXX. Mieszalnik spiralny użyto

jako pojemnik na kwas tereftalowy. Rozdział ciała stałego i gazu prowadzono w takich samych warunkach jak w przykładzie XII. Po 10 minutach pracy urządzenia zamknięto zawór 11 i obniżono ciśnienie w pojemniku do 9,8 kPa. Następnie przy mieszaniu wprowadzono do pojemnika azot. Kwas tereftalowy wydobyto z pojemnika po podniesieniu ciśnienia do atmosferycznego. Zawartość pozostałej cieczy wynosiła tylko 350 części na milion.

Tablica 3
Przykłady

Próba	Ośrodek zawiesiny	Stężenie zawiesiny % wag.	Temperatura rury grzewczej °C	Ciśnienie w komorze rozdzielczej kPa	Praca ciągła	Produkt	
						ciecz pozostała (części na milion)	wygląd kwasu
12	$\alpha=0,270$	60	130	98	tak	740	dobry
13	"	60	240	98	"	510	"
14	"	60	245	98	"	510	żółtawy
15	"	60	185	490	"	930	dobry
16	"	60	205	735	"	960	"
17	"	60	215	980	"	1230	"
18	"	60	245	1176	"	1250	żółtawy
19	"	90	150	98	"	710	dobry
20	$\alpha=0,767$	60	122	147	"	710	"
21	"	60	245	147	"	480	żółtawy
22	"	60	175	686	"	860	dobry
23	"	60	190	980	"	1100	"
24	"	85	130	98	"	770	"
25	$\alpha=1,000$	60	130	147	"	620	"
26	"	60	245	147	"	450	żółtawy
27	"	60	185	686	"	810	dobry
28	"	60	200	980	"	780	"
29	"	85	170	196	"	580	"

Tablica 4
Próby kontrolne

Próba	Ośrodek zawiesiny	Stężenie zawiesiny % wag.	Temp. rury grzewczej °C	Ciśnienie w komorze rozdzielczej kPa	Praca ciągła	Produkt	
						ciecz pozostała (części na milion)	wygląd kwasu
8	$\alpha=0,270$	60	120	98	tak	nie oznaczono	zawierał mokre kawałki
9	„	60	195	735	„		
10	$\alpha=0,767$	60	115	147	„		
11	„	60	185	1029	„	duża ilość	
12	$\alpha=1,000$	60	125	147	„		
13	„	60	195	980	„		

Przykład XXXI i XXXII. Powtórzono przykład XXX z innymi temperaturami rury grzewczej i ciśnieniami w komorze rozdzielczej.

Przykład XXXIII. Kwas tereftalowy oddzielono od fazy gazowej w takich samych warunkach jak w przykładzie XII. Po 10 minutach pracy

urządzenia zamknięto zawór 11, i przez pojemnik przepuszczano ogrzany azot z natężeniem 27,8 $\mu\text{m}^3/\text{s}$ w ciągu 5 minut.

Przykład XXXIV. Powtórzono przykład XXXI z tą różnicą, że ciśnienie w mieszalniku spiralnym wynosiło 147 kPa. Warunki te odpo-

Tablica 5
Przykłady

Próba	Ośrodek zawiesiny	Stężenie zawiesiny % wag.	Temp. rury grzewczej °C	Ciśnienie w komorze rozd. kPa	Praca ciągła kPa	Produkt	
						ciecz pozostała (części na milion)	wygląd kwasu
30	$\alpha=0,270$	60	130	98	9,8	350	dobry
31	"	60	185	490	9,8	320	"
32	"	60	215	980	9,8	370	"
33	"	60	130	98	9,8	380	"
34	"	60	185	490	147	780	"

wiadają modyfikacji przykładu IV, w którym ciśnienie w pojemniku mimo że nie obniżone znacznie, było niższe od ciśnienia w komorze rozdzielczej.

Wyniki uzyskane w przykładach XXX—XXXIV podano w tablicy 5. Warunki temperaturowo-ciśnieniowe w przykładach XIII—XXXIV i próbach kontrolnych VII—XIII wykreślono na fig. 3.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania kwasu tereftalowego z zawiesiny zawierającej kwas tereftalowy oraz kwas octowy i/lub wodę **znamienny tym**, że zawiesinę tę ogrzewa się w podgrzewaczu rurowym, przeprowadza się w mieszaninę ciała stałe-gaz, wprowadza do komory rozdzielczej w celu rozdzielenia fazy stałej i gazowej, otrzymując kwas tereftalowy w postaci suchego proszku, przy czym zawartość kwasu tereftalowego w zawieszynie jest mniejsza od wartości „C” określonej wzorem:

$$C = (2,5\theta^{0,4} + 66)\alpha + (3,2\theta^{0,35} + 74)(1 - \alpha),$$

w którym C jest wyrażone jako procent wagowy, θ oznacza temperaturę rury grzewczej w °C, α oznacza ułamek molowy wody w zawieszynie, a $(1 - \alpha)$, oznacza ułamek molowy kwasu octowego w zawieszynie a kwas octowy ewentualnie poddaje się regeneracji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w

komorze rozdzielczej stosuje się ciśnienie niższe od ciśnienia atmosferycznego.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że fazę gazową oddzieloną w komorze rozdzielczej wprowadza się za pomocą ejektora do kolumny do regeneracji kwasu octowego, ewentualnie po odparowaniu kwasu octowego.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w komorze rozdzielczej stosuje się ciśnienie atmosferyczne lub wyższe i temperaturę w otoczeniu wylotu rury grzewczej wyższą co najmniej 20° od punktu rosy środowiska zawiesiny pod ciśnieniem stosowanym w komorze rozdzielczej.

5. Sposób według zastrz. 4, **znamienny tym**, że stosuje się w komorze rozdzielczej ciśnienie absolutne do 588 kPa.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że fazę gazową oddzieloną w komorze rozdzielczej wprowadza się do kolumny do regeneracji kwasu octowego, ewentualnie przez wyparkę do kwasu octowego.

7. Sposób według zastrz. 4, **znamienny tym**, że stosuje się w rurze grzewczej temperaturę nie przekraczającą 240°C.

8. Sposób według zastrz. 4, **znamienny tym**, że zbiera się kwas tereftalowy w pojemniku utrzymującym w pojemniku niższe ciśnienie niż w komorze rozdzielczej oraz/lub przepuszcza się przez ten pojemnik gaz obojętny, osuszając kwas tereftalowy.

FIG. 1

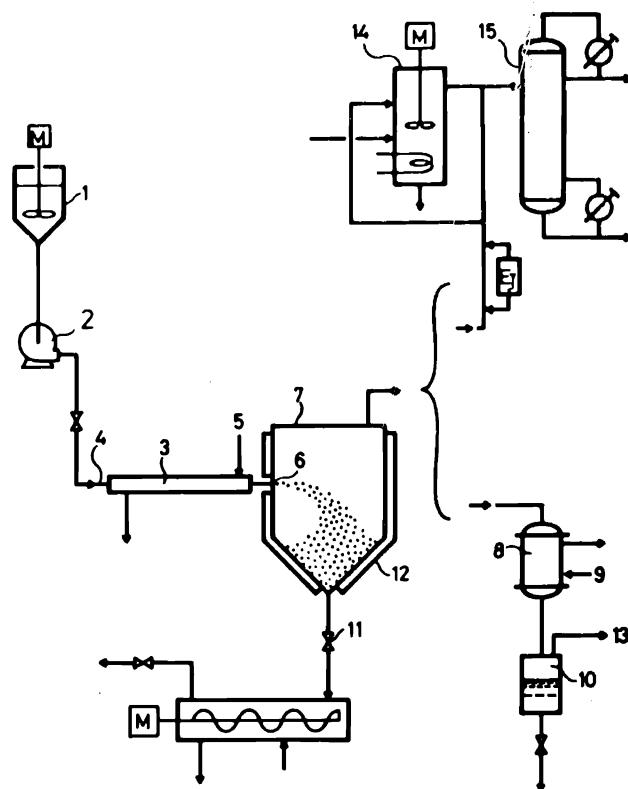


FIG. 2

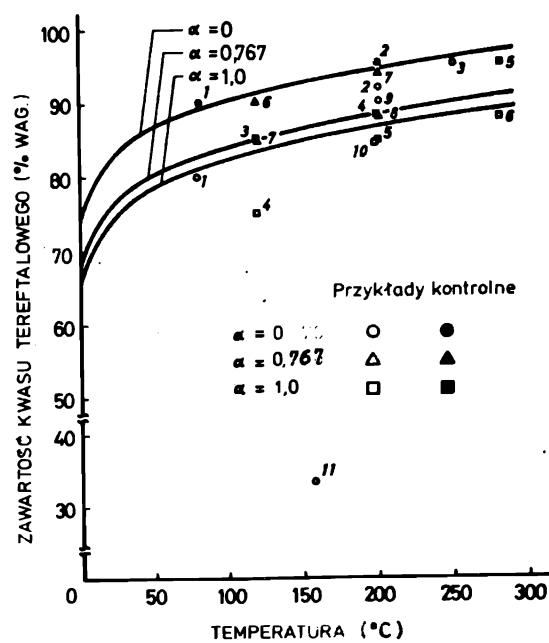


FIG. 3

