[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C07C 51/42 (2006.01)
C07C 55/14 (2006.01)

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480028421.X

[43] 公开日 2006 年 11 月 8 日

[11] 公开号 CN 1860094A

[22] 申请日 2004.9.15
[21] 申请号 200480028421.X
[30] 优先权
[32] 2003.9.30 [33] US [31] 10/674,308
[86] 国际申请 PCT/US2004/030145 2004.9.15
[87] 国际公布 WO2005/033057 英 2005.4.14
[85] 进入国家阶段日期 2006.3.30
[71] 申请人 因维斯塔技术有限公司
地址 瑞士苏黎世
[72] 发明人 B·C·苏特拉哈
[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 关立新 邹雪梅

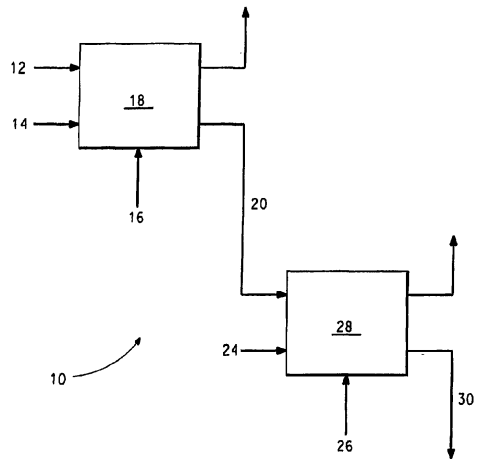
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页
按照条约第 19 条的修改 1 页

[54] 发明名称

己二酸的干燥

[57] 摘要

本发明公开了使用至少两个干燥场所用于干燥湿固体己二酸的方法，其中湿固体己二酸通过将它在至少两个接续场所中与非反应性气体接触而被逐渐干燥，第一场所的温度低于任何随后场所的温度。



1.一种从包含己二酸和水的湿固体己二酸中去除至少一部分水以得到热的干己二酸的方法,所述湿固体己二酸由己二酸溶液的固液分离而得到,所述方法包括:

将湿固体己二酸与一种不与己二酸或水反应的气体在以第一场所开始和以最终场所结束的一系列场所中接触,其中湿固体己二酸在第一场所中通过将湿固体己二酸与气体在温度70至110摄氏度下接触而干燥以得到部分干燥固体己二酸,和,在至少一个在第一场所之后的场所中将该部分干燥固体己二酸与气体在温度100至150摄氏度下接触,第一场所的温度低于任何在所述第一场所之后的所述场所的温度。

2.权利要求1的方法,进一步包括

通过将热的干己二酸与一种不与己二酸或水反应的气体在温度5至50摄氏度下接触而冷却。

3.权利要求1的方法,其中气体针对每个场所独立地选自空气,氮,过热蒸汽和至少两种前述气体的混合物。

4.权利要求1的方法,其中热在一个或多个场所中通过热交换表面而供给。

5.权利要求1的方法,其中部分干燥固体己二酸包含低于3 wt%水。

6.权利要求1的方法,其中部分干燥固体己二酸包含低于1 wt%水。

7.权利要求2的方法,其中冷却气体是空气或氮。

己二酸的干燥

技术领域

本发明涉及在来自己二酸水溶液结晶的淤浆的固液分离之后得到的湿己二酸的干燥。

背景技术

己二酸商业上通过用浓硝酸氧化环己醇和环己酮而生产。起始产物回收和纯化通过反应混合物的结晶随后通过固液分离而完成。附加的己二酸纯化通过一个或多个含水重结晶步骤随后通过固液分离而完成。在最终重结晶步骤之后来自固液分离单元的固体饼通常包含约3至12 wt％水。该水在随后干燥步骤中被去除,其中供给热以将水转化成蒸气从固体己二酸中分离。气流常用作供给至水分的热的载体,以及所要去除的蒸气的载体。干己二酸产物的所需水分含量通常低于0.2 wt％。

在所要干燥(如上所述)的固体饼中,水分以两种形式存在:表面水分(游离水分)和本征(结合)水分(包括存在于液体夹杂物中的水分)。尽管游离水分容易迅速地去除,但结合水分的去除是困难的和缓慢的。因此,实际的干燥过程通常使用长停留时间和高温以去除足够的水分,这样最终产物满足技术要求。但在高温下,干燥导致形成大量细颗粒,这估计是由于来自颗粒表面的显著固体在水蒸发之前被其溶解。如果湿己二酸的水分含量高(如,10至12％),这种溶解应该更显著。所谓细小物(非常小颗粒)的存在对产物的加料-卸料特性产生不利影响。因此需要有一种干燥工艺,它所产生的产物满足水分技术要求而不形成过多的细颗粒。

本发明提供这种干燥方法。在本发明中,包含在湿己二酸中的至少一部分水或更具体地说至少部分的游离水分通过在低温下蒸发而被去除,然后在高温下蒸发所要去除的剩余水。水在低温下的起始去除应该减少溶解和细小物形成,而在高温下的干燥应该消除去除包含在固体中的水的困难。

本发明的综述

本发明是一种从包含己二酸和水的湿固体己二酸中去除至少一部

分水以得到热的干己二酸的方法，所述湿固体己二酸由己二酸溶液的固液分离而得到，所述方法包括：

将湿固体己二酸与一种不与己二酸或水反应的气体在以第一场所开始和以最终场所结束的一系列场所中接触，其中湿固体己二酸在第一场所中通过将湿固体己二酸与气体在温度70至110摄氏度下接触而干燥以得到部分干燥固体己二酸，和，在至少一个在第一场所之后的场所中将该部分干燥固体己二酸与气体在温度100至150摄氏度下接触，第一场所的温度低于任何在所述第一场所之后的所述场所的温度。

描述附图

附图由一个图组成。图1 描绘了体现本发明的工艺的框图。

本发明的详细描述

现在参考图1，所示框图说明了体现本发明一个实施方案的在干燥工艺中仅包括两个场所，即，第一场所和最终场所的装置10。

包含超过3 wt％水的湿己二酸(12)和干燥气体(14)被加料到第一干燥场所(18)。干燥气体(14)可以是空气，氮或过热蒸汽或其混合物。可以使用其它气体，前提是它们不与己二酸或水反应。干燥气体(14)可被预热。所有的或部分的干燥所需的热(16)可通过热交换表面而提供至第一场所。无线电频率(RP)或微波能量还可用于实现加热。

第一场所可以是容器或容器的一部分，其中湿己二酸与干燥气体接触以实现预干燥。旋转干燥器(如旋转圆筒干燥器)，层干燥器(如轮盘干燥器)或流化床干燥器可用作第一场所。在第一场所中与固体接触的气体的温度可在70至110摄氏度和优选90至110摄氏度内。第一场所可以是单个单元或串联的多个单元，且与固体接触的气体的温度可在第一场所中改变。第一场所的总停留时间(干燥时间)可以是5至120分钟。包含低于3 wt％水，优选包含低于1 wt％水的在预干燥之后的部分干燥的湿固体己二酸(20)由第一场所得到。

将通过第一场所得到的在预干燥之后的己二酸(20)和干燥气体(24)加料到最终场所(28)。干燥气体(24)可以是空气，氮，过热蒸汽，或至少两种这些气体的混合物。干燥气体(24)可被预热。所有的或部分的干燥所需的热(26)可通过热交换表面而被提供至最终场所。无线电频率(RF)或微波能量还可用于实现加热。

最终干燥场所(28)是容器或容器的一部分，其中部分干燥己二酸

与干燥气体接触以得到包含优选低于0.2 wt％水的热的干己二酸。旋转干燥器(如,旋转圆筒干燥器),层干燥器(如轮盘干燥器)或流化床干燥器可用作最终场所。在最终场所中与固体接触的气体的温度在100至150摄氏度的范围内。最终场所可以是单个单元或串联的多个单元,且气体-固体混合物的温度可在最终场所中改变。最终场所的总停留时间(干燥时间)是 5至120分钟。

最终场所得到热的干己二酸(30)。第一场所和最终场所可以是不同的容器或它们可以是一个容器的不同隔室。第一场所(18)的温度应该低于任何随后场所(包括最终场所)的温度。

第一场所和最终场所可使用相同种类的干燥器或不同种类的干燥器。在本发明的一个实施方案中,层干燥器可用作第一场所,和流化床干燥器可用作最终场所。

高流速的干燥气体应该有益于第一场所和第二场所。但流速应该足够低使得防止固体己二酸被干燥气体过度携带。

在本发明的一个实施方案中,最终场所所得到的热的干己二酸可通过将它与冷却气体接触和保持温度5至50摄氏度至少5分钟而冷却。

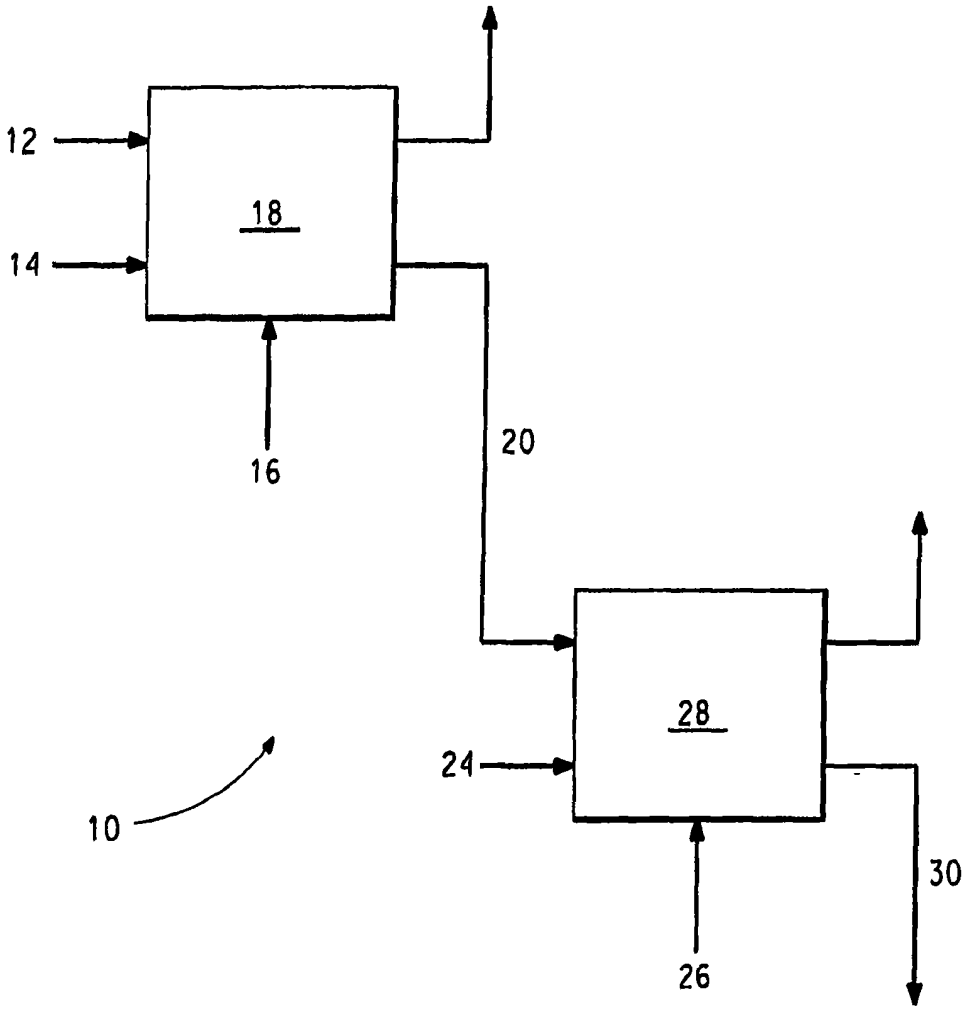


图 1

1.一种从包含己二酸和水的湿固体己二酸中去除至少一部分水以得到热的干己二酸的方法,所述湿固体己二酸由己二酸溶液的固液分离而得到,所述方法包括:

将湿固体己二酸与一种不与己二酸或水反应的气体在以第一场所开始和以最终场所结束的一系列场所中接触,其中湿固体己二酸在第一场所中通过将湿固体己二酸与气体在温度70至110摄氏度下接触而干燥以得到部分干燥固体己二酸,和,在至少一个在第一场所之后的场所中将该部分干燥固体己二酸与气体在温度100至150摄氏度下接触,第一场所的温度低于任何在所述第一场所之后的所述场所的温度,这样尽量减少细颗粒的形成。

2.权利要求1的方法,进一步包括

通过将热的干己二酸与一种不与己二酸或水反应的气体在温度5至50摄氏度下接触而冷却。

3.权利要求1的方法,其中气体针对每个场所独立地选自空气,氮,过热蒸汽和至少两种前述气体的混合物。

4.权利要求1的方法,其中热在一个或多个场所中通过热交换表面而供给。

5.权利要求1的方法,其中部分干燥固体己二酸包含低于3 wt%水。

6.权利要求1的方法,其中部分干燥固体己二酸包含低于1 wt%水。

7.权利要求2的方法,其中冷却气体是空气或氮。

8.权利要求1的方法,其中第一场所和最终场所是一个容器的不同隔室。

9.权利要求1的方法,其中层干燥器用作第一场所,和流化床干燥器用作最终场所。