



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 89104629.1

[51]Int.Cl⁵

C07C 63 / 26

[45]授权公告日 1994 年 10 月 26 日

[24]颁证日 94.8.17

[21]申请号 89104629.1

[22]申请日 89.5.27

[30]优先权

[32]88.5.27 [33]JP[31]129540 / 88

[73]专利权人 三井石油化学工业株式会社

地址 日本东京都

[72]发明人 上田雅则

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

C07C 51 / 43

代理人 杨丽琴

B01D 33 / 044

说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 从浆液中回收晶体的方法

[57]摘要

本发明涉及从浆液中回收晶体的方法，该方法是将浆液泵入旋转式抽吸过滤器，使圆筒形的过滤介质旋转，同时依次进行吸滤、洗涤、再次吸滤，藉此而从浆液中回收晶体。其特征是，对浆液的一侧进行加压，在保持使滤液量不饱和态的温度和维持压力的状态下同时进行吸滤。

权利要求书

1.一种由对苯二酸的浆液中回收晶体的方法，所述对苯二酸浆液中采用水、乙酸或其混合物作为分散介质，而且使其处于在降低温度时浆液中溶质易于析出的状态，所述晶体通过以下手段得以回收，将浆液送入旋转式抽吸过滤器，同时旋转其圆筒形滤材以进行抽吸过滤，洗净滤饼，使滤饼进行抽吸脱水，以及将脱水后的滤饼剥离开，所述方法包括：

将所述浆液送入旋转抽吸过滤器的过滤区，同时将调压用的气体导入该过滤器，对浆液侧进行加压直到该压力适于维持这样一种温度和压力，即是使浆液侧的母液以及所述滤液均不达到呈过饱和状态以致结晶析出的温度和压力。

通过对过滤侧进行抽吸，同时防止结晶析出，在使浆液侧与滤液侧之间保持一压差的状态下进行抽吸过滤。

使留在滤材上的滤饼在洗涤区进行清洗，和在脱水区进行脱水，然后在剥离区将滤饼由滤材上剥离出来，借此回收滤饼，

由过滤器排出的废气，在经过冷凝器将可凝性组分作为冷凝液排出后，按照抽吸过滤的操作程序，对上述废气进行加压，以便再次作为导入旋转抽吸过滤器对浆液侧进行加压的调压用气体而使用。

2.一种由对苯二酸的浆液中回收晶体的方法，所述对苯二酸浆液中采用水、乙酸或其混合物作为分散介质，而且使其处于在降低温度时，溶质易于析出的状态，而晶体是通过以下手段得以回收，将浆液送入旋转式抽吸过滤器，同时旋转其圆筒形滤材以进行抽吸过滤，洗净滤饼，对滤饼进行抽吸脱水，以及将脱水后的滤饼剥离，

所述方法包括：

将所述浆液送入旋转抽吸过滤器的过滤区，同时将调压用的气体导入该过滤器，对浆液侧进行加压直到该压力适于维持浆液侧在 1.0—5.5 公斤/厘米² 表压的压力和 110—150℃ 的温度，以及使滤液侧维持于 0.5—5.0 公斤/厘米² 表压的压力和 110—150℃ 的温度，即为不会发生过饱和状态的的压力和温度，

通过对滤液侧进行抽吸，同时防止晶体析出，

在保持浆液侧与滤液侧的压差的状态下，进行抽吸过滤。

使留在滤材上的滤饼在洗涤区进行清洗，在脱水区进行脱水，然后，通过在剥离区由滤材剥离滤饼而回收滤饼，以及，

根据抽吸过滤的操作程序对已预先通过冷凝器将可凝性组分作为冷凝液排出过滤器的气体进行加压，以便再用它作为调压用的气体，将它导入旋转式抽吸过滤器，对浆液侧进行加压。

本发明涉及从含有对苯二甲酸等晶体的浆液中回收晶体的方法。

在利用对二烷基苯的液相氧化来制备对苯二甲酸时，生成的对苯二甲酸在母液中结晶析出，形成含有对苯二甲酸晶体的浆液，从这样的浆液中回收晶体，得到粗对苯二甲酸，再把这样所得到的粗对苯二甲酸溶解，经过氧化处理，还原处理等提纯工序，使对苯二甲酸析出，得到含有晶体的浆液。从这样的浆液中回收晶体就得到精制的对苯二甲酸。

上述无论哪一种情况，从浆液中回收晶体时，以往都是用过滤器或离心分离机进行过滤，然后，使晶体在洗涤液中重新成为浆液进行洗涤，再进一步用离心分离机过滤，必要时上述过程要反复进行几次，可是，这种方法存在着工艺复杂，设备大型等问题。

由于上述原因，作为其替代方法，有人采用了使用旋转式抽吸过滤器（以下简称 RSF）一次完成吸滤、洗涤、吸滤的方法。这种方法是使圆筒形过滤材料（滤布）旋转，与此同时依次进行吸滤、洗涤吸滤、剥离，过滤材料的外侧是常压，通过对过滤材料的内侧抽气获得过滤压力。不过，这种方法存在着过滤材料频繁发生孔眼堵塞以致无法正常工作等问题。

本发明的目的，是解决上述问题，提出一种使用 RSF、经过过滤、洗涤、过滤来回收晶体而又不引起过滤材料孔眼堵塞的从浆液中回收晶体的方法。

本发明是一种从浆液中回收晶体的方法，将浆液供入旋转式抽吸过滤器，使圆筒形过滤材料旋转，与此同时进行吸滤、洗涤、吸滤，从浆液中回收晶体，其特征是，对浆液一侧加压使旋转式抽吸

3

过滤器的滤液保持不发生过饱和的温度、压力下进行吸滤。

对使用 RSF 回收晶体时过滤材料发生孔眼堵塞的原因进行了调查, 结果发现, 其原因是因抽气使浆液温度降低、母液成为过饱和, 致使溶质析出或者高粘度化。因此, 本发明为使母液不会成为过饱和溶液, 在加压状态下进行吸滤。

以下, 依据附图对本发明作具体的说明。图 1 是表示本发明的较为理想的实施方案的系统图, 图 2 是 RSF 的断面图。

图中, 1 是 RSF, 在壳体内设置有可以转动的卧式圆筒形过滤材料 3。过滤材料 3 的下部浸入蓄积在壳体 2 下部的浆液 4 中, 构成过滤区 5, 其内侧形成了抽吸滤液 6 和气体 7 的抽吸部 8; 与过滤材料 3 的上部对向设置有洗涤滤饼 9 用的洗涤液管 10, 与之相对应, 在过滤材料 3 上有洗涤区 11, 其前方是脱液区 12, 在其内侧形成了收集洗涤液的集液部; 过滤材料 3 上再往前一些的内侧, 设置有用于剥离滤饼 9 的喷吹部 14 以及气密部 14a, 在过滤材料上与之相对应形成剥离区 15, 在其内侧形成了供给氮气等喷吹用气体的供气部 16。17 是浆液供给部、18 是浆液循环部、19 是滤饼取出部、20 是调整压力用的气体供给部。

21 是浆液贮槽, 利用泵 22 将浆液输送至 RSF1 的浆液供给部, 使之通过浆液循环部 18 循环。23 是阀门, 通过开启或闭合使浆液贮槽 21 的液面保持一定, 24 也是阀门, 通过开启或闭合使浆液循环部 18 的液面保持恒定, 25 是为使浆液贮槽 21 的压力保持一定而开启或闭合、排出气体的阀门, 26 是冷凝器, 27 是浆液供给部。

28 是洗涤废液槽, 它接受从集液部 13 来的洗涤废液, 利用泵 29 将其排出到系统之外。30 是使洗涤废液槽 28 的液面保持一定而开启或闭合的阀门。31 是滤液槽, 它接受从抽吸部 8 抽吸的滤液 6 和气体 7, 利用泵 32 将滤液排出。33 是使滤液槽 31 的液面保持一定而开启或闭合的阀门。

洗涤废液槽 28 和滤液槽 31 的气体, 在冷凝器 34 中冷凝, 在水汽分离器 35 中分离冷凝水并使分离液返回滤液槽 31 后, 用压缩机 36 加压, 作为调整压力用的气体输送到调整压力用气体供给部 33 中。37 是使调整压力用气体保持一定压力而开启或闭合的阀门。38 是干燥机, 经由快开阀

4

39、40 从滤饼取出部 19 取出的滤饼 9 在这里干燥, 作为晶体 (制品) 取出。

晶体的回收方法, 是利用泵 22 将蓄积于浆液贮槽 21 中的浆液 4 输送到 RSF1 的底部, 使过滤材料 3 旋转, 与此同时顺次进行吸滤, 洗涤、吸引脱液、剥离。这时候, 由调整压力用气体供给部 22 向 RSF1 供给调整压力用的气体, 对浆液 4 一侧加压, 滤液 6 维持在不会成为过饱和的温度、压力, 与此同时, 由抽吸部 8 抽吸滤液 6 和气体 7, 在过滤区 5 中进行吸滤。这时浆液一侧的压力为上述滤液一侧的压力加上过滤压所得到的压力。采用这一方法进行吸滤, 浆液中的晶体被过滤材料 3 所捕捉, 形成滤饼 9 向上升, 浆液 4 的一部分由浆液循环部 18 循环到浆液贮槽 21 中。

滤饼 9, 在洗涤区 11 中被由洗涤管 10 喷出的洗涤液所洗涤, 在脱水区 12 中除去洗涤液后下降, 在剥离区 15, 向气体供给部 16 供给喷吹用的气体, 从喷吹部 14 进行喷吹、剥离滤饼 9。

从抽吸部 8 抽吸的滤液 6 和气体 7 进入滤液槽 31, 滤液 6 用泵 32 排出。此外, 从集液部 13 取出的洗涤废液利用泵 29 从洗涤废液槽 28 排出。

在洗涤废液槽 28 及滤液槽 31 的气体, 在冷凝器 34 中冷凝, 在水汽分离器 35 中分离冷凝水, 用压缩机 36 加压, 作为调整压力用的气体输送到调整压力用气体供给部 20, 对 RSF1 的浆液 4 一侧加压。

这样, 利用调整压力用的气体对 RSF1 的浆液 4 一侧加压, 由于采取了这一措施, 即使由抽吸部 8 抽吸, 如果滤液 6 维持在不出现过饱和的温度、压力, 那么无论是浆液 4 还是滤液 6 都不会成为过饱和, 因此在过滤材料 3 上不会发生在其它情况下可能出现的结晶析出或高粘度化, 从而解决了孔眼堵塞的问题。在调整压力时, 必须不仅阻止母液中所含的杂质析出而且还阻止与回收的晶体成分相同的溶质析出。这时候, 滤液一侧的压力高于大气压的情况也是有的, 不过, 即使在这种情况下, 利用浆液一侧与滤液一侧的压力差也可以进行吸滤。

由于热量从 RSF1 散失致使温度下降, 析出量较多时, 应对机器进行保温, 必要时最好利用热交换器来保持温度。

在剥离区 15 中被剥离的滤饼 9, 从滤饼取出部 19 经过开闭器 39、40 被取出, 在干燥机 38 中

经过干燥，作为晶体（制品）被回收。

本发明适用于回收上述粗对苯二甲酸和精制对苯二甲酸的结晶体，此外，还可以适用于从浆液中回收对苯二酚，间苯二酚等一般的结晶体。

采用本发明，由于对浆液一侧加压使滤液维持不出现过饱和的温度、压力。利用 RSF 进行吸滤，因此防止了由于从母液一侧的结晶析出或高粗度化而引起的过滤材料孔眼堵塞，可以高效率、长时间地从浆液中回收结晶体。

以下就本发明的实施例进行说明。

实施例 1

采用附图所示的方法，处理从对苯二甲酸制备过程中得到的对苯二甲酸/醋酸浆液（对苯二甲酸 40%（重量）、120℃）、回收粗对苯二甲酸。这时，使 RVF 的浆液一侧保持在 $1.5\text{Kg}/\text{cm}^2$ 表压，120℃，滤液一侧保持在 $1\text{Kg}/\text{cm}^2$ 表压、120℃，到发生孔眼堵塞的时间为 50 小时。

比较例 1

在实施例 1 中，使 RSF1 的浆液一侧保持大气压力及 120℃ 温度、滤液一侧保持 -400mmHg 、100℃，进行吸滤，到孔眼堵塞的时间是 1-5 分钟。

实施例 2

采用以往的方法对实施例 1 中的浆液只进行一次离心分离，使之重新变成浆液（对苯二甲酸 50%（重量）、100℃），对该浆液进行同样的处理。这时，使 RSF 的浆液一侧保持 $1.0\text{Kg}/\text{cm}^2$ 表压、110℃，滤液一侧保持 $0.5\text{Kg}/\text{cm}^2$ 表压、110℃，到孔眼堵塞的时间为 100 小时。

比较例 2

在实施例 2 中，使浆液一侧为大气压 110℃，滤液一侧为 -400mmHg 、90℃，到发生孔眼堵塞的时间为 5 小时。

实施例 3

利用氧化、还原处理对实施例 1 中回收的粗对苯二甲酸进行提纯，所得的对苯二甲酸/水浆液（对苯二甲酸浓度为 40 重量%、150℃），进行同样的处理，回收精制的对苯二甲酸。这时，使 RSF 的浆液一侧保持 $5.5\text{Kg}/\text{cm}^2$ 表压、150℃，滤液一侧保持在 $5.0\text{Kg}/\text{cm}^2$ 表压、150℃，到发生孔眼堵塞的时间为 250 小时。

比较例 3

在实施例 3 中，使浆液一侧为大气压、100℃，滤液一侧为 -400mmHg 、80℃，到发生孔眼堵塞的时间为 50 分钟。

图 1 是表示本发明的实施方案的系统图，图 2 是旋转式抽吸过滤器的断面图。

各图中，同一符号表示相同或相当的部分，1 是旋转式抽吸过滤器、3 是过滤材料、4 是浆液、6 是滤液、9 是滤饼、21 是浆液贮槽、28 是洗涤废液槽、31 是滤液槽、36 是压缩机、38 是干燥机。

1: 旋转式抽吸过滤器

3: 过滤介质

4: 浆液

6: 滤液

9: 滤饼

21: 浆液贮槽

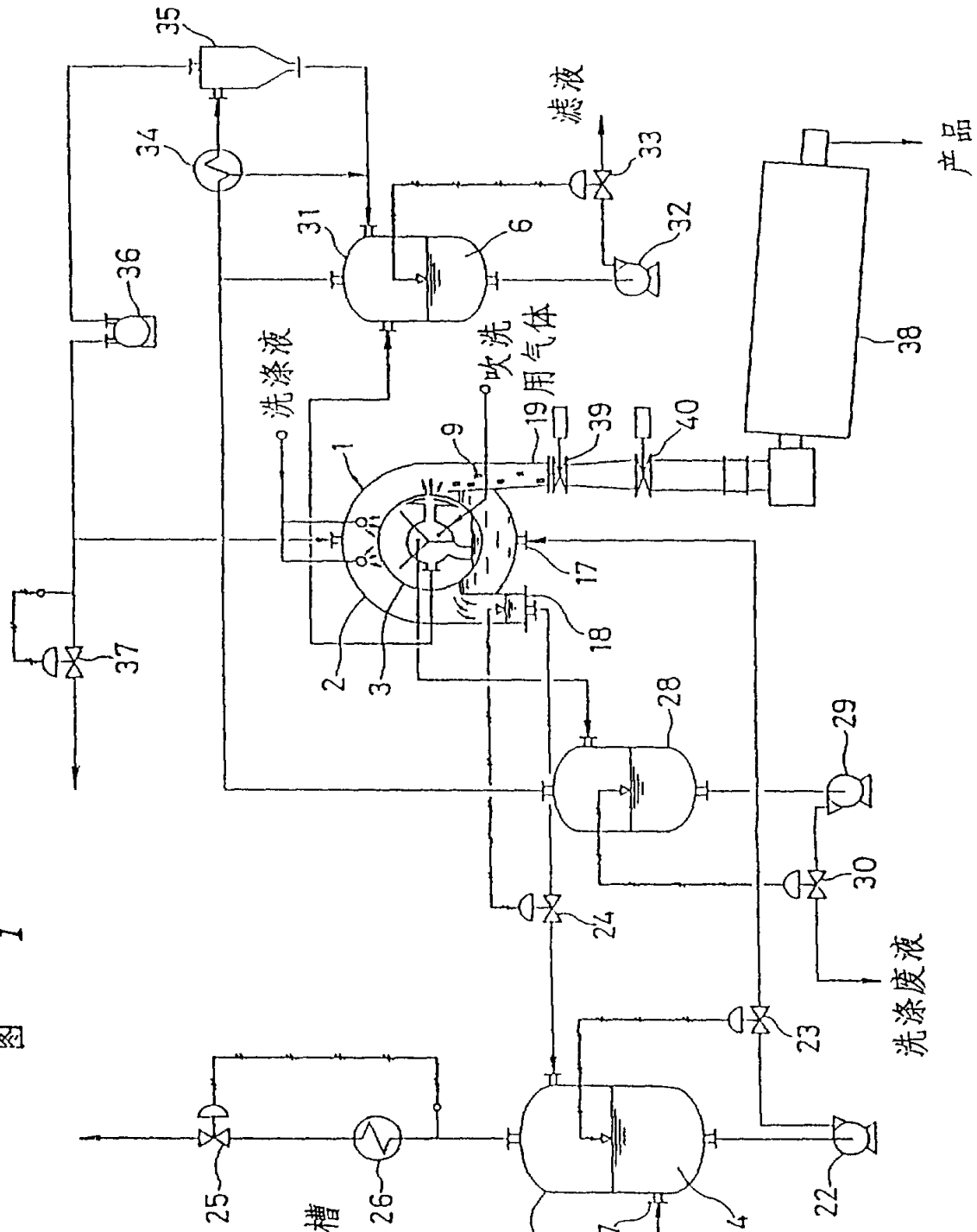
28: 洗涤废液槽

31: 滤液槽

36: 压缩机

38: 干燥机

图 1



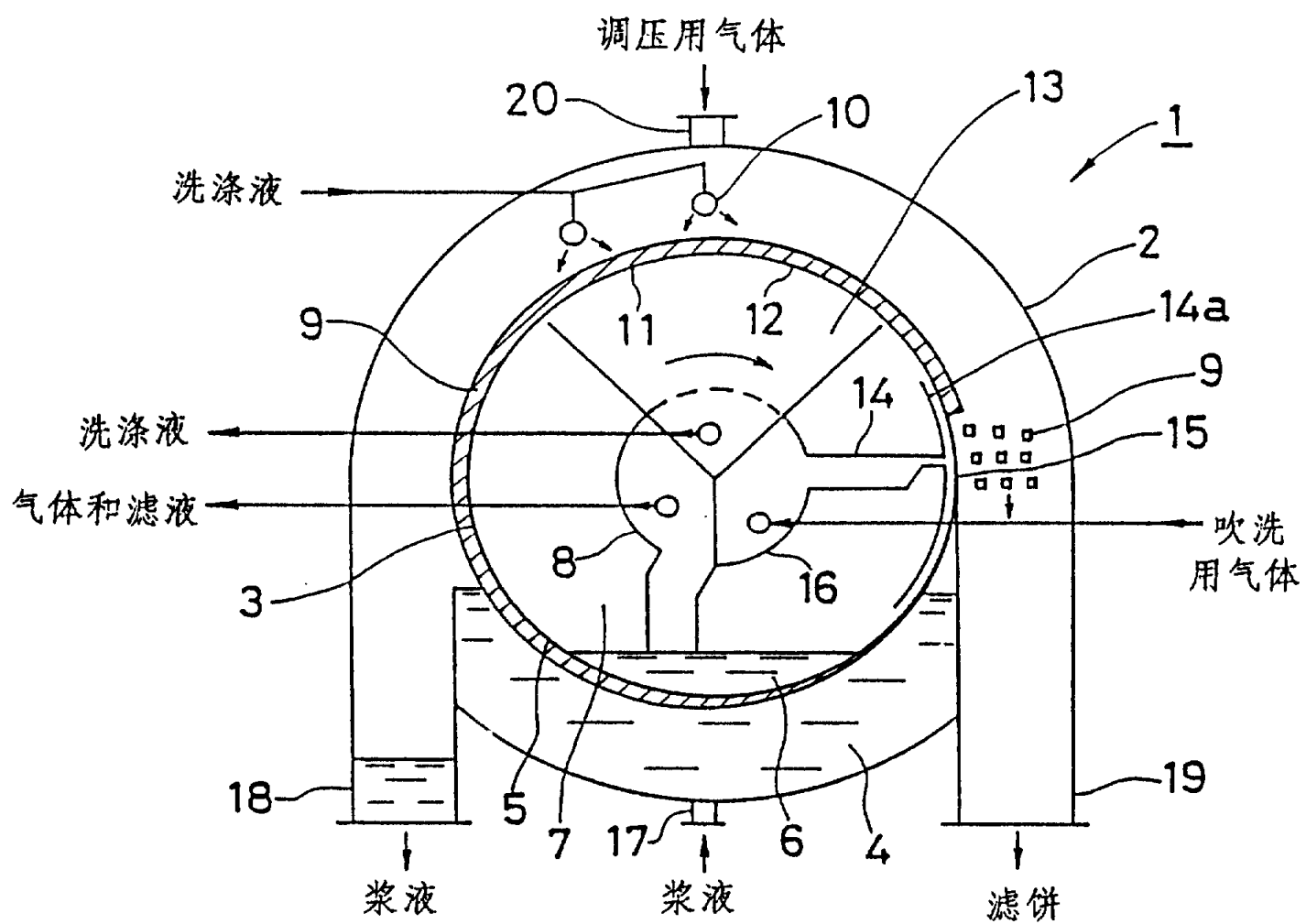


图 2