

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01823372.4

*B01J 3/00 (2006.01)*  
*C07C 51/265 (2006.01)*  
*C07C 51/43 (2006.01)*  
*C07C 63/26 (2006.01)*

[45] 授权公告日 2006年7月19日

[11] 授权公告号 CN 1264599C

[22] 申请日 2001.5.15 [21] 申请号 01823372.4

[86] 国际申请 PCT/JP2001/004047 2001.5.15

[87] 国际公布 WO2002/092214 日 2002.11.21

[85] 进入国家阶段日期 2003.12.16

[71] 专利权人 三菱化学株式会社

地址 日本东京都千代田区

共同专利权人 巴工业株式会社

[72] 发明人 沼田元幹 福田胜则 矶贝隆行

岩崎敏哉 安藤胜也

审查员 王东升

[74] 专利代理机构 上海市华诚律师事务所

代理人 徐申民

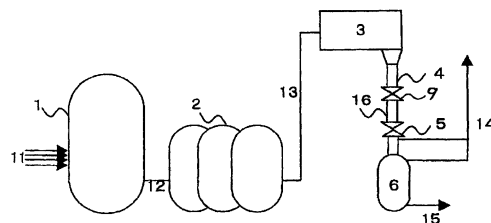
权利要求书 2 页 说明书 18 页 附图 3 页

## [54] 发明名称

芳族羧酸的制造方法

## [57] 摘要

本发明有关于一种化合物的制造方法，该方法包括：(A) 在反应器中、在高于大气压力但不高于 20MPa 的压力范围内、和在 50°C - 350°C 的温度范围内进行反应，以生成芳族羧酸的反应步骤；(B) 在分离装置中、在 0.11MPa - 22MPa 的压力范围内、和在 50°C - 350°C 的温度范围内从含有芳族羧酸和反应介质的浆液中分离出一定量的反应介质，以得到一个块状物的分离步骤，该块状物中，块状物附着液与固体含量的重量比不超过 50%；和 (C) 将所制得的块状物移动到一个具有压力低于分离装置中的压力的化合物回收区中，由此通过压力的变化所释放的内能来蒸发块状物附着液的干燥步骤，其中，分离装置中块状物的温度与排出到化合物回收区中的块状物的温度之间的温差值为 5°C - 250°C。



1. 一种芳族羧酸的制造方法，它包括：

(A) 在反应器中、在高于大气压力但不高于 20MPa 的压力范围内、和在 50°C-350°C 的温度范围内进行反应，以生成芳族羧酸的反应步骤；

(B) 在分离装置中、在 0.11MPa-22MPa 的压力范围内、和在 50°C-350°C 的温度范围内从含有芳族羧酸和反应介质的浆液中分离出一定量的反应介质，以得到一个块状物的分离步骤，该块状物中，块状物附着液与固体含量的重量比不超过 50%；和

(C) 将所制得的块状物移动到一个具有压力低于分离装置中的压力的化合物回收区中，由此通过压力的变化所释放的内能来蒸发块状物附着液的干燥步骤，其中，分离装置中块状物的温度与排出到化合物回收区中的块状物的温度之间的温差值为 5°C-250°C。

2. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在所述分离步骤 (B) 中，在温度保持在反应介质于大气压力下的沸点或更高的状态下，用在沸点、大气压力下的蒸发潜热不超过 300kcal/kg 的洗液洗涤块状物。

3. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，所述反应介质在沸点、大气压力下的蒸发潜热不超过 300kcal/kg。

4. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在分离步骤 (B) 中，用具有洗液的温度在大气压力下的沸点或更高温度、但不高于未洗涤块状物的温度 100°C 的温度范围内的洗液洗涤块状物。

5. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在分离步骤 (B) 中，用基于块状物中固体含量的重量的 0.03-5.0 倍量的洗液洗涤块状物。

6. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，所述芳族羧酸为对苯二甲酸。

7. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在反应步骤 (A) 中，用分子态氧液相氧化烷基取代的芳族化合物，以得到芳族羧酸。

8. 如权利要求 6 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在反应步骤 (A) 中，用分子态氧液相氧化对二甲苯，以得到对二苯甲酸。

9. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤 (C) 中，分离装置中的压力与化合物回收区中的压力的压差值为 0.01MPa-22MPa。

10. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤 (C) 中，被排出的化合物的中值粒径为 40  $\mu\text{m}$  -300  $\mu\text{m}$ 。

11. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤 (C) 中，块状

物附着液与固体含量的重量比不超过 10%。

12. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤（C）中，块状物附着液与固体含量的重量比被减少 3%或 3%以上。

13. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤（C）中，中间室设置在分离装置和化合物回收区之间。

14. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤（C）中，干燥气体被引入到中间室和/或化合物回收区。

15. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤（C）中，化合物回收区中的压力为大气压力。

16. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤（C）中，使用设置有排出阀的加压干燥装置。

17. 如权利要求 16 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，所述排出阀的阀体和阀座之间的接触部分为线状，且该接触部分的形状为圆形。

18. 如权利要求 16 或 17 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在干燥步骤（C）中，所述排出阀间歇地被打开，且打开时间为 0.01 秒-1 秒。

19. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在所述反应步骤（A）和所述分离步骤（B）之间设置一个用来进行芳族羧酸的结晶或溶解的中间步骤（D）。

20. 如权利要求 1 所述的芳族羧酸的制造方法，其特征在于，在反应步骤（A）中，所述形成的芳族羧酸以固体得到。

## 芳族羧酸的制造方法

### 技术领域

本发明涉及一种芳族羧酸的制造方法。更详细地，本发明涉及一种在加热、加压条件下反应得到的芳族羧酸的制造方法，其包括利用内能从芳族羧酸中除去沉淀物，如反应介质和/或洗液的步骤。

### 背景技术

所需要的固体颗粒产品作为与反应母液的混合物的浆液而获得的情况在化学工艺中到处可见。通常地，当该浆液通过分离和干燥单元操作后，可获得固体颗粒产品。

迄今为止，已经做了大量用于改进前述单元操作以提高工艺的尝试。例如，对于干燥操作，JP-A-52-59177 描述了一个通过使用一种压缩空气输送型干燥机以热气体或热空气来外部加热的干燥实例。同样，JP-B-58-11418 和 JP-A-55-164650 描述了一个通过在加热管里蒸发浆液来获得固体和气体的实例。但是，由于这些技术是在单独的干燥操作被执行的前提下用新的热量来干燥块状物，因此使用与干燥相当的能量是必要的。

另一方面，在保持浆液态作为固-液分离的预处理的时候，通常通过降低温度进行结晶。例如，英国专利第 1152575 号描述了一个实例，其中溶剂被蒸发从而导致冷却，由此使对苯二甲酸沉淀。然而，蒸发本身仅仅是稍微增大了浆液浓度，而没有看到不同于降温的对工艺的任何影响。

同样，JP-A-11-33532 也描述了一个实例，其中对苯二甲酸用洗液调成浆状并闪蒸（flash）。由于在加压状态下难以取出粉末，因此一种将粉末再次调成浆状然后排出的方法是众所周知的。然而，能量损失这一负面部分并未被注意。因此，很难说降低浆液的温度使能量散逸和损失和通过干燥再次加热的工艺，如前面的两个实例中所描述的，是有效的利用了能量。

同样，JP-A-1-299618、美国专利第 5698734 号和 WO91/09661 号专利都举例说明了在加压状态下的块状物分离。然而，根本未涉及到的是，保持分离前浆液的热能对于块状物干燥是有效的。

同样，JP-T-60-506461 描述了一个实例，其中对苯二甲酸浆液和水在加压条件下被分

离，且残留在块状物中的水分被闪蒸。然而，由于水的蒸发潜热很高，因此可能仅蒸发了一部分的块状物附着液。为了取出这些芳族羧酸，必须经过常规的干燥步骤。

本发明的一个目的是通过利用反应后的浆液所具有的内能来减少干燥步骤中所耗用的能量，更好的是仅通过浆液所具有的内能大幅减少干燥块状物所耗用的能量，以便通过使分离/干燥步骤整体化来形成一个简单的方法。

### 发明内容

为了解决前面的问题，本发明人做了大量而精深的研究。结果是，已经发现当采用某一制造步骤时，反应产物通过在加压、加热条件下的反应而获得的内能具有蒸发大部分的块状物附着液的能力，从而导致了本发明的完成。

具体地，本发明的要旨在于一种包括至少以下步骤的芳族羧酸的制造方法：

(A) 在反应器中、在高于大气压力但不高于 20MPa 的压力范围内、和在 50°C-350°C 的温度范围内进行反应，以生成芳族羧酸的反应步骤；

(B) 在分离装置中、在 0.11MPa-22MPa 的压力范围内、和在 50°C-350°C 的温度范围内从含有芳族羧酸和反应介质的浆液中分离出一定量的反应介质，以得到一个块状物的分离步骤，该块状物中，块状物附着液与固体含量的重量比不超过 50%；和

(C) 将所制得的块状物移动到一个具有压力低于分离装置中的压力的化合物回收区中，由此通过压力的变化所释放的内能来蒸发块状物附着液的干燥步骤，其中，分离装置中块状物的温度与排出到化合物回收区中的块状物的温度之间的温差值为 5°C-250°C。

### 附图说明

图 1 是一个用于执行本发明的方法实施例的示意图。

图 2 是一个用于执行本发明的优选闪蒸槽的一个实施例的示意图。

图 3 是一个用在实施例中的一个闪蒸槽的示意图。

图中的标号和符号如下。1 是反应器；2 是中间处理槽；3 是分离装置；4 是室；5 是排出阀；6 是粉末槽（化合物回收区）；7 是斜槽；8 是近似圆锥形阀体；9 是上部阀；11 是原料等导入管线等；12 是反应产物输送管线；13 是反应产物输送管线；14 是蒸发气体排出管线；15 是化合物回收管线；16 是中间室；21 是检测器；22 是密封装置；23 是密封装置；24 是圆柱体；31 是加热器的上部阀；32 是加热器；33 是加热器的底部阀；34 是接收器（反应产物回收区）；35 是油浴槽；36 是接收器和捕集器之间的阀；37 是捕集

器；38 是管套。

### 具体实施方式

本发明将在下面被详细描述。

图 1 是一个用来解释本发明的一个具体方法的概念图。

通过管线 11，将原料和反应介质加入反应器 1 中。在适当的条件下于反应器 1 中进行反应。反应后的反应产物可能由液体单相体系、气-液两相体系、固-液两相体系、或气-液-固三相体系构成。特别地，包括固-液两相体系或气-液-固三相的就称之为浆液。在本发明的制造方法中，为了在分离步骤中进行固-液分离，有必要将反应产物保持为浆液直到它被输送到分离装置中。

得到所需要的作为固体，更好的是晶体的化合物时，也得到了至少包含有固体化合物和反应介质的浆液。顺便地，一部分所需要的化合物可能溶解在反应介质中。

反应产物通过管线 12 被输送到中间处理槽 2 中，并进行结晶、溶解、或按照需要的其他中间处理。完成中间处理的反应产物通过管线 13 被输送到分离装置 3 中。在反应产物不经过中间处理的情况下，反应产物直接从反应器 1 中被输送到分离装置中。

在分离装置 3 中，浆液中的固体和液体被分离，以制备块状物，该块状物中，块状物附着液与固体含量的重量比为不超过 50%，较好不超过 30%，更好不超过 20%，特别好不超过 15%（在本说明书中，块状物附着液（W1）和固体含量（W2）的重量比（W1/W2）在下文中称之为“液体含量或块状物附着液的含量）。根据需要用洗液在分离装置中洗涤块状物。

分离装置 3 中制备的块状物通过室 4 和阀 5 被输送到粉末槽 6（反应产物回收区）中，藉此获得固态的所需要的化合物。

接下来，将描述在本发明的制造方法中的反应步骤（A）、分离步骤（B）、干燥步骤（C）、和根据需要加入的中间处理步骤（D）中的每一步骤。

#### （A）反应步骤

在本发明的制造方法中，生成化合物（芳族羧酸）的反应在高于大气压力的压力、反应介质在大气压力中的沸点或更高的温度下进行。原料通过管线 11 被加入到反应器中。根据加入条件，管线 11 可以是一条，也可以是多条。

原料可以是气体、液体、固体或浆液中的任意一种，也可以是单相体系或多相体系。此外，其组成可以是纯物质或混合物，但是通常地，反应介质和任选的催化剂和添加剂被

加入到反应基质中。这种组成根据反应种类而任意确定。温度也是任意确定的，但通常在反应基质和反应介质不分解的温度范围内。另外，原料的相态可根据温度有意图的变化。例如，在列举的一个实施例中，通过升高温度，使浆液转换为完全溶解相，或者液相被转换为液-气混合相。

作为用于本发明中的反应方式，可采用氧化反应、还原反应、取代反应、加成反应、消除反应、或其他反应中的任意一种。同样，该反应可以为放热反应或吸热反应、但是从有效利用内能的角度来看，放热反应是优选的。此外，在反应器中生成的化合物可以是液体，但优选为固体，更好的是晶体。

同样，反应可以以间歇方式或连续方式进行。

用在本发明中的反应介质是在反应步骤中变成液相体系或气液两相体系，并且不会化学地改变反应基质或反应后所需要的化合物。同样，反应介质在大气压力下的蒸发潜热（本发明中，当定义了蒸发潜热时，下文中都指在大气压力下的蒸发潜热）优选不超过 300kcal/kg，更好是不超过 200kcal/kg；特别好是不超过 150kcal/kg。同样，不限定蒸发潜热的下限，但通常为 50kcal/kg 或更高，较好的是 70kcal/kg 或更高。

同样，反应介质在大气压力下的沸点优选 40°C-200°C；更好是 50°C-180°C；最好是 60°C-150°C。在反应介质的大气压力下的沸点显著低于前述范围的情况下，每一步骤中的反应介质的处理和回收倾向于变得困难。另一方面，在其沸点非常高的情况下，分离步骤中在将所需要的化合物输送入化合物回收区的期间反应介质的剩余量倾向于增加。

在反应器 1 中，当加入原料时，目标反应基质的 30%或更多、更好是 50%或更多、特别好是 70%或更多，例如 80%或更多发生化学变化。反应混合物的实例包括各种体系，例如液态单相体系、气-液两相体系和气-液-固三相体系。

当考虑各种因素，如反应速度、副反应、和在反应介质中的溶解度时，反应条件就被确定。该反应通常在 50°C-350°C 的温度范围内进行，较好的是 100°C-300°C，更好的是 130°C-250°C，特别好的是 150°C-230°C 和反应介质在大气压力下的沸点或更高的温度。同样，该反应在高于大气压力但不高于 20MPa 的压力范围内下进行，较好的是 0.2MPa-10MPa，更好的是 0.5MPa-5MPa，特别好的是 1MPa-3MPa。在反应温度和压力显著低于前述范围的情况下，块状物在本发明的制造步骤中获得的内能小，在块状物输送到化合物回收区的期间的块状物附着液的蒸发不充分。同样，在反应温度和压力显著高于前述范围时，易发生副反应，或者化合物易于分解，于是产率降低。

在本发明的制造方法中，反应步骤中可使用催化剂。催化剂可以是非均相催化剂或均

相催化剂。反应器的温度控制通过加热或放热来实现。这取决于加入液体的温度、反应的种类，如吸热反应和放热反应等。加热使用套管和盘管来实现，放热可通过进一步的蒸发操作来实现。

在反应步骤中，反应条件在中途发生变化（包括多个反应器的情况）的情况也包括在内。在这种情况下，本发明中所规定的反应步骤的反应条件（在高于大气压力的压力下和反应介质在大气压力中的沸点或更高的温度下）是指在时间上最接近分离步骤时的反应条件。因此，本发明的制造方法不同于其他的制造方法，在其他方法中，反应在压力不高于大气压力、或温度不高于反应介质在大气压力下的沸点时进行，且反应完成后，当反应混合物在加热、加压的条件下输送到分离装置中时，产生高于大气压力的压力和反应介质在大气压力下的沸点温度或更高的温度。

顺便地，从反应器经过根据需要使用中间处理槽到分离装置中的各个步骤可包括附加的单元操作，如稀释和加热，只要他们满足压力高于大气压力、温度保持在反应介质在大气压力下的沸点温度或更高的温度。

#### (D) 中间处理步骤

中间处理步骤不是必须的，且可以设置多个中间处理槽。中间处理步骤的实例包括冷却、加热、升压、降压、浓缩、稀释、沉淀、添加等。典型地是进行结晶和溶解。例如，再要提高化合物的回收率的情况下，进行结晶；而当要提高化合物的纯度时，进行溶解。根据所需要的化合物的种类、产品规格等来适当地选择这些中间处理步骤。

顺便地，在通过反应步骤得到的反应产物为非固态（solid-free state），如过饱和态、液态单相体系、气-液两相体系的情况下，有必要在分离步骤之前固化所需要的化合物，更好地是，在中间处理步骤中进行结晶。

同样，中间处理步骤不是一定要使用容器，如中间处理槽，而可以在从反应步骤移到分离步骤的管线中进行。

作为中间处理步骤中的操作的优选实施例，在进行结晶的情况下，结晶的段数优选不超过4段，更好是不超过2段，特别好是1段。在管线12、中间处理槽2、管线13的任何位置中，反应产物保持在反应介质在大气压力中的沸点或更高的温度和高于大气压力的压力。压力范围优选超过大气压力但不高于20MPa，更好的是0.2MPa-10MPa，特别好的是0.3MPa-5MPa。温度范围通常是50°C-350°C，较好的是100°C-300°C，特别好的是130°C-250°C。



反应介质在大气压力中的沸点 ( $B_{p1}$ ) 与中间处理步骤 2 中的反应产物的温度 ( $TD$ ) 的温差 ( $TD-B_{p1}$ ) 的优选范围是  $5^{\circ}\text{C}$ - $200^{\circ}\text{C}$ , 更好的是  $10^{\circ}\text{C}$ - $150^{\circ}\text{C}$ , 特别好的是  $15^{\circ}\text{C}$ - $100^{\circ}\text{C}$ 。保持上述温差, 可以至少使反应产物从管线 12 中释放的热能的一部分保留在管线 13 的反应产物中。顺便地, 如前所述, 反应产物可以由液态单相体系、气-液两相体系、固-液两相体系、或气-液-固三相体系中任一体系构成。特别地, 由固-液两相体系或气-液-固三相体系构成的体系称之为浆液。在本发明的制备步骤中, 反应产物通常在管线 13 中输送时变成浆液。

### (B) 分离步骤

浆液态的反应产物从中间处理槽 2 经过管线 13、或从反应器 1 经过另一条管线 (未示出) 被输送到分离装置 3 中。

分离装置 3 在机械方面不受特别限制, 而是可使用如 JP-T-7-507291 中所述的众所周知的那些装置, 例如离心分离器、水平带式过滤机和回转真空过滤机, 以及 JP-T-6-502653 中描述的过滤器元件。特别地, 在使用离心分离器的情况下, 可选自筛子辊筒倾析器 (screen bowl decanters) 和固体辊筒倾析器 (solid bowl decanters)。

为了使通过管线 13 进入分离装置 3 的浆液具有的热能不被完全逸散和损失, 要调节分离装置 3 的压力和温度。当分离装置 3 的压力低时, 浆液发生闪蒸从而使温度降得更低。因此, 分离装置 3 的压力为大气压力或更高, 如果需要的话, 可以比反应器 1 或中间处理槽 2 的压力更高。

在分离装置中对输送到分离装置中的浆液进行固-液分离, 浆液中的反应介质的含量被减少至不超过固体含量的 50%, 优选不超过 30%, 以获得块状物。在本发明的制造方法中, 作为固体的所需要的化合物构成了块状物的主要成分, 该块状物包括反应介质或在随后描述的洗涤块状物的情况下的洗液 (在本说明书中, 存在于块状物中的反应介质和洗液的总量称之为块状物附着液), 且块状附着液的含量范围为不超过固体含量的 50%, 优选不超过 30%。

更好的是, 在分离装置 3 中得到的块状物在排出前即刻的温度 ( $T_{B2}$ ) 比从分离装置 3 中排出前即刻的块状物附着液在大气压力下的沸点 ( $B_{p2}$ ) 更高。例如, 在浆液经过管线 13 被输送到高压分离装置 3 中的情况下, 可以通过在进入分离步骤 3 之前用泵等升高压力来实现这一输送。分离装置 3 的压力范围较好的是  $0.11\text{MPa}$ - $22\text{MPa}$ , 更好的是  $0.21\text{MPa}$ - $12\text{MPa}$ , 特别好的是  $0.31\text{MPa}$ - $7\text{MPa}$ 。块状物被排出前即刻的温度范围是  $50^{\circ}\text{C}$ - $350$

℃, 较好的是 100℃-300℃, 更好的是 130℃-250℃。从分离装置 3 排出前即刻的块状物附着液在大气压力下的沸点与从分离装置中排出的块状物的温度的温差 (TB-Bp2) 的优选范围是 5℃-200℃, 更好的是 10℃-150℃, 特别好的是 15℃-100℃。

同样, 可以对分离装置 3 增加洗涤功能。洗液的种类没有特别限制, 可以是完全不同于反应介质的组分, 或相反的, 可以是与反应介质完全相同的组分。同样, 洗涤中无浆化没有特别限制。这里, 为了使被分离的块状物的热能不被逸散和损失, 要控制洗液的用量和温度。在使用低温洗液的情况下, 降低洗液的用量以便抑制其影响。如果通过升高洗液的温度可以抑制块状物的散热的话, 那么可以增加洗液的用量。因此, 洗液的特定温度为高于洗液在大气压力下的沸点但不高于 (TB1+100℃) (其中, TB1 表示未洗涤的块状物的温度, 它通常与洗涤前分离装置中的温度大体相等) 的范围内, 较好是 TB1~(TB1+80℃); 更好是 (TB1+5℃)~(TB1+60℃)。

同样, 洗液的具体用量基于块状物中的固体含量的重量比优选为 0.03-5.0, 更好的是 0.05-4.0, 特别好的是 0.1-3.0。顺便地, 为了防止洗液的爆沸, 其中加入了洗液的分离装置中的压力为洗液的蒸汽压力或更高。分离装置中的压力比将要加入到分离装置中的浆液的压力高出的范围优选为 0.01MPa-2.0MPa, 更好的是 0.01MPa-1.0MPa, 特别好是 0.02MPa-0.5MPa。

除了分离装置中在加热、加压条件下存在的液体物质外, 对洗液的种类没有特别限制。同样, 洗液的组分可以完全不同于反应介质, 且对反应介质的蒸发潜热根本不作限制。

洗液的蒸发潜热优选不超过 300kcal/kg, 更好的是不超过 200kcal/kg, 特别好是不超过 150kcal/kg。同样, 蒸发潜热的下限没有特别限定, 但是如果要用作洗液的话, 它的蒸发潜热最好是尽可能的低。蒸发潜热的下限通常为 50kcal/kg 或更高, 更好的是 70kcal/kg 或更高。

同样, 洗液的大气压力中的沸点优选为 40℃-200℃, 更好的是 50℃-180℃, 特别好是 60℃-150℃。在洗液的大气压力中的沸点显著低于前述范围的情况下, 洗液的处理倾向于变得困难。在它非常高的情况下, 在分离步骤中将所需化合物输送至化合物回收区的期间, 洗液的剩余量倾向于增加。

顺便地, 根据需要待洗涤的块状物的液体含量 (块状物中附着液与固体含量的重量比) 不超过 50%, 较好的是不超过 30%, 更好的是不超过 20%, 最好是不超过 15%。

### (C) 干燥步骤

用于本发明中的干燥装置的形式没有特别限制，只要随后描述的干燥步骤中的各项操作能够得以进行，但是通常使用具有排出阀（下文中，简称为“阀”）的压力干燥装置。

被分离的块状物保持在室 4 中，随后通过阀 5 排出到粉末槽 6（化合物回收区）中，同时根据需要控制粉末表面。室 4 中的压力大致与分离装置 3 中的压力相等。同样，粉末槽 6 中的压力低于分离装置 3 中的压力，且优选为大气压力。通过阀 5 释放室 4 中的块状物压力至大气压力，使块状物附着液的沸点降低，藉此块状物附着液由沸点差造成的显热使之蒸发。因此，本发明中，通过反应使内能作为一贯保持的显热能被利用是很重要的。由于这个原因，对于反应产物、块状物、所需要的化合物等，反应步骤（A）、中间处理步骤（D）、分离步骤（B）和直到通过阀 5 的干燥步骤（C）的温度和压力均分别保持在其中存在的每一液体的大气压力中的沸点或更高温度，和高于大气压力的压力。

关于排出块状物的方法，对于要存储在室 4 中的块状物的量和排出频率没有特别的限制。块状物可一直残留在室 4 中，或间歇性的排空。顺便地，尽管可以在保持室 4 对粉末槽 6 的高压状态的同时一直打开阀 5，但更好的是间歇性的开、关阀 5，因为气密性是必不可少的。室 4 中的块状物的量的测定没有特别限制，可以是直接或间接的进行。为了测定块状物水平面的位置，通常使用电接触型检测器或利用光或声波的远距离测量装置。

一个或多个阀可用作从分离装置 3 到化合物回收区的排出阀。在多个阀的情况下，可以在阀 5 前最靠近化合物回收区处增加其它阀。阀 5 或 9 的实例包括球阀、蝶阀、旋转阀、片状挡板、滑动闸板、轴型阀等。在使用两个阀，比如阀 5 和阀 9 排放的情况下，通过交替地开关阀 5 和阀 9，可以间歇性地存储块状物于中间室 16 中并将其通过阀 5 排出。同样，如果需要，通过密封中间室 16 和适当地进行加热、冷却、升压、降压、或气体置换，块状物可以经过阀 5 排出。在连续排出块状物的实施方式中，控制阀 9 的打开时间和阀 5 的打开时间使这两个阀的打开时间不会相互重叠，打开时间优选为 0.5-20 秒，更好的是 1-15 秒，特别好是 2-10 秒。具体地，使用如热交换器、气体喷射器、气体排放器等。同样，通过进一步的增加阀以增加串联连接的中间室的数量，和控制开、关阀的时间，可以减少各个阀的前后压力差。

这些阀的特征在于密封部分的形状，其实例包括面接触和线接触。线接触的形状包括矩形和圆形。作为本发明的实施例，在使用多个阀以提供中间室的情况下，密封部分的形状没有特别限制。但是，在使用一个阀从分离装置中排出化合物到化合物回收区的情况下，较好的是使用密封部分为线接触型的圆形阀。具体地，使用阀体为近似圆锥形的轴型阀。在密封部分为线接触型的情况下，滑动部分少，从而具有抑制固体包裹的效果。另外，在

具有圆形密封部分和具有近似圆锥形阀体的轴型阀的情况下，可以作高速驱动。

在一个阀的情况下，当在干燥步骤中的打开时间过长时，分离步骤和处理步骤的压力被泄漏。因此，较好的是适当的控制打开时间，例如，重复进行开、关操作。打开时间较好的是 0.01-1 秒，更好的是 0.02-0.5 秒，特别好是 0.04-0.2 秒，最好的是 0.05-0.15 秒。另外，带有这种类型的阀的加压干燥装置显示在图 2 中。

从分离装置中排出的块状物被输送到室 4 中。按照图 2 所示，室 4 被设置在近似圆锥形阀体上的密封条 22 从斜槽 7 处分隔开。当检测器 21 存储了一定量的块状物后，连接到油组件的圆柱体 24 被驱动以降低阀 5，在密封条 22 中就形成开放部分以排出块状物。排出的块状物通过斜槽被输送到粉末槽中。同样，斜槽 7 由密封条 23 与空气隔断。根据需要可对室 4 和斜槽 7 的内表面作防止粘结的处理。对于密封条 22，选择能够经受高温、高压和摩擦的品种和形状。

同样，除了使用阀完全地隔断室和粉末槽的方法外，还列举了一种使用螺旋运输器代替排出阀以螺旋运输器内块状物密封的方法。在这种情况下，块状物通过螺旋运输器从室被输送到粉末槽中。

通过因温差造成的蒸发，部分或全部块状物附着液从输送到化合物回收区的块状物中被除去。为了防止被蒸发的块状物附着液再次污染，较好的是将干燥气体引入化合物回收区或中间室 16。任何对化合物和附着液为惰性的，和不会浸透到附着液的组分中的干燥气体都能被使用。例如，可使用氮气和惰性气体如氩气和氦气。

在室 4 中的块状物移动到粉末槽 6 的期间，附着液藉释放出来的内能被蒸发，由此块状物的液体含量较好的是降低 3%或更多，更好的是 6%或更多，特别好是 9%或更多。这里，块状物的液体含量降低 3%的意思是块状物的液体含量比如，从 15%减小到 12%。同样，可以使块状物的液体含量减少至不超过 10%，较好的是不超过 5%，更好的是不超过 2%。块状物较好的是以含有低液体含量的粉末存储在粉末槽中。

块状物附着液由反应介质、洗液、反应副产物、反应基质、其它添加剂等或它们的混合物组成，但主要由反应介质或洗液或它们的混合物组成。那些具有在大气压力下不超过 300kcal/kg，更好不超过 250kcal/kg，特别好不超过 200kcal/kg，比如不超过 150kcal/kg 的蒸发潜热的块状物附着液在本发明中是有效的。在块状物附着液为混合物的情况下，蒸发潜热按照混合物的平均值来确定。附着液被蒸发变成气体，蒸发的气体通过管线 14 被排出，然后根据需要进行回收。

被排入粉末槽 6 中的所需化合物通过管线 15 被回收。当液体含量超过产物的允许范

围时，必须让它通过烘干机。在这种情况下，较好的是将干燥气体引入中间室 16 或粉末槽 6 中以干燥化合物，而不需要进行热干燥操作。

分离装置的容器温度和被排入化合物回收区中的块状物的温度的温差值较好为  $5^{\circ}\text{C}$ - $250^{\circ}\text{C}$ ，更好是  $10^{\circ}\text{C}$ - $200^{\circ}\text{C}$ ，特别好是  $20^{\circ}\text{C}$ - $170^{\circ}\text{C}$ 。在温度差显著小于前述范围的情况下，干燥是不够的，反之在温度差显著大于前述范围的情况下，分离装置中块状物的温度变得过高，导致化合物可能发生分解。同样，分离装置中的压力和化合物回收区中的压力的压差值较好的是  $0.01\text{MPa}$ - $22\text{MPa}$ ，更好的是  $0.11\text{MPa}$ - $12\text{MPa}$ ，特别好的是  $0.21\text{MPa}$ - $7\text{MPa}$ 。在压差显著小于前述范围的情况下，块状物的排出变得困难，反之在压差显著大于前述范围的情况下，排出变得急促以至于难以控制。

从分离装置中排出的块状物较好地是具有  $40\mu\text{m}$  或更大的体积平均粒径，更好是  $50\mu\text{m}$  或更大，特别好是  $60\mu\text{m}$  或更大。在体积平均粒径显著小于前述范围的情况下，脱液变得很糟。对所述体积平均粒径的上限没有特别限定，但通常不超过  $30\mu\text{m}$ 。

顺便地，前述反应步骤 (A)、中间处理步骤 (D) 和分离步骤 (B) 中的温度和压力的比例关系没有限制，除了每一步骤保持高于各种液体在大气压力下的沸点或更高的温度，和每一步骤保持高于大气压力的压力以外。例如，关于温度，[反应步骤的温度（下文称作"TA"）>中间处理步骤的温度（下文称作"TD"）>分离步骤的温度（下文称作"TB"）]的情况，(TA>TD<TB)的情况，和 (TA<TD<TB)的情况中的任一种都适用于本发明。同样，在反应步骤和分离步骤的关系中，(TA<TB)和 (TA>TB)的任何一种也都适用于本发明。关于压力，完全相同是可适用的，以及[反应步骤的压力（下文称作"PA"）>中间处理步骤的压力(下文称作"PD")>分离步骤的压力(下文称作"PB")]的情况，(PA>PD<PB)的情况，(PA<PD<PB)的情况，(PA<PB)的情况，和 (PA>PB)的情况中的任一种都适用于本发明。另外，温度和压力间的关系不要求总是一致。例如，通过升高中间处理步骤中的压力和将得到的反应产物通过一个冷凝器，温度变成(TA>TB)，而压力变成(PA<PB)。

其次，本发明的制造方法适用于所需化合物作为固体回收的情形。关于用本发明的制造方法制备的化合物，可以使用那些稳定地存在于前述各步骤中，且至少在分离步骤前其中的至少一部分作为固体存在的化合物。较好的是芳族羧酸，更好的是芳族二羧酸，特别好的是对苯二甲酸。

同样，本发明的制造方法包括固-液分离的步骤。由于所需要的物质作为固体被回收，因此较好的是，未反应的原料本身是液体或在反应介质和/或洗液中具有高的溶解度，因为这能提高所需化合物的纯度。

作为本发明中的一个优选实施方式，列举了用分子态氧液相氧化烷基苯。通过此反应，得到了芳族羧酸，例如芳族一羧酸、芳族二羧酸、芳族三羧酸和部分烷基被氧化的芳族羧酸。适用于本发明的方法的对苯二甲酸的制备将作为典型实施例在下文中描述。顺便地，对二甲苯被列举作为原料的烷基苯。

在对二甲苯的液相氧化中，通常用醋酸作反应介质。反应介质的用量通常是对二甲苯的1-10倍重量，较好的是2-8倍重量，更好是3-6倍重量。同样，除了醋酸外，反应介质中通常可包含不超过25%重量的水，较好的是不超过10%重量的水。在对二甲苯的液相氧化反应中，也生成水。控制包含有最初含在溶剂中的水的反应介质中的水分含量，使其通常最大为5%-25%重量，更好的是7%-20%重量。通过按照传统的方法将一部分通过冷凝从反应器蒸发的气体而得到的冷凝回流液清除到系统外，可进行水分含量的调节。

用于对二甲苯氧化的含分子态氧的气体的实例包括空气，氧气稀释的空气和富氧空气，从设备和成本的观点考虑，空气是合乎要求的。

同样，作为氧化反应中的催化剂，任何已知的催化剂都能被使用。典型地，主要使用钴、锰、和溴。催化剂成分的具体化合物如下。钴化合物的实例包括醋酸钴、环烷酸钴、以及溴化钴，优选醋酸钴。锰化合物的实例包括醋酸锰、环烷酸锰、以及溴化锰，优选醋酸锰。同样，溴化合物的实例包括溴化氢、溴化钠，溴化钴、溴化锰、以及溴乙烷，优选溴化氢。这些化合物可以组合使用。同样，其它金属化合物也可以用于醋酸溶剂中。例如，当钠组分以1ppm-100ppm的量存在时，它进一步起防止锰组分沉淀的作用，且还具有提高所得到的对苯二甲酸的透射率的作用。

催化剂的用量如下。钴组分的用量按其还原成钴金属相对于溶剂为100ppm-2000ppm重量，较好的是200ppm-1000ppm重量。锰组分的用量是1ppm-1000ppm重量，更好的是5ppm-500ppm重量。溴化合物的用量是400ppm-2000ppm重量。

同样，为了促进反应，可组合使用共氧化剂（co-oxidizer）。

顺便地，反应介质包含反应中间体，例如4-羧基苯甲醛，对甲苯酸，对甲苯甲醛，和杂质如苯甲酸。

对二甲苯的氧化反应在醋酸溶剂中，并在含钴、锰和溴的催化剂存在下，以140°C-230°C的温度，更好的是150°C-210°C的温度下进行，同时持续地加入含分子态氧的气体，使95%或更多的对二甲苯氧化。这称作第一反应区。反应压力是混合物能至少在反应温度或更高温度下保持液态的压力，通常为0.2MPa-5MPa。氧化的反应时间（平均滞留时间）通常为30-300分钟。

在第一反应区中，为了增加反应气相部分中的氧气分压，可以使用一种方法，该方法中，通过冷凝和除去从反应器排出的气体的冷凝组分后所得到的氧化废气被分成两股气流，一股气流被排出到体系外，而另一股气则连续循环并进入反应器中。

其次，根据需要可以设定一个 140°C-230°C 的第二反应区，较好的是 140°C-220°C，更好的是 160°C-200°C。在该反应区中，不需加入对二甲苯，用分子态氧进行低温附加氧化。低温附加氧化的反应时间（平均滞留时间）通常为 20-90 分钟。

其次，根据需要可以在 150°C-300°C，较好是 200°C-280°C 的第三反应区、不需加入对二甲苯、用分子态氧进行附加氧化，其中的温度高于第二反应区的温度。附加氧化的反应时间（平均滞留时间）为 5-120 分钟。

氧化反应可在第一反应区终止，或可以进行到第二反应区为止或第三反应区为止。按照本说明书中的限定，在所选择的方法中的最终反应区对应于图 1 中的反应器 1。例如，如果氧化反应进行到第三反应区为止，那么第三反应区就对应于图 1 中的反应器 1。

按照前面的举例说明，通过图 1 中的管线 12 引入到中间处理步骤的浆液，其温度成为 130°C-300°C。这个中间处理可以被执行，或者浆液可以被直接通过管线 13 被输送到分离步骤 3 而不进行中间处理。例如，在对苯二甲酸的实施例，在反应进行到第二反应区为止的情况下，得到 130°C-240°C 的浆液。然而，由于不要求结晶，得到的浆液被输送到分离装置中，同时保持反应温度。浆液的压力等于或高于浆液中母液的蒸汽压力。由于温度的降低伴随着压力的降低，因此，通过对浆液的压力操作，实际上就控制了温度。

关于通过图 1 中的管线 13 被加入到分离装置中的浆液，在考虑从块状物中蒸发的块状物附着液的同时，确定了温度。例如，当在反应介质中具有浓度为 10% 重量的水和浓度为 90% 重量的醋酸的混合溶液以 11% 的重量比附着在对苯二甲酸块状物上时，用来完全蒸发块状物附着母液的必要的块状物温度为 170°C 或更高。因此，尽管使反应进行到第二反应区为止，由此所得的浆液其温度为 130°C-240°C，较好的是在第二反应区以高于 170°C 的温度进行反应。顺便地，即使反应在低于 170°C 的温度下进行，通过保持高于 110°C 的温度作为在大气压力下的沸点，工业上仍可以利用实际块状物温度的温差值作为显热来干燥块状物。

因此，保持温度于标准压力下的沸点或更高而不将反应后工艺过程中的浆液压力释放至大气压力，从本发明中能量利用的观点来看是具有重要意义的。然而，在列举的例子中，在仅仅得到不高于 170°C 的浆液的情况下，不足以干燥块状物的热量必须得到补充，并且要对分离前的浆液、分离后的块状物或排出后的块状物中的任意一种进行加热。在分离前

的浆液中，可列举使用热交换器；在分离后的块状物中，可列举加热洗液或加热环境气体；在排出后的块状物中，可列举从粉末槽的外部加热或环境气体的热量补充。顺便地，为了保持浆液于 170℃ 或更高温度，需要 0.6MPa 或更高的压力。分离器的压力较好的是 0.65MPa-1.5MPa，更好的是 0.7MPa-1.3MPa，特别好的是 0.8MPa-1.0MPa。

顺便地，为了让块状物洗液不带走块状物所具有的热能，比较好的是块状物洗液的温度等于或高于块状物的温度。作为具体的实施例，当块状物温度为 170℃，制备含有主要组分为醋酸的洗液，其温度为 170℃ 或更高，比如高出块状物温度 5℃ 或高于 170℃ 的洗液温度。另外，为了防止洗液的爆沸，加入了洗液的分离装置中的压力为洗液的蒸汽压力或更高。例如，分离装置中的压力较好为高于加入到分离装置中的浆液的蒸汽压力的 0.01MPa-1.0MPa，且洗液的蒸汽压力在该压力范围内。关于洗液的种类，比较好的是各个组分的蒸发潜热的总量不高于 300kcal/kg。尽管单体水的蒸发潜热为 500kcal/kg 或更高，但如果作为混合物它具有 300kcal/kg 的蒸发潜热平均值，那么含有水的那些洗液也被优选使用。同样，洗液的组合物可以完全不同于反应介质。例如，如上面列举的在含有醋酸作为主要成分的反应介质的情况下，比如洗液可以是完全不同的醋酸酯纯物质，或者洗液可以是除了杂质外具有与反应介质完全相同的组分。

已经从分离装置中出来的对苯二甲酸块状物滞留在如图 1 中所述的室 4 中。块状物在大气压力下间歇性地或连续地排入粉末槽中。室 4 中块状物滞留量的平均值较好的是，比如当每小时的处理量定义为 1 时，其重量比为 0.0001-0.1，这取决于室形状、块状物量的上限和块状物量的下限。排出量取决于室 4 中块状物的上限、下限和滞留量。例如，当每小时的处理量定义为 1 时，则每次驱动阀 5 的排出量为 0.002-0.02。顺便地，阀 5 的驱动距离较好的是 3-50mm，更好的是 10-25mm。同样，驱动频率较好的是 50-500 次/小时。当驱动距离和驱动频率在前述较好的范围内时，从分离装置到化合物回收区中的化合物的排出良好。

如果需要，排入到图 1 中所示的粉末槽 6 中的对苯二甲酸块状物，比如可以用干燥气体等除去微量的块状物附着液，然后从管线 15 中加以回收。同样，含有在大气系统中产生的作为主要成分的醋酸的气体 and 干燥气体从管线 14 被除去。根据需要，通过管线 15 回收的块状物进一步通过纯化步骤成为产物。

## 实施例

结合实施例，下面将被更具体地描述本发明。然而，需要解释的是，在不超过本发明



要旨的情况下，本发明不受这些实施例的限制。

### 对比实施例 1

在具有 36 吨/小时的对苯二甲酸的生产量的设备中，对二甲苯、5.5 倍对二甲苯的量的醋酸，醋酸钴、醋酸锰、和溴化氢被连续地加入到液相氧化反应器中，并在温度为 197°C、压力为 1.45MPa、反应时间（平均滞留时间）为 90 分钟的条件下进行氧化反应。催化剂用量基于溶剂分别为 280ppm 重量的还原成金属钴的钴组分，280ppm 重量的锰组分和 700ppm 重量的溴组分。

空气用作由分子态氧的进行氧化反应的气体。此时，空气中的氧含量为 21%。向反应器中加入压缩空气，这样，再从反应器排出的气体（下文中，该气体有时称为“废气”）中氧浓度为 5% 体积。接下来，被氧化的浆液被连续输送到一个低温附加氧化反应器中，加入空气（氧含量：21%）作为在温度为 190°C、压力为 1.3MPa、反应时间（平均滞留时间）为 35 分钟的条件下进行氧化反应的气体，于是废气中的氧含量为 6% 体积，由此来进行低温附加氧化。

经低温附加氧化的浆液在一个三段中间处理槽中被连续结晶，并在大气压力下进行固-液分离操作。此时，经过固-液分离的块状物中的液体含量为 15%。

接下来，块状物在使用蒸汽作为热源的管式蒸汽干燥器型的干燥机中、于大气压力下进行干燥。压力为 0.4MPa 的蒸汽围绕干燥机循环，由此对加热炉进行加热。通过加热被蒸发的块状物附着液随着在干燥机内循环的氮气被排出到体系外。同样，干燥机的出口温度为 140°C。

当使用该干燥机干燥 1 吨对苯二甲酸的时候，用在干燥机中的蒸汽的热量为 36000kcal。同样，所得对苯二甲酸中的液体含量为 0.1%。

因此，在对苯二甲酸块状物中的液体含量在大气压力下经干燥后从 15.0% 降到 0.1% 的情况下，每吨对苯二甲酸需要 36000kcal 的热量。

### 实施例 1

接下来，在本发明的制造方法中，在保持反应步骤中产生的压力和温度的同时分离固体和液体，且得到的块状物被输送到低于分离区的区域的情况下，为了验证利用产生的显热的温差蒸发和分离块状物附着液的影响而进行了一个试验。

以与对比例中相同的方式得到的块状物通过使用图 3 所示的设备进行闪蒸分离而被干

燥。

闪蒸分离装置设置有内部体积为 1.2 升的加热器 32(一个内径为 40mm、长度为 800mm 的圆柱体)，内部体积为 3 升的接收器 34 (化合物回收区)，和用来加热加热器的夹套 38，且接收器可被浸在用来加热或冷却的油浴槽 35 中。

以与对比例 1 中相同的方式得到的液体含量为 14.1% (相当于 700g 固体含量；具有 10%的水浓度和 90%的醋酸浓度的块状物附着液的组合物) 的块状物，使其在大气压力下通过上部阀 31 被排入加热器 32 中。如果块状物由此被加热，一部分附着在块状物上的醋酸和水被蒸发，这样块状物的液体含量发生了改变。因此，先加入相应量到加热器中，然后将加热器密封并升温至 173℃。此时，加热器的压力为 0.6MPa。

在设置在加热器下方的接收器中，为了对其内部提供一个醋酸氛围，蒸发内部，并预先加入与该体积相对应的量的醋酸。然后接收器被浸在 115℃的热介质油中。打开底部阀 33，块状物和从加热器中从附着液蒸发的蒸气在大气压力下被输送到接收器中。

由于加热器的压力立刻变成大气压力，不仅加热器的底部阀立即关闭，而且接收器和充满乙二醇的捕集器 37 之间的阀 36 也被关闭。由于接收器内的温度在 123℃变得稳定，冷却得以实现。

闪蒸分离后，如果接收器向空气敞开，由于留在块状物表面上的液体组分向空气的扩散被加快，因此难以测量出真实值。由于这个原因，接收器在密闭系统中被冷却，接收器的气相部分中的气体组分被冷凝，具体地，在基本上不产生醋酸和水的蒸气时可充分冷却至 20℃，然后回收接收器中含有醋酸的全部块状物。

经过确认，在用于干燥后的失重来确定块状物附着液的量的方法中得到的结果与通过分析用来水洗块状物表面的液体中的组合物来确定块状物附着液的量所得到的结果相同。

经过闪蒸分离的通过接收器排出的醋酸和水的蒸气被引入到一个充满乙二醇或水的容器中，并在那里被吸收，然后通过气相色谱仪分析接收器中的液体组分和醋酸和水的增加量以确定质量平衡。

将这样确定的块状物附着液的量中减去冷却接收器前存在于接收器的气相部分中的醋酸的量所得到的值被当作在闪蒸分离后即时附着在块状物上的液体量，从而确定液体含量。顺便地，该块状物的中值粒径为 99 μm。用诚新企业公司 (Seishin Enterprise Co., Ltd.) 制造的激光散射型粒度分布测定仪，“Lazer Micron Sizer/LMS-24”来分析中径。将 1 克回收的块状物和表面活性剂放入到该装置的充满水的样品室中。随后，自动进行超声波下 30 秒钟的分散和通过激光散射的分析。分析完成后，得到每一粒度间隔的体积频率分布。从

这个结果可计算出累计频率为 50%的粒度。

### 实施例 2

以与实施例 1 相同的方式进行闪蒸分离，所不同于实施例 1 的是，块状物附着液为具有 10%的水浓度和 90%的醋酸浓度的组合物，块状物中的液体含量为 10.4%，以及加热器的温度为 187℃。闪蒸分离后，由于接收器中的温度在 110℃变得稳定，因此冷却得以实现。

### 实施例 3

以与实施例 1 相同的方式进行闪蒸分离，不同于实施例 1 的是，块状物附着液为具有 100%的醋酸浓度的组合物，块状物中的液体含量为 15.0%，加热器的温度为 144℃。

在实施例 1-3 中，操作条件显示在表 1 中，结果都显示在表 2 中。

在实施例 1-3 的任何一种情况中，假设分离步骤和干燥步骤在维持反应步骤中产生的压力和温度时进行。因此，除了反应步骤中产生的温度和压力外，没有新的能量用于干燥步骤中。不增加新的热量分别完成干燥，这样，在实施例 1 中，液体含量从 14.1%变成 1.3%；在实施例 2 中，液体含量从 10.4%变成 0.1%；在实施例 3 中，液体含量从 15.0%变成 5.7%。

同样，如表 2 中所示，闪蒸分离后块状物的液体含量与从体系具有的焓计算得到的液体含量相同。因此，通过使用本发明的制造方法可以发现，有反应步骤引起的内能能被有效地利用于干燥步骤中，从而能够减少传统干燥步骤需要的大量的热能。

表 1

实施例	闪蒸分离前的块状物		闪蒸操作前加热器中的压力 (MPa)	闪蒸操作后加热器中的即时压力 (MPa)	闪蒸分离操作的温差 加热器→接受器
	块状物附着液的组合物 (%)	液体含量 (%)			
1	醋酸 90—水 10	14.1	0.60	0.1	173→123
2	醋酸 90—水 10	10.4	0.85	0.1	187→112
3	醋酸	15.0	0.20	0.1	144→118

表 2

实施例	闪蒸分离后块状物的液体含量的计算值 (%)	闪蒸分离后块状物的液体含量的试验值 (%)
1	1.1	1.3
2	0	0.1
3	5.2	5.7

#### 实施例 4

通过与实施例 1 相同的方式进行闪蒸分离来干燥，不同于实施例 1 的是，使用如图 2 所示的设备代替图 3 所示的设备作为排放阀附近的设备。

闪蒸分离后块状物的液体含量为 1.3%。

#### 实施例 5

通过与实施例 4 种相同的方式进行闪蒸分离来干燥，不同于实施例 4 的是，闪蒸前使用的块状物是块状物附着液为 100%的水浓度的组合物，其块状物中的液体含量为 8.5%，以及加热器的温度为 160℃。

闪蒸分离后块状物的液体含量为 4.3%。

#### 实施例 6

在对比实施例 1 中，经低温附加氧化的浆液在保持其温度和压力的同时被直接转移到一个筛碗细颈瓶 (screen bowl decanter) 中而不进行结晶，并且在相同的筛碗细颈瓶中依次进行固-液分离和用醋酸洗液洗涤。

假定通过固-液分离和洗涤得到的块状物的块状物附着液具有 8%的水浓度和 92%的醋酸浓度的组合物，其块状物中的液体含量为 15%。

将 700g 块状物通过用与实施例 1 相同的方法闪蒸分离进行干燥，不同于实施例 1 的是，加热器的温度为 173℃，且使用如图 2 所示的设备。

闪蒸分离后块状物的液体含量为 1.2%。

#### 实施例 7

通过与实施例 6 相同的方式进行闪蒸分离来干燥，不同于实施例 6 的是，使用如图 2 所示的设备代替图 3 所示的设备作为排放阀附近的设备。

---

闪蒸分离后块状物的液体含量为 1.2%。

### 工业适用性

在大气压力下固-液分离后再加热和干燥的方法中需要大量的热量。这是因为，除了要蒸发母液介质外，对苯二甲酸本身需要加热。与上述方法相比，这种在维持大气压力下的温度或更高温度的同时在固-液分离后的压力下干燥的方法能大大地减少在干燥中的能量消耗。

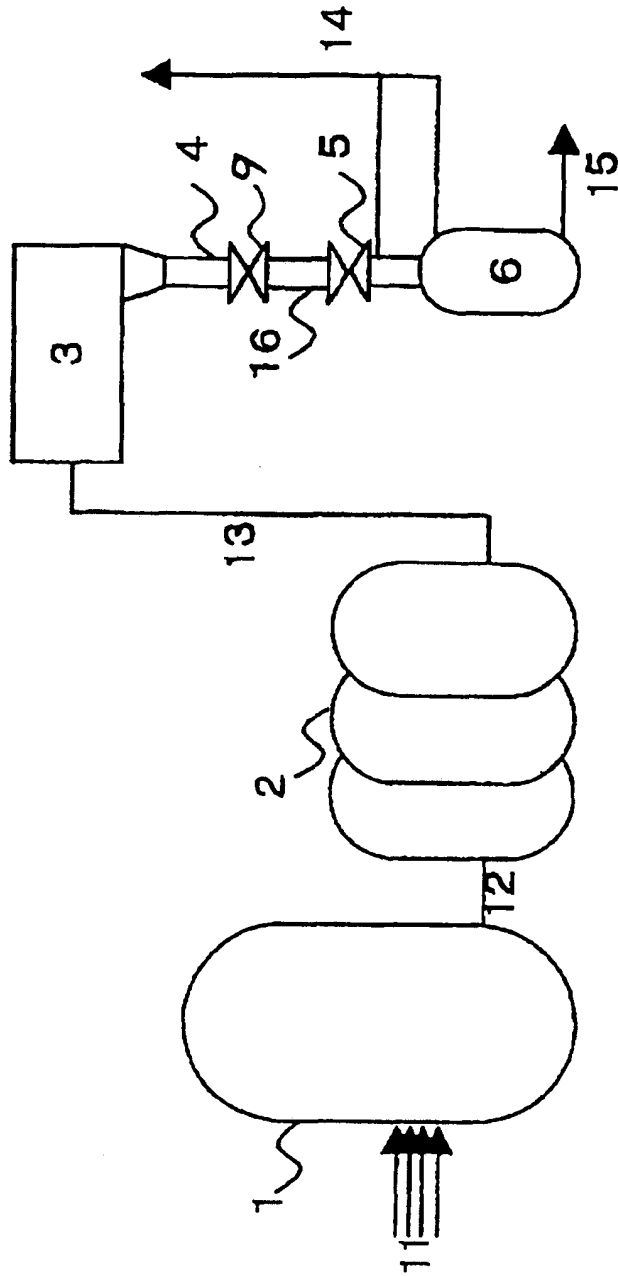


图1

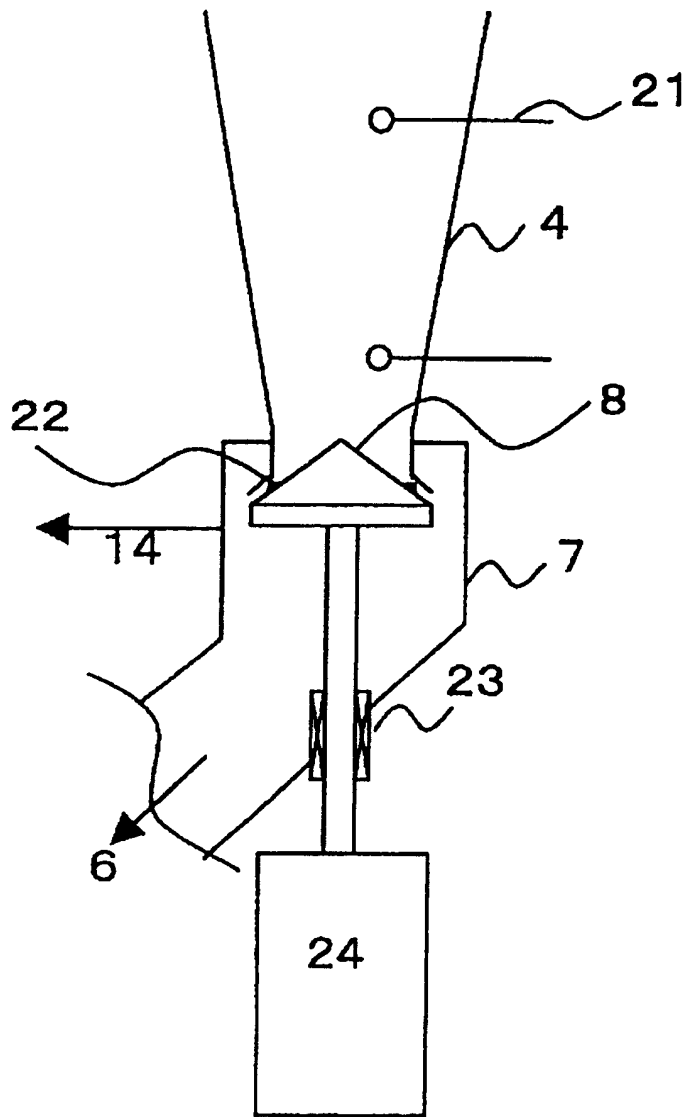


图 2

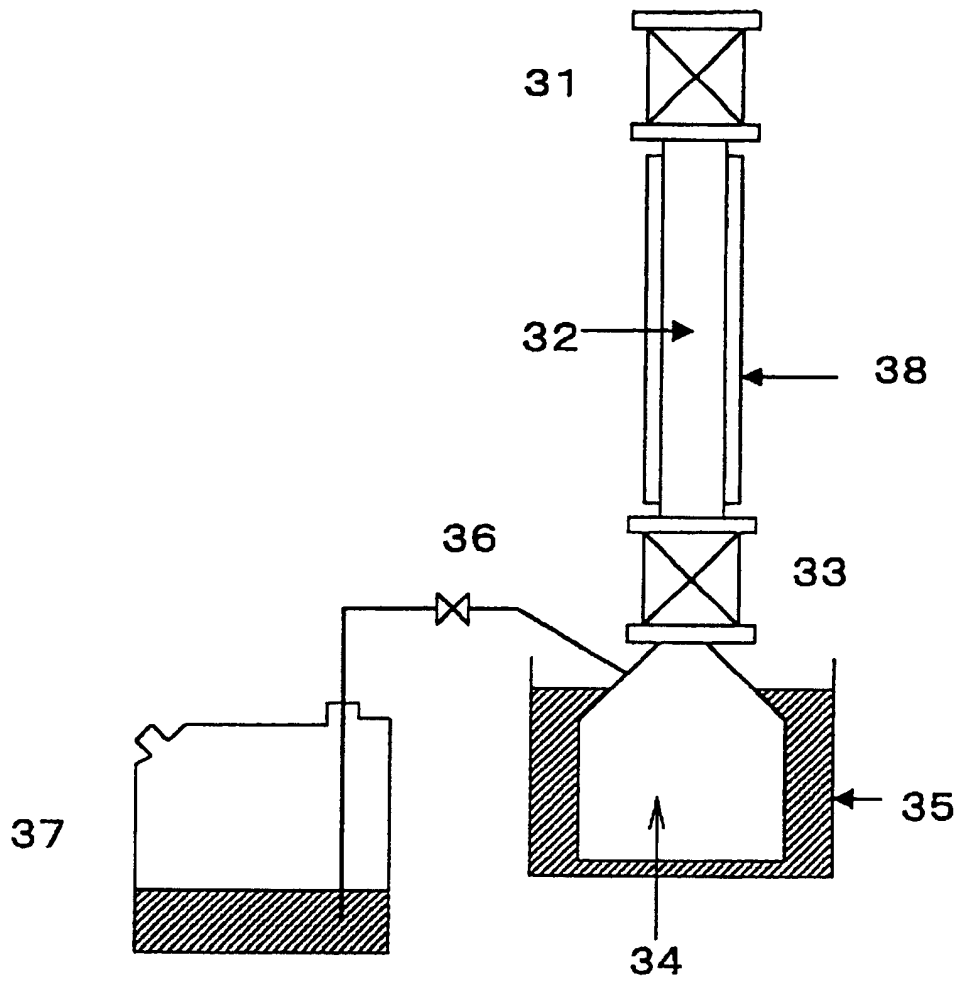


图 3