



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103880582 B

(45) 授权公告日 2015. 08. 12

(21) 申请号 201210553071. 5

CN 101941883 A, 2011. 01. 12, 说明书第 1-4

(22) 申请日 2012. 12. 19

页.

CN 102372591 A, 2012. 03. 14, 说明书第 1-5

(73) 专利权人 中国石油化工股份有限公司

页.

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街
22 号

审查员 郭晓赞

专利权人 中国石油化工股份有限公司上海
石油化工研究院

(72) 发明人 陈亮 肖剑 张鸿翔

(51) Int. Cl.

C07C 15/08(2006. 01)

C07C 7/14(2006. 01)

(56) 对比文件

GB 1493489 , 1977. 11. 30, 说明书第 1-4 页.

US 5448005 A, 1995. 09. 05, 说明书第 1-7

栏.

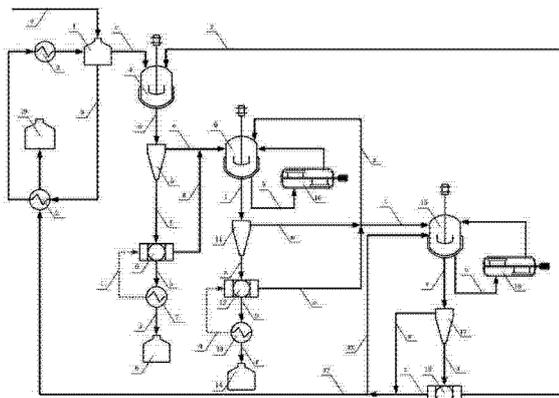
权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图 4 页

(54) 发明名称

对二甲苯多级结晶方法

(57) 摘要

本发明涉及一种对二甲苯多级结晶方法, 主要解决现有技术中存在的能耗大、预冷器结垢严重、晶体洗涤困难的问题, 本发明通过采用混合二甲苯原料进入原料中间罐中; 晶浆罐中的晶浆经增稠器增稠后得到预分离母液和浓缩晶浆, 浓缩晶浆 I 经固液分离器分离得到对二甲苯晶体和一级结晶过滤母液, 对二甲苯晶体在熔融罐中经加热后熔化; 预分离母液 I 与一级结晶过滤母液混合后分为两股; 二级釜式结晶器中的晶浆分两股流出; 浓缩晶浆 II 经固液分离器分离得到对二甲苯晶体和二级结晶过滤母液, 对二甲苯晶体返回到晶浆罐中; 预分离母液 II 与二级结晶过滤母液混合后分为两股, 第一股返回二级釜式结晶器中, 第二股冷却后进入母液罐的技术方案较好地解决了该问题, 可用于对二甲苯结晶生产中。



1. 一种对二甲苯多级结晶方法,包括以下步骤:

a) 混合二甲苯原料进入原料中间罐中,一部分原料 I 经母液换热器与预冷器冷却后返回到原料中间罐中,一部分原料 II 进入晶浆罐中,其中原料 I 与原料 II 的重量之比为 1 ~ 100:1;

b) 晶浆罐中的晶浆经增稠器增稠后得到预分离母液和浓缩晶浆,预分离母液进入一级釜式结晶器中进行结晶,浓缩晶浆经固液分离器分离得到过滤母液和对二甲苯晶体,过滤母液进入一级釜式结晶器中进行结晶,其中,预分离母液与过滤母液重量之比为 0.1 ~ 10:1;

c) 对二甲苯晶体在熔融罐中经加热后熔化,5 ~ 30%重量的对二甲苯返回固液分离器作为洗涤液,70 ~ 95%重量的对二甲苯作为产品进入产品罐;

d) 一级釜式结晶器中的晶浆分两部分流出,第一晶浆 I 经套管式结晶器 I 换热后返回到一级釜式结晶器中,第一晶浆 II 经增稠器增稠后得到预分离母液 I 和浓缩晶浆 I,其中,第一晶浆 I 与第一晶浆 II 的重量之比为 1 ~ 100:1;

e) 浓缩晶浆 I 经固液分离器分离得到对二甲苯晶体和一级结晶过滤母液,对二甲苯晶体在熔融罐中经加热后熔化,5 ~ 30%重量的对二甲苯返回固液分离器作为洗涤液,70 ~ 95%重量的对二甲苯作为产品进入产品罐;

f) 预分离母液 I 与一级结晶过滤母液混合后分为两股,第一股占 5 ~ 95%重量的一级结晶母液 I 返回一级釜式结晶器中,第二股占 5 ~ 95%重量的一级结晶母液 II 进入二级釜式结晶器中进行结晶,其中,预分离母液 I 与一级结晶过滤母液重量之比为 0.1 ~ 10:1;

g) 二级釜式结晶器中的晶浆分两部分流出,第二晶浆 I 经套管式结晶器 II 换热后返回到二级釜式结晶器中,第二晶浆 II 经增稠器增稠后得到预分离母液 II 和浓缩晶浆 II,其中,第二晶浆 I 与第二晶浆 II 的重量之比为 1 ~ 100:1;

h) 浓缩晶浆 II 经固液分离器分离得到对二甲苯晶体和二级结晶过滤母液,对二甲苯晶体返回到晶浆罐中;

i) 预分离母液 II 与二级结晶过滤母液混合后分为两股,第一股占 5 ~ 95%重量的二级结晶母液 I 返回二级釜式结晶器中,第二股占 5 ~ 95%重量的二级结晶母液 II 经母液换热器对混合二甲苯原料 I 进行冷却后进入母液罐,其中,预分离母液 II 与二级结晶过滤母液重量之比为 0.1 ~ 10:1。

2. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于晶浆罐为绝热操作。

3. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于一级釜式结晶器和二级釜式结晶器为绝热操作。

4. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于第一股占 5 ~ 95%重量的一级结晶母液 I 返回到套管结晶器 I 中。

5. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于第一股占 5 ~ 95%重量的二级结晶母液 I 返回到套管结晶器 II 中。

6. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于预分离母液和过滤母液进入套管结晶器 I 中。

7. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于第二股占 5 ~ 95%重量的一级结晶母液 II 进入套管结晶器 II 中。

8. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于固液分离器为离心机、过滤机或晶体洗涤塔。

9. 根据权利要求 1 所述的对二甲苯多级结晶方法,其特征在于增稠器为重力沉降槽、固液旋流器。

对二甲苯多级结晶方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种对二甲苯多级结晶方法。

背景技术

[0002] 对二甲苯是聚酯工业的重要原料,主要用于生产精对苯二甲酸(PTA)或精对苯二甲酸二甲酯(DMT),进而由PTA和DMT去生产聚酯(PET),分离混合二甲苯是对二甲苯的主要生产方法。混合二甲苯主要由对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯和乙苯组成,各组间的沸点相差很小,但是熔点相差较大,可采用结晶法分离对二甲苯。

[0003] 专利US5498822公开了一种分离对二甲苯的结晶方法,该方法先通过预冷器对混合二甲苯原料进行预冷却,然后通过单级结晶过程分离得到高纯度的对二甲苯产品。在实际的结晶生产过程中,制冷剂温度与混合二甲苯原料的温度相差很大,原料中的对二甲苯容易在预冷器的换热面结晶析出,从而降低预冷器的换热效果,严重时甚至会堵塞预冷器,使后续结晶过程无法正常进行,因而需要经常对预冷器进行清洗。对于釜式结晶器,搅拌桨难以做到刮壁搅拌,釜壁将不可避免地会形成晶体垢层,从而大大影响传热效率,虽可通过提高搅拌转速的方法来减少釜壁上的晶体结垢现象,但是搅拌转速过快,会使晶粒粒径大大降低,影响后续的过滤洗涤操作,因而,也需要定期对釜式结晶器进行清洗。频繁的进行预冷器和结晶器的清洗将会增加结晶生产过程的操作成本,也不利于生产过程的连续稳定运行。单级结晶过程中,为获得较高的回收率,结晶温度通常较低,所得对二甲苯晶体温度也较低,因此,在使用纯对二甲苯液体产品进行洗涤时,纯对二甲苯容易在洗涤过程中重结晶析出,进而堵塞过滤通道,使洗涤过程难以进行,难以取得良好的洗涤效果。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是现有生产对二甲苯的结晶方法中存在的能耗大、预冷器结垢严重、晶体洗涤困难的问题,提供一种新的生产对二甲苯的多级结晶方法,该方法具有能耗低、预冷器结垢轻、晶体洗涤方便的优点。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用技术方案如下:一种对二甲苯多级结晶方法,包括以下步骤:

[0006] a) 混合二甲苯原料进入原料中间罐中,一部分原料 I 经母液换热器与预冷器冷却后返回到原料中间罐中,一部分原料 II 进入晶浆罐中,其中原料 I 与原料 II 的重量之比为 1 ~ 100:1;

[0007] b) 晶浆罐中的晶浆经增稠器增稠后得到预分离母液和浓缩晶浆,预分离母液进入一级釜式结晶器中进行结晶,浓缩晶浆经固液分离器分离得到过滤母液和对二甲苯晶体,过滤母液进入一级釜式结晶器中进行结晶,其中,预分离母液与过滤母液的重量之比为 0.1 ~ 10:1;

[0008] c) 对二甲苯晶体在熔融罐中经加热后熔化,5 ~ 30% 重量的对二甲苯返回固液分离器作为洗涤液,70 ~ 95% 重量的对二甲苯作为产品进入产品罐;

[0009] d) 一级釜式结晶器中的晶浆分两部分流出, 晶浆 I 经套管式结晶器 I 换热后返回到一级釜式结晶器中, 晶浆 II 经增稠器增稠后得到预分离母液 I 和浓缩晶浆 I, 其中, 晶浆 I 与晶浆 II 的重量之比为 1 ~ 100:1;

[0010] e) 浓缩晶浆 I 经固液分离器分离得到对二甲苯晶体和一级结晶过滤母液, 对二甲苯晶体在熔融罐中经加热后熔化, 5 ~ 30% 重量的对二甲苯返回固液分离器作为洗涤液, 70 ~ 95% 重量的对二甲苯作为产品进入产品罐;

[0011] f) 预分离母液 I 与一级结晶过滤母液混合后分为两股, 第一股占 5 ~ 95% 重量的一级结晶母液 I 返回一级釜式结晶器中, 第二股占 5 ~ 95% 重量的一级结晶母液 II 进入二级釜式结晶器中进行结晶, 其中, 预分离母液 I 与一级结晶过滤母液的重量之比为 0.1 ~ 10:1;

[0012] g) 二级釜式结晶器中的晶浆分两部分流出, 晶浆 I 经套管式结晶器 II 换热后返回到二级釜式结晶器中, 晶浆 II 经增稠器增稠后得到预分离母液 II 和浓缩晶浆 II, 其中, 晶浆 I 与晶浆 II 的重量之比为 1 ~ 100:1;

[0013] h) 浓缩晶浆 II 经固液分离器分离得到对二甲苯晶体和二级结晶过滤母液, 对二甲苯晶体返回到晶浆罐中;

[0014] i) 预分离母液 II 与二级结晶过滤母液混合后分为两股, 第一股占 5 ~ 95% 重量的二级结晶母液 I 返回二级釜式结晶器中, 第二股占 5 ~ 95% 重量的二级结晶母液 II 经母液换热器对混合二甲苯原料 I 进行冷却后进入母液罐, 其中, 预分离母液 II 与二级结晶过滤母液的重量之比为 0.1 ~ 10:1。

[0015] 上述技术方案中, 晶浆罐为绝热操作; 一级釜式结晶器和二级釜式结晶器为绝热操作; 第一股占 5 ~ 95% 重量的一级结晶母液 I 返回到套管结晶器 I 中; 第一股占 5 ~ 95% 重量的二级结晶母液 I 返回到套管结晶器 II 中; 预分离母液和过滤母液进入套管结晶器 I 中; 第二股占 5 ~ 95% 重量的一级结晶母液 II 进入套管结晶器 II 中; 固液分离器为离心机、过滤机或晶体洗涤塔; 增稠器为重力沉降槽、固液旋流器。

[0016] 上述技术方案中, 混合二甲苯原料进入结晶器之前, 利用结晶母液对混合二甲苯原料进行冷却, 回收了结晶母液的冷量, 减少了预冷过程的能耗。预冷后的混合二甲苯原料不直接进入结晶器中, 而是返回到原料中间罐中, 再从原料中间罐中单独引一股原料进入结晶器中进行结晶, 其好处在于: 进入预冷器的混合二甲苯原料的流量可以很大, 不受后续结晶器的进料流量限制, 从而可以提高原料在预冷器中的流速, 以强化预冷器的换热效果, 同时能防止对二甲苯在预冷过程中结晶析出形成晶垢。设置晶浆罐的好处在于: 利用温度较高的原料对晶体进行升温, 既回收了晶体的冷量, 又熔化了部分细小晶体, 升温后的晶浆便于固液分离, 且得到的晶体温度较高, 能防止洗涤液在洗涤过程中的重结晶现象; 熔化部分细小晶体能提高晶浆罐中的晶体平均粒度, 便于后续的固液分离, 熔化后的对二甲苯会进入后续结晶器中进行结晶, 不会造成产品损失。晶浆罐中的晶浆固含量较低, 不能满足后续离心机的进料要求, 因此利用增稠器对晶浆罐中的晶浆进行浓缩, 以满足后续离心机的进料要求。釜式结晶器中的晶浆不通过釜式结晶器进行制冷, 而是引出一部分晶浆进入套管结晶器中进行制冷, 其好处在于: 釜式结晶器绝热操作, 无需夹套制冷, 能防止对二甲苯在釜式结晶器壁面形成晶疤; 晶浆在套管结晶器中进行制冷, 结晶析出的对二甲苯晶体可以及时被刮刀刮下, 从而确保套管结晶器的换热效率; 套管结晶器中的晶体可以在釜式结

晶器中继续生长,大颗粒的晶体有利于后续的固液分离过程;晶浆的循环量可以设置很大,从而提高套管结晶器中的晶浆流速以强化套管结晶器的换热效果。为确保晶浆在套管结晶器中具有良好的流动性,一般控制晶浆中的固含量在 35% 以下,因而将一部分结晶母液返回到结晶器中以调节结晶器中晶浆的固含量。对于后续的离心分离设备而言,为确保达到最佳操作工况,一般要求进料晶浆中的固含量为 50 ~ 60%,因此使用增稠设备对晶浆进行预分离,使浓缩后的晶浆满足离心机的进料要求。预分离母液和过滤母液不直接进入釜式结晶器,而是先经套管结晶器冷却后再返回到釜式结晶器中,则可以减少进入套管结晶器的晶浆循环量,减少晶体在输送过程中的破碎与磨损。使用多级结晶过程的好处在于:第一级结晶过程在较高温度下进行,由于晶体温度较高,因此晶体洗涤较好,所得晶体可直接作为产品;通过第一级结晶过程分离出大部分对二甲苯产品,从而减少了后续深冷结晶过程的制冷能耗。

[0017] 使用本发明的生产对二甲苯的结晶方法进行对二甲苯的结晶生产,原料预冷过程的制冷能耗节约了 7%,预冷器和套管结晶器的清洗周期由 90 天最大能延长到 240 天,有效解决了预冷器和套管结晶器结垢严重的问题,在晶浆罐中利用原料对晶体进行升温,提高了后续固液分离与晶体洗涤效果,对二甲苯产品的纯度达到 99.9%,取得了较好的技术效果。

附图说明

[0018] 图 1 是本发明所述生产对二甲苯的多级结晶方法的流程示意图。

[0019] 图 2 是本发明所述生产对二甲苯的多级结晶方法的另一种流程示意图。

[0020] 图 3 是本发明所述生产对二甲苯的多级结晶方法的另一种流程示意图。

[0021] 图 4 是现有的生产对二甲苯的结晶方法的流程示意图。

[0022] 如图 1 所述,混合二甲苯原料 a 进入原料中间罐 1 中,一部分原料 b 经母液换热器 2 与预冷器 3 冷却后返回到原料中间罐 1 中,一部分原料 c 进入晶浆罐 4 中。晶浆罐 4 中的晶浆 d 经增稠器 5 增稠后得到溢流母液 e 和浓缩晶浆 f,溢流母液 e 进入一级釜式结晶器 9 中进行结晶。浓缩晶浆 f 经固液分离器 6 分离得到过滤母液 g 和对二甲苯晶体 h,过滤母液 g 进入一级釜式结晶器 9 中进行结晶。对二甲苯晶体 h 在熔融罐 7 中经加热后熔化,一部分作为洗涤液 i 对固液分离器 6 中的晶体进行洗涤,一部分作为产品 j 进入产品罐 8。一级釜式结晶器 9 中的晶浆分两部分流出,晶浆 k 经套管式结晶器 10 换热后返回到一级釜式结晶器 9 中,晶浆 l 经增稠器 11 增稠后得到预分离母液 m 和浓缩晶浆 n。浓缩晶浆 n 经固液分离器 12 分离得到结晶过滤母液 o 和对二甲苯晶体 p。对二甲苯晶体 p 在熔融罐 13 中经加热后熔化,一部分作为洗涤液 q 对固液分离器 12 中的晶体进行洗涤,一部分作为产品 r 进入产品罐 14。结晶过滤母液 o 与预分离母液 m 混合后分为两股,第一股结晶母液 s 返回一级釜式结晶器 9 中,第二股结晶母液 t 进入二级釜式结晶器 15 中进行结晶。二级釜式结晶器 15 中的晶浆分两部分流出,晶浆 u 经套管式结晶器 16 换热后返回到二级釜式结晶器 15 中,晶浆 v 经增稠器 17 增稠后得到预分离母液 w 和浓缩晶浆 x。浓缩晶浆 x 经固液分离器 18 分离得到对二甲苯晶体 y 和结晶过滤母液 z,对二甲苯晶体 y 返回到晶浆罐 4 中。预分离母液 w 与结晶过滤母液 z 混合后分为两股,第一股结晶母液 xx 返回二级釜式结晶器 15 中,第二股结晶母液 yy 通过母液换热器 2 对混合二甲苯原料 b 进行冷却后进入母液罐 19 中。

[0023] 如图 2 所述,混合二甲苯原料 a 进入原料中间罐 1 中,一部分原料 b 经母液换热器 2 与预冷器 3 冷却后返回到原料中间罐 1 中,一部分原料 c 进入晶浆罐 4 中。晶浆罐 4 中的晶浆 d 经增稠器 5 增稠后得到溢流母液 e 和浓缩晶浆 f,溢流母液 e 进入一级釜式结晶器 9 中进行结晶。浓缩晶浆 f 经固液分离器 6 分离得到过滤母液 g 和对二甲苯晶体 h,过滤母液 g 进入一级釜式结晶器 9 中进行结晶。对二甲苯晶体 h 在熔融罐 7 中经加热后熔化,一部分作为洗涤液 i 对固液分离器 6 中的晶体进行洗涤,一部分作为产品 j 进入产品罐 8。一级釜式结晶器 9 中的晶浆分两部分流出,晶浆 k 经套管式结晶器 10 换热后返回到一级釜式结晶器 9 中,晶浆 l 经增稠器 11 增稠后得到预分离母液 m 和浓缩晶浆 n。浓缩晶浆 n 经固液分离器 12 分离得到结晶过滤母液 o 和对二甲苯晶体 p。对二甲苯晶体 p 在熔融罐 13 中经加热后熔化,一部分作为洗涤液 q 对固液分离器 12 中的晶体进行洗涤,一部分作为产品 r 进入产品罐 14。结晶过滤母液 o 与预分离母液 m 混合后分为两股,第一股结晶母液 s 返回一级套管结晶器 10 中,第二股结晶母液 t 进入二级釜式结晶器 15 中进行结晶。二级釜式结晶器 15 中的晶浆分两部分流出,晶浆 u 经套管式结晶器 16 换热后返回到二级釜式结晶器 15 中,晶浆 v 经增稠器 17 增稠后得到预分离母液 w 和浓缩晶浆 x。浓缩晶浆 x 经固液分离器 18 分离得到对二甲苯晶体 y 和结晶过滤母液 z,对二甲苯晶体 y 返回到晶浆罐 4 中。预分离母液 w 与结晶过滤母液 z 混合后分为两股,第一股结晶母液 xx 返回二级套管结晶器 16 中,第二股结晶母液 yy 通过母液换热器 2 对混合二甲苯原料 b 进行冷却后进入母液罐 19 中。

[0024] 如图 3 所述,混合二甲苯原料 a 进入原料中间罐 1 中,一部分原料 b 经母液换热器 2 与预冷器 3 冷却后返回到原料中间罐 1 中,一部分原料 c 进入晶浆罐 4 中。晶浆罐 4 中的晶浆 d 经增稠器 5 增稠后得到溢流母液 e 和浓缩晶浆 f,溢流母液 e 进入一级套管结晶器 10 中进行结晶。浓缩晶浆 f 经固液分离器 6 分离得到过滤母液 g 和对二甲苯晶体 h,过滤母液 g 进入一级套管结晶器 10 中进行结晶。对二甲苯晶体 h 在熔融罐 7 中经加热后熔化,一部分作为洗涤液 i 对固液分离器 6 中的晶体进行洗涤,一部分作为产品 j 进入产品罐 8。一级釜式结晶器 9 中的晶浆分两部分流出,晶浆 k 经套管式结晶器 10 换热后返回到一级釜式结晶器 9 中,晶浆 l 经增稠器 11 增稠后得到预分离母液 m 和浓缩晶浆 n。浓缩晶浆 n 经固液分离器 12 分离得到结晶过滤母液 o 和对二甲苯晶体 p。对二甲苯晶体 p 在熔融罐 13 中经加热后熔化,一部分作为洗涤液 q 对固液分离器 12 中的晶体进行洗涤,一部分作为产品 r 进入产品罐 14。预分离母液 m 与结晶过滤母液 o 混合后分为两股,第一股结晶母液 s 返回一级套管结晶器 10 中,第二股结晶母液 t 进入二级套管结晶器 16 中进行结晶。二级釜式结晶器 15 中的晶浆分两部分流出,晶浆 u 经套管式结晶器 16 换热后返回到二级釜式结晶器 15 中,晶浆 v 经增稠器 17 增稠后得到预分离母液 w 和浓缩晶浆 x。浓缩晶浆 x 经固液分离器 18 分离得到对二甲苯晶体 y 和结晶过滤母液 z,对二甲苯晶体 y 返回到晶浆罐 4 中。预分离母液 w 与结晶过滤母液 z 混合后分为两股,第一股结晶母液 xx 返回二级套管结晶器 16 中,第二股结晶母液 yy 通过母液换热器 2 对混合二甲苯原料 b 进行冷却后进入母液罐 19 中。

[0025] 如图 4 所述,来自原料罐 1 的混合二甲苯原料 a 经预冷器 2 预冷却后,在结晶器 3 中进行结晶,结晶器 3 中的晶浆 b 经固液分离器 4 固液分离后得到对二甲苯晶体 c 和结晶过滤母液 d。对二甲苯晶体 c 在熔融罐 5 中熔化,一部作为洗涤液 e 对固液分离器 4 中的晶

体进行洗涤,一部分作为产品 f 进入产品罐 6。结晶过滤母液 d 分为两股,第一股结晶过滤母液 g 返回结晶器 3 中,第二股结晶过滤母液 h 进入母液罐 7。

[0026] 下面通过实施例来对本发明作进一步阐述。

具体实施方式

[0027] 【实施例 1】

[0028] 本发明所述的分离对二甲苯的多级结晶方法。

[0029] 如图 1 所述,混合二甲苯原料 a 进入原料中间罐 1 中,温度为 30℃,流量为 1075kg/h,对二甲苯含量为 95wt%,一部分原料 b 经母液换热器 2 和预冷器 3 预冷却后返回到原料中间罐 1 中,其流量为 5375 kg/h,一部分原料 c 进入晶浆罐 4 中对晶体进行升温,其流量为 1075kg/h,温度为 15℃。晶浆罐 4 的操作温度为 11℃,晶浆 d 经增稠器 5 增稠后得到溢流母液 e 和浓缩晶浆 f,溢流母液 e 进入一级釜式结晶器 9 中进行结晶。浓缩晶浆 f 经固液分离器 6 分离得到过滤母液 g 和对二甲苯晶体 h,过滤母液 g 进入一级釜式结晶器 9 中进行结晶,结晶温度为 4℃,其中,溢流母液 e 与过滤母液 g 的重量之比为 4.5:1。对二甲苯晶体 h 在熔融罐 7 中经加热后熔化,熔化温度为 20℃,20% 重量的对二甲苯作为洗涤液 i 对固液分离器 6 中的晶体进行洗涤,80% 重量的对二甲苯作为产品 j 进入产品罐 8。一级釜式结晶器 9 中的晶浆分两部分流出,晶浆 k 经套管式结晶器 10 换热后返回到一级釜式结晶器 9 中,其流量为 48m³/h,晶浆 l 经增稠器 11 增稠后得到预分离母液 m 和浓缩晶浆 n,其流量为 2.7m³/h。浓缩晶浆 n 经固液分离器 12 分离得到结晶过滤母液 o 和对二甲苯晶体 p。对二甲苯晶体 p 在熔融罐 13 中经加热后熔化,熔化温度为 20℃,20% 重量的对二甲苯作为洗涤液 q 对固液分离器 12 中的晶体进行洗涤,80% 重量的对二甲苯作为产品 r 进入产品罐 14。预分离母液 m 与结晶过滤母液 o 混合后分为两股,第一股占 84% 重量的结晶母液 s 返回一级釜式结晶器 9 中,第二股占 16% 重量的结晶母液 t 进入二级釜式结晶器 15 中进行结晶,结晶温度为 -13℃,其中,预分离母液 m 与一级结晶过滤母液 o 的重量之比为 1.3:1。二级釜式结晶器 15 中的晶浆分两部分流出,晶浆 u 经套管式结晶器 16 换热后返回到二级釜式结晶器 15 中,晶浆 v 经增稠器 17 增稠后得到预分离母液 w 和浓缩晶浆 x。浓缩晶浆 x 经固液分离器 18 分离得到对二甲苯晶体 y 和结晶过滤母液 z,对二甲苯晶体 y 返回到晶浆罐 4 中。预分离母液 w 与结晶过滤母液 z 混合后分为两股,第一股占 76% 重量的结晶母液 xx 返回二级釜式结晶器 15 中,第二股占 24% 重量的结晶母液 yy 通过母液换热器 2 对混合二甲苯原料 b 进行冷却后进入母液罐 19 中,其中,预分离母液 w 与二级结晶过滤母液 z 的重量之比为 1.5:1。

[0030] 【实施例 2】

[0031] 本发明所述的生产对二甲苯的多级结晶方法。

[0032] 按照实施例 1 的操作条件,采用如图 2 所述的生产对二甲苯的多级结晶方法,其中,混合二甲苯原料 b 的流量为 10750kg/h。

[0033] 【实施例 3】

[0034] 本发明所述的生产对二甲苯的多级结晶方法。

[0035] 按照实施例 1 的操作条件,采用如图 3 所述的生产对二甲苯的多级结晶方法,其中,混合二甲苯原料 b 的流量为 16125kg/h。

[0036] 【比较例 1】

[0037] 现有的生产对二甲苯的结晶方法。

[0038] 按照实施例 1 的操作条件,采用如图 4 所述的生产对二甲苯的结晶方法,其结果列于表 1 中。

[0039] 表 1

[0040]

对比项	实施例 1	实施例 2	实施例 3	比较例 1
对二甲苯回收率(%)	95	95	95	95
对二甲苯纯度(%)	99.9	99.9	99.9	99.7
母液换热所节约的预冷制冷能耗(%)	7	7	7	0
预冷器清洗周期(天)	120	180	240	90
釜式结晶器清洗周期	无	无	无	90
套管结晶器清洗周期	120	180	240	无

[0041] 通过对比例可以看出,本发明所述的生产对二甲苯的多级结晶方法有效地降低了分离过程的能耗,回收的母液冷量节约了预冷过程的制冷量;利用原料在预冷器中的大流量循环有效地防止了预冷器中的结垢现象,延长了预冷器的清洗周期;利用晶浆在套管结晶器中的大流量循环有效地防止了套管结晶器中的结垢现象,延长了套管结晶器的清洗周期;与此同时,由于釜式结晶器为绝热操作,因此无需进行定期清洗;利用原料对晶体进行升温,提高了固液分离和晶体洗涤效果,产品纯度也得到了提高。

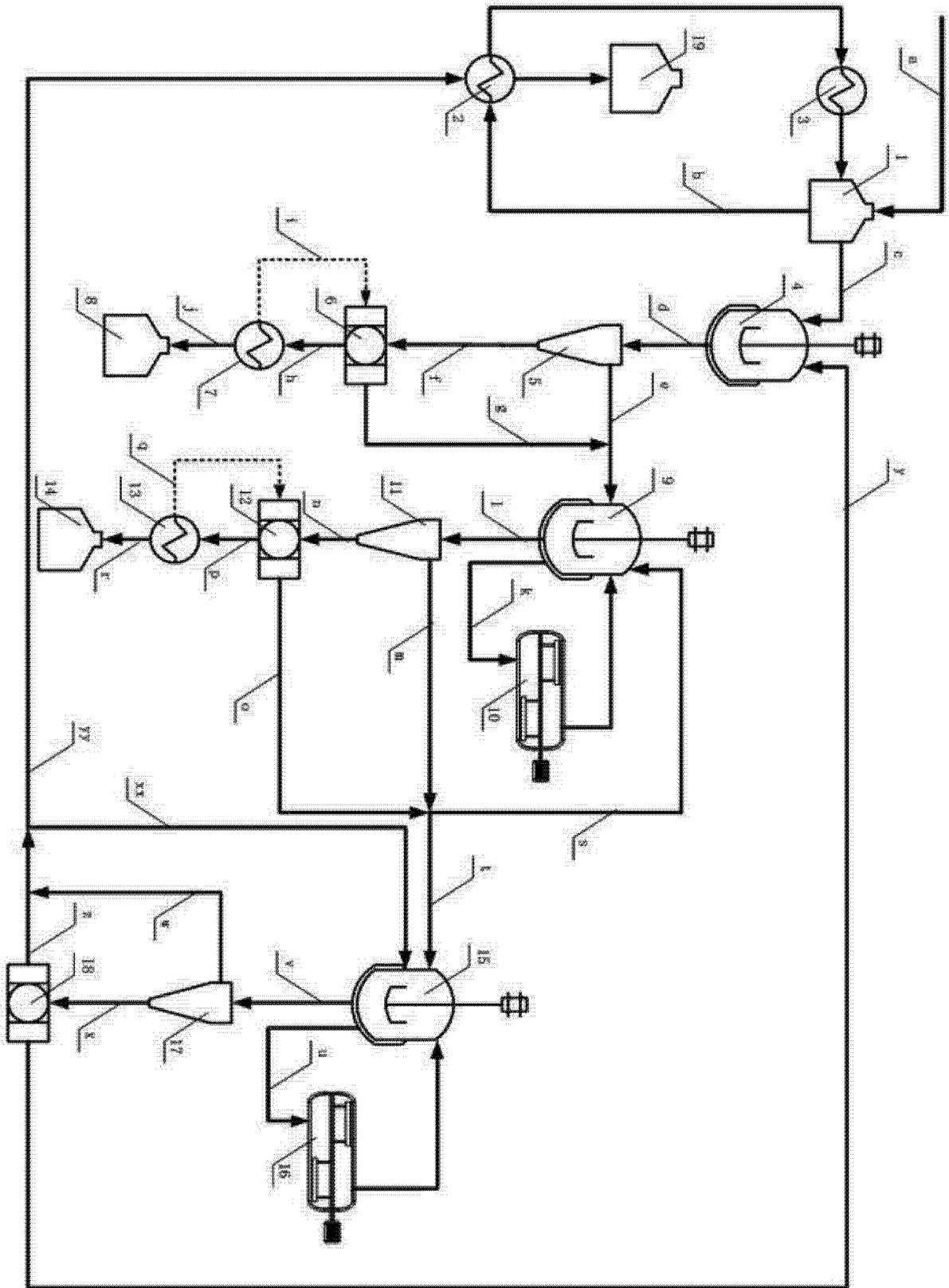


图 1

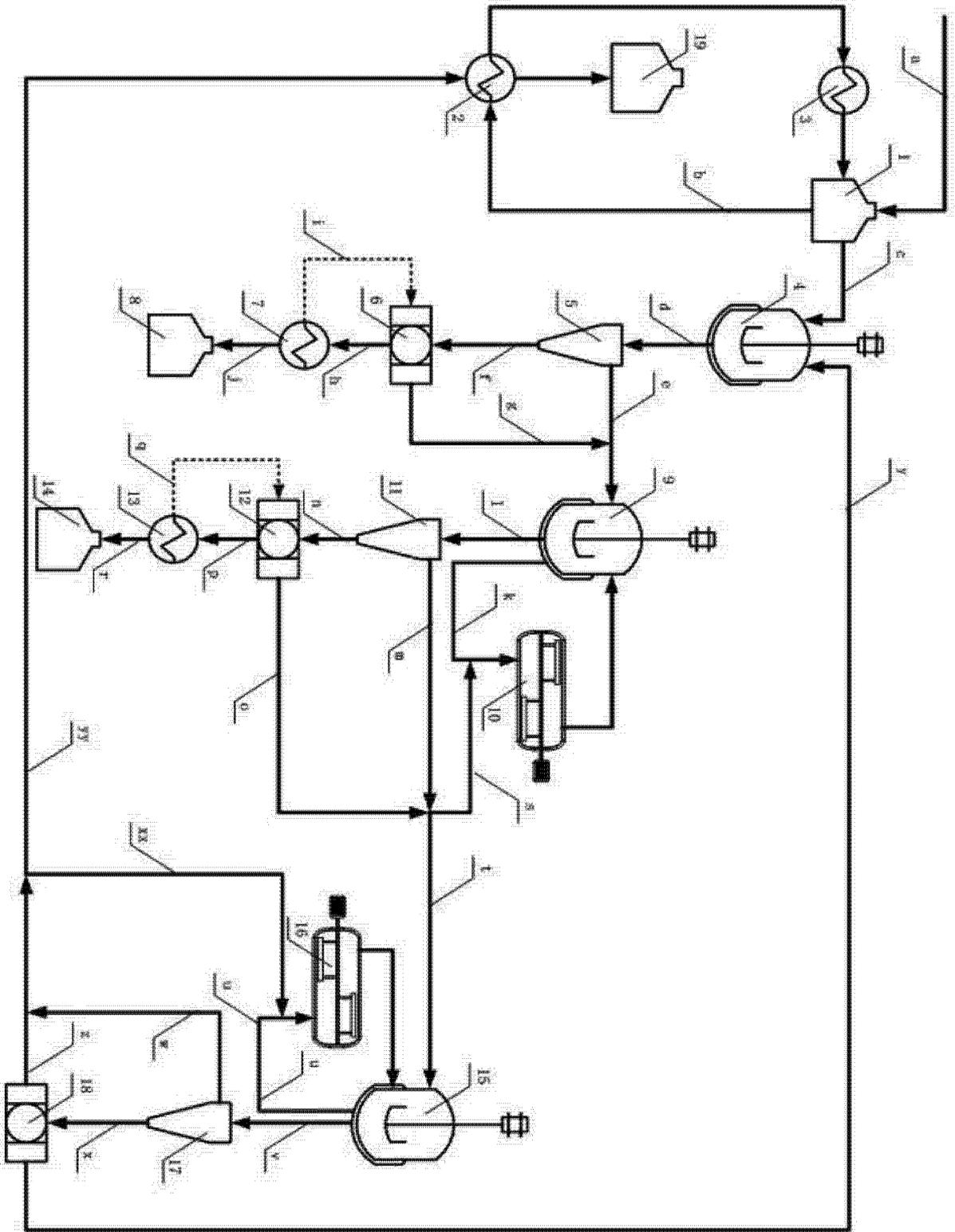


图 2

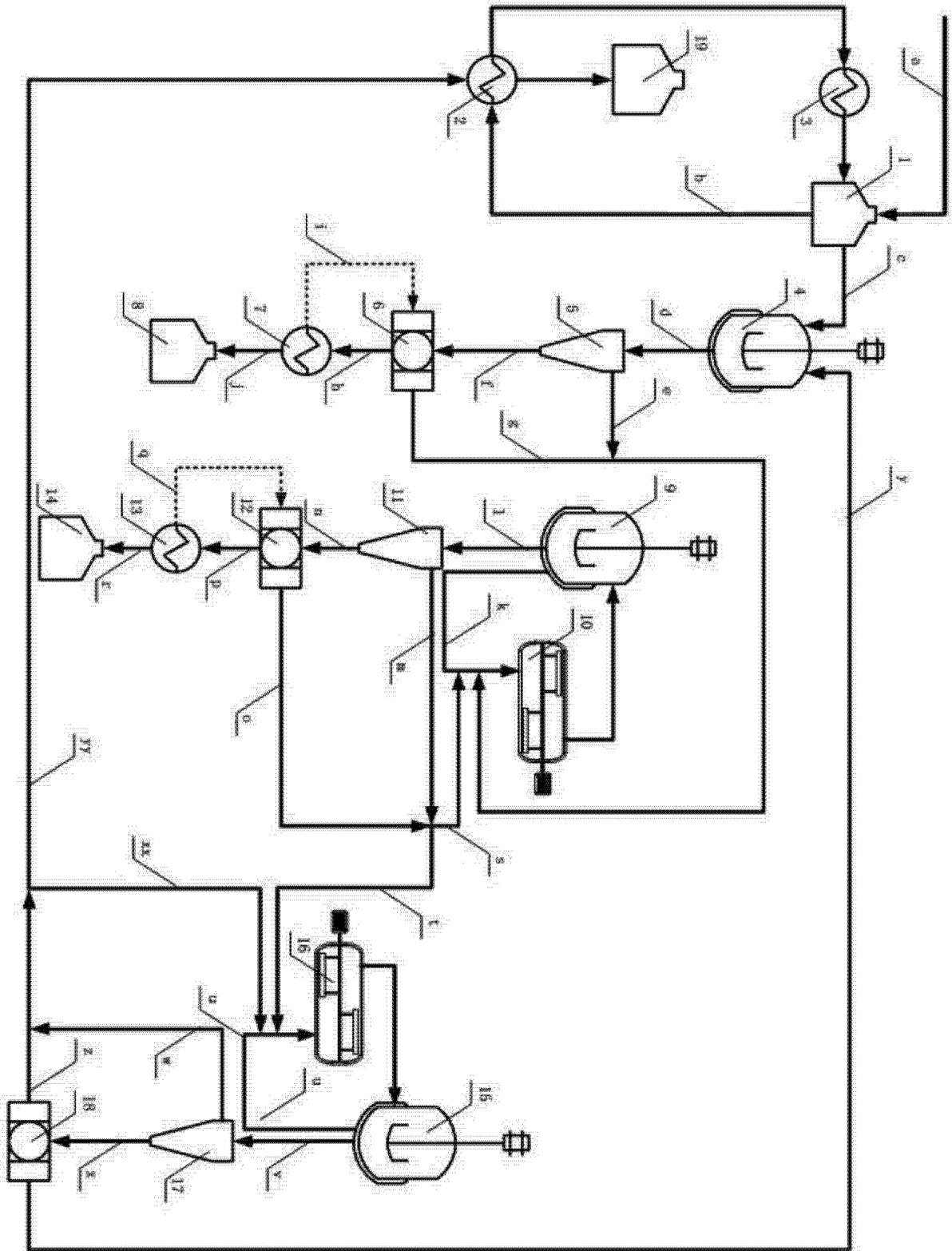


图 3

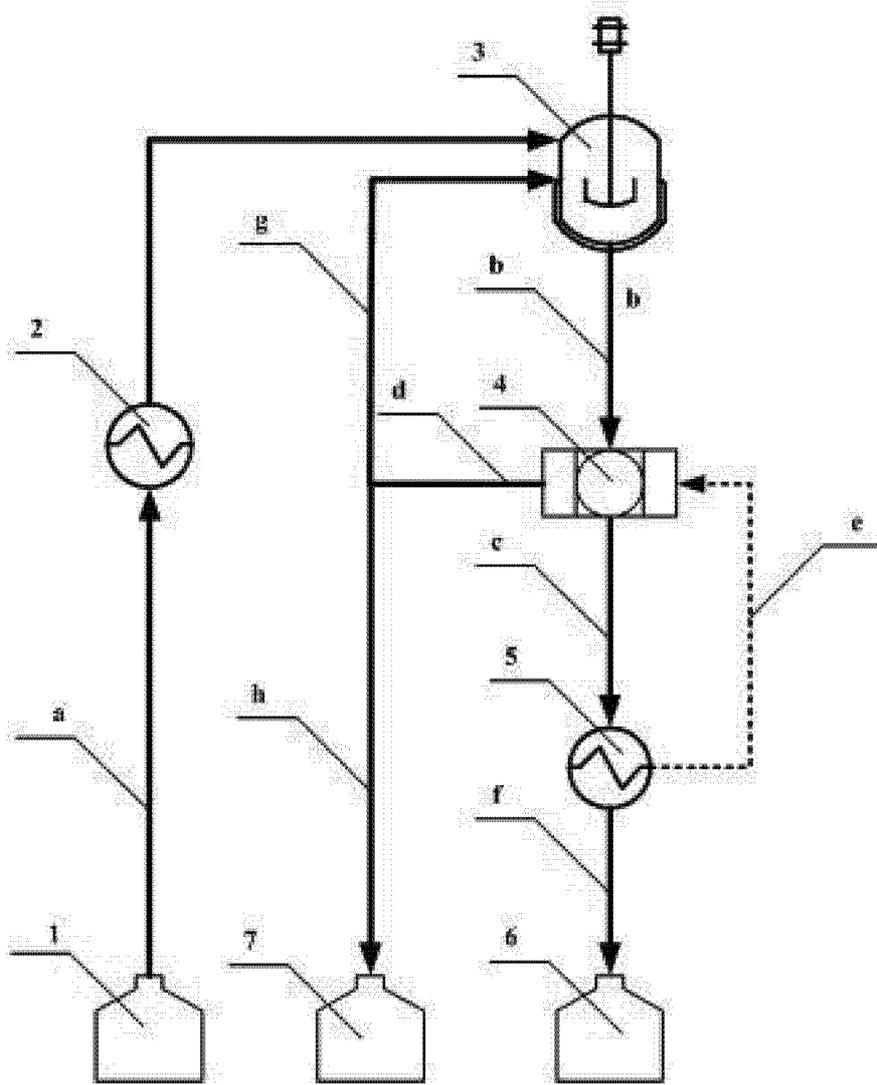


图 4