



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**03.09.2008 Patentblatt 2008/36**

(51) Int Cl.:  
**F26B 3/08 (2006.01)**

(21) Anmeldenummer: **08003477.0**

(22) Anmeldetag: **26.02.2008**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT RO SE SI SK TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL BA MK RS**

(72) Erfinder:  
• **Kröhl Paul, Dr. Ing.**  
**88212 Ravensburg (DE)**  
• **Junker, Kurt, Dipl.-Ing.**  
**88250 Weingarten (DE)**  
• **Hofmann, Peter, Dr. Ing.**  
**88267 Vogt (DE)**  
• **Stanke, Klaus, Dipl.-Ing.**  
**88255 Baienfurt (DE)**

(30) Priorität: **02.03.2007 AT 3372007**

(71) Anmelder: **Andritz Technology and Asset Management GmbH**  
**8045 Graz (AT)**

(74) Vertreter: **Schweitzer, Friedrich**  
**Stattegger Strasse 18**  
**8045 Graz (AT)**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Trocknung von kristallinen Carbonsäuren**

(57) Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknung in einer Wirbelschicht erfolgt, die Trocknungsendtemperatur des Produktes 100°C nicht übersteigt und die Produktendfeuchte geringer ist als 1200 ppm, wobei als Trockner (3) ein Wirbelschichttrockner vorgesehen ist und in die fluidisierte Schicht Wärmetau-

scher (4) eingebaut sind. Damit lässt sich eine schonende Trocknung der kristallinen Carbonsäuren, beispielsweise Terephthalsäure mit niedrigen Temperaturen bei gleichzeitig geringer Endfeuchte erreichen. Anbakkungsprobleme bzw. notwendige Kühlungen können dadurch verhindert werden.

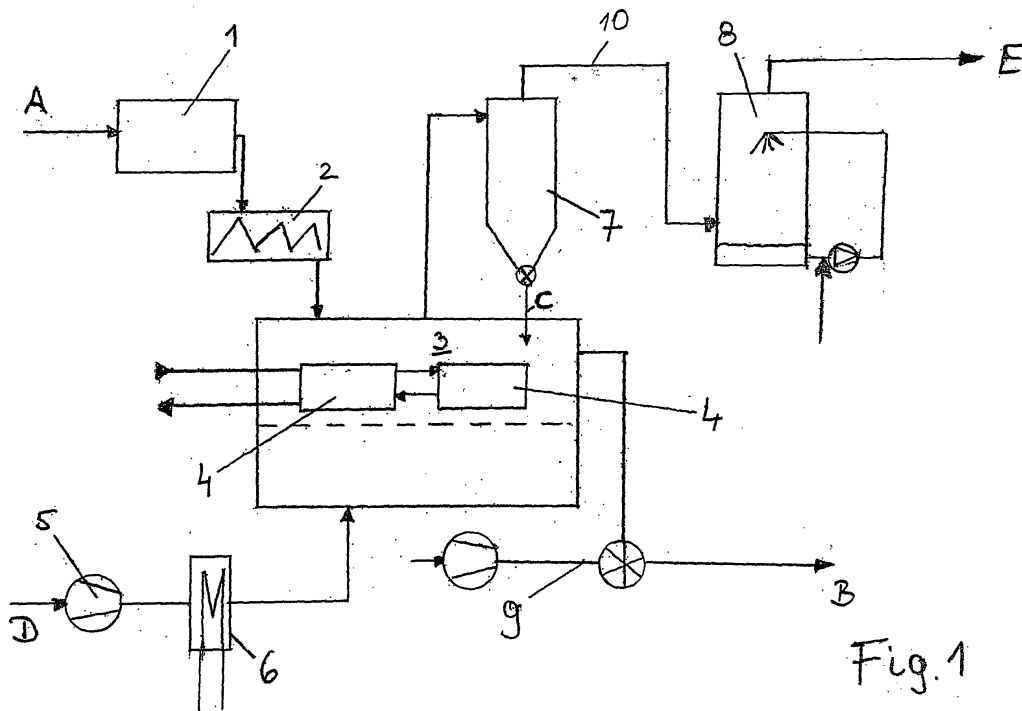


Fig. 1

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trocknung von kristallinen Carbonsäuren, beispielsweise Terephthalsäure, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

**[0002]** Die Trocknung von kristallinen Carbonsäuren, beispielsweise Terephthalsäure, erfolgt am Ende des Herstellprozesses und zum Teil auch als Zwischenschritt. Dazu werden überwiegend Drehrohtrockner oder Dampfrohrtrockner eingesetzt, die wegen Staubexplosionsgefahr unter inerter bzw. (Lösemittel-) Dampfatmosphäre arbeiten und die typspezifischen Nachteile aufweisen, wie z.B. schwierige Abdichtung, schlechter Stoffaustausch, lange Verweilzeiten oder Anbackungen. In der GB 2024810 wird daher ein abgewandelter Dampfrohrtrockner vorgeschlagen, bei dem im Gegensatz zur üblichen Bauart das Heizmedium um die Röhre(n) strömt und der Kristallbrei durch das Rohr gefördert wird. Die Parameter werden dabei so eingestellt, dass die Feuchtigkeit (Wasser oder Essigsäure) vollständig verdunstet und so eine Fluidisierung der Kristalle und damit ein selbsttätiger Transport durch die Röhre(n) erreicht wird. Dieser Trockner ist jedoch nur für relativ hohe Eingangsfeuchten geeignet, da er sonst verstopft. Die Trocknung von kristallinen Carbonsäuren, beispielsweise Terephthalsäure erfolgt üblicherweise bei Temperaturen von mindestens 100°, typisch ab 115° bis 180°C, dabei werden Restfeuchten von 350-1250 ppm typisch um 700 ppm erreicht, siehe z.B. EP973716, GB2024810 oder US 5679848. Als Folge der hohen Temperaturen kommt es in den Lagersilos oder beim anschließenden Transport der heißen Säure zu Klumpenbildung und Anbackungen bis zur kompletten Blockbildung. Die EP0973716 schlägt daher vor, nach der Trocknung eine Kühlung vorzusehen, die die Kristalle, die im allgemeinen eine Feuchte zwischen 600 und 1200 ppm aufweisen, auf unter 100 und vorzugsweise auf 80°C abkühlt, bevor sie gelagert oder abtransportiert werden. Dies kann in einem separaten Apparat oder während der pneumatischen Förderung erfolgen.

**[0003]** Ziel der Erfindung ist es, die Probleme der Lagerung bzw. des Transportes der heißen Säure zu verhindern ohne zusätzliche Schritte bzw. Apparate zur Kühlung einzusetzen.

**[0004]** Gegenstand der Erfindung sind ein Verfahren und einige vorteilhafte Ausführungsformen von Apparaten zur Durchführung desselben, die die Nachteile der bisher angewandten Verfahren vermeiden.

**[0005]** Die Erfindung ist daher dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknung in einer Wirbelschicht erfolgt, die Trocknungstemperatur des Produktes 100°C nicht übersteigt und die Produktendfeuchte geringer ist als 1200 ppm. Das Prinzip der Erfindung beruht darauf, dass die Trocknung auf niedrigem

**[0006]** Temperaturniveau durchgeführt wird, damit das Produkt hinterher nicht mehr gekühlt werden muss. Dies wird ermöglicht da für die Trocknung ein Wirbel-

schichtapparat eingesetzt wird, der wegen seiner guten Wärme- und Stoffaustauschenschaften trotz der niedrigen Temperatur ein gleich gutes oder besseres Trocknungsergebnis als andere Trockner im Stand der Technik liefert.

**[0007]** Besonders günstig ist es, wenn die Trocknungstemperatur des Produktes 90°C, vorteilhafterweise 80°C nicht übersteigt und die Produktendfeuchte geringer ist als 700 ppm, vorteilhafterweise geringer als 350 ppm. Dadurch kann eine ausreichende Sicherheit gewährleistet werden, dass Klumpenbildungen und Anbackungen verhindert werden.

**[0008]** Eine vorteilhafte Weiterbildung ist dadurch gekennzeichnet, dass der bei der Trocknung entstandene Staub abgeschieden und in den Trockner zurückgeführt wird. Er kann dabei alternativ direkt in den Trockner zurückgeführt oder mit dem feuchten Eingangsprodukt vermischt und in den Trockner zurückgeführt werden. Durch diese Rückführung wird die Ausbeute an der Carbonsäure, beispielsweise Terephthalsäure, wesentlich erhöht.

**[0009]** Wird das Trocknungsgas im Kreislauf geführt, ist ein wirtschaftlich günstiger Betrieb möglich. Bei Verwendung von z.B. Stickstoff als Trocknungsgas wird so auch eine kostenintensive laufende Neubeschaffung des Gases verhindert.

**[0010]** Besonders günstig ist es, wenn das Trocknungsgas überwiegend aus dem Dampf der zu entfernenden Feuchtigkeit besteht, wobei der bei der Trocknung entstandene Überschussbrüden dampfförmig oder alternativ kondensiert aus dem Kreislauf ausgeschleust werden kann.

**[0011]** Die Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zur Trocknung von kristallinen Carbonsäuren, beispielsweise Terephthalsäure. Diese ist dadurch gekennzeichnet, dass ein Wirbelschichttrockner vorgesehen ist und in die fluidisierte Schicht Wärmetauscher eingebaut sind. Durch die in die fluidisierte Schicht eingebauten Wärmetauscher wird eine besonders gleichmäßige Wärmeübertragung und eine kompakte Bauweise mit niedrigem Trocknungsgasbedarf und/oder die Verwendung eines günstigen Energieträgers auf niedrigem Temperaturniveau ermöglicht, wodurch auch bei niedrigen Temperaturen die erforderliche schonende Trocknung der Kristalle erfolgen kann.

**[0012]** Eine günstige Weiterbildung der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass die Wärmetauscher aus vertikal aufgestellten, plattenförmigen Elementen bestehen. Damit lässt sich ein guter Wärmeübergang bei einer geringen Beeinflussung der Strömung der Teilchen erzielen.

**[0013]** Besonders günstig ist es, wenn nach dem Trockner ein Zyklon zur Staubabscheidung vorgesehen ist, wobei der Feststoffauslass des Zyklons direkt mit dem Trockner oder alternativ mit dem Zuführaggregat des Trockners verbunden sein kann.

**[0014]** Die Erfindung wird nun beispielhaft anhand der Zeichnungen beschrieben, wobei Fig. 1 das erfindungsgemäße Verfahren für einen gasseitig offenen Kreislauf

und Fig. 2 eine erfindungsgemäße Variante des Verfahrens mit geschlossenem Trocknungsgaskreislauf darstellt.

**[0015]** Im erfindungsgemäßen Verfahren gemäß Fig. 1 wird der Kristallbrei A in einem Entwässerungsapparat 1 (z.B. Zentrifuge, Bandfilter, Vacuumfilter) mechanisch entwässert und gelangt über eine Förderschnecke 2 in den Wirbelschichttrockner 3. Dort vermischt er sich mit dem fluidisierten und bereits weitgehend trockenem Fließbettinhalt und wird ebenfalls getrocknet. Die für die Trocknung erforderliche Energie wird dem Trocknungsgas über einen im Fließbett (in der fluidisierten Schicht) eingebauten Wärmetauscher 4 zugeführt. Dieser Wärmetauscher 4 besteht vorteilhafterweise aus vertikal aufgestellten, plattenförmigen Elementen. Durch die in die fluidisierte Schicht eingebauten Wärmetauscher wird eine besonders gleichmäßige Wärmeübertragung und eine kompakte Bauweise mit niedrigem Trocknungsgasbedarf und/oder die Verwendung eines günstigen Energieträgers auf niedrigem Temperaturniveau ermöglicht. Der mit dem Fluidisierungsgas ausgeführte Feinanteil wird im Zyklon 7 abgeschieden und dem Fließbett zur Nach Trocknung wieder zugeführt. Das fertig getrocknete Produkt verlässt den Trockner 3 selbsttätig durch eine Überlauföffnung und wird von einer Pneumatik 9 zur weiteren Verwendung bzw. Lagerung gefördert. Das Fluidisierungsgas D wird vom Gebläse 5 angesaugt, von einem Heizregister 6 erwärmt und dem Trockner zugeführt. Es verlässt den Trockner und wird im Zyklon 7 und Wäscher 8 gereinigt, bevor es als Abgas E den Prozess verlässt.

**[0016]** Sicherheitstechnische (Explosionsgefahr) oder wirtschaftliche Überlegungen (Lösemittelrückgewinnung) machen eine geschlossene Kreislaufführung des Trocknungsgases sinnvoll. Ein derartiger Prozess ist in Fig.2 dargestellt.

**[0017]** Dabei wird nach dem Wäscher 8 das Gas über die Abgasleitung 10 direkt dem Gebläse 5 zugeführt. Damit sich die verdampfte Feuchtigkeit nicht im Kreislauf anreichert, wird in den Waschflüssigkeitskreislauf ein Kühler eingebaut, der es ermöglicht, durch Einspritzkühlung das heiße Trocknungsgas soweit abzukühlen, dass der Wäscher 8 als Kondensator wirkt in dem die verdampfte Flüssigkeit auskondensiert und dann ausgeschleust (F) wird. Auch andere Verfahren der Gasreinigung und Kondensation lassen sich einsetzen, z.B. Filter und Oberflächenkondensator.

### Beispiel 1

**[0018]** In einem Aufbau ähnlich Fig.1 wird wasserfeuchte Terephthalsäure über eine Förderschnecke in den Fließbettrockner eingetragen. Der Trockner hat eine Anströmfläche von 0,6 m<sup>2</sup> und ist mit dampfbeheizten Platten versehen, die in die fluidisierte Schicht eintauchen. Der Trockner wird mit 430 kg/h Stickstoff von 100°C durchströmt. Die Platten haben eine Temperatur von 118°C. Der eintretende Produktstrom von 498 kg/h mit

13% Feuchte wird auf 300 ppm Restfeuchte getrocknet und verlässt den Trockner ungekühlt mit 73°C.

### Beispiel 2

**[0019]** In einem Aufbau ähnlich Beispiel 1 wird wasserfeuchte Terephthalsäure über eine Förderschnecke in den Fließbettrockner eingetragen. Der Trockner wird mit 389 kg/h Stickstoff von 111°C durchströmt. Die Platten haben eine Temperatur von 114°C. Der eintretende Produktstrom von 395 kg/h mit 13% Feuchte wird auf 200 ppm Restfeuchte getrocknet und verlässt den Trockner ungekühlt mit 78°C.

### Beispiel 3

**[0020]** In einem Aufbau ähnlich Beispiel 1 wird wasserfeuchte Terephthalsäure über eine Förderschnecke in den Fließbettrockner eingetragen. Der Trockner wird mit 735 kg/h Stickstoff von 103°C durchströmt. Die Platten haben eine Temperatur von 139°C. Der eintretende Produktstrom von 1080 kg/h mit 13% Feuchte wird auf 350 ppm Restfeuchte getrocknet und verlässt den Trockner ungekühlt mit 93°C.

### Beispiel 4

**[0021]** In einem Aufbau ähnlich Beispiel 1, jedoch nicht in Gaskreislauffahrweise, wird wasserfeuchte Terephthalsäure in den Fließbettrockner eingetragen. Der Trockner wird mit 1770 m<sup>3</sup>/h Luft von 144°C durchströmt. Der Rohrbündelwärmetauscher, der in die fluidisierte Schicht eintaucht, hat eine Temperatur von 146°C. Der eintretende Produktstrom von 800 kg/h mit 12,6% Feuchte wird auf 1080 ppm Restfeuchte getrocknet und verlässt den Trockner ungekühlt mit 93°C.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Trocknung von kristallinen Carbon säuren, beispielsweise Terephthalsäure, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Trocknung in einer Wirbelschicht erfolgt, die Trocknungstemperatur des Produktes 100°C nicht übersteigt und die Produktendfeuchte geringer ist als 1200 ppm.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Trocknungstemperatur des Produktes 90°C, vorteilhafterweise 80°C nicht übersteigt
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Produktendfeuchte geringer ist als 700 ppm, vorteilhafterweise geringer als 350 ppm.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **da-**

- durch gekennzeichnet, dass** der bei der Trocknung entstandene Staub abgeschieden und in den Trockner zurückgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der bei der Trocknung entstandene Staub abgeschieden und direkt in den Trockner zurückgeführt wird. 5
6. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der bei der Trocknung entstandene Staub abgeschieden und mit dem feuchten Eingangsprodukt vermischt und in den Trockner zurückgeführt wird. 10
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Trocknungsgas im Kreislauf geführt wird. 15
8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Trocknungsgas überwiegend aus dem Dampf der zu entfernenden Feuchtigkeit besteht. 20
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der bei der Trocknung entstandene Überschussbrüden kondensiert und aus dem Kreislauf ausgeschleust wird. 25
10. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Überschussbrüden dampfförmig aus dem Kreislauf ausgeschleust wird. 30
11. Vorrichtung zur Trocknung von kristallinen Carbonsäuren, beispielsweise Terephthalsäure, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Wirbelschichttrockner (3) vorgesehen ist und in die fluidisierte Schicht Wärmetauscher (4) eingebaut sind. 35
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Wärmetauscher (4) aus vertikal aufgestellten, plattenförmigen Elementen bestehen. 40
13. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** nach dem Trockner (3) ein Zyklon (7) zur Staubabscheidung vorgesehen ist. 45
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Feststoffauslass (C) des Zyklons (7) mit dem Trockner (3) verbunden ist. 50
15. Vorrichtung nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Feststoffauslass (C) des Zyklons (7) mit dem Zuführaggregat (2) des Trockners (3) verbunden ist. 55
16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 15, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Abgasleitung (10) mit dem Gebläse (5) des Trockners (3) für das Trocknungsgas verbunden ist.
17. Vorrichtung nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** in der Abgasleitung (10) ein Kondensator (8) angeordnet ist.

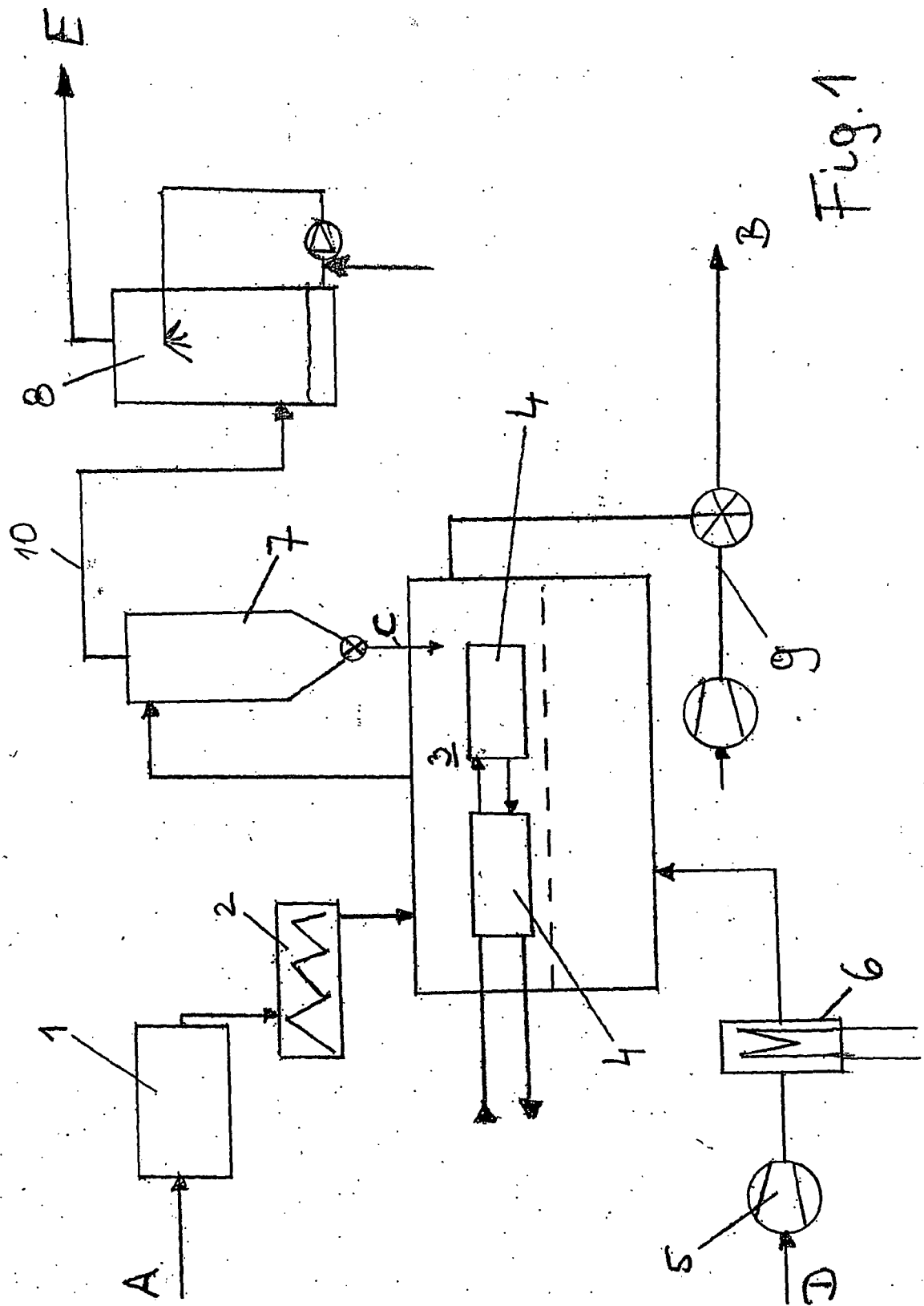


Fig. 1

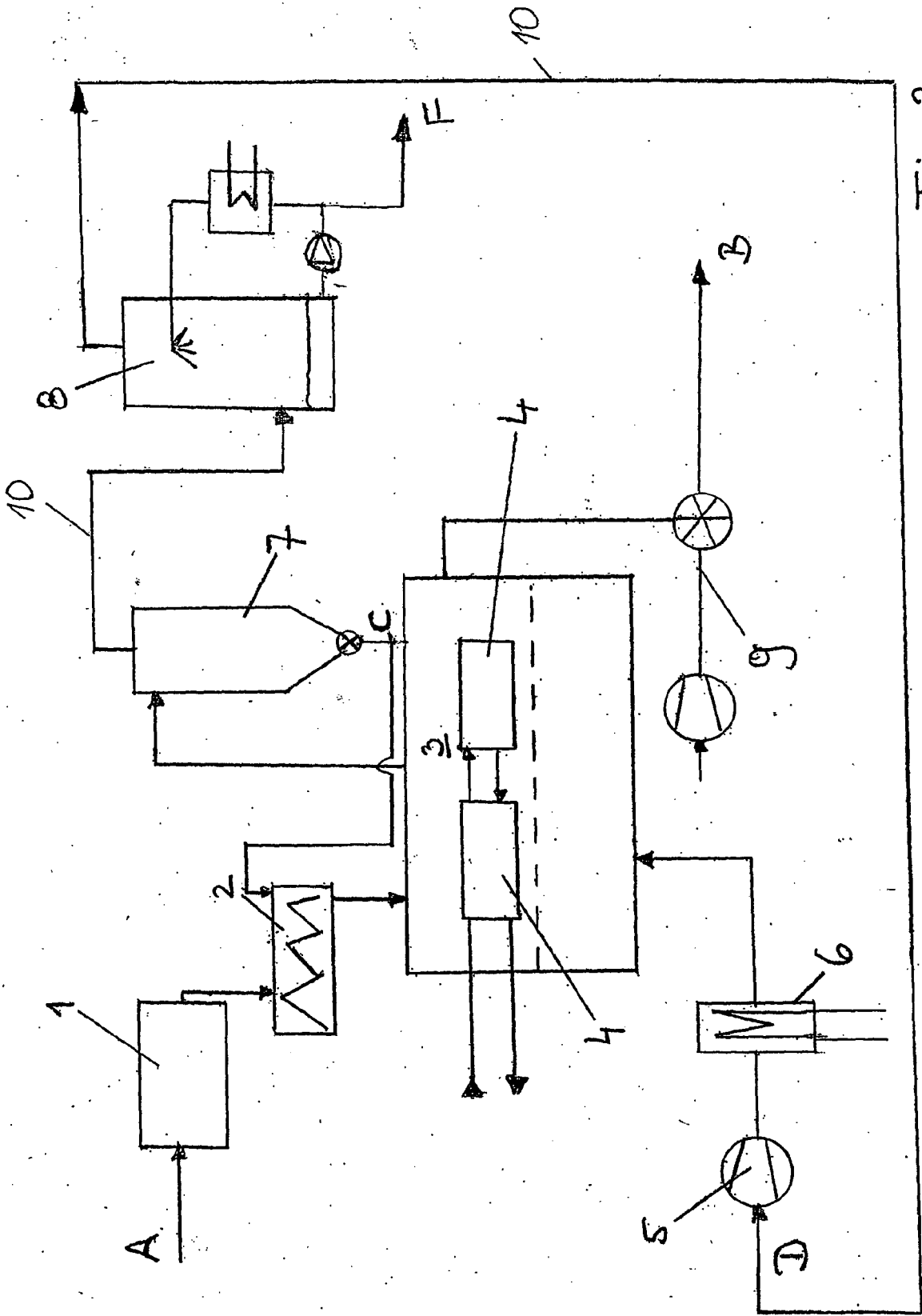


Fig. 2

**IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente**

- GB 2024810 A [0002] [0002]
- EP 973716 A [0002]
- US 5679848 A [0002]
- EP 0973716 A [0002]