(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 101624343 B
(45)授权公告日 2012.12.19

(21)申请号 200910090510.1
(22)申请日 2009.08.13
(73)专利权人 中国纺织工业设计院
地址 100037 北京市海淀区增光路21号
(72)发明人 姚瑞奎 罗文德 周华堂 张莼 汪英枝
(74)专利代理机构 北京市卓华知识产权代理有限公司 11299
代理人 陈子英
(51)Int.Cl.
C07C 63/26(2006.01)
C07C 51/42(2006.01)
(56)对比文件
CN 1284940 A,2001.02.21,
CN 1264360 A,2000.08.23,

审查员 张雨

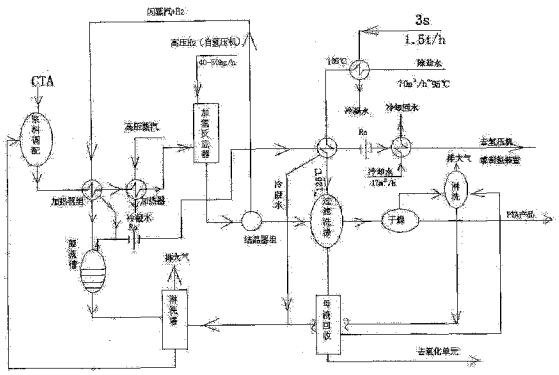
权利要求书 2 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54)发明名称

精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法及装置

(57)摘要

本发明涉及一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法及装置，该方法将结晶闪蒸排出的不凝气体经过降温和降压后，去除其中的蒸汽，形成适宜纯度的氢气循环使用。该装置包括氢压机，还包括降温降压设备，所述降温降压设备的入口连接精制单元的结晶器组的不凝气体出口，所述降温降压设备的出口连接所述氢压机的入口。由于本发明可以将结晶器组分离排出的不凝气体通过降温降压处理后再循环利用，基本上不改变原有的生产工艺，投资基本不变，且简单易行，更重要的是节省能源消耗，经济效益显著。



CN 101624343 B

1. 一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，结晶闪蒸排出的不凝气体经过降温和降压后，去除其中的蒸汽，形成适宜纯度的氢气，循环使用，其特征在于采用下列降温降压设备进行所述降温和减压：所述降温降压设备包括加热器组、第一限流器、第二热交换器、第二限流器和第三热交换器，所述加热器组的放热介质出口连接所述第一限流器的入口，所述第一限流器的出口连接所述第二热交换器的放热介质入口，所述第二热交换器的放热介质出口连接所述第二限流器的入口，所述第二限流器的出口连接所述第三热交换器的热介质入口，所述加热器组的放热介质入口构成所述降温降压设备的入口，所述第三热交换器的放热介质出口构成所述降温降压设备的出口。

2. 如权利要求 1 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，其特征在于所述用于循环使用的氢气纯度不低于 99%vol。

3. 如权利要求 2 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，其特征在于对处理后形成的氢气进行检测，在有害气体超标时进行净化处理，所述净化处理方式为间歇式净化处理或将部分氢气进行净化后再与不进行净化处理的氢气混合。

4. 如权利要求 1、2 或 3 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，其特征在于依次经过下列步骤对所述不凝气体进行降温和降压：

（1）将结晶器组排出的蒸汽和不凝气体作为放热介质送入加热器组，与加热器组的吸热介质进行热交换；

（2）将加热器组排出的放热介质的液体部分送入凝液罐，将所述凝液罐分离出来的气体和所述加热器组排出的放热介质的气体部分混合后经第一限流器进行减压限流送出；

（3）将第一限流器减压限流送出的气体作为放热介质送入第二热交换器，与第二热交换器的吸热介质进行热交换；

（4）所述第二热交换器排出的放热介质气体经第二限流器进行减压限流送出；

（5）将第二限流器减压限流送出的气体作为放热介质送入第三热交换器，与第三热交换器的吸热介质进行热交换，使第三热交换器排出的放热介质气体部分符合氢气循环使用的纯度要求，并作为所述适宜纯度的氢气循环使用。

5. 如权利要求 4 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，其特征在于所述加热器组采用精制单元的 CTA 浆料加热器组，其吸热介质为 CTA 浆料，经过加热器组后的放热介质气体部分的压力为 39.0-39.9 巴，温度为 242-244℃，所述第二热交换器采用精制单元的除盐水加热器，其吸热介质为除盐水，经过第二次热交换器后的放热介质气体部分的压力为 17.0-17.9 巴，温度为 169-171℃，所述第三热交换器采用精制单元的冷却水换热器，其吸热介质为冷却水，经过第三次热交换器后的放热介质气体部分的压力为 10.0-10.9 巴，温度为 39-41℃。

6. 一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收装置，包括氢压机，其特征在于还包括降温降压设备，所述降温降压设备的入口连接精制单元的结晶器组的不凝气体出口，所述降温降压设备的出口连接所述氢压机的入口，所述降温降压设备包括加热器组、第一限流器、第二热交换器、第二限流器和第三热交换器，所述加热器组的放热介质出口连接所述第一限流器的入口，所述第一限流器的出口连接所述第二热交换器的放热介质入口，所述第二热交换器的放热介质出口连接所述第二限流器的入口，所述第二限流器的出口连接所述第三热交换器的热介质入口，所述加热器组的放热介质入口构成所述降温降压设备的入口，

所述第三热交换器的放热介质出口构成所述降温降压设备的出口。

7. 如权利要求 6 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收装置，其特征在于所述加热器组采用精制单元的 CTA 浆料的加热器组，所述第二热交换器采用精制单元的除盐水加热器，所述第三热交换器采用精制单元的冷却水换热器，所述精制单元的冷却水换热器与所述氢压机之间还设有制氢装置，所述制氢装置的进、出口分别连接所述精制单元的冷却水换热器放热介质出口和所述氢压机的入口。

8. 如权利要求 7 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收装置，其特征在于所述加热器组还设有放热介质的凝结液出口，所述放热介质的凝结液出口连接凝液罐的入口，所述凝液罐的气体出口通过管道连接所述第一限流器的气体入口。

9. 如权利要求 6、7 或 8 所述的精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收装置，其特征在于所述结晶器组的浆料出口与过滤洗涤器的浆料入口相连，所述过滤洗涤器的滤饼出口与干燥机的物料入口相连，所述过滤器的洗涤入口连接所述精制单元的除盐水加热器的除盐水出口，所述精制单元的除盐水加热器的吸热介质入口通过管道与蒸汽换热器相连接，所述过滤器的洗涤出口连接母液回收器入口，所述母液回收器的回收出口连接氧化单元。

精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法及装置

技术领域

[0001] 本发明涉及精对苯二甲酸 (PTA) 装置精制单元氢气回收方法及装置，主要涉及 PTA 的技术领域。

背景技术

[0002] PTA 装置由氧化和精制两个生产单元组成，氧化单元任务是将对二甲苯 (PX) 氧化生成对苯二甲酸 (TA)，通过结晶、过滤分离、干燥获得粗对苯二甲酸 (CTA)，CTA 中含有 4CBA（对羧基苯甲醛）、p-TA（对甲基苯甲酸）及其他杂质，需在精制单元净化去除，精制单元采用加氢精制方法，使 4CBA 还原成 p-TA。

[0003] 由于 p-TA 可溶于水，通过结晶、过滤、洗涤处理，将 p-TA 酸从 TA 中去除；加氢反应另外作用是使有色杂质中有色基团双键还原成单键而脱色。CTA 中 4CBA 和其他杂质含量取决于氧化单元生产工艺，一般 4CBA 含量为 2500 ～ 3500PPM。生产上每吨 PTA 耗用氢气量为 0.35 ～ 0.4kg，而化学反应消耗量仅为加入量 25 ～ 30％，即氢气用量为 4CBA 加氢反应理论消耗量 4 倍左右。

[0004] 传统精制生产工艺是将大量未反应氢气（约为加入量的 70％）通过结晶器压力调节，控制不凝氢气从冷凝器排放至放空淋洗塔，由于氢气是易燃易爆危险物质，所以氢气经淋洗塔排入大气时，为了安全，又要加入大量氮气，造成大量氮气、氢气消耗。目前国内外 PTA 装置均采用传统精制工艺，工程上无氢气回收方法方案及回收措施。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的缺陷，提供一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法及装置，以将氢气回收利用，节省能源和氢资源消耗。

[0006] 本发明是通过以下技术方案实现的：

[0007] 一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，结晶闪蒸排出的不凝气体经过降温和降压后，去除其中的蒸汽，形成适宜纯度的氢气循环使用。

[0008] 用于循环使用的氢气纯度通常不低于 99％ vol。

[0009] 通常对处理后形成的氢气进行检测，在有害气体超标时进行净化处理，所述净化处理方式采用间歇式净化处理或将部分氢气进行净化后再与不进行净化处理的氢气混合。

[0010] 可以依次经过下列步骤对所述不凝气体进行降温和降压：

[0011] (1) 将结晶器组排出的蒸汽和不凝气体作为放热介质送入加热器组，与加热器组的吸热介质进行热交换；

[0012] (2) 将加热器组排出的放热介质液体部分送入凝液罐，将所述凝液罐分离出来的气体和所述加热器组排出的放热介质气体部分经第一限流器进行减压限流；

[0013] (3) 将第一限流器减压限流送出的气体作为放热介质送入第二热交换器，与第二热交换器的吸热介质进行热交换；

[0014] (4) 所述第二热交换器排出的放热介质气体经第二限流器进行减压限流；

[0015] (5) 将第二限流器减压限流送出的气体作为放热介质送入第三热交换器，与第三热交换器的吸热介质进行热交换，将所述第三热交换器排出的放热介质气体作为适宜纯度的氢气循环使用。

[0016] 所述加热器组可以采用精制单元的CTA浆料加热器组，其吸热介质为CTA浆料，经过加热器组后的放热介质气体部分的压力为39.0-39.9巴，温度为242-244℃，所述第二热交换器采用精制单元的除盐水加热器，其吸热介质为除盐水，经过第二次热交换器后的放热介质气体部分的压力为17.0-17.9巴，温度为169-171℃，所述第三热交换器采用精制单元的冷却水换热器，其吸热介质为冷却水，经过第三次热交换器后的放热介质气体部分的压力为10.0-10.9巴，温度为39-41℃。

[0017] 一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收装置，包括氢压机，还包括降温降压设备，所述降温降压设备的入口连接精制单元的结晶器组的不凝气体出口，所述降温降压设备的出口连接所述氢压机的入口。

[0018] 由于本发明可以使加氢精制后的浆料经过结晶器组后分离出的不凝气体通过降温降压处理后，进行压缩后循环利用。与传统工艺相比，不凝氢气不需要通过淋洗塔排出和氮气的安全保护，解决了氢气和氮气的损耗问题，基本上不改变原有的生产工艺，投资基本不变，且简单易行，更重要的是节省能源消耗（甲醇、氮气、蒸汽），每吨PTA成品综合能耗下降6.6kg标油，每年可节省约1000万元，经济效益显著。

附图说明

[0019] 图1是本发明的工艺流程示意图。

具体实施方式

[0020] 如图1所示，本发明提供了一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收装置，包括氢压机，还包括降温降压设备，所述降温降压设备的入口连接精制单元的结晶器组的不凝气体出口，所述降温降压设备的出口连接所述氢压机的入口。

[0021] 所述降温降压设备可以包括加热器组、第一限流器、第二热交换器、第二限流器和第三热交换器，所述加热器组的放热介质出口连接所述第一限流器的入口，所述第一限流器的出口连接所述第二热交换器的放热介质入口，所述第二热交换器的放热介质出口连接所述第二限流器的入口，所述第二限流器的出口连接所述第三热交换器的热介质入口，所述加热器组的放热介质入口构成所述降温降压设备的入口，所述第三热交换器的放热介质出口构成所述降温降压设备的出口。不凝气体经过多次降温降压处理后达到氢压机入口条件：温度为40℃，压力为10巴，氢气纯度大于99％ vol。

[0022] 所述限流器通常可以采用限流孔板(RO)，可以控制气体的一定排放量，从而达到降压的作用。

[0023] 所述加热器组可以采用精制单元的CTA浆料加热器组，此加热器组的放热介质为由结晶器组排出的蒸汽和不凝气体，其吸热介质为浆料，所述第二热交换器可以采用精制单元的除盐水加热器，此除盐水加热器的放热介质为经第一次限流器排出的蒸汽和不凝气体，其吸热介质为除盐水，除盐水温度升高，便于后期用于滤饼的洗涤，所述第三热交换器可以采用冷却水换热器，此冷却水换热器的放热介质为经第二次限流器排出的蒸汽和不凝

气体，其吸热介质为冷却水。

[0024] 所述精制单元的冷却水换热器与所述氢压机之间还设有制氢装置，所述制氢装置的进、出口分别连接所述精制单元的冷却水换热器放热介质出口和所述氢压机的入口。在进行压缩前的不凝气体检测其含有的有害气体超标时，可以先将其间歇或部分送去制氢装置净化后再进入氢压机中压缩回收，如果在进行压缩前的不凝气体若检测其含有的有害气体未超标时，则直接送入氢压机中压缩回收。

[0025] 所述加热器组还可以设有放热介质的凝结液出口，所述放热介质的凝结液出口连接凝液罐的入口，所述凝液罐的气体出口通过管道连接所述第一限流器的气体入口。

[0026] 所述结晶器组的浆料出口通常与过滤洗涤器的浆料入口相连，所述过滤洗涤器的滤饼出口与干燥机的物料入口相连，所述过滤器的洗涤入口连接所述精制单元的除盐水加热器的除盐水出口，所述精制单元的除盐水加热器的吸热介质入口通过管道与蒸汽换热器的吸热介质出口相连接，蒸汽换热器可以使除盐水的温度有更进一步提高，以便于后期更易于通过除盐水加热器加热到约125℃，以保证除盐水洗涤滤饼效果。所述过滤器的洗涤出口连接母液回收器入口，所述母液回收器的回收出口连接氧化单元，过滤器用来将结晶器组排出的浆料进行固液分离，固体为滤饼，经过除盐水洗涤后进入干燥机中干燥后形成PTA产品。母液回收清液送去淋洗，浓液进入氧化单元回收利用，在干燥过程中产生的气体送入淋洗后排入大气，淋洗液回收循环利用。

[0027] 该氢气回收装置还可以设有淋洗塔，所述淋洗塔设有分别与所述凝液罐的液体出口和所述精制单元的除盐水加热器的液体出口相连的入口。凝液罐和除盐水加热器排出的液体进入淋洗塔回收利用。从淋洗塔排出的液体又可以进入浆料调配单元回收利用。

[0028] 一种精对苯二甲酸装置精制单元氢气回收方法，结晶处理排出的不凝气体经过降温和降压后，去除其中的蒸汽，形成适宜纯度的氢气循环使用。

[0029] 精制单元的结晶器组将精制反应后的气体和浆料分开并分别排出，排出的气体包括蒸汽和不凝气体，其作为放热介质进入加热器组与加热器组的吸热介质进行热交换，将加热器组排出的放热介质液体部分送入凝液罐，将所述凝液罐分离出来的气体和所述加热器组排出的放热介质气体部分经第一限流器进行减压限流，将第一限流器减压限流送入的气体作为放热介质送入第二热交换器，与第二热交换器的吸热介质进行热交换；所述第二热交换器排出的放热介质气体经第二限流器进行减压限流；将第二限流器减压限流送出的气体作为放热介质送入第三热交换器，与第三热交换器的吸热介质进行热交换，将所述第三热交换器排出的放热介质气体作为适宜纯度的氢气循环使用。

[0030] 排出第一道限流孔板的不凝气体温度高且含有较多的蒸气，经过除盐水加热器换热时，同时将不凝气体中的大量水蒸气冷凝后通过除盐水加热器的凝液出口排入淋洗塔中，再排入大气或者再利用。

[0031] 经结晶器组排出的浆料经过滤器过滤，过滤后的滤饼经过除盐水的洗涤并通过干燥器干燥，最终得到了PTA产品，而为了保证除盐水洗涤滤饼效果，需用使其温度达到约125℃，过滤的母液经过母液回收器回收后浓液进入氧化单元。

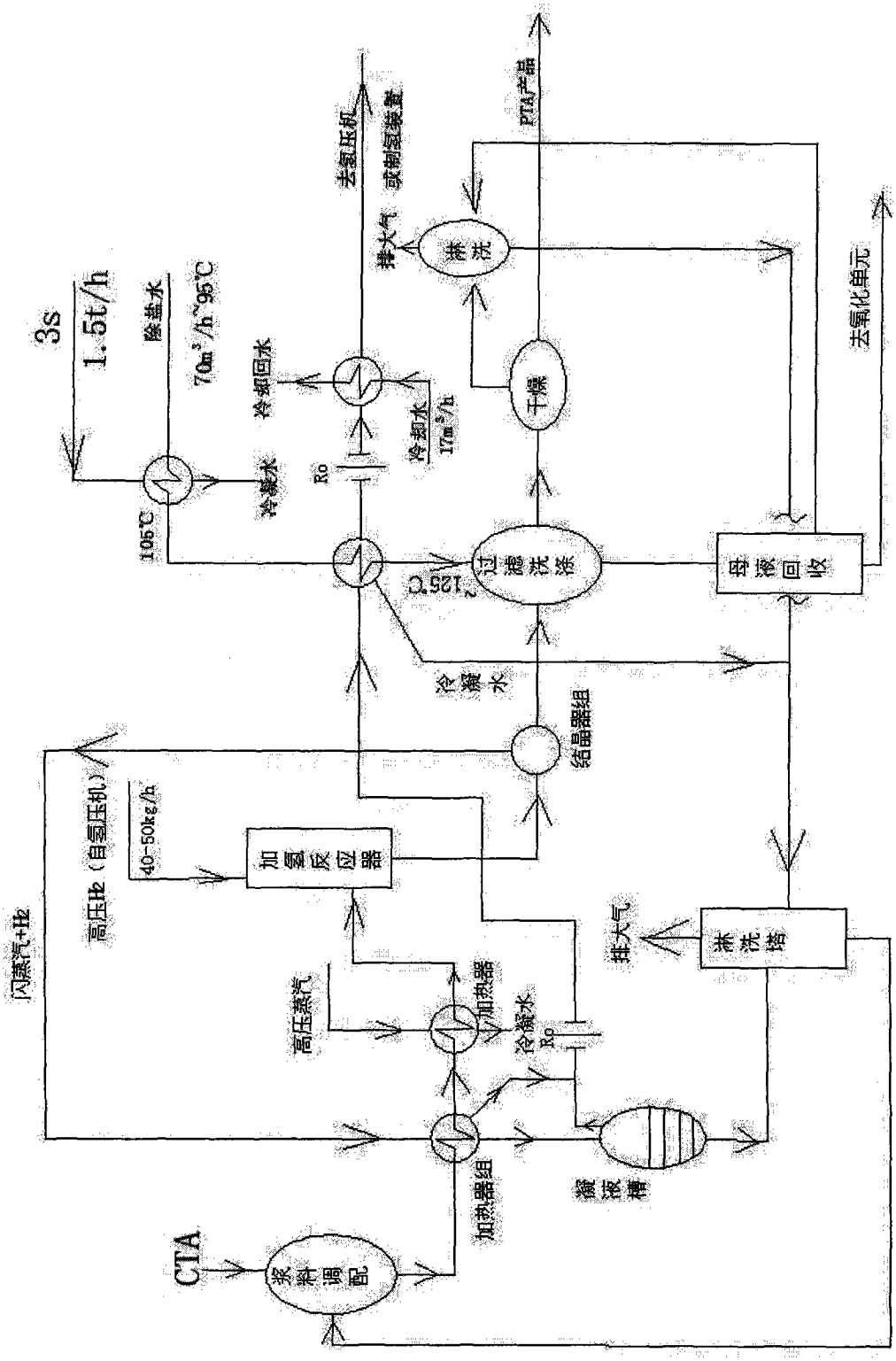

3s
1.5t/h
除盐水
70m³/h~95℃
冷却回水
冷却水
17m³/h
冷凝水
Ro
105℃
125℃
过滤洗涤
干燥
排大气
淋洗
PTA产品
去氧化单元
母液回收
冷凝水
结晶器组
加氢反应器
40-50kg/h
高压H2（自氢压机）
闪蒸汽+H2
高压蒸汽
加热器
冷凝水
Ro
排大气
淋洗塔
加热器组
凝液槽
CTA
浆料调配

图 1