

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07C 63/26

C07C 51/43



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200310112786.8

[43] 公开日 2004 年 12 月 15 日

[11] 公开号 CN 1554637A

[22] 申请日 2003. 12. 29

[21] 申请号 200310112786.8

[71] 申请人 扬子石油化工股份有限公司

地址 210048 江苏省南京市六合区大厂新华路

[72] 发明人 王振新 黄树军 吴省安 王建平
移素鸿

[74] 专利代理机构 南京知识律师事务所

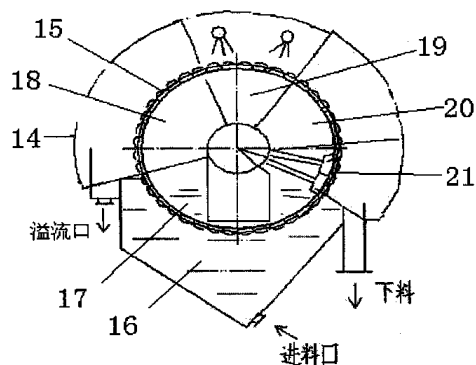
代理人 栗仲平 俞晓梅

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 3 页

[54] 发明名称 一种对苯二甲酸的分离提纯方法

[57] 摘要

本发明采用带压连续过滤技术的一级分离工艺，通过压力过滤设备，经过滤、一次干燥、洗涤、二次干燥过程后，形成滤饼，由惰性气体反吹剥离滤饼进入连续操作的下料阀，再经过干燥机进料螺旋进入干燥机干燥得到 PTA 产品。本发明的产品质量高，分离工艺简单。



ISSN 1008-4274

1、一种对苯二甲酸的分离提纯方法，包括以下步骤：

a、压滤：将浆液送入转鼓式压滤机（9）的过滤区（17），旋转转鼓以进行压滤过滤，将调压用气体导入压滤机，对浆液侧调压，使浆液侧维持 151~160℃ 的温度，0.35—0.6 MPa 的表压压力，保持转鼓内外有 0.03—0.1 MPa 的压差；

b、一次干燥：随转鼓的转动，沉浸于浆液中的转鼓移出过滤区（17），其上形成湿滤饼，湿滤饼随转鼓进入一次干燥区（18）干燥；

c、洗涤：干滤饼随转鼓进入洗涤区（19）用水洗涤后形成湿滤饼；

d、二次干燥：湿滤饼随转鼓进入二次干燥区（20）干燥后进入反吹区（21）剥离滤饼，将干燥滤饼从转鼓上剥离得固体对苯二甲酸。

2、 根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于调压用的气体是经过预热的 151~160℃ 高温惰性气体。

3、根据权利要求 1 所述的方法，其特征是在洗涤区利用 151℃~160℃ 高温洗涤水来洗涤。

一种对苯二甲酸的分离提纯方法

技术领域

本发明属于化工中芳香羧酸的生产技术,涉及一种对苯二甲酸的分离提纯方法。

背景技术

由对二甲苯空气氧化制取对苯二甲酸(以下简称PTA)过程中,必然有一定浓度的氧化中间物和微量有色体存在于氧化液中,不断生成的粗对苯二甲酸(TA)与对羧基苯甲醛(4-CBA)中间物形成共结晶,作为杂质,被带入粗对苯二甲酸(TA)中,为清除这些杂质,现有技术精制工艺主流程经过高温加氢、结晶、分离、母固回收和干燥单元,在分离单元,常用两级分离技术,第一级都为压力离心分离,浆料从结晶器出来进入压力离心机,温度在150℃左右,压力在0.4Mpa左右,进行压力离心分离,浆料中的主要杂质对甲基苯甲酸(PT酸)等随母液进入母固系统,滤饼进入再打浆罐进行第二级分离;第二级分离技术有所不同,有真空过滤分离,也有常压离心分离,得到的滤饼进入干燥机。两级分离技术虽然是一个比较成熟的工艺,但此单元中的设备仪表较多,投资大,占地面积多,且设备的故障率较高,维修费用较高。

为解决上述问题,采用带压连续过滤技术的一级分离工艺,取代传统的压力离心机与真空过滤机(或常压离心分离)的二级分离工艺。

这是一种新的 PTA 浆料分离的工艺技术。

现有技术在利用旋转抽吸过滤器取代传统工艺上取得了一定的突破，但其侧重点在于如何防止滤布堵塞，延长过滤器的运转周期，对产品的质量控制方面没有严格的要求。

发明内容

本发明的目的是提出一种对苯二甲酸的分离提纯方法，经过压滤、一次干燥、洗涤、二次干燥、剥离，从对苯二甲酸浆液中回收对苯二甲酸固体。

本发明包括以下步骤：

a、压滤：将浆液送入转鼓式压滤机（9）的过滤区（17），旋转转鼓以进行压滤过滤，将调压用气体导入压滤机，对浆液侧调压，使浆液侧维持 151~160℃ 的温度，0.35—0.6 MPa 的表压压力，保持转鼓内外有 0.03—0.1 MPa 的压差；

b、一次干燥：随转鼓的转动，沉浸于浆液中的转鼓移出过滤区（17），其上形成湿滤饼，湿滤饼随转鼓进入一次干燥区（18）干燥；

c、洗涤：干滤饼随转鼓进入洗涤区（19）用水洗涤后形成湿滤饼；

d、二次干燥：湿滤饼随转鼓进入二次干燥区（20）干燥后进入反吹区（21）剥离滤饼，将干燥滤饼从转鼓上剥离得固体对苯二甲酸。

更具体的步骤如下：

从 PTA 精制结晶器出来的浆料进入压滤机过滤进料罐，通过进料

泵进入带压过滤设备，经过滤、一次干燥、洗涤、二次干燥过程后，形成滤饼，由惰性气体反吹剥离滤饼进入连续操作的下料旋转阀，再经过干燥机进料螺旋进入干燥机干燥得到 PTA 产品。

带压过滤设备进料泵输入的浆料首先进入过滤区（17），将调压用的经过预热的惰性气体（151~160℃）导入转鼓式压滤机，对浆液侧进行调压，使浆液侧维持 151~160℃，0.35—0.6 MPa 的表压压力，转鼓的外层是滤布，转鼓内压力通过调节气液分离罐的压力，以保证转鼓内外有 0.03—0.1 MPa 的压差。带压过滤设备转鼓部分沉浸于过滤区（17）中，由于压差的作用，滤饼吸附在滤布上，母液透过滤布进入转鼓内部，由母液管将其引入气液分离罐。随着转鼓的转动，沉浸于浆料中的转鼓移出过滤区，湿滤饼在滤布上形成。

初次形成的湿滤饼含有很多杂质，随转鼓进入一次干燥区（18）干燥，通过转鼓内外压差抽干滤液，形成干滤饼。

干滤饼然后进入洗涤区（19）洗涤形成湿滤饼。用经过预热的冲洗水（151~160℃）喷淋在滤饼上，洗出滤饼中的杂质。当这股洗涤液透过滤布后进入循环溶剂罐。

湿滤饼随转鼓进入二次干燥区（20）干燥后进入反吹区，在反吹区利用惰性气体由内向外将滤饼剥离，收集在压力过滤机下料斗中，通过下料阀下料，送入干燥机干燥。

旋转式压滤机由结晶器直接进料，转鼓转速慢，在过滤过程中不破坏结晶粒度，得到的产品粒度分布好，其中小于 40um 要比二级分离少 10%。由于本过滤工艺不损坏对苯二甲酸(TA)结晶晶体，因此在

经过带压过滤设备后物料粒度比离心机中物料粒度大,有利于物料分离。

旋转式压滤机有可调的洗涤区,且在高温下使用热水洗涤,洗涤面积达到整个过滤面积的 20%-35%左右。因此其洗涤分离效果优于真空过滤和常压离心分离工艺,能较好地除去物料中的特征杂质对甲基苯甲酸(PT)等杂质,得到的产品中对甲基苯甲酸(PT)比二级分离要低 5%-10%。

旋转式压滤机干燥区域大,占整个过滤面积四分之一多。干燥时间长,除湿效果好,其下料含湿量比真空过滤和常压离心分离工艺要低 15%-20%。

下面结合附图具体阐述本发明

附图说明

图 1 旋转式压滤机外形图 1、传动装置; 2、支承及密封组件; 3、空心轴组件;

图 2 旋转式压滤机 A-A 剖视图 4、筒体组件; 5、转鼓组件; 6、反吹系统组件

图 3、PTA 带压过滤工艺流程图 7、进料缓冲罐; 8、进料泵; 9、压力过滤设备; 10、下料旋转阀;

11、干燥机进料螺旋; 12、PTA 干燥机; 13、气液分离罐;

图 4 旋转式压滤机分区图 14、壳体; 15、转鼓; 16、集液槽; 17、过滤区; 18、一次干燥区;

19、洗涤区; 20、二次干燥区; 21、反吹区

从结晶器出来的浆料进入带压过滤设备进料罐（7），然后物料通过带压过滤设备进料泵（8）泵入带压过滤设备（9），在带压过滤设备中浆料经过过滤区（17）、一次干燥区（18）、洗涤区（19）、二次干燥区（20）后形成滤饼，再经过反吹区剥离进入下料斗中，再通过下料旋转阀（10）进入干燥机进料螺旋（11），最后送入干燥机（12），获得合格的精对苯二甲酸产品。压力过滤中形成的母液进入气体分离罐（13）后再进入母固回收系统，洗涤液进入系统循环溶剂罐。

在壳体内部引入调压气体，维持壳体一定压力，转鼓（15）的下部浸入集液槽（16）的浆料中，构成过滤区（17），在转鼓内外压差的作用下，浆料吸附在滤布上，随着转鼓的转动，进入转鼓（15）的左侧一次干燥区（18），过滤区（17）和干燥区（18）内侧形成压滤滤液，进入气液分离罐；转鼓（15）的上部设置有洗涤滤饼用的洗涤区（19），其右侧方是二次干燥区（20），洗涤区（19）和二次干燥区（20）中形成的洗液汇集后进入循环溶剂罐，转鼓（15）的右下部设置有利于剥离滤饼的反吹区（21），将剥离下来的滤饼送入下料斗，再通过旋转阀送入干燥机进料螺旋。

研究发现，由于进入压滤机的浆液带有一定压力，被引入的调压气体只要稍加压力即可满足工艺要求，而无需气体压缩机加压，省去了压缩机投资；进一步研究发现，通过调节调压气体管线上的调节阀开度可维持压滤机转鼓内外 0.03—0.1 MPa 的压差，这样过滤介质的二侧的压差就产生了过滤的推动力，省去滤液槽和用于抽滤的泵。

与发明 89104629 相比，浆液温度要高 10℃ 以上，高的温度有利

于杂质 PT 酸的溶解，让尽量多的 PT 酸留在母液中，而不随固体走，有利于产品质量的提高。PT 酸是精对苯二甲酸产品主要杂质，行规要求 $\leq 150\text{ppm}$ 。

具体实施方式

以下结合实施例进行说明：

实施例 1

从 PTA 精制单元结晶器出来的对苯二甲酸浆料，温度为 151°C ，对苯二甲酸浓度为 40%，进入带压过滤设备进行分离，转鼓外侧压力为 0.4MPa ，转鼓内外过滤压差为 0.04MPa ，经过滤、一次干燥、洗涤、二次干燥等一系列过程后，浆料中的杂质随母液进入母液固体回收系统，滤饼经过带压操作的下料旋转阀进入干燥机进料螺旋，滤饼的含湿量为 10%。产品中 PT 酸的含量为 110mg/kgPTA ，平均粒径在 $118\mu\text{m}$ ，产品质量明显优于传统的二级分离的产品质量。

实施例 2

从 PTA 精制单元结晶器出来的对苯二甲酸浆料，温度为 160°C ，对苯二甲酸浓度为 40%，进入带压过滤设备进行分离，转鼓外侧压力为 0.5MPa ，转鼓内外过滤压差为 0.05MPa ，经过滤、一次干燥、洗涤、二次干燥等一系列过程后，浆料中的杂质随母液进入母液固体回收系统，滤饼经过带压操作的下料旋转阀进入干燥机进料螺旋，滤饼的含湿量为 8%。产品中 PT 酸的含量为 100mg/kgPTA ，平均粒径在 $120\mu\text{m}$ ，产品质量明显优于传统的二级分离的产品质量。

实施例 3

从 PTA 精制单元结晶器出来的对苯二甲酸浆料，温度为 155℃，对苯二甲酸浓度为 40%，进入带压过滤设备进行分离，转鼓外侧压力为 0.6MPa，转鼓内外过滤压差为 0.1MPa，经过滤、一次干燥、洗涤、二次干燥等一系列过程后，浆料中的杂质随母液进入母液固体回收系统，滤饼经过带压操作的下料旋转阀进入干燥机进料螺旋，滤饼的含湿量为 7%。产品中 PT 酸的含量为 97mg/kgPTA，平均粒径在 116um，产品质量明显优于传统的二级分离的产品质量。

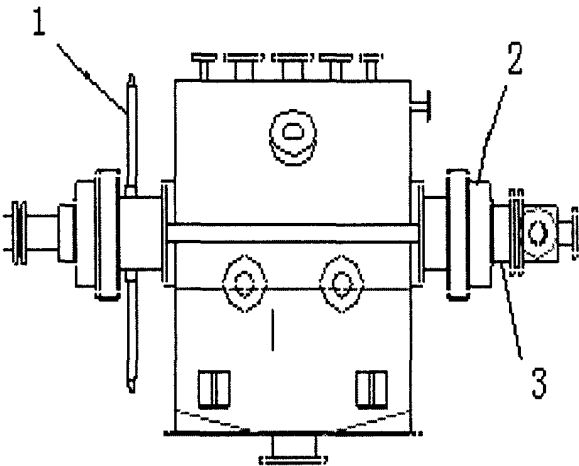


图 1

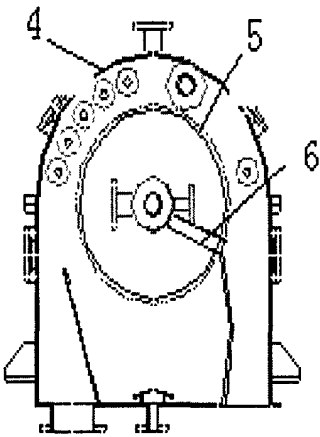


图 2

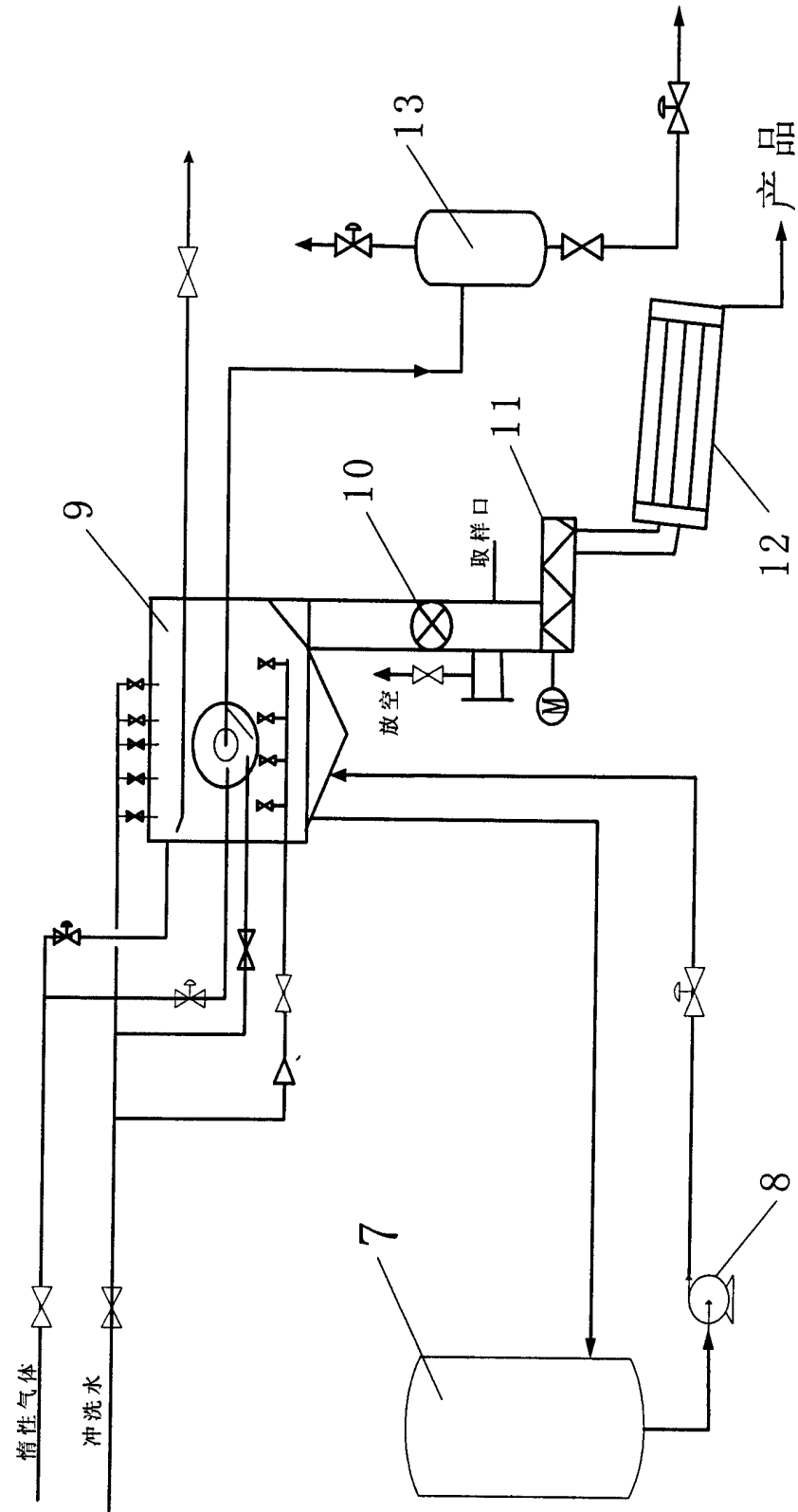


图 3、

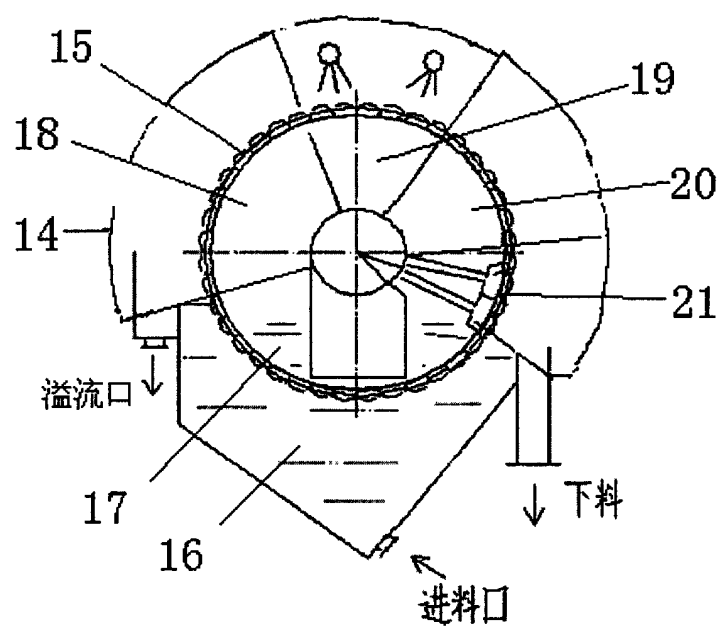


图 4