



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103073412 A

(43) 申请公布日 2013. 05. 01

(21) 申请号 201210444911. 4

(22) 申请日 2012. 11. 09

(71) 申请人 浙江逸盛石化有限公司

地址 315803 浙江省宁波市北仑区戚家山街
道港口路 8 号

(72) 发明人 陈国斌

(74) 专利代理机构 杭州杭诚专利事务所有限公
司 33109

代理人 尉伟敏

(51) Int. Cl.

C07C 51/265(2006. 01)

C07C 51/46(2006. 01)

C07C 51/48(2006. 01)

C07C 63/26(2006. 01)

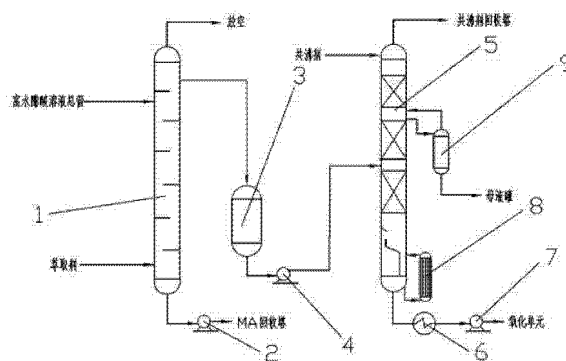
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种 PTA 溶剂脱水系统及其脱水工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种 PTA 溶剂脱水系统,解决了现有 PTA 生产工艺中溶剂脱水采用共沸精馏工艺,当进入共沸精馏塔的醋酸溶液水含量较高时,需要的蒸汽量较多,能耗较高的问题,该系统包括萃取系统与共沸精馏系统,萃取系统与共沸精馏系统串联,其中萃取系统包括萃取塔、萃取相储罐、萃取塔底泵及萃取相输出泵,共沸精馏系统包括共沸精馏塔、换热器及溶剂泵。本发明还提供了一种 PTA 溶剂脱水工艺,主要包括以下步骤:(a) 萃取;(b) 共沸精馏。本发明能减少后续共沸精馏的负荷以及蒸汽用量,大大降低生产成本,工艺可操作性强,运行成本低,连续性与稳定性好。



1. 一种 PTA 溶剂脱水系统,其特征在于,包括依次相连的萃取系统与共沸精馏系统,所述萃取系统包括萃取塔(1)、萃取相储罐(3)、萃取塔底泵(2)及萃取相输出泵(4),所述共沸精馏系统包括共沸精馏塔(5)、换热器(6)及溶剂泵(7),所述萃取塔(1)上部连接有富水醋酸溶液进料总管,萃取塔(1)底部出口通过管道与萃取塔底泵(2)进口相连,萃取塔(1)上部溢流口通过管道与萃取相储罐(3)顶部进口相连,所述萃取相储罐(3)底部出口通过管道与萃取相输出泵(4)进口相连,所述萃取相输出泵(4)出口通过管道与共沸精馏塔(5)中部进料口相连,所述共沸精馏塔(5)底部一侧设有再沸器(8),所述再沸器(8)通过管道与共沸精馏塔(5)连通,所述共沸精馏塔(5)底部出口通过管道与换热器(6)进口相连,所述换热器(6)出口通过管道与溶剂泵(7)进口相连。

2. 根据权利要求1所述的一种 PTA 溶剂脱水系统,其特征在于,所述共沸精馏系统还包括 PX 回收塔(9),所述 PX 回收塔(9)上部进口通过管道与共沸精馏塔(5)中部抽出口相连,PX 回收塔(9)顶部出口通过管路与共沸精馏塔(5)中部回流口相连。

3. 根据权利要求1或2所述的一种 PTA 溶剂脱水系统,其特征在于,所述再沸器(8)为立式热虹吸式再沸器。

4. 一种使用如权利要求1所述的 PTA 溶剂脱水系统的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,包括以下步骤:

(a) 萃取:通过富水醋酸溶液进料总管,从萃取塔(1)上部引入 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液,从萃取塔(1)下部加入萃取剂,萃取相从萃取塔(1)上部的溢流口排出进入萃取相储罐(3),塔底的水相则通过萃取塔底泵(2)抽出;

(b) 共沸精馏:从共沸精馏塔(5)中部通过萃取相输出泵(4)加入萃取相储罐(3)中的萃取相,同时从共沸精馏塔(5)上部加入共沸剂,共沸精馏塔(5)中气相从共沸精馏塔(5)塔顶逸出,醋酸则从塔底通过换热器(6)后由溶剂泵(7)抽出,同时在共沸精馏塔(5)上部引出液相送入 PX 回收塔(9),PX 回收塔(9)中气相由 PX 回收塔(9)塔顶回流至共沸精馏塔(5),液相则从 PX 回收塔(9)塔底抽出。

5. 根据权利要求4所述的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,步骤(a)中萃取塔(1)的操作条件为:压力 $0.1 \sim 0.2 \text{ MPa}$,温度 $40 \sim 50^\circ\text{C}$,萃取塔(1)液位控制在整个塔高的 $80 \sim 90\%$ 。

6. 根据权利要求5所述的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,步骤(a)中 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液与萃取剂进料质量比为 $1:2 \sim 2.5$ 。

7. 根据权利要求4或5或6所述的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,步骤(a)中所述醋酸溶液温度为 $20 \sim 45^\circ\text{C}$ 。

8. 根据权利要求4所述的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,所述萃取剂与共沸剂均为醋酸正丙酯。

9. 根据权利要求4所述的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,步骤(b)中所述共沸精馏塔(5)操作条件为:萃取相进料量 $90 \sim 110 \text{ t/h}$,共沸剂进料量 $20 \sim 40 \text{ t/h}$,塔底温度 $80 \sim 85^\circ\text{C}$,塔顶温度 $115 \sim 120^\circ\text{C}$,塔顶压力 $25 \sim 30 \text{ KPa}$,塔底压力 $35 \sim 40 \text{ KPa}$,塔釜液位控制在塔釜高度的 $40 \sim 60\%$ 。

10. 根据权利要求4所述的 PTA 溶剂脱水工艺,其特征在于,步骤(b)中 PX 回收塔(9)操作条件为:PX 回收塔(9)上部进口从共沸精馏塔(5)中部抽出口引出的液相量为 $3 \sim 5 \text{ t/h}$,塔底温度 $115 \sim 120^\circ\text{C}$,塔顶温度 $85 \sim 90^\circ\text{C}$,塔顶压力 $0.1 \sim 0.12 \text{ KPa}$,塔底压力 $0.15 \sim 0.18 \text{ KPa}$,

塔釜液位控制在塔釜高度的 40~60%。

www.patviewer.com

一种 PTA 溶剂脱水系统及其脱水工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及 PTA 生产技术领域,尤其是涉及一种 PTA 溶剂脱水系统及其脱水工艺。
[0002]

背景技术

[0003] 精对苯二甲酸(PTA)是生产聚酯纤维的主要原料,其主要生产工艺是以对二甲苯为原料,醋酸为溶剂,醋酸钴、锰为催化剂,氢溴酸为促进剂,在一定温度和压力下与空气中氧气反应生成粗对苯二甲酸,再经加氢精制即得到 PTA。

[0004] 为使氧化反应正常进行,溶剂脱水系统必须及时从系统中移走氧化反应产生的水、常压吸收塔中加入的水以及高压吸收塔处理工艺气体时加入的水,同时尽可能地从水中回收醋酸以降低醋酸的消耗,溶剂脱水系统的工作状况不仅影响 PTA 生产成本的高低和产品品质,也是衡量 PTA 生产工艺是否先进的重要指标之一。

[0005] PTA 生产工艺中溶剂脱水工艺主要有普通精馏工艺和共沸精馏工艺,普通精馏工艺虽然技术较为成熟,但由于醋酸和水的相对挥发度接近 1,采用普通精馏工艺分离时所需的理论塔板数和回流比较大,能耗与生产成本高,现一般已基本不采用。

[0006] 目前,PTA 生产中溶剂脱水主要采用共沸精馏,共沸精馏通过添加共沸剂,共沸剂与水形成非均相最低共沸物,共沸剂与醋酸溶液一起进入共沸精馏塔,在精馏过程中水随共沸剂被蒸出,经冷却后与共沸剂分层分离,塔釜则得到醋酸,共沸精馏使得醋酸溶液分离变得容易,减少了分离所需的理论塔板和回流比,降低了能耗。

[0007] 例如中国专利 CN1149574A、CN1312787A 等均公开了在 PTA 生产工艺中采用共沸精馏工艺进行溶剂脱水的方法,但由于水的汽化潜热较高,当进入共沸精馏塔的醋酸溶液含水量较高时,直接采用共沸精馏工艺,则需要的蒸汽量较多,使得能耗较高。

[0008]

发明内容

[0009] 本发明是为了克服现有 PTA 生产工艺中溶剂脱水采用共沸精馏工艺,当进入共沸精馏塔的醋酸溶液含水量较高时,需要的蒸汽量较多,能耗较高的不足,提供了一种 PTA 溶剂脱水系统,该脱水系统运行成本低,连续性好。

[0010] 本发明还提供了一种 PTA 溶剂脱水工艺,该工艺可操作性强,能减少后续共沸精馏的负荷以及蒸汽用量,大大降低生产成本。

[0011]

为了实现上述目的,本发明采用以下技术方案:

一种 PTA 溶剂脱水系统,包括依次相连的萃取系统与共沸精馏系统,所述萃取系统包括萃取塔、萃取相储罐、萃取塔底泵及萃取相输出泵,所述共沸精馏系统包括共沸精馏塔、换热器及溶剂泵,所述萃取塔上部连接有富水醋酸溶液进料总管,萃取塔底部出口通过管道与萃取塔底泵进口相连,萃取塔上部溢流口通过管道与萃取相储罐顶部进口相连,所述

萃取相储罐底部出口通过管道与萃取相输出泵进口相连,所述萃取相输出泵出口通过管道与共沸精馏塔中部进料口相连,所述共沸精馏塔底部一侧设有再沸器,所述再沸器通过管道与共沸精馏塔连通,所述共沸精馏塔底部出口通过管道与换热器进口相连,所述换热器出口通过管道与溶剂泵进口相连。本发明先用萃取系统将醋酸溶液中的部分水以萃取方式移除,以降低醋酸溶液中的水含量,再通过共沸精馏系统进一步分离醋酸与水,通过萃取系统的预脱水,可大大降低共沸精馏系统的蒸汽用量,从而大大降低生产成本。

[0012] 作为优选,所述共沸精馏系统还包括 PX 回收塔,所述 PX 回收塔上部进口通过管道与共沸精馏塔中部抽出口相连,PX 回收塔顶部出口通过管路与共沸精馏塔中部回流口相连。PX 回收系统用以除去共沸精馏塔中积存的 PX,并重新加以利用,从而提高原料的利用率,同时还可以减少对共沸精馏塔的操作的影响。

[0013] 作为优选,所述再沸器为立式热虹吸式再沸器。立式热虹吸式再沸器结构紧凑、占地面积小、传热系数高,可减少设备占地面积与降低能耗。

[0014] 一种 PTA 溶剂脱水工艺,包括以下步骤:

(a) 萃取:通过富水醋酸溶液进料总管,从萃取塔上部引入 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液,从萃取塔下部加入萃取剂,萃取相从萃取塔上部的溢流口排出进入萃取相储罐,塔底的水相则通过萃取塔底泵抽出。本发明中 TA 生产中回收的富水醋酸溶液包括来自氧化反应器顶部的冷凝水、高压吸收塔及低压吸收塔的洗涤液,以及氧化反应器吸收塔的洗涤液等各种含有醋酸的水溶液,既可混合后从富水醋酸溶液进料总管进料,也可单独从富水醋酸溶液进料总管进料,优选混合后同时进料,以保证脱水系统的稳定性,选用的萃取剂密度要比水小,萃取时醋酸会从中转移至萃取剂中,由于萃取剂密度比水小,萃取相会从萃取塔顶部逸出进入萃取相储罐,而水则沉积在塔底,这样便对醋酸与水进行了初步分离。

[0015] (b) 共沸精馏:从共沸精馏塔中部通过萃取相输出泵加入萃取相储罐中的萃取相,同时从共沸精馏塔上部加入共沸剂,共沸精馏塔中气相从共沸精馏塔塔顶逸出,醋酸则从塔底通过换热器后由溶剂泵抽出,同时在共沸精馏塔上部引出液相送入 PX 回收塔, PX 回收塔中气相由 PX 回收塔塔顶回流至共沸精馏塔,液相则从 PX 回收塔塔底抽出。共沸精馏塔塔顶的气相可逸至共沸剂回收塔以进一步回收共沸剂,醋酸从塔底通过换热器后由溶剂泵抽出后可送至氧化单元重新利用, PX 回收塔塔底液相可抽出至母液罐重新回收利用,共沸精馏塔上部加入的共沸剂可以是未利用过的共沸剂,也可以是共沸剂回收塔回收的共沸剂,优选沸剂回收塔回收的共沸剂,以提高共沸剂的利用率。

[0016] 作为优选,步骤(a)中萃取塔的操作条件为:压力 0.1~0.2MPa,温度 40~50℃,萃取塔液位控制在整个塔高的 80~90%。

[0017] 作为优选,步骤(a)中 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液与萃取剂进料质量比为 1:2~2.5。

[0018] 作为优选,步骤(a)中所述醋酸溶液温度为 20~45℃。

[0019] 作为优选,所述萃取剂与共沸剂均为醋酸正丙酯。共沸精馏时一般选用形成低沸点共沸物的共沸剂,另外共沸剂对共沸精馏的影响很大,会影响关键组分的气液平衡,萃取剂与共沸剂均为醋酸正丙酯,不仅能使萃取塔与共沸精馏塔在工艺上完全整合,连续性好,而且能稳定操作,同时醋酸正丙酯沸点为 101.6℃,沸点与醋酸接近,选用醋酸正丙酯作为共沸剂,不仅分离效果好,而且可以降低能耗。

[0020] 作为优选,步骤(b)中所述共沸精馏塔操作条件为:萃取相进料量 90~110 t/h,共沸剂进料量 20~40 t/h,塔底温度 80~85℃,塔顶温度 115~120℃,塔顶压力 25~30KPa,塔底压力 35~40KPa,塔釜液位控制在塔釜高度的 40~60%。

[0021] 作为优选,步骤(b)中 PX 回收塔操作条件为:PX 回收塔上部进口从共沸精馏塔中部抽出口引出的液相量为 3~5t/h,塔底温度 115~120℃,塔顶温度 85~90℃,塔顶压力 0.1~0.12KPa,塔底压力 0.15~0.18KPa,塔釜液位控制在塔釜高度的 40~60%。

[0022] 因此本发明具有以下有益效果:

- (1) 能大大减少后续共沸精馏的负荷以及蒸汽用量,大大降低生产成本;
- (2) 工艺可操作性强,运行成本低,连续性与稳定性好。

[0023]

附图说明

[0024] 图 1 是实施例 1 中 PTA 溶剂脱水系统的连接示意图。

[0025] 图中:萃取塔 1,萃取塔底泵 2,萃取相储罐 3,萃取相输出泵 4,共沸精馏塔 5,换热器 6,溶剂泵 7,再沸器 8,PX 回收塔 9

具体实施方式

[0026] 下面结合附图和具体实施方式对本发明做进一步的描述。

[0027] 实施例 1

如图 1 所示,一种 PTA 溶剂脱水系统,包括萃取系统、共沸精馏系统与 PX 回收系统,萃取系统包括萃取塔 1、萃取相储罐 3、萃取塔底泵 2 及萃取相输出泵 4,共沸精馏系统包括共沸精馏塔 5、换热器 6 及溶剂泵 7,PX 回收系统包括 PX 回收塔 9,萃取塔 1 上部连接有富水醋酸溶液进料总管,萃取塔 1 底部出口通过管道与萃取塔底泵 2 进口相连,萃取塔 1 上部溢流口通过管道与萃取相储罐 3 顶部进口相连,萃取相储罐 3 底部出口通过管道与萃取相输出泵 4 进口相连,萃取相输出泵 4 出口通过管道与共沸精馏塔 5 中部进料口相连,共沸精馏塔 5 底部一侧设有再沸器 8,再沸器 8 通过管道与共沸精馏塔 5 连通,共沸精馏塔 9 中部抽出口通过管道与 PX 回收塔 9 上部进口相连,PX 回收塔 9 顶部出口通过管路与共沸精馏塔 5 中部回流口相连,共沸精馏塔 5 底部出口通过管道与换热器 6 进口相连,换热器 6 出口通过管道与溶剂泵 7 进口相连。

[0028] PTA 溶剂脱水工艺步骤如下:

(a) 萃取:通过富水醋酸溶液进料总管,从萃取塔 1 上部引入 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液,从萃取塔 1 下部加入萃取剂,萃取剂为醋酸正丙酯,萃取相从萃取塔 1 上部的溢流口排出进入萃取相储罐 3,塔底的水相则通过萃取塔底泵 2 抽至 PX 回收塔,萃取塔 1 的操作条件为:醋酸溶液温度为 20~45℃,PTA 生产中回收的富水醋酸溶液与萃取剂进料质量比为,萃取塔压力 0.1~0.2MPa,温度 40~50℃,萃取塔 1 液位控制在整个塔高的 80~90%。

[0029] (b) 共沸精馏:从共沸精馏塔 5 中部通过萃取相输出泵 4 加入萃取相储罐 3 中的萃取相,同时从共沸精馏塔 5 上部加入共沸剂,共沸剂为醋酸正丙酯,共沸精馏塔 5 中气相从共沸精馏塔 5 塔顶出至共沸剂回收塔,醋酸则从塔底通过换热器 6 后由溶剂泵 7 抽出至氧化单元重新利用,同时在共沸精馏塔 5 上部抽出液相送入 PX 回收塔 9,PX 回收塔 9 中

气相由 PX 回收塔 9 塔顶回至共沸精馏塔 5, 液相则从塔底出至母液罐, 其中, 共沸精馏塔 5 操作条件为: 萃取相进料量 90 t/h, 共沸剂进料量 20 t/h, 塔底温度 80~85℃, 塔顶温度 115~120℃, 塔顶压力 25~30KPa, 塔底压力 35~40KPa, 塔釜液位控制在塔釜高度的 40~60%, PX 回收塔 9 操作条件为: 从共沸精馏塔 9 中部抽出口引出的液相量为 3t/h, 塔底温度 115~120℃, 塔顶温度 85~90℃, 塔顶压力 0.1~0.12KPa, 塔底压力 0.15~0.18KPa, 塔釜液位控制在塔釜高度的 40~60%。

[0030]

实施例 2

本实施例的 PTA 溶剂脱水系统及脱水工艺步骤均与实施例 1 完全相同, 故不在此赘述, 不同之处在于, 步骤(a)中 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液与萃取剂进料质量比为 1:2.2, 步骤(b)中共沸精馏塔 5 的萃取相进料量 100t/h, 共沸剂进料量 30t/h, PX 回收塔 9 上部进口从共沸精馏塔 9 中部抽出口引出的液相量为 5t/h。

[0031]

实施例 3

本实施例的 PTA 溶剂脱水系统及脱水工艺步骤均与实施例 1 完全相同, 故不在此赘述, 不同之处在于, 步骤(a)中 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液与萃取剂进料质量比为 1:2.5, 步骤(b)中共沸精馏塔 5 的萃取相进料量 110t/h, 共沸剂进料量 40t/h, PX 回收塔 9 上部进口从共沸精馏塔 9 中部抽出口引出的液相量为 4t/h。

[0032]

本发明的萃取系统脱水效率为约 10t/h, 将 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液进行萃取预脱水后再进入共沸精馏塔进行共沸精馏, 相比将 PTA 生产中回收的富水醋酸溶液直接进行共沸精馏, 蒸汽用量可减少约 30 t/h, 通过经济效益十分可观。

[0033]

以上所述的实施例只是本发明较佳的方案, 并非对本发明作任何形式上的限制, 在不超出权利要求所记载的技术方案的前提下还有其它的变体及改型。

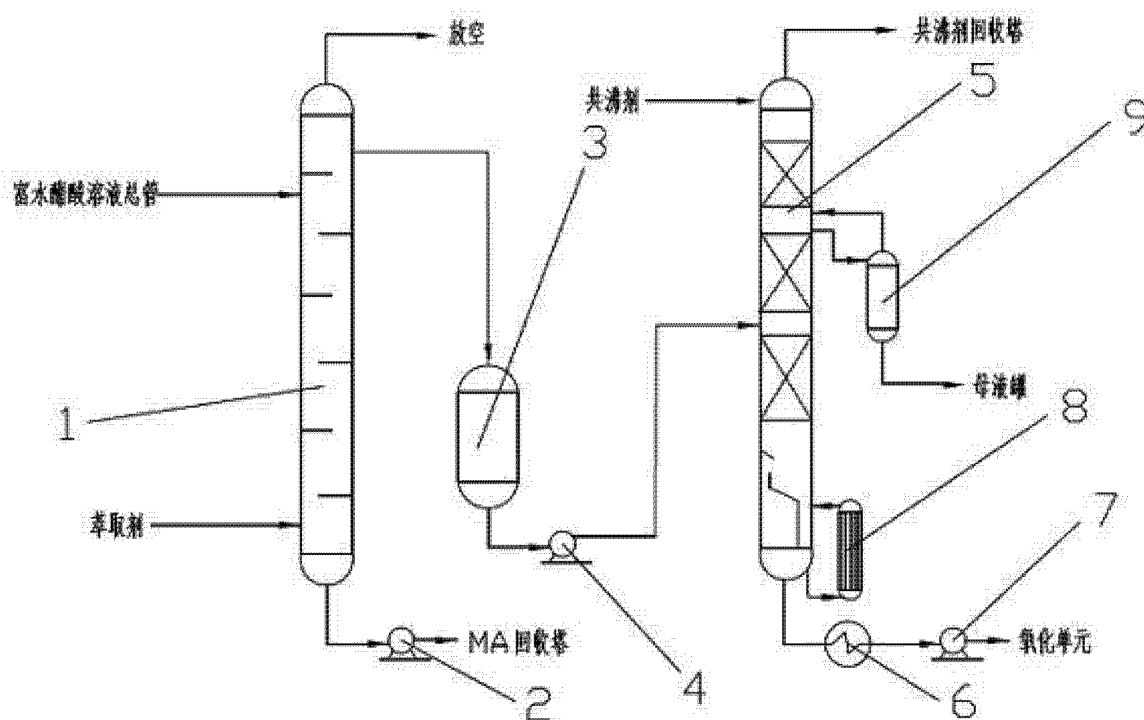


图 1

www.patviewer.com