

精对苯二甲酸装置除铁过滤器系统优化改造

张金丰

江阴德誉电力科技有限公司, 江苏 无锡

收稿日期: 2026年9月8日; 录用日期: 2026年9月29日; 发布日期: 2026年10月16日

摘要

精对苯二甲酸PTA装置氧化反应过程, 为确保产品质量, 对氧化循环母液按一定比例进行抽出, 抽出比例约为8%~12%, 抽出母液中富含醋酸、对苯二甲酸(TA)、间苯二甲酸(IPA)、苯甲酸(BA)、对羧基苯甲醛(4-CBA)、对甲基苯甲酸(PT酸)、钴、锰、铁等的残渣, 残渣进入资源化处置装置, 利用甲苯作为萃取剂萃取PTA生产装置所产生残渣中的副产物苯甲酸、PT酸, 固相TA、IPA通过萃取过滤器分离后进入干燥机进行干燥, 有机相即甲苯和苯甲酸溶液通过减压蒸馏塔将甲苯与苯甲酸分离, 回收甲苯, 生产副产品苯甲酸。萃取过滤器滤液进入下游倾析器用以分离水相和油相, 水相进入钴锰催化剂回收系统去除铁铬等腐蚀金属, 再回收钴锰催化剂。本文以一套220万吨/年PTA装置为例, 除铁过滤器M-703运行过程中, 遇到压差上升快, 处理量较低情况, 除铁效果差现象。通过现场调研, 查阅文献分析, 提出一系列改造方案, 最终使除铁过滤器M-703处理能力满足设计要求。

关键词

精对苯二甲酸PTA, 氧化母液, 除铁过滤器

Optimization and Transformation of the Iron Removal Filter System of the Purefined Terephthalic Acid Device

Jinfeng Zhang

Jiangyin Deyu Electric Power Technology Co., Ltd., Wuxi Jiangsu

Received: September 8, 2026; accepted: September 29, 2026; published: October 16, 2026

Abstract

In the oxidation reaction process of a purified terephthalic acid (PTA) unit, the oxidized circulating mother liquor is withdrawn at a ratio of approximately 8%~12% to guarantee product quality. The

withdrawn mother liquor contains residues enriched with acetic acid, terephthalic acid (TA), isophthalic acid (IPA), benzoic acid (BA), 4-carboxybenzaldehyde (4-CBA), p-toluic acid (PT acid), cobalt, manganese, iron and other components. The residues are sent to the resource recovery unit. Toluene is used as the extractant to recover the by-products benzoic acid and p-toluic acid from the residues generated in the PTA production process. Solid TA and IPA are separated by an extraction filter and then fed into a dryer for drying. The organic phase, namely the mixed solution of toluene and benzoic acid, is treated in a vacuum distillation column to realize the separation of toluene and benzoic acid. Toluene is recycled, and benzoic acid is obtained as a by-product. The filtrate from the extraction filter flows into the downstream decanter to separate the aqueous phase and oil phase. The aqueous phase enters the cobalt-manganese catalyst recovery system to remove corrosive metals such as iron and chromium, followed by the recovery of cobalt-manganese catalysts. Taking 2.2 million tons per annum PTA unit as the research object, the iron removal filter M-703 suffered from rapid differential pressure rise, low throughput and poor iron removal efficiency during operation. A series of retrofitting schemes were proposed based on field investigation and literature analysis. After implementation, the processing capacity of iron removal filter M-703 meets the design specifications.

Keywords

Purification Terephthalic Acid, Oxidation Mother Liquor, Iron Removal Filter

Copyright © 2026 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

精对苯二甲酸(PTA)是生产聚酯纤维、涂料、薄膜及工程塑料的重要有机化工原料[1]。目前,世界上生产 PTA 的主流工艺技术主要包括英力士(原英国 BP)、日本三井、科氏 KOCH (原美国 INVISTA)及中国昆仑工程公司等四家公司的专利技术,其核心均包含 PX 液相氧化和加氢精制还原两大工序[2][3]。在 PX 氧化反应过程中,由于高温条件下存在较多副反应,会产生苯甲酸(BA)、间苯二甲酸(IPA)、邻苯二甲酸(OPA)、对甲基苯甲酸(PT 酸)、对羧基苯甲醛(4-CBA)等副产物[4]。这些副产物主要通过氧化循环母液按一定比例抽出而去除。

随着我国聚酯工业的快速发展,PTA 产能持续增长。据统计,到 2025 年全国 PTA 生产能力已达 9200 万 t/a,每年约产生 60 万 t 氧化残渣(干基)[5]-[8]。PTA 氧化残渣的主要成分为苯甲酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸以及不完全氧化产物对甲基苯甲酸、对羧基苯甲醛,此外还含有钴、锰、溴等催化剂组分[9][10]。早期许多企业采用焚烧法处理残渣,但由于引进的焚烧工艺和设备不成熟,设备腐蚀严重,焚烧装置大多被废弃,残渣成为污染环境的难题。

针对 PTA 氧化残渣的处理与资源化利用,国内外学者和企业开展了大量研究工作。在催化剂回收方面,侯振宇和史君研究了 PTA 装置氧化催化剂消耗的降低方法;雷玲和钱枝茂分析了 PTA 装置催化剂回收系统存在的问题并提出了相应的对策。在残渣中有机组分回收方面,有研究采用水萃取法和升华法回收 PTA 氧化残渣中的苯甲酸,水萃取法产品得率可达 23.90%,纯度为 90.74%。此外,还有研究提出了利用超临界水氧化技术对 PTA 残渣进行无害化处理,同时回收利用处理过程中放出的热能,实现资源化利用。在催化剂再生方面,已有专利公开了从 PTA 氧化残渣中再生醋酸钴锰复合催化剂的方法,经醋酸浸取、碳酸盐沉淀、除色除铁、蒸馏浓缩等工艺,可将回收的催化剂直接返回 PX 氧化工序使用[11][12]。PTA 氧化残渣中的无机物阳离子主要为 Co^{2+} 和 Mn^{2+} ,含量大体在 10%左右(以风干残渣计),且残渣中其

它无机杂质较少，便于回收。

然而，现有研究中关于除铁过滤器系统在钴锰催化剂回收工艺中运行问题的系统分析与优化改造报道较少。本文以一套 220 万吨/年 PTA 装置配套的残渣资源化装置为研究对象，针对除铁过滤器 M-703 运行中的实际问题开展技术改造研究，以期同类装置的优化运行提供参考。

2. 材料与方法

2.1. 残渣资源化装置工艺流程

残渣资源化装置主要由萃取单元、固液分离单元、油水分离单元和催化剂回收单元组成。来自 PTA 主装置的氧化母液经溶剂汽提塔和薄膜蒸发器浓缩后形成氧化残渣，残渣进入萃取罐，以甲苯为萃取剂萃取其中的苯甲酸和 PT 酸。萃取后的固相(主要为 TA 和 IPA)经萃取过滤器分离后进入干燥机干燥；有机相(甲苯和苯甲酸溶液)经减压蒸馏塔分离，回收甲苯循环使用，副产苯甲酸。

萃取过滤器滤液进入倾析器分离水相和油相。水相的主要成分为：约 5%的醋酸、约 7000 ppm 的钴、约 7000 ppm 的锰、约 100 ppm 的铁铬等腐蚀金属离子，以及水。水相处理分为两步：第一步，加入氢氧化钠调节 pH 至 6.0，使铁、铬等金属离子以氢氧化物形式沉淀；第二步，通过除铁过滤器 M-703 分离氢氧化铁铬沉淀，滤液进入下游钴锰沉淀罐，以碳酸盐形式回收钴锰催化剂。

2.2. 除铁过滤器 M-703 设备参数与运行程序

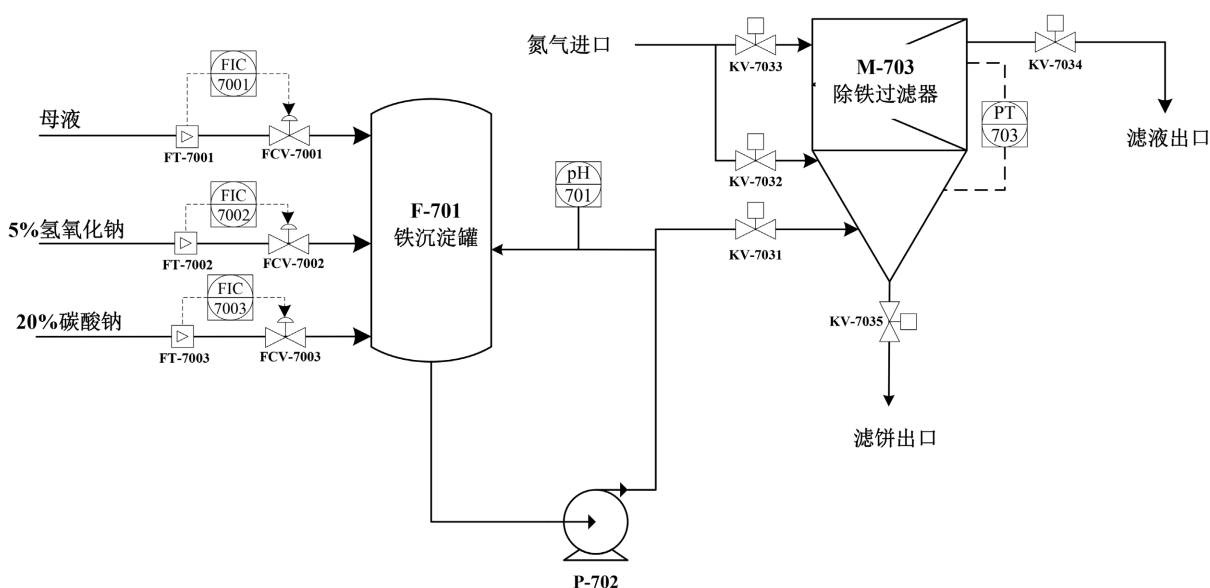


Figure 1. Original flowchart of the iron removal filter

图 1. 除铁过滤器原流程图

如上图 1 所示，除铁过滤器 M-703 采用金属粉末烧结内滤式设计，滤芯为德国 GKN 品牌，罐体材质为 316LSS 不锈钢，滤芯材质为 316LSS 不锈钢，过滤精度为 0.5 μm ，罐内安装 80 支滤芯，滤芯规格为 $\phi 64 \times L1500$ mm。过滤器运行由程序自动控制，主要分为填充、过滤、加压反吹三个步骤。过滤时，滤液穿过滤芯进入下游钴锰沉淀罐，固体颗粒被拦截于滤芯内部并形成滤饼。程序通过压力变送器 PT-703 监控滤芯内外压差，当压差上升至 1.0 bar 时停止过滤，打开氮气进口阀加压至 2.5 bar 后瞬间打开下料阀，将截留滤饼排至污水罐，反洗结束后进入下一过滤周期。

2.3. 问题诊断与堵塞物成分分析

为查明过滤器压差上升过快的原因,对下线的废旧滤芯进行了系统分析。首先对废旧滤芯表面及内部的污垢进行取样,通过扫描电子显微镜(SEM)观察其微观形貌,并结合能谱分析(EDS)确定其元素组成。分析结果显示,堵塞物主要由铁、氧、碳等元素组成,其中铁元素含量较高,表明堵塞物的主要成分为氢氧化铁沉淀物。此外,还检测到少量的钴、锰元素,说明在除铁过程中部分钴锰催化剂发生了共沉淀。堵塞物在滤芯孔道中的附着形态可分为两类:一类为颗粒在孔道中粘结形成大块团聚体,完全堵塞不锈钢过滤管的孔道;另一类为颗粒粘附在孔道壁上,逐渐减小了过滤孔径。

进一步分析认为,过滤器压差上升过快的主要原因包括以下三个方面:

(1) pH 控制不精确导致钴锰共沉淀。pH 计安装于泵 P-702 的回流管线,该处管道流速较快且含有固体颗粒,对 pH 计探头冲刷严重,导致探头频繁损坏, pH 测量值失真。当 pH 实际值高于设定值 6.0 时,部分钴、锰离子也以氢氧化物形式沉淀,进入除铁过滤器后被滤芯拦截,不仅造成钴锰催化剂的流失,还加剧了滤芯的堵塞。

(2) 进料固含量偏高。当 pH 控制过低时,进料中的有机酸无法完全溶解,TA 等固体颗粒含量升高,固体颗粒进入过滤器后加速了滤芯的堵塞。

(3) 滤芯的不可逆污染。随着过滤器的反复过滤与反吹,部分细小颗粒进入金属粉末烧结滤芯的内部孔隙,常规的气体反吹无法将其彻底清除,导致滤芯的有效过滤面积逐渐减小,处理能力持续下降,压差很快上升至 1.0 bar。

2.4. 改造方案设计

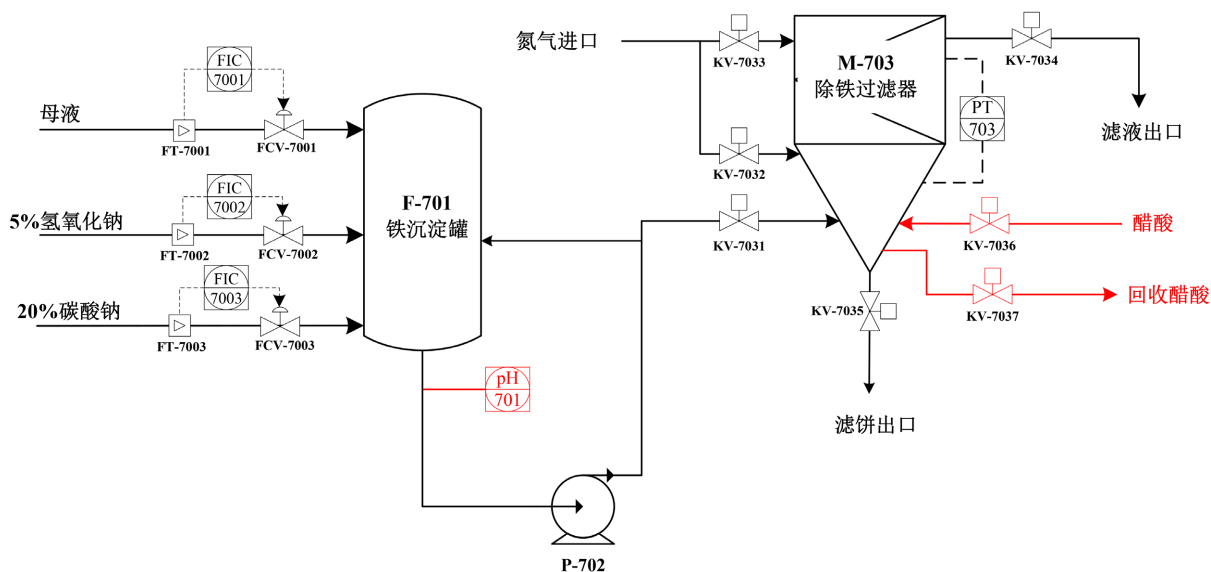


Figure 2. Process flowchart of the modified iron removal filter M-703

图 2. 除铁过滤器 M-703 改造后流程图

针对上述问题,经与过滤器供应商及专利供应商进行技术讨论,并结合现场管道布置情况的调研,提出了以下两项改造方案,如图 2:

方案一:增设醋酸洗涤再生管线。在除铁过滤器 M-703 上新增醋酸进料管线及阀门 KV-7036 和回收醋酸管线及阀门 KV-7037。当过滤器出现初始压差高、处理能力下降现象时,将过滤器隔离,打开进酸

阀 KV-7036，向过滤器内填充醋酸至满液位，然后打开氮气下部进口阀 KV-7032，用氮气由内向外反吹滤芯。醋酸能够溶解滤芯内部及表面的金属氧化物(主要为氢氧化铁)，使堵塞物从滤芯孔道中溶出。酸泡反吹约 2 小时后，将过滤器内部的醋酸通过回收管线 KV-7037 排至醋酸回收罐，实现醋酸的循环利用。该方案的优势在于：醋酸为工艺系统中已有的物料，无需引入新的化学药剂；酸洗过程可在过滤器本体上完成，无需将滤芯拆卸离线清洗，操作简便。

在方案论证过程中，也曾考虑过采用盐酸或硝酸进行化学清洗的方案。盐酸虽然对铁氧化物的溶解能力更强，但氯离子对 316LSS 不锈钢具有应力腐蚀开裂的风险，可能影响设备的安全运行。硝酸具有强氧化性，对金属烧结滤芯的基体材料也有一定的腐蚀作用。相比之下，醋酸为弱酸，对不锈钢材质的腐蚀性较小，且与工艺介质兼容性好，因此最终选择醋酸作为清洗介质。

方案二：优化 pH 计安装位置。将 pH 计探头从泵 P-702 的回流管线移至泵 P-702 入口管线安装，并更换为可在线拆卸清理式探头。入口管线流速较低，固体颗粒含量较少，可有效避免探头受冲刷损坏，保证 pH 测量的准确性和稳定性。

两项改造方案的技术经济对比如表 1 所示。

Table 1. Technical and economic comparison of retrofit solutions
表 1. 改造方案技术经济对比

项目	方案一(醋酸洗涤再生)	方案二(pH 计移位)
投资成本	中等(新增管线及阀门)	较低(管线改造及探头更换)
运行成本	醋酸可回收循环使用	无新增运行成本
实施难度	中等(需停车期间施工)	较低(可利用短期停车)
预期效果	恢复滤芯过滤性能	提高 pH 控制精度
风险	醋酸对设备腐蚀风险低	无显著风险

两项改造方案相互独立、互为补充，可同步实施。

3. 结果

3.1. 改造实施

技术改造在装置停车检修期间执行，前后共计历时 2 个多月，主要内容为新增管线和管线改造。改造完成后，pH 计位置的调整使 pH 测量更加准确稳定，pH 探头损坏率大幅下降。醋酸洗涤再生功能的投用也十分简便，当中控操作工发现过滤器运行压差上升至设定值时，只需在控制室即可远程完成酸洗操作，无需现场手动干预。

3.2. 改造前后关键指标对比

改造后，对除铁过滤器 M-703 的运行参数进行了为期一个月的跟踪监测，并与改造前同期的运行数据进行了对比，结果如表 2 所示。

从表 2 数据可以看出：

(1) 铁沉淀罐铁浓度基本持平。改造前后铁沉淀罐中铁浓度分别为 99.8 ppm 和 102.5 ppm，变化不大。这表明进入除铁过滤器 M-703 的物料中铁的总量未发生显著变化，改造并未改变上游工艺条件。

(2) 钴锰沉淀罐和催化剂回收罐中铁浓度显著下降。改造后钴锰沉淀罐中铁浓度由 45.6 ppm 降至 14.9 ppm，降幅达 67.3%；催化剂回收罐中铁浓度由 50.5 ppm 降至 17.5 ppm，降幅达 65.3%。这表明除铁过滤

器的分离效率得到了显著提升,更多的铁在除铁阶段被有效拦截,进入下游钴锰回收工段的铁量大幅减少。

(3)过滤周期和处理量显著改善。平均单次过滤周期由 4.2 小时延长至 8.7 小时, 延长了 107.1%; 日均处理量由 48.6 m³ 恢复至 72.3 m³, 达到设计处理能力, 增幅为 48.8%。

(4) pH 计运行可靠性大幅提升。pH 计平均更换周期由 1.5 个月延长至 6.0 个月, 设备可靠性显著提高。

Table 2. Comparison of key performance indicators before and after the technical upgrade of the iron removal filter M-703
表 2. 除铁过滤器 M-703 技术改造前后关键指标对比

指标	改造前	改造后	变化幅度
铁沉淀罐铁浓度(ppm)	99.8	102.5	↑2.7%
钴锰沉淀罐铁浓度(ppm)	45.6	14.9	↓67.3%
催化剂回收罐铁浓度(ppm)	50.5	17.5	↓65.3%
平均单次过滤周期时长(h)	4.2	8.7	↑107.1%
日均处理量(m ³ /d)	48.6	72.3	↑48.8%
pH 计平均更换周期(月)	1.5	6.0	↑300%

注: 以上数据为改造前后各一个月的运行平均值。

3.3. 长期运行效果

为验证改造效果的稳定性, 对改造后连续三个月的运行数据进行了统计分析。结果显示, 除铁过滤器 M-703 的过滤周期稳定在 8~10 小时之间, 日均处理量保持在 70~75 m³/d, 钴锰沉淀罐中铁浓度稳定在 12~18 ppm 范围内。醋酸洗涤再生每两周进行一次, 每次酸洗后滤芯压差可恢复至初始值的 85%~90%, 滤芯整体使用寿命预计可从改造前的 12 个月延长至 24 个月以上。这表明改造方案具有较好的长期稳定性和可靠性。

4. 讨论

4.1. pH 控制对氢氧化铁沉淀与过滤性能的影响机理

本研究的核心改进之一是将 pH 计从泵出口回流管线移至泵入口管线。这一位置调整看似简单, 却对除铁效果产生了深远影响, 其背后的科学机理值得深入探讨。

氢氧化铁是一种胶状沉淀, 其沉淀行为对 pH 值高度敏感。研究表明, 氢氧化铁颗粒的粒径随 pH 值变化而显著不同, 在 pH 约为 6.5 时粒径最大, 而在较高 pH 值下粒径分布范围较宽。当 pH 值精确控制在 6.0 左右时, 铁离子以 Fe(OH)₃ 形式沉淀, 此时氢氧化铁的溶解度最低, 沉淀最为完全。然而, 氢氧化铁胶体本身具有絮状结构, 颗粒细小且含大量水分子, 属于无定形沉淀的细分类型。

在过滤过程中, 胶状氢氧化铁沉淀的过滤性能受其粒径和聚集状态的影响显著。当 pH 控制精确时, 沉淀颗粒的粒径分布较为集中, 形成的滤饼具有较好的孔隙结构, 过滤阻力增加较为缓慢。反之, 当 pH 波动较大时, 沉淀颗粒的粒径分布范围宽, 细小颗粒易于穿过滤芯或进入滤芯内部孔隙, 造成孔道堵塞。此外, 氢氧化铁胶体具有较大的比表面积, 容易吸附溶液中的其他离子。当 pH 控制不精确导致钴锰共沉淀时, 氢氧化铁胶体表面会吸附 Co²⁺ 和 Mn²⁺ 离子, 不仅造成催化剂的流失, 还会改变沉淀物的表面性质和过滤特性。

pH 计位置调整后, 测量值能够真实反映铁沉淀罐内物料的 pH 状态, 氢氧化钠的投加量更加精准,

从而实现了氢氧化铁沉淀粒径和胶体性质的优化控制,改善了过滤性能。

4.2. 醋酸洗涤再生的作用机理

金属粉末烧结滤芯的堵塞可分为表面滤饼堵塞和内部孔道堵塞两种类型。常规的气体反吹能够有效清除表面滤饼,但对于进入滤芯内部孔隙的细小颗粒则无能为力。本研究中增设的醋酸洗涤再生功能,正是针对内部孔道堵塞问题设计的解决方案。

醋酸作为一种弱有机酸,能够与氢氧化铁发生络合溶解反应,将不溶性的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 转化为可溶性的醋酸铁。酸洗过程中,配合氮气由内向外反吹,能够将溶解后的物质从滤芯孔道中带出。酸洗后再生的滤芯,其过滤精度可恢复至初始值的 85%~90%。与离线清洗相比,在线醋酸洗涤无需拆卸滤芯,避免了滤芯在拆卸和安装过程中可能受到的机械损伤。同时,醋酸为工艺系统自有的物料,酸洗后的醋酸可通过回收管线返回醋酸回收罐,经蒸馏提纯后循环使用,不会产生额外的废液处理负担。

4.3. 改造的局限性与未来优化方向

尽管本次改造取得了显著成效,但仍存在一定的局限性。首先,醋酸洗涤再生虽然能够有效清除金属氧化物堵塞物,但对于有机类堵塞物(如 TA、苯甲酸等有机酸结晶)的清除效果有限。如果上游工艺控制波动导致进料中有机物含量升高,可能需要开发针对性的有机清洗方案。其次,随着滤芯使用次数的增加,金属烧结滤芯本身可能存在疲劳老化问题,反复地酸洗和反吹可能对滤芯的机械强度产生一定影响。建议在后续运行中建立滤芯使用台账,记录每次酸洗再生的参数和效果,当再生后压降恢复率持续低于 70%时考虑更换滤芯。

未来的优化方向包括:(1) 探索醋酸与其他清洗剂的组合清洗方案,以应对复合型堵塞物;(2) 研究在线监测滤芯污染程度的方法,实现酸洗再生的智能化决策;(3) 评估更高精度或表面改性滤芯在该工况下的应用可行性。

5. 结论

(1) 通过对 PTA 装置除铁过滤器 M-703 运行问题的系统分析,确认过滤器压差上升过快的主要原因为 pH 计安装位置不当导致 pH 控制不精确,以及滤芯内部不可逆污染导致处理能力下降。

(2) 提出的两项改造方案——增设醋酸洗涤再生管线和优化 pH 计安装位置——具有投资适中、实施简便、效果显著的特点。改造后,钴锰沉淀罐中铁浓度由 45.6 ppm 降至 14.9 ppm,催化剂回收罐中铁浓度由 50.5 ppm 降至 17.5 ppm,除铁效率显著提升。

(3) 过滤周期由 4.2 小时延长至 8.7 小时,日均处理量由 48.6 m^3 恢复至 72.3 m^3 ,达到设计处理能力。pH 计平均更换周期由 1.5 个月延长至 6.0 个月,设备运行可靠性大幅提高。

(4) 本研究对于同类 PTA 装置除铁过滤系统的优化改造具有一定的参考价值。在工程设计中,对于固液混合物中 pH 敏感的沉淀反应,pH 测点应设置在反应器出口或循环流速较低的区域,以确保测量的代表性和准确性。对于采用金属粉末烧结滤芯的精密过滤系统,应配套设置化学清洗再生设施,以应对滤芯的不可逆污染,延长滤芯使用寿命。

参考文献

- [1] 尹云华. PTA 生产工艺及技术的进展[J]. 化学工业与工程技术, 2011, 32(5): 33-38.
- [2] 张金丰. PTA 残渣资源化装置甲苯回收节能降耗改造[J]. 聚酯工业, 2020, 33(5): 27-29.
- [3] 侯振宇, 史君. PTA 装置氧化催化剂消耗的降低方法[J]. 聚酯工业, 2002, 15(4): 27-30.
- [4] 雷玲, 钱枝茂. PTA 装置催化剂回收系统存在的问题和对策[J]. 安徽化工, 2013, 39(1): 61-63.

- [5] 代强, 蔡贤毓, 赵素英, 等. 精对苯二甲酸氧化残渣中苯甲酸的分离回收[J]. 现代化工, 2009, 29(z1): 351-353.
- [6] 李智超, 廖传华, 郭丹丹, 等. PTA 残渣的超临界水氧化处理与资源化利用[J]. 工业用水与废水, 2014, 45(4): 1-4.
- [7] 管健. 羟胺催化剂过滤器金属烧结滤芯的再生[J]. 化工进展, 2003, 22(1): 90-93.
- [8] 张立峰, 尤超, 郭齐, 等. 烧结金属过滤管过滤性能及反吹清灰机制研究[J]. 粉末冶金工业, 2023, 33(3): 96-100, 106.
- [9] 李鹏, 田文华, 梁建民, 等. 粉末树脂过滤器压差过高的原因及解决方法[J]. 热力发电, 2010, 39(7): 90-94.
- [10] 刘国荣, 左海强. 不锈钢烧结滤芯破损原因分析[J]. 化工机械, 2005, 32(5): 54-55.
- [11] 刘公召, 隋智通. 从 PTA 残渣中回收醋酸钴和醋酸锰的研究[J]. 矿产综合利用, 2001(3): 41-43.
- [12] 陈亮. PTA 生产中废钴锰催化剂的回收处置与环境保护[J]. 福建轻纺, 2020(5): 52-54.