

PTA氧化残渣回收装置萃取过滤器优化改造

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7月22日; 录用日期: 2026年8月19日; 发布日期: 2026年9月17日

摘要

精对苯二甲酸氧化单元产生富含醋酸、TA、IPA、BA、PT酸的残渣, 残渣进入资源化处置装置, 利用甲苯作为萃取剂萃取氧化单元所产生残渣中的副产物苯甲酸BA、对羧基苯甲醛PT酸, 固相TA、IPA通过萃取过滤器M-5003分离后进入干燥机进行干燥, 油相即甲苯和苯甲酸的混合溶液通过真空精馏塔首先使甲苯与苯甲酸BA分离, 塔顶馏出液为甲苯, 塔底苯甲酸进入精馏塔提纯, 最终通过冷却水切片机切片生产高纯度苯甲酸。萃取过滤器M-5003用于过滤分离对苯二甲酸和间苯二甲酸固相颗粒物, 过滤后的滤饼经喷淋洗涤后, 用氮气反吹至干燥机进行干燥, 最终得到干燥的IPA副产物。本文以一套220万吨/年PTA装置为例, 在甲苯萃取过滤单元, 萃取过滤器M-5003设计处理能力为11 t/h, 设计过滤周期为30 min, 其中过滤时间为10 min, 由于过滤器初始设计问题, 导致过滤器运行时间缩短, 滤饼下料不畅, 过滤器整体负荷无法达到11 t/h, 使资源化装置频繁停车检修, 开工率较低, 通过现场调研分析, 提出一系列改造方案, 最终使萃取过滤器处理能力满足设计要求。

关键词

精对苯二甲酸PTA, 氧化残渣, 萃取过滤器, 间苯二甲酸

Optimization and Modification of the Extraction Filter of the PTA Oxidation Residue Recovery Device

Jinfeng Zhang

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

Received: July 22, 2026; accepted: August 19, 2026; published: September 17, 2026

Abstract

The oxidation unit produces the residue rich in acetic acid, ta, IPA, ba, pt acid, Residues into the

resource disposal device, The by-products benzoate ba, p-carboxybenzaldehyde pt acid in the residue produced by using toluene as the extraction agent, Solid phase ta, IPA are separated by extraction filter M-5003 and entered into the dryer for drying, The oil phase namely a mixed solution of toluene and benzoic acid was passed through a vacuum distillation to first separate the toluene from benzoic acid ba, The top distillation is toluene, Tower benzoic acid into benzoic acid into the distillation purification, High-purity benzoic acid was finally produced by cooling the water slicer slices. The extraction filter M-5003 is used to filter and separate the solid phase particles of terephthalic acid and resorphenalate. After the filter cake is sprayed, it is dried with nitrogen to dry the dried IPA by-product. This paper takes a set of 2.2 million ton/year PTA device as an example, in the toluene extraction filter unit, the design processing capacity of the extraction filter M-5003 is 11 t/h, the design filtration period is 30 min, and the filter time is 10min. Due to the initial design problems of the filter, the filter running time is shortened, the overall filter load can not reach 11 t/h, which makes the recycling device stop frequently for maintenance, and the operating rate is low. Through the field investigation and analysis, a series of transformation schemes are put forward, and finally the processing capacity of the extraction filter meet the design requirements.

Keywords

Purification Terephthalic Acid, Qxidation Residue, Extraction Filter, IPA

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. 概述

当前世界上生产精对苯二甲酸 PTA 主流工艺技术主要为中国昆仑工程公司、英力士(原英国 BP)、日本三井、科氏 KOCH(原美国 INVISTA)等 4 家公司的专利技术。其中四种工艺技术都主要包括氧化反应和加氢精制还原两大工序生产精对苯二甲酸(PTA): 首先将 PX (对二甲苯)和压缩机压缩后的空气通入氧化反应器进行氧化反应, 经过三级降温结晶, 再通过溶剂置换分离单元, 制得 CTA (粗对苯二甲酸), CTA 中含有较高浓度的 4-CBA; 将粗对苯二甲酸高温溶解后在加氢反应器中通入氢气精制成为 PTA(精对苯二甲酸), 加氢反应主要是将 4-CBA 还原为溶于水的 PT 酸, 最终制得精对苯二甲酸, 通常也被称为两步法[1]-[3]。

PX 氧化反应过程中由于高温存在较多副反应常有一些副产物产生, 主要副产物为 BA (苯甲酸)、IPA (间苯二甲酸)、邻苯二甲酸(OPA)、对甲基苯甲酸(PT 酸)、对羧基苯甲醛(4-CBA) [4]-[6]。这些副产物主要通过氧化醋酸母液按一定比例抽出进行去除, 常规的母液抽出比例为 8%~12%, 氧化母液抽出后, 先通过装有金属烧结滤芯的氧化母液过滤器回收抽出母液中 TA 颗粒, 滤液进入溶剂汽提塔, 通过溶剂汽提塔回收醋酸, 汽提塔底液再通过薄膜蒸发器更进一步回收醋酸, 薄膜蒸发器利用高压蒸汽提高汽提温度以充分回收醋酸, 薄膜蒸发器下料中为浓缩副产物, 主要含有 BA、IPA、4-CBA、PT 酸、钴锰催化剂等, 称为氧化残渣[7]-[10]。目前 PTA 行业内氧化残渣处理方法大多数为利用 20%浓度碳酸钠将残渣中有机酸溶解并调节 pH 至 9.0 通过金属烧结过滤器回收碳酸钴锰催化剂, 滤液送至 ETP 污水处理装置进行 UASB 厌氧处理产生沼气, 沼气回收进入电厂燃烧发电实现能源回收, 导致氧化残渣中的苯甲酸、PT 酸也一并排入污水, 造成有价值成分的浪费, 以及碳酸钠消耗的增加, 不利于环保。科氏 KOCH 新型专利技术旨在将 PTA 氧化残渣进行回收利用, 通过将甲苯溶剂与氧化残渣充分混合搅拌作用下萃取残渣中苯甲酸、PT 酸有机酸后进行精馏分离提纯回收, 生产高纯度苯甲酸, 作为副产品销售, 起到节能消耗的作用, 利于环保的同时又给企业增加效益[11] [12]。

针对 PTA 氧化残渣的资源化处理, 溶剂萃取 - 精馏回收苯甲酸和 IPA 的工艺日益受到重视, 其关键在于萃取后 TA/IPA 固相的高效过滤分离。对于 TA、IPA 这类粒径细小(微米级)、浆料固含量约 7.3% 的过滤体系, 工业上常用技术包括袋式过滤器、旋转压力过滤机、真空过滤机等, 其中布袋式过滤器因结构简单、操作灵活而被广泛采用, 但滤芯布置密度对过滤性能影响显著。与更换为旋转过滤机或增加絮凝预处理等方案相比, 采用布袋式过滤器并联改造具有投资小、改动少、与原工艺流程衔接顺畅的优势, 更适用于本装置特定工况下的过滤需求。

残渣萃取罐中, 残渣利用甲苯溶剂萃取后, TA、IPA 以固态形式存在于萃取液中, 而 TA、IPA 的颗粒非常小, 需要通过精密过滤器进行过滤分离并回收。该装置设计有一套萃取过滤器 M-5003, 过滤器采用布袋式外滤型式设计, 罐体为 2205SS 不锈钢, 滤芯骨架为 2205SS 不锈钢, 布袋采用瑞士进口的 PVDF 材质 $1\mu\text{m}$ 滤袋, 罐内安装有 220 支滤芯, 滤芯规格为 $\phi 86 * L2000\text{mm}$, 滤芯布置方式为上下两层叠放, 导致滤芯与滤芯间隙较小, 过滤器过滤时, 滤饼形成后逐渐填充滤芯间隙, 过滤程序结束后, 滤饼采用惰气反吹使滤饼从布袋脱落进入下游干燥机进行干燥。实际运行过程中, 滤饼反吹效果不佳, 导致过滤程序再运行时, 压差上升很快, 久而久之, 过滤器运行负荷下降较严重, 影响残渣资源化装置处理能力, 装置只能降负荷, 将萃取过滤器通过隔离碱洗再生以满足处理量。

2. 萃取过滤器原流程和存在问题

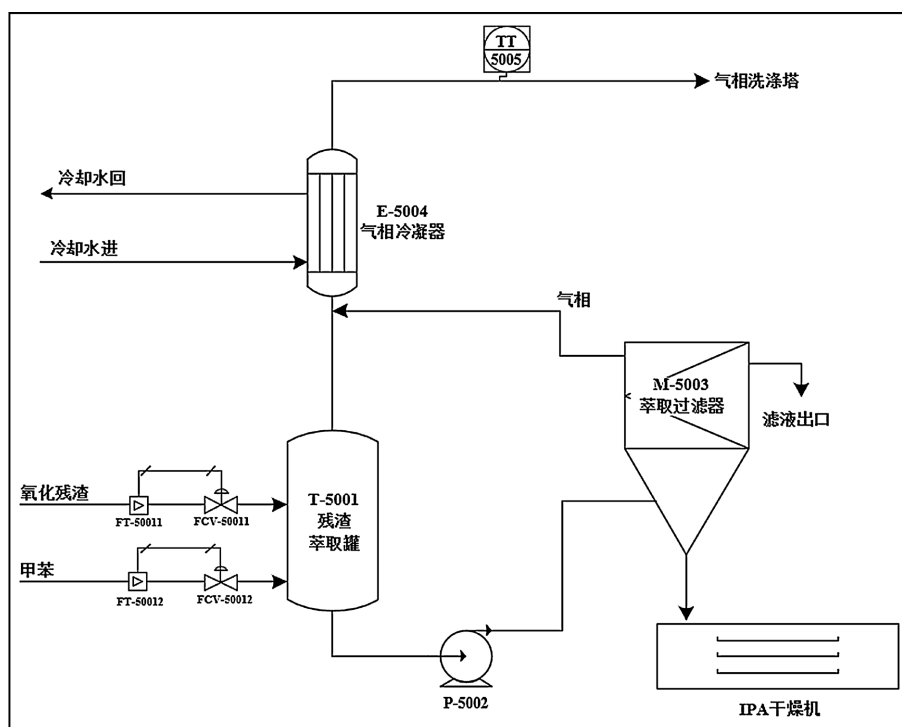


Figure 1. Original extraction filter process flowchart
图 1. 原萃取过滤器流程图

如图 1 所示, PTA 装置产生的氧化残渣通过水打浆后由输送泵在流量控制器 FIC-50011 控制下送入 T-101 残渣萃取罐, 而甲苯由输送泵在流量控制器 FIC50012 控制下进入 T-101 残渣萃取罐, 利用甲苯进行萃取氧化残渣中的苯甲酸和 PT 酸, 萃取温度为 $85^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$, 萃取反应罐停留时间为 1.5~2 小时, 萃取压力为常压。在搅拌机作用下, 萃取后的溶液由油相、水相、固体三相组成, 其中油相主要成分为甲苯、

苯甲酸及 PT 酸, 水相为钴锰催化剂、醋酸、水和腐蚀产物铁铬等, 固相为 TA 与 IPA 颗粒, 固体含量约为 7.3%。萃取完成后, 萃取液通过 P-5002 泵在流量控制器作用下进入 M-5003 固体过滤器进行分离固体, M-5003 为程序自动控制, 过滤时间为 10 分钟, 过滤结束设定压差为 1 bar, M-5003 过滤后的滤液进入下游倾析器进行油水分离后分别进入下一工段。M-5003 过滤器运行过程中, 需通入热水喷淋洗涤以去除滤饼中的甲苯。

实际运行中, M-5003 虽设计过滤面积很大, 按照装置负荷 200% 进行设计, 但仍无法满足进料量 11 t/h 的处理量, 通过现场调研管道配置情况, 多次拆检过滤器, 取样化验分析, 找到根本原因为过滤器设计不合理导致过滤器处理量下降。

3. 萃取过滤器 M-5003 并联增加一台 M-5003B 改造

残渣资源化装置经过一段时间试车运行, 发现萃取过滤器负荷无法达到设计处理量, 且出现压差上升过快现象, 下料至干燥机滤饼带液现象。通过与厂家技术人员充分沟通, 现场管线逐根排查, 最终判定为过滤器设计不合理, 要求厂家将萃取过滤器 M-5003 内部滤芯 220 支分为两罐设计, 以加大滤芯间隙, 并且将退液管线 U 型弯通过改造为向下斜管, 以便于退液完全彻底。

详细设计阶段, 由于两台萃取过滤器出料对应一台 IPA 干燥机, 而原萃取过滤器 M-5003 下料口正对 IPA 干燥机进料口, 与厂家及设计院充分沟通后, 将新增萃取过滤器 M-5003B 下料通过输送螺旋将 IPA 滤饼送至 IPA 干燥机。

最终设计为 M-5003 保留 160 支滤芯, 取出 60 支滤芯安装于 M-5003B, 以预留滤芯间足够的滤饼形成间隙, 防止出现过滤结束后滤饼架桥导致下料不畅现象。该分配方案依据理想滤饼厚度(设计过滤周期内滤饼厚度约 3~5 mm)与反吹清灰效率综合确定, 160 支和 60 支的分配可确保单罐滤芯间距增大至足以容纳滤饼而不发生架桥, 同时保留足够的过滤面积以满足 11 t/h 处理量下的正常过滤速度, 如图 2。

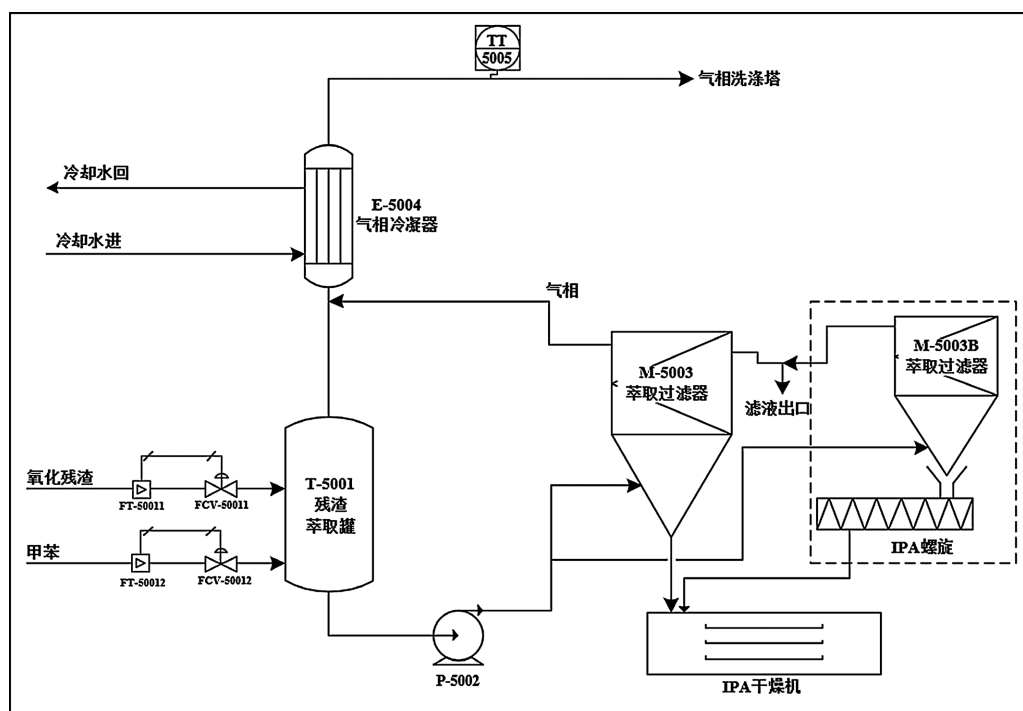


Figure 2. Process flowchart after adding an M-5003B extraction filter in parallel

图 2. 并联增加萃取过滤器 M-5003B 后流程图

4. 并联增加萃取过滤器 M-5003B 后

项目改造历时 2 个多月,新增萃取过滤器 M-5003B 及出料螺旋施工完成,优先对输送螺旋进行调试,调试完成后,将萃取过滤器 M-5003B 程序进行优化,并将对应步骤计时器进行调整,过滤器程序步骤主要包含:填充、预过滤、过滤、退母液、水洗、退水、蒸汽干燥、打饼共八步,改造前后各步骤关键参数对比及调整目的见表 1。

Table 1. Comparison of key parameters before and after modification of the extraction filter procedure steps
表 1. 萃取过滤器程序步骤改造前后关键参数对比

程序步骤	改造前时间/压力	改造后时间/压力	调整目的
填充	2 min	2 min	不变
预过滤	3 min	3 min	不变
过滤	10 min/结束 1.0 bar	12 min/结束 1.2 bar	延长过滤时间,充分利用增大的滤芯间距空间;适当提高允许压差,延长单周期运行时间
退母液	5 min	4 min	配合管线改造,缩短退液时间
水洗	8 min	8 min	不变
退水	5 min	4 min	配合管线改造,缩短退水时间
蒸汽干燥	10 min	8 min	优化干燥参数,缩短周期
打饼(反吹)	3 min	5 min	延长反吹时间,提高滤饼脱落率,避免残余滤饼积累

通过 1 个月的优化运行,萃取过滤器 M-5003 单台即可满足残渣资源化装置处理量,而 M-5003B 可作为 M-5003 碱洗或离线检修时备台使用,大大增加了装置系统的灵活性和稳定性。残渣处理量有了提升,副产品 IPA 和 BA 的产量也得到了提升,此改造产生经济效益约达 500 万元/年见表 2。

Table 2. Comparison of the extraction filter M-5003B before and after the addition
表 2. 萃取过滤器 M-5003B 增加前后对比

类别	改造前	改造后	备注
残渣处理量(t/d)	35.6	75.8	改造后处理量大幅提升
IPA 产量(t/d)	3.2	8.9	产量提升
苯甲酸产量(t/d)	4.3	10.0	产量提升

在实际运行中,建议增加单个过滤周期内“压差-时间”变化曲线的记录,以便直观对比改造前后过滤性能的改善程度。同时需认识到,本方案适用于本装置特定工况(温度 85℃~90℃、PVDF 滤袋材质),对于更高温度或强腐蚀性体系,滤袋材质需相应升级。未来运行中应定期切换主备过滤器运行,并关注反吹氮气消耗变化,建立过滤性能数据库以预警异常衰减,确保装置长期稳定运行。

5. 结语

通过此次并联增加萃取过滤器 M-5003B,使残渣资源化装置处理量达到了设计负荷,与主装置能力匹配。此次改造历时三个月,改造项目总投资约为 65 万元,为一次性投资,运行过程中费用较低,主要为 IPA 输送螺旋电费,经初步估算,该改造项目产生经济效益约为 500 万元/年,具有较好的行业应用前景。

参考文献

- [1] 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.
- [2] 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(S1): 351-353.
- [3] 展江宏. PTA 装置中氧化残渣的分离利用[J]. 聚酯工业, 2000(2): 24-28.
- [4] 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.
- [5] 王云亮, 张玲玲, 付帅明. PTA 氧化残渣气化特性及其气化过程中热解脱羧[J]. 化学反应工程与工艺, 2022, 38(4): 348-354.
- [6] 徐伟斌, 韩亚彤, 司玉玺, 等. 磺化炭催化苯甲酸二甘醇酯化反应制备二甘醇二苯甲酸酯[J]. 化学反应工程与工艺, 2024, 40(1): 28-34.
- [7] 李林泰. 金属纤维过滤器结构设计及性能研究[D]: [硕士学位论文]. 哈尔滨: 哈尔滨工程大学, 2023.
- [8] 周翔, 树蕾, 戴君煜, 等. 大型油污水处理装置工艺改进可行性研究[J]. 船舶工程, 2026, 48(S1): 668-673.
- [9] 李娟, 石玉美, 孙志高. 低温恒速过滤器滤饼生成动态模拟与实验研究[J]. 低温与超导, 2019, 47(2): 17-22.
- [10] 李大仰. 精对苯二甲酸压力过滤滤饼比阻的理论分析及实验研究[J]. 石油化工, 2010, 39(4): 431-434.
- [11] 郝文阁, 邱颖, 李孟成, 等. 袋式除尘器用滤布粉尘层剥离性能实验研究[J]. 环境科学与技术, 2013, 36(6): 148-150, 158.
- [12] 郝文阁, 石伟, 丁姝, 等. 回转反吹袋式除尘器清灰机理与清灰系统设计方法[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2009, 30(10): 1497-1500.