

影响PTA产品质量的工艺因素分析

姜利滨 赵家明 庄晨 徐军
嘉兴石化有限公司 浙江 嘉兴 314201

摘要: 精对苯二甲酸 (PTA) 是聚酯生产的核心原料, 其质量直接决定下游产品性能, 我国作为全球主要PTA生产国, 质量管控尤为重要。本文以PTA生产全流程为核心, 梳理纯度、色相、粒度分布等核心质量指标, 系统分析氧化、加氢精制等各单元关键工艺参数的影响机制, 结合行业标准, 提出针对性工艺优化与全流程质量管控对策, 为企业稳定产品质量、提升生产效率提供理论与实践参考。

关键词: PTA产品; 质量; 工艺; 影响因素

引言: PTA是芳烃产业链关键产品, 广泛应用于聚酯纤维、瓶片及薄膜生产, 其质量达标是下游产业高质量发展的基础。当前全球PTA产能集中, 市场竞争激烈, 生产中各工艺单元参数波动、协同不足等易导致产品纯度不达标、杂质超标。基于此, 本文聚焦影响PTA质量的核心工艺因素, 剖析参数影响规律, 提出优化方案, 助力企业突破质量管控瓶颈, 提升产品竞争力。

1 PTA生产工艺及产品质量核心指标

1.1 PTA产品核心质量指标

(1) 纯度指标: 精对苯二甲酸纯度需 $\geq 99.98\%$, 是保障下游聚酯产品性能的基础, 纯度不达标会直接影响聚酯聚合效率。对羧基苯甲醛 (4-CBA) 作为关键有害杂质, 含量需严格控制在 $\leq 25\text{ppm}$, 其过量会阻碍聚酯链段增长, 导致产品分子量分布变宽, 影响纤维强度或瓶片透明度。(2) 理化指标: 酸值需控制在 $675\pm 2\text{mgKOH/g}$, 直接反映PTA羧基含量, 波动过大会影响聚酯酯化反应稳定性; 色相 (b值) 需 < 1.1 , b值过高会导致聚酯产品发黄, 影响外观品质; 灰分 $\leq 8\text{ppm}$ 、金属离子 (Co/Mn等) 单项 $\leq 1\text{ppm}$, 过量杂质会催化聚酯降解, 恶化产品色相^[1]。(3) 应用性能指标: 粒度分布需控制在合理范围, D50粒径约 $130\pm 10\mu\text{m}$, 细粉过多易堵塞管线、增加浆料黏度, 粗粉则降低酯化反应效率; 结晶度影响PTA溶解性, 结晶度过高会导致其在乙二醇中溶解缓慢, 影响聚酯生产连续性, 过低则易结块, 不利于输送与混合。

1.2 PTA主流生产工艺概述

(1) 核心工艺路线: 以对二甲苯 (PX) 为原料, 经液相氧化生成粗对苯二甲酸 (CTA), 再通过加氢精制去除4-CBA等杂质, 后续经结晶分离提纯、干燥处理, 最终得到合格PTA产品, 是当前行业主流的工艺路径。(2) 主要生产单元: 氧化单元是原料转化的核心, 完成PX到

CTA的氧化反应; 加氢单元负责深度脱除杂质, 保障产品纯度; 结晶单元实现PTA与杂质的分离; 分离干燥单元去除产品水分, 满足储存与使用要求; 辅助单元为各核心单元提供工艺支持, 保障生产连续进行。(3) 工艺特点: 采用连续化生产模式, 生产效率高、产品质量稳定; 反应条件严苛, 氧化、加氢过程需严格控制温度、压力等参数; 各工艺参数关联性强, 某一参数波动会引发连锁反应, 影响整体生产与产品质量。

1.3 工艺因素与PTA产品质量的关联逻辑

(1) 工艺参数波动对质量指标的直接影响机制: 氧化温度、压力过高会增加副反应, 导致4-CBA含量上升; 加氢温度偏差超过 $\pm 5^\circ\text{C}$, 会降低催化剂活性, 影响杂质脱除效果; 结晶温度波动会改变粒度分布与结晶度, 直接影响产品应用性能。(2) 单元工艺协同作用对产品质量的综合影响: 氧化单元反应不充分会增加加氢单元负荷, 若加氢精制不彻底, 后续结晶分离无法完全去除杂质; 结晶单元操作不当, 会导致产品灰分、水分超标, 各单元协同配合才能保障产品质量达标^[2]。(3) 杂质生成与工艺因素的内在关联: PX氧化过程中, 反应温度过高、催化剂配比不合理, 会导致4-CBA、苯甲酸等杂质生成; 设备腐蚀会引入金属离子杂质, 原料PX纯度不足也会增加杂质含量, 进而影响产品各项质量指标。

2 影响PTA产品质量的核心工艺因素分析

2.1 氧化单元工艺因素分析

(1) 反应温度: 适宜的高温可显著提升PX氧化反应转化率, 加快反应进程, 同时能有效抑制副反应发生, 减少4-CBA等有害杂质生成。反应温度通常控制在 $190\text{--}200^\circ\text{C}$, 若温度波动超过 $\pm 5^\circ\text{C}$, 会导致反应稳定性下降, 转化率降低且副产物增多, 直接影响后续加氢精制负荷和最终产品纯度。(2) 反应压力: 压力主要影响氧气在醋酸溶剂中的溶解度, 压力升高可提高氧气溶解度, 加

快氧化反应速率,保障反应充分进行。生产中需将压力稳定在1.4-1.5MPa,压力波动过大会导致氧气供应不稳定,反应不完全,使粗对苯二甲酸中杂质含量上升,影响产品纯度。(3)催化剂与促进剂:醋酸钴、醋酸锰是氧化反应的核心催化剂,其浓度需严格控制在合理范围,浓度过高会加剧副反应,过低则降低反应速率;溴化物作为促进剂,用量需与催化剂匹配,用量不足会影响反应选择性,过量则会腐蚀设备并引入杂质,影响产品质量^[3]。(4)物料配比:PX与醋酸溶剂比例需控制在1:4,溶剂过量可保证PX充分溶解反应,比例失衡会导致反应不完全或溶剂浪费;PX与氧气比例需精准匹配,氧气过量易引发过度氧化,生成苯甲酸等杂质,氧气不足则会降低转化率,影响产品收率与纯度。

2.2 加氢精制单元工艺因素分析

(1)加氢温度与压力:加氢温度、压力直接影响4-CBA还原反应效果,适宜温度为280-290℃、压力为7.0-8.0MPa,此时4-CBA还原转化率最高。温度或压力过高会导致催化剂活性下降,还可能引发副反应,使产品色相变差;参数过低则无法彻底还原4-CBA,导致产品纯度不达标。(2)氢油比:氢油比需与CTA浆料浓度精准匹配,氢气用量不足会导致4-CBA还原不彻底,杂质残留过多;氢气过量不仅增加生产成本,还可能导致过度加氢,影响产品结晶性能,进而影响下游应用。(3)催化剂活性:钨/碳催化剂是加氢反应的关键,其活性直接决定杂质脱除效果,新鲜催化剂可确保4-CBA高效还原;随着使用时间延长,催化剂会逐渐失活,若未及时更换,会导致产品纯度下降、色相变差,影响产品质量稳定性。(4)反应停留时间:适宜的停留时间可保证加氢反应充分进行,通常控制在12±2min。停留时间不足会导致4-CBA未完全还原,纯度不达标;停留时间过长则会增加副反应,导致产品色相b值升高,影响产品外观品质。

2.3 结晶与分离单元工艺因素分析

(1)结晶温度与降温速率:结晶温度根据结晶器压力依次控制263℃、230℃、202℃、173℃、152℃,降温速率需平稳,过快会导致晶体颗粒细小、粒度分布不均,易堵塞过滤设备且杂质残留多;过慢则会使晶体过大,影响后续分离效率,同时可能导致杂质包裹在晶体中,降低产品纯度。(2)结晶压力:降压结晶过程中,压力需缓慢降低,结晶压力依次控制4.7MPa、2.7MPa、1.5MPa、0.75MPa、0.4MPa,压力下降过快会导致晶体析出过快,形态不规则、粒度不均;压力过高则晶体析出不充分,分离后产品纯度和收率均会下降。(3)分离过滤参数:过滤压力需稳定在0.40-0.45MPa,滤速控制在

合理范围,压力过高易导致滤布破损,杂质混入产品;滤速过快则固液分离不彻底,产品中水分和杂质残留超标,影响后续干燥效果和产品质量^[4]。

2.4 干燥单元工艺因素分析

(1)干燥温度与时间:干燥温度控制在130±3℃,干燥时间为1-2h,适宜的参数可将产品含水率控制在≤0.1%。温度过高或时间过长会导致产品结晶度变化,还可能使产品发黄,影响色相;温度过低或时间不足则会导致含水率超标,产品易结块,影响储存和下游使用。(2)干燥介质流量与纯度:干燥介质(通常为蒸汽)流量需与干燥负荷匹配,流量不足会降低干燥效率,导致含水率超标;流量过大则增加能耗。同时,介质需保持高纯度,若含有灰尘、油污等杂质,会污染产品,导致灰分升高,影响产品质量。

3 PTA 产品工艺因素优化及质量控制对策

3.1 氧化单元工艺参数优化

(1)基于质量目标的反应温度、压力精准控制方案:以PTA纯度≥99.97%、4-CBA含量≤25ppm为核心质量目标,采用智能温控系统,将反应温度稳定在190-200℃,波动控制在±2℃内;压力采用闭环调节模式,维持1.4-1.5MPa稳定,通过实时采集反应数据,自动调整加热和供氧系统,避免温度、压力波动引发副反应,保障反应稳定性。(2)催化剂与促进剂用量的优化配比及在线监测:优化醋酸钴、醋酸锰催化剂配比为1:1.2,溴化物促进剂用量控制在催化剂总质量的30%-35%,实现反应选择性最大化;搭建在线监测系统,实时检测催化剂浓度变化,当浓度低于阈值时自动补加,避免催化剂不足导致反应不完全,同时防止过量添加引发设备腐蚀和杂质增多。(3)物料配比的动态调整的策略,减少副反应发生:根据PX进料量和反应转化率,动态调整PX与醋酸溶剂比例为1:6-1:8,溶剂过量系数控制在1.2倍,确保PX充分溶解;实时调节PX与氧气比例,根据反应进程自动调整供氧流量,避免氧气过量导致过度氧化,同时防止氧气不足降低转化率,从源头减少副产物生成。

3.2 加氢精制单元工艺优化

(1)加氢温度、压力及氢油比的协同优化控制:采用多参数协同调控模式,将加氢温度稳定在280-290℃、压力控制在7.0-8.0MPa,氢油比根据CTA浆料浓度动态调整为200-300:1,确保4-CBA还原反应高效进行;通过联动调节三个参数,避免单一参数波动影响加氢效果,提升杂质脱除稳定性。(2)催化剂活性的在线监测与更换周期优化:通过检测加氢产物中4-CBA含量,判断催化剂活性状态;结合生产负荷,将催化剂更换周期优化为

24-48个月,当反应器压力超过8.0mpa,4-cba仍然无法小于25ppm,及时进行再生或更换,避免因催化剂失活导致产品纯度下降。(3)反应停留时间的合理调控,提升杂质脱除效率:根据加氢反应速率和产物纯度,将反应停留时间调控在 12 ± 2 min,采用分段停留控制,前段保障4-CBA充分还原,后段减少副反应发生;通过实时监测反应产物指标,动态调整氢气加入量以及增加或者减少反应器压力,确保杂质脱除彻底,同时降低能耗^[5]。

3.3 结晶、分离及干燥单元工艺优化

(1)结晶工艺参数的分段控制,优化晶体形态与粒度分布:采用分段降温结晶模式,前段快速降温至 202°C ,促进晶体快速析出,后段缓慢降温至 150°C ,优化晶体形态;结合搅拌速率调节,使晶体D50粒径稳定在 $130\pm 10\mu\text{m}$,提升粒度分布均匀性,减少细粉和粗粉含量。(2)分离过滤设备的运行参数优化,降低杂质残留:优化过滤压力为0.40-0.45MPa,滤速控制在每分钟3-8转,定期清洗滤布,避免滤布堵塞导致杂质残留;采用多级过滤模式,提升固液分离效果,将过滤后产品杂质含量控制在10ppm以下,保障产品纯度。(3)干燥工艺参数的精准调控,保障产品含水率达标:将干燥温度精准控制在 $130\pm 3^{\circ}\text{C}$,根据干燥机出口温度动态调整列管蒸汽压力保证出口温度稳定;控制干燥介质流量与进料量匹配,确保产品含水率 $\leq 0.1\%$,同时避免温度过高导致产品色相变差、结晶度异常。

3.4 全流程质量管控体系构建

(1)关键工艺参数的实时监测与预警机制:在各生产单元安装在线监测仪表,实时采集温度、压力、物料配比等关键参数,设定上下限阈值,当参数超出阈值时,自动发出预警信号,同时启动应急调节程序,避免参数波动扩大影响产品质量。(2)各单元工艺的协同管

控,减少参数波动影响:建立各单元联动管控机制,将氧化、加氢、结晶等单元参数进行关联分析,当某一单元参数波动时,及时调整相关单元参数,形成协同调控闭环,减少参数波动对产品质量的连锁影响,保障生产连续性和稳定性。(3)质量检测与工艺调整的联动机制:建立高频次质量检测体系,每2小时检测一次产品纯度、色相、含水率等指标,将检测结果与工艺参数关联,当产品质量出现偏差时,自动分析对应工艺环节,精准调整相关参数,实现质量检测与工艺调整的实时联动,确保产品质量稳定达标。

结束语

综上所述,PTA产品质量受氧化、加氢精制等多单元工艺参数综合影响,各参数精准控制及单元协同配合是质量达标的核心。本文提出的工艺优化策略与全流程管控体系,可有效解决杂质超标、粒度不均等问题,契合行业标准。未来可结合技术升级,优化参数调控精度、完善监测体系,持续提升产品质量稳定性,推动PTA及下游聚酯产业高质量发展。

参考文献

- [1]李东辉.精对苯二甲酸生产工艺的发展研究[J].建筑技术科学,2023,8(10):76-80.
- [2]刘超.精对苯二甲酸生产工艺影响分析[J].建筑技术科学,2022,15(03):102-105.
- [3]王佳辉.精对苯二甲酸生产技术工艺研究[J].教育学原理,2025,7(01):57-61.
- [4]邵杏磊.对苯二甲酸二辛酯生产技术及工艺改进[J].文化科学,2022,30(12):226-229.
- [5]张振林.精对苯二甲酸装置生产连续废水减排技术改造[J].中国科技信息,2023,10(05):96-98.