(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 369 122**

(51) Int. Cl.:
B01J 19/24 (2006.01)
C07C 69/76 (2006.01)
C08G 63/78 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **08858640 .9**
(96) Fecha de presentación: **21.11.2008**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2222397**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **01.09.2010**

(54) Título: **PROCEDIMIENTO PARA ESTERIFICACIÓN QUE COMPRENDE UN INTERCAMBIADOR DE CALOR.**

(30) Prioridad:
07.12.2007 US 952203

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.11.2011

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.11.2011

(73) Titular/es:
Grupo Petrotemex, S.A. de C.V.
Ricardo Margain No. 444 Torre sur, Piso 16 Col. Valle del Campestre
66265 San Pedro Garza Garcia, Nuevo Leon , MX

(72) Inventor/es:
DEBRUIN, Bruce, Roger y
BONNER, Richard, Gill

(74) Agente: **Polo Flores, Carlos**

ES 2 369 122 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para esterificación que comprende un intercambiador de calor

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

1. Campo de la invención

La presente invención se refiere en general a un sistema para producir poliésteres en fase fundida. En otro aspecto, la invención se refiere a un sistema de esterificación para su uso en una instalación de poliésteres capaz de producir un producto de poliéster de baja impureza.

2. Descripción de la técnica anterior

La polimerización en fase fundida puede usarse para producir una diversidad de poliésteres, como, por ejemplo, politereftalato de etileno (PET). El PET se usa ampliamente en envases de bebida, comida y otros, así como en fibras sintéticas y resinas. Los avances en la tecnología de procedimientos unidos a la demanda creciente han conducido a un mercado cada vez más competitivo para la producción y venta de PET. Por tanto, es deseable un procedimiento de bajo coste y alta eficacia para producir PET.

En general, las instalaciones de producción de poliésteres en fase fundida, incluyendo las usadas para fabricar PET, emplean una fase de esterificación y una fase de policondensación. En la fase de esterificación, los materiales de poliéster en bruto (es decir, los reactivos) se convierten en monómeros y/u oligómeros de poliéster. En la fase de policondensación, los monómeros y/u oligómeros de poliéster que salen de la fase de esterificación se convierten en un producto de poliéster que tiene la longitud de cadena final deseada.

En las instalaciones de producción de poliésteres en fase fundida más convencionales, la esterificación se efectúa en uno o más reactores agitados mecánicamente, como, por ejemplo, reactores continuos de tanque agitado (CSTR). Sin embargo, los CSTR y otros reactores agitados mecánicamente tienen una serie de inconvenientes que pueden dar como resultado un aumento de los costes de capital, operativos y/o de mantenimiento para la instalación global de producción de poliésteres. Por ejemplo, los agitadores mecánicos y diversos equipos de control asociados normalmente con los CSTR son complejos, caros y pueden requerir un mantenimiento extenso. Además, los CSTR convencionales emplean frecuentemente tubos de intercambio de calor interno que ocupan una parte del volumen interno del reactor. Con el fin de compensar la pérdida de volumen eficaz del reactor, los CSTR con tubos de intercambiador de calor interno requieren un volumen global mayor, que aumenta los costes de capital. Además, los serpentines de intercambio de calor interno asociados normalmente a los CSTR pueden interferir de forma no deseable con los patrones de flujo del medio de reacción dentro del recipiente, lo que da como resultado un aumento de los niveles de impureza y una pérdida global de conversión. Para aumentar la conversión del producto, muchas instalaciones de producción de poliésteres convencionales han empleado múltiples CSTR con funcionamiento en serie, que aumentan aún más los costes de capital y operativos.

RESUMEN DE LA INVENCIÓN

En una forma de realización de la presente invención, se proporciona un procedimiento de esterificación que comprende: (a) calentar un medio de reacción en un intercambiador de calor para producir con ello un flujo de producto calentado, en el que la esterificación se efectúa en el intercambiador de calor; (b) retirar al menos una parte del flujo de producto calentado a través de una salida de intercambiador del intercambiador de calor; (c) introducir al menos una parte del flujo de producto calentado en un recipiente de desacoplamiento a través de una entrada de fluido; (d) separar al menos una parte del flujo de producto calentado introducido en el recipiente de desacoplamiento en una fracción predominantemente líquida y una fracción predominantemente de vapor; (e) retirar al menos una parte de la fracción predominantemente líquida del recipiente de desacoplamiento a través de una salida de producto líquido para formar un flujo predominantemente líquido; y (f) recircular al menos una parte del flujo predominantemente líquido a una entrada de intercambiador del intercambiador de calor a través de un bucle de recirculación, en el que el bucle de recirculación comprende una bomba para transportar al menos una parte del flujo predominantemente líquido a través del bucle de recirculación, en el que la bomba define un orificio de aspiración situado a una elevación menor que la salida de producto líquido, en el que la salida de producto líquido está separada del orificio de aspiración de la bomba por una primera distancia vertical (Y_1), en el que la salida de intercambiador está separada del orificio de aspiración de la bomba por una segunda distancia vertical (Y_2), en el que la proporción entre la segunda distancia vertical y la primera distancia vertical (Y_2:Y_1) es mayor que 0,25.

En otra forma de realización de la presente invención, se proporciona un aparato que comprende un intercambiador de calor, un recipiente de desacoplamiento y un bucle de recirculación. El intercambiador de calor define una entrada de intercambiador y una salida de intercambiador. El recipiente de desacoplamiento define una entrada de fluido y una salida de producto líquido y la entrada de fluido está en comunicación de flujo de fluido con la salida de

intercambiador. El bucle de recirculación proporciona comunicación de flujo de fluido entre la salida de producto líquido y la entrada de intercambiador. El bucle de recirculación comprende una bomba que define un orificio de aspiración y un orificio de evacuación. El orificio de aspiración de la bomba está separado de la salida de producto líquido del recipiente de desacoplamiento por una primera distancia (Y_1) y está separado de la salida de intercambiador por una segunda distancia vertical (Y_2). La proporción entre la segunda distancia vertical y la primera distancia vertical (Y_2:Y_1) es mayor que 0,25.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

A continuación se describen en detalle algunas formas de realización de la presente invención con referencia a la figura adjunta, en la que:

la fig. 1 es una representación esquemática de un sistema de esterificación configurado de acuerdo con una forma de realización de la presente invención y adecuado para su uso en una instalación de producción de poliésteres en fase fundida.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

La presente invención puede emplearse en instalaciones de producción de poliésteres en fase fundida capaces de producir una diversidad de poliésteres a partir de una diversidad de materiales de partida.

Entre los ejemplos de poliésteres en fase fundida que pueden producirse de acuerdo con la presente invención se incluyen, pero no se limitan a, homopolímeros y copolímeros de politereftalato de etileno (PET), PETG (PET modificado con comonómero de 1,4-ciclohexano-dimetanol (CHDM)), poliésteres cristalinos totalmente aromáticos o líquidos, poliésteres biodegradables, como los que comprenden residuos de ácido adípico, ácido tereftálico y butanodiol, homopolímero y copolímeros de poli(tereftalato de ciclohexano-dimetileno), y homopolímeros y copolímeros de CHDM y ácido ciclohexanodicarboxílico o ciclohexanodicarboxilato de dimetilo. En una forma de realización, puede producirse un copolímero de PET que comprende al menos el 90% en moles de unidades de repetición de tereftalato de etileno y hasta el 10% en moles de unidades de repetición de comonómero añadido. Generalmente, las unidades de repetición de comonómero del copolímero de PET pueden obtenerse de uno o más comonómeros seleccionados entre el grupo que comprende ácido isoftálico, ácido 2,6-naftalen-dicarboxílico, CHDM y dietilenglicol (DEG).

En general, un procedimiento de producción de poliéster según ciertas formas de realización de la presente invención puede comprender dos etapas principales: una fase de esterificación y una fase de policondensación. En la fase de esterificación, los materiales de partida de poliéster, que pueden comprender al menos un alcohol y al menos un ácido, pueden someterse a esterificación para producir con ello monómeros y/u oligómeros de poliésteres. En la fase de policondensación, los monómeros y/u oligómeros de poliésteres pueden hacerse reaccionar en el producto de poliéster final.

El material de partida de ácido puede ser un ácido dicarboxílico tal que el producto de poliéster final comprenda al menos un residuo de ácido dicarboxílico que esté en el intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 15 o de 8 a 12 átomos de carbono. Entre los ejemplos de ácidos dicarboxílicos adecuados para su uso en la presente invención pueden incluirse, pero no se limitan a, ácido tereftálico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido naftalen-2,6-dicarboxílico, ácido ciclohexanodicarboxílico, ácido ciclohexanodiacético, ácido difenil-4,4'-dicarboxílico, ácido difenil-3,4'-dicarboxílico, 2,2,-dimetil-1,3-propanodiol, ácido dicarboxílico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebácico, y mezclas de los mismos. En una forma de realización, el material de partida de ácido puede ser un éster correspondiente, como tereftalato de dimetilo en lugar de ácido tereftálico.

El material de partida de alcohol puede ser un diol tal que el producto de poliéster final pueda comprender al menos un residuo de diol, como, por ejemplo, los originados a partir de dioles cicloalifáticos que están en el intervalo de aproximadamente 3 a aproximadamente 25 átomos de carbono o de 6 a 20 átomos de carbono. Entre los dioles adecuados pueden incluirse, pero no se limitan a, etilenglicol (EG), dietilenglicol, trietilenglicol, 1,4-ciclohexano-dimetanol, propano-1,3-diol, butano-1,4-diol, pentano-1,5-diol, hexano-1,6-diol, neopentilglicol, 3-metilpentanodiol-(2,4), 2-metilpentanodiol-(1,4), 2,2,4-trimetilpentano-diol-(1,3). 2-etilhexanodiol-(1,3), 2,2-dietilpropano-diol-(1,3), hexanodiol-(1,3), 1,4-di-(hidroxietoxi)-benceno, 2,2-bis-(4-hidroxiciclohexil)-propano, 2,4-dihidroxi-1,1,3,3-tetrametilciclobutano, 2,2,4,4-tetrametil-ciclobutanodiol, 2,2-bis-(3-hidroxietoxifenil)-propano, 2,2-bis-(4-hidroxi-propoxifenil)-propano, isosorbida, hidroquinona, BDS-(2,2-(sulfonilbis)4,1-fenilenoxi))bis(etanol), y mezclas de los mismos.

Además, en una forma de realización, los materiales de partida pueden comprender uno o más comonómeros. Entre los comonómeros adecuados pueden incluirse, por ejemplo, comonómeros que comprenden ácido tereftálico, tereftalato de dimetilo, ácido isoftálico, isoftalato de dimetilo, dimetil-2,6-naftalendicarboxilato, ácido 2,6-naftalen-dicarboxílico, etilenglicol, dietilenglicol, 1,4-ciclohexanodimetanol (CHDM), 1,4-butanodiol, politetrametilenglicol,

trans-DMCD, anhídrido trimelítico, ciclohexano-1,4-dicarboxilato de dimetilo, decalin-2,6-dicarboxilato de dimetilo, decalindimetanol, 2,6-dicarboxilato de decahidronaftalano, 2,6-dihidroximetil-decahidronaftaleno, hidroquinona, ácido hidroxibenzoico, y mezclas de los mismos.

De acuerdo con una forma de realización de la presente invención, pueden añadirse uno o más aditivos a los materiales de partida, el poliéster, y/o los precursores de poliéster en uno o más lugares dentro del procedimiento. Entre los aditivos adecuados pueden incluirse, por ejemplo, comonómero trifuncional o tetrafuncional, como anhídrido trimelítico, trimetilolpropano, dianhídrido piromelítico, pentaeritritol, u otros poliácidos o polioles; agentes de reticulación o ramificación; colorante; tinta sólida, pigmento; negro de carbón; fibra de vidrio, carga, modificador de impacto, antioxidante, compuesto absorbente de UV; y compuesto de secuestro de oxígeno.

En la fase de esterificación y en la fase de policondensación pueden incluirse múltiples etapas. Por ejemplo, la fase de esterificación puede incluir una etapa de esterificación inicial para producir un producto parcialmente esterificado que a continuación puede esterificarse adicionalmente en una etapa de esterificación secundaria. También, la fase de policondensación puede incluir una etapa de prepolimerización para producir un producto parcialmente condensado que a continuación puede someterse a una etapa de acabado para producir con ello el producto de polímero final.

Generalmente, la esterificación puede tener lugar a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 220°C a aproximadamente 300°C, o de aproximadamente 235°C a aproximadamente 280°C, o de 245°C a 275°C y una presión de aproximadamente -34.473 a aproximadamente 241.316, de aproximadamente 34.473 a aproximadamente 241.316, de aproximadamente 68.947 a aproximadamente 172.368, o de 82.737 a 137.895 Pa (de aproximadamente -5 a aproximadamente 35, de aproximadamente 5 a aproximadamente 35, de aproximadamente 10 a aproximadamente 25, o de 12 a 20 psig). En una forma de realización, la longitud de cadena media del monómero y/u oligómero que sale de la fase de esterificación puede ser de menos de aproximadamente 25, de aproximadamente 1 a aproximadamente 20, o de 5 a 15.

Normalmente, la policondensación puede efectuarse a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 220°C a aproximadamente 350°C, o de aproximadamente 240°C a aproximadamente 320°C y a presión subatmosférica (es decir, de vacío). Cuando la policondensación se efectúa en un procedimiento en dos fases, el reactor de prepolimerización (o prepolímero) puede convertir el monómero y oligómero que sale de la fase de esterificación en una mezcla de oligómero/polímero que tiene una longitud de cadena media en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 40, de aproximadamente 5 a aproximadamente 35, o de 10 a 30. A continuación, el reactor de acabado puede convertir la mezcla de oligómero/polímero en un producto final de poliéster que tiene la longitud de cadena media deseada.

Normalmente, pueden producirse reacciones "secundarias" en las fases de esterificación y/o policondensación que pueden producir una o más especies químicas distintas del producto deseado de monómero, oligómero y/o polímero (es decir, impurezas). El dietilenglicol (DEG) es un ejemplo de una impureza común generada durante la producción de PET. En una forma de realización de la presente invención, el flujo de producto que sale de las fases de esterificación y/o policondensación puede tener un contenido en DEG sustancialmente menor que flujos de productos similares asociados con instalaciones de producción convencionales. Por ejemplo, en una forma de realización, el flujo de producto que sale de las fases de esterificación y/o policondensación puede tener un contenido en DEG de menos de aproximadamente el 1,0% en peso, menos de aproximadamente el 0,75% en peso, menos de aproximadamente el 0,5% en peso, o menos del 0,4% en peso, basándose en el peso total del flujo de producto. Esto está en contraste directo con las instalaciones de PET convencionales, que producen normalmente flujos de producto que tienen un contenido en DEG en el intervalo del 1,2 al 2,0% en peso.

En referencia ahora a la fig. 1, se ilustra un sistema de esterificación 10 configurado de acuerdo con una forma de realización de la presente invención como el que comprende generalmente un intercambiador de calor 12, un recipiente de desacoplamiento 14 y un bucle de recirculación 16. Como la esterificación puede efectuarse en el intercambiador de calor 12 y el recipiente de desacoplamiento 14, cada una de estas piezas de equipo puede referirse como "reactores de esterificación" que definen cada uno una parte de una "zona de esterificación". Sin embargo, como una función adicional del intercambiador de calor 12 puede ser calentar el medio de reacción procesado en él, el intercambiador de calor 12 puede definir también una "zona de calentamiento". Además, como una función adicional del recipiente de desacoplamiento 14 puede ser promover el desacoplamiento vapor/líquido, el recipiente de desacoplamiento 14 puede referirse también como una "zona de desacoplamiento".

En general, el bucle de recirculación 16 define un paso de flujo entre una entrada de intercambiador 18 del intercambiador de calor 12 y una salida de producto líquido 20 del recipiente de desacoplamiento 14. El bucle de recirculación 16 comprende una bomba de recirculación 22 que define un orificio de aspiración 24 y un orificio de evacuación 26. El orificio de aspiración 24 se coloca a una elevación menor que la salida de producto líquido 20 del recipiente de desacoplamiento 14 y una salida de intercambiador 28 del intercambiador de calor 12 por distancias verticales primera y segunda respectivas, Y_1 y Y_2. La proporción entre la segunda distancia vertical y la primera

distancia vertical (Y_2:Y_1,) es mayor que aproximadamente 0,25, o puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 2,0, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5, o de 0,9 a 1,1. En algunas formas de realización de la presente invención, Y_1 y/o Y_2 pueden estar en el intervalo de aproximadamente 1,524 a aproximadamente 60,96 metros (de aproximadamente 5 a aproximadamente 200 pies), de aproximadamente 3,048 a aproximadamente 45,72 metros (de aproximadamente 10 a aproximadamente 150 pies), o de 4,572 a aproximadamente 15,24 metros (de 15 a aproximadamente 50 pies).

En una forma de realización, el medio de reacción procesado en el sistema de esterificación 10 se somete a una agitación mecánica escasa o nula. Aunque el medio de reacción procesado en el sistema de esterificación 10 puede agitarse un poco por medio de un flujo a través del equipo y los tubos del procedimiento, esta agitación de flujo no es agitación mecánica. En una forma de realización de la presente invención, puede proporcionarse mediante agitación mecánica menos de aproximadamente el 50%, menos de aproximadamente el 25%, menos de aproximadamente el 10%, menos de aproximadamente el 5%, o el 0% de la agitación total del medio de reacción procesado en el intercambiador de calor 12 y/o el recipiente de desacoplamiento 14 del sistema de esterificación 10. Así, los sistemas de esterificación configurados de acuerdo con ciertas formas de realización de la presente invención pueden actuar sin dispositivos de mezclado mecánicos. Esto contrasta directamente con los reactores continuos de tanque agitado (CSTR) convencionales que emplean agitación mecánica casi exclusivamente.

En referencia de nuevo a la fig. 1, un flujo de producto en recirculación que se expondrá más adelante puede hacerse fluir a través del bucle de recirculación 16. El bucle de recirculación 16 se ilustra en la fig. 1 y comprende generalmente una conducción de producto 114 acoplada a la salida de líquido 20 del recipiente de desacoplamiento 14, la bomba de recirculación 22, una conducción de descarga 116, una conducción de recirculación 100 y una conducción de suministro de esterificación 110. En una forma de realización, pueden añadirse uno o más reactivos y/o aditivos al flujo de producto en recirculación en bucle de recirculación 16 a través de conducciones 102, 104 y/o 106. En una forma de realización, el flujo de producto en recirculación puede comprender monómeros y/u oligómeros de poliésteres. La presencia de monómeros y/u oligómeros de poliésteres en el flujo de producto en recirculación puede potenciar la disolución de uno o más reactivos y/o aditivos añadidos al flujo de producto en recirculación. En una forma de realización de la presente invención, el flujo de producto en recirculación puede tener una longitud de cadena media en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 20, de aproximadamente 2 a aproximadamente 18 o de 5 a 15.

En una forma de realización, al menos una parte de los flujos en las conducciones 102, 104 y 106 pueden añadirse inmediatamente corriente arriba de (es decir, en la conducción de producto 114) o directamente en la bomba de recirculación 22. En otra forma de realización ilustrada en la fig. 1, al menos una parte de los flujos en conducciones 102, 104 y 106 puede añadirse corriente abajo de la bomba de recirculación 22 en la conducción de recirculación 100. Los reactivos y/o aditivos introducidos en el flujo de producto en recirculación pueden estar en forma sólida, líquida, de pasta o de suspensión espesa.

Según una forma de realización, puede añadirse un alcohol (por ejemplo, etilenglicol) al flujo de producto en recirculación a través de la conducción 102, mientras que puede añadirse un ácido (por ejemplo, ácido tereftálico) a la conducción de recirculación 100 a través de la conducción 104. Generalmente, la cantidad de alcohol y ácido añadida al flujo de recirculación en la conducción de recirculación 100 puede ser cualquier cantidad necesaria para dar cabida a la velocidad de producción deseada y la proporción alcohol-ácido deseada. En una forma de realización de la presente invención, la relación molar alcohol-ácido del flujo de suministro de esterificación combinada resultante en la conducción de suministro 110 puede estar en el intervalo de aproximadamente 1,005:1 a aproximadamente 10:1, de aproximadamente 1,01:1 a aproximadamente 8:1 o de 1,05:1 a 6:1.

Según se ilustra en la fig. 1, el flujo de suministro de esterificación en la conducción 110 puede entrar en la entrada de intercambiador 18 del intercambiador de calor 12. En el intercambiador de calor 12, el suministro de esterificación/medio de reacción puede calentarse y someterse a condiciones de esterificación. De acuerdo con una forma de realización de la presente invención, el aumento de temperatura del medio de reacción entre la entrada de intercambiador 18 y la salida de intercambiador 28 puede ser de al menos aproximadamente 10°C (50°F), al menos aproximadamente 23,89 °C (75°F) o al menos 29,44°C (85°F). Generalmente, la temperatura del suministro de esterificación que entra en la entrada de intercambiador 18 puede estar en el intervalo de aproximadamente 220°C a aproximadamente 260°C, de aproximadamente 230°C a aproximadamente 250°C o de 235°C a 245°C, mientras que el flujo de producto de esterificación calentado que sale por la salida de intercambiador 28 puede tener una temperatura en el intervalo de aproximadamente 240°C a aproximadamente 320°C, de aproximadamente 255°C a aproximadamente 300°C o de 275°C a 290°C.

Según se expone previamente, el intercambiador de calor 12 puede considerarse también un reactor de esterificación ya que al menos una parte del medio de reacción que fluye a través de él puede someterse a esterificación. La cantidad de esterificación efectuada de acuerdo con la presente invención puede cuantificarse en términos de "conversión". Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "conversión" se usa para describir una propiedad de la fase líquida de un flujo que se ha sometido a esterificación, en el que la conversión del

flujo esterificado indica el porcentaje de los grupos finales de ácido originales se han convertido (es decir, esterificado) a grupos éster. La conversión puede cuantificarse como el número de grupos finales convertidos (es decir, grupos finales de alcohol) dividido por el número total de grupos finales (es decir, grupos finales de alcohol más ácido), expresados como un porcentaje. Aunque en la presente memoria descriptiva se usa conversión, debe entenderse que la longitud de cadena media, que describe el número medio de unidades de monómero que comprende un compuesto, podría también ser apropiado para describir las características de los flujos de la presente invención.

Según una forma de realización, la reacción de esterificación efectuada en el intercambiador de calor 12 puede aumentar la conversión del medio de reacción entre la entrada de intercambiador 18 y la salida de intercambiador 28 en al menos aproximadamente 10, al menos aproximadamente 20, al menos aproximadamente 25, al menos aproximadamente 35 o al menos aproximadamente 50 puntos porcentuales. Generalmente, el flujo de suministro de esterificación introducido en la entrada de intercambiador 18 tiene una conversión de menos de aproximadamente el 90%, menos de aproximadamente el 75%, menos de aproximadamente el 50%, menos de aproximadamente el 25%, menos de aproximadamente el 10% o menos del 5%, mientras que el flujo del producto de esterificación calentado que sale por la salida de intercambiador 28 a través de la conducción 112 puede tener una conversión de al menos aproximadamente el 50%, al menos aproximadamente el 60%, al menos aproximadamente el 70%, al menos aproximadamente el 75%, al menos aproximadamente el 80%, al menos aproximadamente el 85%, al menos aproximadamente el 95% o al menos el 98%.

En una forma de realización de la presente invención, la reacción de esterificación efectuada en el intercambiador de calor 12 tiene lugar en un tiempo de residencia reducido con respecto a los procedimientos de esterificación convencionales. Por ejemplo, el tiempo de residencia medio del medio de reacción que fluye a través del intercambiador de calor 12 puede ser de menos de aproximadamente 60 minutos, menos de aproximadamente 45 minutos, menos de aproximadamente 35 minutos, o menos de 20 minutos. Este tiempo de residencia relativamente corto puede alcanzarse incluso a altas velocidades de producción de escala comercial. Así, en una forma de realización, el flujo de producto sale de la salida de intercambiador 28 del intercambiador de calor 12 a una velocidad de flujo de al menos aproximadamente 1,26 kg/s (10,000 libras por hora (Ib/h)), al menos aproximadamente 3,15 kg/s (25,000 Ib/h), al menos aproximadamente 6,3 kg/s (50,000 Ib/h) o al menos 12,6 kg/s (100,000 Ib/h).

Según se muestra en la fig. 1, puede entrar un flujo de medio de transferencia de calor (MTC) caliente al lado de envoltura del intercambiador de calor 12 y al menos parcialmente rodear a al menos una parte de los tubos de intercambio de calor con el fin de calentar el medio de reacción que fluye a su través. En una forma de realización de la presente invención, el coeficiente de transferencia de calor asociado con el calentamiento del medio de reacción en el intercambiador de calor 12 puede estar en el intervalo de aproximadamente 2,839 a aproximadamente 1135,6 vatios por kelvin por metro cuadrado ($W \cdot K \cdot m^2$) (de 0,5 a aproximadamente 200 BTU por hora por °F por pie cuadrado (BTU/h·°F·ft2), aproximadamente 28,39 a aproximadamente 567,8 $W \cdot K \cdot m^2$ (aproximadamente 5 a aproximadamente 100 $BTU/h \cdot °F \cdot ft^2$), o de 56,78 a 283,9 $W \cdot K \cdot m^2$ (10 a 50 $BTU/h \cdot °F \cdot ft^2$). La cantidad total de calor transferido al medio de reacción en el intercambiador de calor 12 puede estar en el intervalo de aproximadamente 232,6 a aproximadamente 11.630 julios por gramo J/g) (de aproximadamente 100 a aproximadamente 5.000 BTU por libra de medio de reacción (BTU/Ib)), de aproximadamente 930,4 a aproximadamente 4.652 J/g o de 1.396 a 3.489 J/g (de aproximadamente 400 a aproximadamente 2.000 BTU/Ib, o de 600 a 1.500 BTU/Ib).

Según se representa en la fig. 1, un flujo de medio de reacción calentado y parcialmente esterificado sale del intercambiador de calor 12 a través de la salida de intercambiador 28 y puede encaminarse posteriormente a una entrada de fluido 30 del recipiente de desacoplamiento 14 a través de la conducción 112. En una forma de realización, la presión del flujo de producto calentado que sale por la salida de intercambiador 28 del intercambiador de calor 12 puede estar comprendida en un intervalo de aproximadamente 206.843 Pa (30 psi), de aproximadamente 137.895 Pa (20 psi), de aproximadamente 68.948 Pa (10 psi), de aproximadamente 34.474 Pa (5 psi) o de 13.790 Pa (2 psi) con respecto a la presión del flujo de producto calentado que entra en el recipiente de desacoplamiento 14 a través de la entrada de fluido 30. Generalmente, la presión del flujo de producto calentado que sale por la salida de intercambiador 28 puede estar en el intervalo de aproximadamente -34.473 a aproximadamente 241.316, de aproximadamente 34.473 a aproximadamente 241.316, de aproximadamente 68.947 a aproximadamente 172.368 o de 82.737 a 137.895 Pa (de aproximadamente -5 a aproximadamente 35, de aproximadamente 5 a aproximadamente 35, de aproximadamente 10 a aproximadamente 25 o de 12 a 20 psig).

Según se expone previamente, el flujo calentado de medio de reacción parcialmente esterificado que entra en la entrada de fluido 30 puede someterse a separación de fases y esterificación adicional en el recipiente de desacoplamiento 14. Como el medio de reacción fluye alejándose de la entrada de fluido 30, puede experimentar una esterificación adicional y al menos una parte del vapor puede escapar de la fase líquida ya que la fase líquida fluye sustancialmente en horizontal a través del volumen interno del recipiente de desacoplamiento 14. En una forma de realización, el vapor en el recipiente de desacoplamiento 14, que puede tener una presión de menos de aproximadamente 172.369 Pa (25 psig) o en el intervalo de aproximadamente 6.895 a aproximadamente 68.948 Pa, o de 13.790 a 34.474 Pa (aproximadamente de 1 a aproximadamente 10 psig, o de 2 a 5 psig), puede salir a

continuación del recipiente de desacoplamiento 14 a través de una salida de vapor 32. El flujo de vapor resultante puede ser transportado a continuación a otro lugar para su procesamiento adicional y/o desecho. Según se muestra en la fig. 1, al menos una fracción de la parte líquida separada predominantemente del medio de reacción en el recipiente de desacoplamiento 14 puede extraerse a través de la salida de producto líquido 20 y puede entrar en la conducción de producto 114 del bucle de recirculación 16, como se expondrá más en detalle en breve.

Según se expone previamente, al menos una parte del medio de reacción que fluye a través del recipiente de desacoplamiento 14 puede someterse a esterificación adicional. En una forma de realización, la conversión del flujo predominantemente líquido en la conducción de producto 114 puede ser de hasta aproximadamente 5 puntos porcentuales, hasta aproximadamente 2 puntos porcentuales o hasta 1 punto porcentual mayor que la conversión del flujo que entra en la entrada de fluido 30 del recipiente de desacoplamiento 14. Generalmente, el flujo de producto predominantemente líquido que comprende monómero y/o oligómero de PET en la conducción de producto 114 puede tener conversión de al menos aproximadamente el 80%, al menos aproximadamente el 85%, al menos aproximadamente el 90%, al menos el 95% o al menos aproximadamente el 98%.

En una forma de realización, la conversión conseguida en el recipiente de desacoplamiento 14 puede producirse durante un tiempo de residencia relativamente breve y con entrada de calor baja o nula. Por ejemplo, el tiempo de residencia promedio del medio de reacción en el recipiente de desacoplamiento 14 puede ser de menos de aproximadamente 200 minutos, menos de aproximadamente 60 minutos, menos de aproximadamente 45 minutos, menos de aproximadamente 30 minutos o menos de 15 minutos. Además, la cantidad de calor transferida al medio de reacción en el recipiente de desacoplamiento 14 puede ser de menos de aproximadamente 232,6 julios por gramo (J/g) (100 BTU por libra de medio de reacción (BTU/lb)), menos de aproximadamente 46,52 J/g (20 BTU/lb), menos de aproximadamente 1163 J/g (5 BTU/lb) o menos de 2,326 J/g (1 BTU/lb).

Con introducción de calor mínima o nula en el recipiente de desacoplamiento 14, la temperatura media del producto líquido que sale por la salida de producto líquido 20 del recipiente de desacoplamiento 14 puede estar en el intervalo de aproximadamente 50°C, aproximadamente 30°C, aproximadamente 20°C o 15°C con respecto a la temperatura media del fluido que entra en el recipiente de desacoplamiento 14 a través de la entrada de fluido 30. Generalmente, la temperatura media del flujo de líquido que sale por la salida de producto líquido 20 del recipiente de desacoplamiento 14 puede estar en el intervalo de aproximadamente 220°C a aproximadamente 320°C, de aproximadamente 240°C a aproximadamente 300°C o de aproximadamente 250°C a aproximadamente 275°C.

En la forma de realización ilustrada en la fig. 1, el recipiente de desacoplamiento 14 puede ser un recipiente sustancialmente vacío, no agitado, no calentado, generalmente cilíndrico y alargado horizontalmente. El recipiente de desacoplamiento 14 puede tener una relación longitud-diámetro (L:D) en el intervalo de aproximadamente 1,25:1 a aproximadamente 50:1, de aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 20:1, de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 10:1 o de 2,5:1 a 5:1, en la que L es la dimensión interna máxima del recipiente de desacoplamiento 14 medida en la dirección de elongación del recipiente de desacoplamiento 14 y D es la dimensión interna máxima del recipiente de desacoplamiento 14 medida en perpendicular a la dirección de elongación del recipiente de desacoplamiento 14.

En una forma de realización, la entrada de fluido 30, la salida de producto líquido 20 y la salida de vapor 32 pueden estar separadas entre sí de una manera que proporcione suficiente esterificación y promueva el desacoplamiento/separación de las fases de vapor y líquido. Por ejemplo, la salida de producto líquido 20 y la salida de vapor 32 pueden estar separadas horizontalmente de la entrada de fluido 30 en al menos aproximadamente 1,25D, al menos aproximadamente 1,5D o al menos 2,0D. Además, la salida de producto líquido 20 y la salida de vapor 32 pueden estar separadas verticalmente entre sí en al menos aproximadamente 0,5D, al menos aproximadamente 0,75D o al menos 0,95D.

Según se ilustra en la fig. 1, el recipiente de desacoplamiento 14 puede comprender un distribuidor de fluido 34 para ayudar a la distribución eficaz del suministro al recipiente de desacoplamiento 14. En la forma de realización ilustrada en la fig. 1, el distribuidor de fluido 34 puede ser un tubo que se extiende sustancialmente en horizontal que tiene un extremo distal curvado hacia abajo que define la entrada de fluido 30 con una orientación hacia abajo. Alternativamente, el distribuidor de fluido 34 puede definir una pluralidad de aberturas (no mostradas) para evacuar el suministro parcialmente esterificado en múltiples lugares separados horizontalmente en el recipiente de desacoplamiento 14. En una forma de realización de la presente invención, la profundidad media de la fase predominantemente líquida del medio de reacción en el recipiente de desacoplamiento 14 puede mantenerse a menos de aproximadamente 0,75D, menos de aproximadamente 0,50D, menos de aproximadamente 0,25D o menos de 0,15D mientras se desplaza sustancialmente en horizontal a través del recipiente de desacoplamiento 14.

Según se muestra en la fig. 1, al entrar en el recipiente de desacoplamiento 14, el medio de reacción que sale por el distribuidor de fluido 34 puede empezar a formar espuma cuando las burbujas de vapor se desacoplan de la parte líquida del medio de reacción. Generalmente, la producción de espuma puede disminuir a lo largo del recipiente de desacoplamiento 14 cuando el vapor se desacopla de la fase líquida del medio de reacción de manera que, en una

forma de realización, sustancialmente no sale espuma de la salida de producto líquido 20 y/o la salida de vapor 32 del recipiente de desacoplamiento 14.

Para ayudar a garantizar que no sale espuma sustancialmente de la salida de vapor 32 del recipiente de desacoplamiento 14, puede emplearse una pantalla 36 que se extiende hacia abajo en el recipiente de desacoplamiento 14. La pantalla 36 puede disponerse generalmente entre la entrada de fluido 30 y la salida de vapor 32 del recipiente de desacoplamiento 14, pero más cerca de la salida de vapor 32 que de la entrada de fluido 30. La pantalla 36 puede extenderse hacia abajo desde la parte superior del recipiente de desacoplamiento 14 próxima a la salida de vapor 32 y puede actuar de manera que bloquee físicamente el flujo de espuma, si existiera, hacia la salida de vapor 32. En una forma de realización de la presente invención, la pantalla 36 puede presentar un borde inferior separado verticalmente al menos aproximadamente 0,25D, al menos aproximadamente 0,5D o al menos 0,75D de la parte inferior del recipiente de desacoplamiento 14.

El volumen interno total definido dentro del recipiente de desacoplamiento 14 puede depender de una serie de factores, que incluyen, por ejemplo, los requisitos hidrodinámicos globales del sistema de esterificación 10. En una forma de realización de la presente invención, el volumen interno total del recipiente de desacoplamiento 14 puede ser de al menos aproximadamente el 25%, al menos aproximadamente el 50%, al menos aproximadamente el 75%, al menos aproximadamente el 100% o al menos el 150% del volumen interno total del bucle de recirculación 16, descrito en más detalle más adelante. En otra forma de realización de la presente invención, el volumen interno total del recipiente de desacoplamiento 14 puede ser de al menos aproximadamente el 25%, al menos aproximadamente el 50%, al menos aproximadamente el 75% o al menos el 150% del volumen interno agregado del bucle de recirculación 16, el paso de flujo en el intercambiador de calor 12 y la conducción 112.

En referencia de nuevo a la fig. 1, el producto estérico líquido descargado de la salida de líquido 20 en la conducción de producto 114 puede fluir a continuación al orificio de aspiración 24 de la bomba de recirculación 22. Según se muestra en la fig. 1, el flujo que sale por el orificio de evacuación 26 de la bomba de recirculación 22 puede entrar en la conducción de evacuación 116 antes de dividirse en una parte de producto en la conducción del producto estérico 118 y en una parte de recirculación en la conducción de recirculación 100. La división del flujo que sale por el orificio de evacuación 26 de la bomba de recirculación 22 puede efectuarse de manera que la proporción entre la velocidad de flujo en masa de la parte de recirculación en la conducción 100 y la velocidad de flujo en masa de la parte de producto en la conducción 118 puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,25:1 a aproximadamente 30:1, de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 20:1 o de 2:1 a 15:1. Según se expone anteriormente, la parte de recirculación en la conducción 100 puede emplearse eventualmente como suministro de esterificación a la entrada de intercambiador 18 del intercambiador de calor 12 a través de la conducción 110.

La parte de producto del producto estérico líquido en la conducción 118 puede encaminarse a un lugar corriente abajo para su ulterior procesamiento, almacenamiento u otro uso. En una forma de realización, al menos una fracción de la parte de producto en la conducción 118 puede someterse a esterificación adicional en una segunda zona de esterificación. En otra forma de realización, al menos parte de la parte de producto en la conducción 118 puede someterse a policondensación en una zona de policondensación corriente abajo.

Aunque en la presente memoria descriptiva se han descrito varias formas de realización de la presente invención en su relación con sistemas de poliéster de fase fundida, debe entenderse que algunas formas de realización de la presente invención pueden encontrar aplicación en una amplia variedad de procedimientos químicos. Por ejemplo, los sistemas de reacción configurados de acuerdo con ciertas formas de realización de la presente invención pueden emplearse ventajosamente en cualquier procedimiento en el que tengan lugar reacciones químicas en la fase líquida de un medio de reacción y se produzca un subproducto de vapor como resultado de la reacción química. Además, los sistemas de reacción configurados de acuerdo con ciertas formas de realización de la presente invención pueden emplearse ventajosamente en procedimientos químicos en los que al menos una parte del medio de reacción forma espuma durante el procesamiento.

Intervalos numéricos

La presente descripción usa intervalos numéricos para cuantificar determinados parámetros relacionados con la invención. Debe entenderse que cuando se proporcionan intervalos numéricos, debe interpretarse que dichos intervalos proporcionan soporte literal para limitaciones de las reivindicaciones que sólo refieren el valor inferior del intervalo así como limitaciones de las reivindicaciones que sólo refieren el valor superior del intervalo. Por ejemplo, un intervalo numérico desvelado de 10 a 100 proporciona soporte literal para una reivindicación que refiere "mayor que 10" (sin límites superiores) y una reivindicación que refiere "menor que 100" (sin límites inferiores).

Definiciones

Según se usa en la presente memoria descriptiva, los términos "un", "una", "el/la", “los/las” y "dicho(s)/dicha(s)" significan uno o más.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "agitación" se refiere a trabajo disipado en un medio de reacción que hace que el fluido fluya y/o se mezcle.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "y/o", cuando se usa en una lista de dos o más elementos, significa que puede emplearse uno cualquiera de los elementos enumerados en sí mismo, o que puede emplearse cualquier combinación de dos o más de los elementos enumerados. Por ejemplo, si se describe que una composición incluye los componentes A, B y/o C, la composición puede contener sólo A; sólo B; sólo C; A y B en combinación; A y C en combinación; B y C en combinación; o A, B y C en combinación.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "longitud de cadena media" significa el número medio de unidades de repetición en el polímero. Para un poliéster, longitud de cadena media significa el número de unidades de repetición de ácido y alcohol. La longitud de cadena media es sinónimo de número medo de grado de polimerización (GP). La longitud de cadena media puede estar determinada por varios medios conocidos por los expertos en la materia. Por ejemplo, puede usarse ^{1}H-RMN para determinar directamente la longitud de cadena basada en el análisis de grupos terminales, y puede usarse dispersión de luz para medir el peso molecular medio en peso con correlaciones usadas para determinar la longitud de cadena. A menudo, la longitud de cadena se calcula basándose en las correlaciones con medidas de cromatografía de permeación de gel (GPC) y/o medidas de viscosidad.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, los términos "que comprende", "comprende" y "comprenden" son términos de transición abiertos usados para una transición desde un asunto referido antes del término y uno o más elementos referidos después del término, en que el elemento o elementos enumerados después del término de transición no son necesariamente los únicos elementos que constituyen el asunto.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, los términos "que contiene", "contiene" y "contienen" tienen el mismo significado abierto que "que comprende", "comprende" y "comprenden", proporcionado anteriormente.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "conversión" se usa para describir una propiedad de la fase líquida de un flujo que se ha sometido a esterificación, en que la conversión del flujo esterificado indica el porcentaje de los grupos finales originales de ácido que han sido convertidos (es decir, esterificados) a grupos éster. La conversión puede cuantificarse como el número de grupos finales convertidos (es decir, grupos finales de alcohol) dividido por el número total de grupos finales (es decir, grupos finales de alcohol más ácido), expresado como porcentaje.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "esterificación" se refiere a reacciones de esterificación y de intercambio de ésteres.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, los términos "que tiene", "tiene" y "tienen" tienen el mismo significado abierto que "que comprende", "comprende" y "comprenden", proporcionado anteriormente.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "alargado horizontalmente" significa que la dimensión horizontal máxima es mayor que la dimensión vertical máxima.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, los términos "que incluye", "incluye" e "incluyen" tienen el mismo significado que "que comprende", "comprende" y "comprenden", proporcionado anteriormente.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término, "agitación mecánica" se refiere a agitación de un medio de reacción causada por movimiento físico de un elemento o elementos rígidos o flexibles contra o en el medio de reacción.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "monómero" se refiere a una especie polimérica que comprende menos de aproximadamente tres longitudes de cadena.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "oligómero" se refiere a una especie polimérica que comprende el intervalo de aproximadamente 7 a aproximadamente 50 longitudes de cadena.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "polímero" se refiere a una especie polimérica que comprende más de aproximadamente 50 longitudes de cadena.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, los términos "politereftalato de etileno" y "PET" incluyen homopolímeros de PET, copolímeros de PET y PETG.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "copolímero de PET" se refiere a un PET que ha sido

modificado con hasta el 10% en moles con uno o más comonómeros añadidos. Por ejemplo, el término "copolímero de PET" incluye PET modificado con hasta el 10% en moles de ácido isoftálico sobre una base de un 100% en moles de ácido carboxílico. En otro ejemplo, el término "copolímero de PET" incluye PET modificado con hasta el 10% en moles de 1,4-ciclohexanodimetanol (CHDM) sobre una base de un 100% en moles de diol.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "PETG" se refiere a un PET modificado con del 10 al 50% de 1,4-ciclohexanodimetanol (CHDM) sobre una base de un 100% en moles de diol.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "poliéster" se refiere no sólo a poliésteres tradicionales, sino que también incluye derivados de poliéster, como, por ejemplo, polieterésteres, poliesteramidas y polieteresteramidas.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, "predominantemente líquido" significa más del 50% en volumen de líquido.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "medio de reacción" se refiere a cualquier medio sometido a reacción química.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "residuo" se refiere a la fracción que es el producto resultante de la especie química en un esquema de reacción particular o la posterior formulación o producto químico, con independencia de si la fracción se obtiene realmente de la especie química.

Según se usa en la presente memoria descriptiva, el término "subproducto de vapor" incluye el vapor generado por una reacción química deseada (es decir, un coproducto de vapor) y cualquier vapor generado por otras reacciones (es decir, reacciones secundarias) del medio de reacción.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de esterificación que comprende:

(a) calentar un medio de reacción en un intercambiador de calor para producir con ello un flujo de producto calentado, en el que la esterificación de dicho medio de reacción se efectúa en dicho intercambiador de calor;

(b) retirar al menos una parte de dicho flujo de producto calentado a través de una salida de intercambiador de dicho intercambiador de calor;

(c) introducir al menos una parte de dicho flujo de producto calentado en un recipiente de desacoplamiento a través de una entrada de fluido;

(d) separar al menos una parte de dicho flujo de producto calentado introducido en dicho recipiente de desacoplamiento en una fracción predominantemente líquida y una fracción predominantemente de vapor;

(e) retirar al menos una parte de dicha fracción predominantemente líquida a partir de dicho recipiente de desacoplamiento a través de una salida de producto líquido para formar un flujo predominantemente líquido; y

(f) recircular al menos una parte de dicho flujo predominantemente líquido a una entrada de intercambiador de dicho intercambiador de calor a través de un bucle de recirculación,

en el que dicho bucle de recirculación comprende una bomba para transportar al menos una parte de dicho flujo predominantemente líquido a través de dicho bucle de recirculación,

en el que dicha bomba define un orificio de aspiración situado a una elevación menor que dicha salida de producto líquido,

en el que dicha salida de producto líquido está separada de dicho orificio de aspiración de dicha bomba por una primera distancia vertical (Y_1),

en el que dicha salida de intercambiador está separada de dicho orificio de aspiración de dicha bomba por una segunda distancia vertical (Y_2),

en el que la relación entre dicha segunda distancia vertical y dicha primera distancia vertical (Y_2:Y_1,) es mayor que 0,25.

2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la presión de dicho flujo de producto calentado que sale de dicho intercambiador de calor a través de dicha salida de intercambiador está en un intervalo de aproximadamente 30 psi a partir de la presión de dicho flujo de producto calentado introducido en dicho recipiente de desacoplamiento a través de dicha entrada de fluido.

3. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 2, en el que la presión de dicho flujo de producto calentado está en el intervalo de aproximadamente 34.473 a aproximadamente 241.316 Pa (de aproximadamente 5 a aproximadamente 35 psig).

4. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, en el que Y_2:Y_1 está en el intervalo de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 2,0.

5. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, en el que Y_1 está en el intervalo de aproximadamente 1,524 a aproximadamente 60,96 m (de aproximadamente 5 a aproximadamente 200 pies).

6. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, en el que la esterificación se efectúa en dicho recipiente de desacoplamiento, y en el que la conversión de dicho medio de reacción aumenta en al menos 10 puntos porcentuales en dicho intercambiador de calor, en el que la conversión de dicho flujo predominantemente líquido que sale por dicha salida de producto líquido es no más de 5 puntos porcentuales mayor que la conversión de dicho flujo de producto calentado que sale por dicha salida de intercambiador.

7. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, en el que la conversión de dicho flujo predominantemente líquido que sale por dicha salida de producto líquido es al menos del 80%.

8. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, en el que dicho recipiente de desacoplamiento está orientado horizontalmente y tiene una proporción entre longitud y diámetro en el intervalo de aproximadamente 1,25:1 a aproximadamente 50:1.

9. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además retirar una parte de dicho flujo predominantemente líquido de dicho bucle de recirculación para formar un flujo predominantemente líquido retirado y someter al menos una parte de dicho flujo predominantemente líquido retirado a esterificación adicional en una zona de esterificación corriente abajo y/o someter al menos una parte de dicho flujo predominantemente líquido retirado a policondensación en una zona de policondensación corriente abajo.

10. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, en el que dicho medio de reacción comprende ácido tereftálico y etilenglicol.

11. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, que comprende además introducir ácido tereftálico y etilenglicol en dicho bucle de recirculación.

12. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, en el que el flujo predominantemente líquido comprende menos del 1,0% en peso de dietilenglicol.

13. Un aparato que comprende:

un intercambiador de calor que define una entrada de intercambiador y una salida de intercambiador;

un recipiente de desacoplamiento que define una entrada de fluido y una salida de producto líquido, en el que dicha entrada de fluido está en comunicación de flujo de fluido con dicha salida de intercambiador; y

un bucle de recirculación para proporcionar comunicación de flujo de fluido entre dicha salida de producto líquido y dicha entrada de intercambiador, en el que dicho bucle de recirculación comprende una bomba que define un orificio de aspiración y un orificio de evacuación, estando situado el orificio de aspiración en una elevación menor que la salida de producto líquido, en el que dicho orificio de aspiración de dicha bomba está separado de dicha salida de producto líquido de dicho recipiente de desacoplamiento por una primera distancia vertical (Y_1),

en el que dicho orificio de aspiración de dicha bomba está separado de dicha salida de intercambiador por una segunda distancia vertical (Y_2), en el que la relación entre dicha segunda distancia vertical y dicha primera distancia vertical (Y_2:Y_1) es mayor que 0,25.

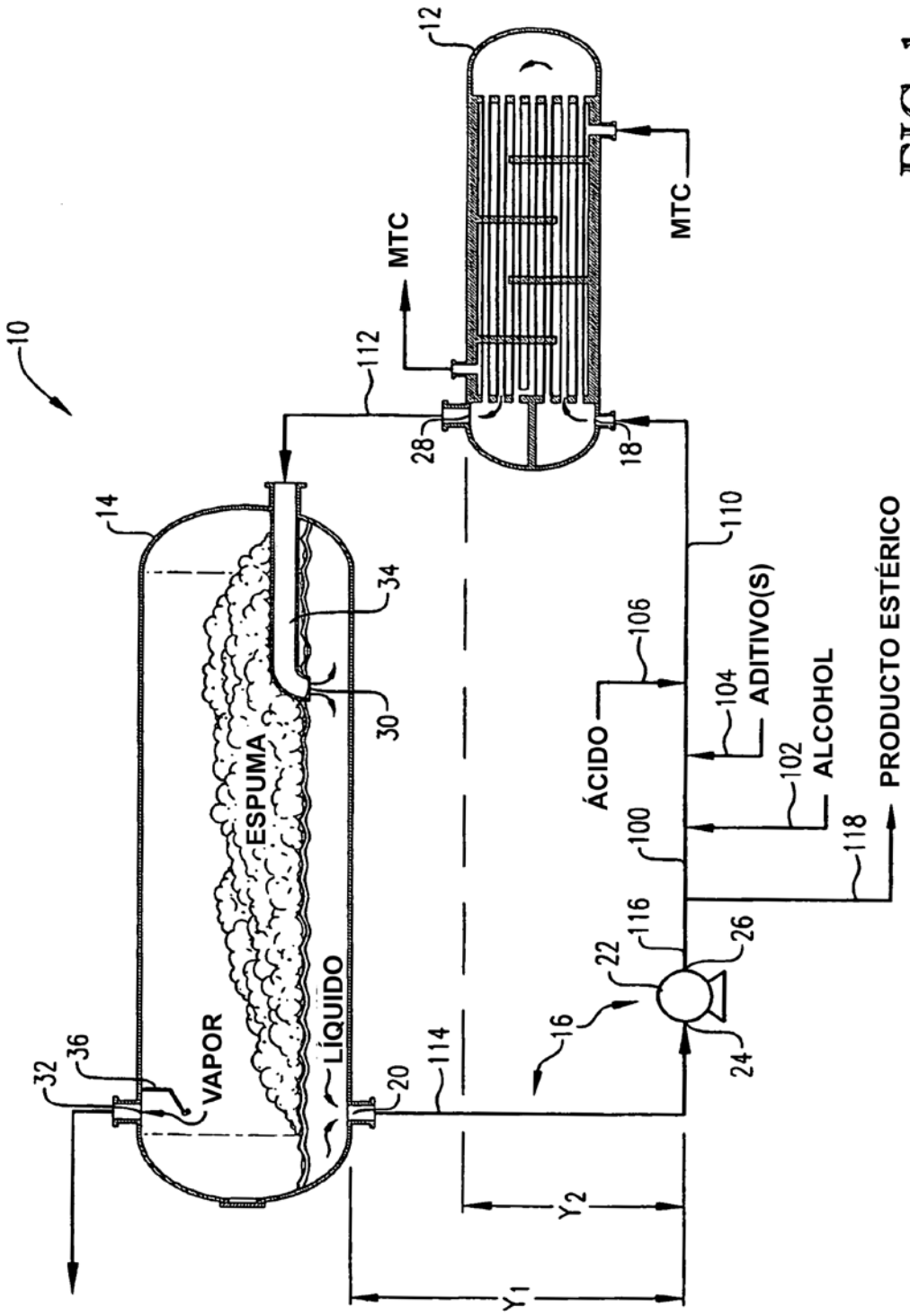
10
12
MTC
MTC
112
28
18
14
34
30
ESPUMA
LÍQUIDO
VAPOR
32
36
20
114
16
22
116
26
24
100
118
ÁCIDO
106
104
ADITIVO(S)
102
ALCOHOL
110
PRODUCTO ESTÉRICO
Y2
Y1

FIG. 1