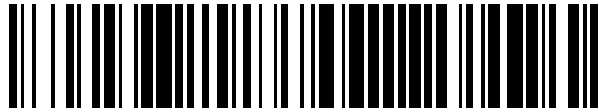


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 434 817**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/47** (2006.01)

**B01D 33/37** (2006.01)

**B01D 33/66** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.01.2012 E 12700727 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.09.2013 EP 2519492**

54 Título: **Proceso y aparato rotativo de filtración bajo presión para la separación de ácidos carboxílicos aromáticos de una suspensión**

30 Prioridad:

**11.02.2011 GB 201102476**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**17.12.2013**

73 Titular/es:

**DAVY PROCESS TECHNOLOGY LIMITED  
(100.0%)  
10 Eastbourne Terrace  
London W2 6LG, GB**

72 Inventor/es:

**GNAGNETTI, ANDREA**

74 Agente/Representante:

**PONTI SALES, Adelaida**

ES 2 434 817 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

Proceso y aparato rotativo de filtración bajo presión para la separación de ácidos carboxílicos aromáticos de una suspensión

5 [0001] La presente invención se refiere a un procedimiento y un aparato para utilizarse en la producción de ácidos carboxílicos aromáticos y, en particular, ácido tereftálico o ácido isoftálico. Más particularmente, se refiere a un procedimiento para la eliminación de los ácidos carboxílicos aromáticos tales como ácido tereftálico o ácido isoftálico a partir de una suspensión. Aún más particularmente, se refiere a un proceso en el que se reduce el consumo de gas y/o la torta resultante de ácido carboxílico aromático tiene un contenido de humedad reducido que se ha alcanzado en la técnica anterior o utilizando un aparato de la técnica anterior. El término "gas" incluye vapores y se relaciona con el gas que se utiliza con fines de presurización en una sección de separación de sólidos de una planta.

15 [0002] Normalmente, el ácido tereftálico en bruto se produce por la oxidación de p-xileno. La oxidación se lleva a cabo usando ácido acético como disolvente, en presencia de un catalizador. A continuación la solución se enfría de forma escalonada para cristalizar el ácido tereftálico. Entonces se deben retirar los cristales de ácido tereftálico del disolvente de ácido acético y esto se lleva a cabo comúnmente utilizando filtros de vacío. Los cristales retirados se someten entonces a una etapa de secado para eliminar la humedad residual.

20 [0003] El ácido tereftálico en bruto puede someterse entonces a un proceso de purificación. Convencionalmente se han utilizado centrifugadoras a presión como parte del proceso. Sin embargo, se pueden utilizar filtros de presión giratorios en lugar de las centrifugadoras tradicionales. Algunos ejemplos del uso de tales filtros se pueden encontrar en WO2011 144935, WO02/053259. US 5503737 describe un filtro rotatorio que minimiza la derivación de gas.

25 [0004] El ácido isoftálico se produce mediante la oxidación de meta-xileno sobre un catalizador, como un catalizador de cobalto-manganeso. El resto del proceso de separación y purificación es similar al descrito anteriormente en relación con el ácido tereftálico. Otros ácidos carboxílicos aromáticos también se tratarán de forma similar. A modo de referencia, se describirán a continuación los procedimientos de la técnica anterior, con especial referencia al ácido tereftálico, pero se entenderá que las observaciones se aplican igualmente a otros ácidos carboxílicos aromáticos.

30 [0005] El uso de filtros de presión rotatorios ofrece varias ventajas en relación con los sistemas más convencionales. Por ejemplo, son más fiables que las centrifugadoras de presión y por lo tanto requieren menos mantenimiento, produciendo así una reducción del tiempo de inactividad y de los costes de mantenimiento.

35 [0006] Una ventaja adicional obtenida gracias al uso de filtros de presión rotatorios es que pueden funcionar a presiones más altas que los filtros de vacío convencionales y las centrifugadoras a presión. Esto produce una torta más seca de ácido tereftálico que reduce la necesidad de secado por debajo de la etapa de separación y por lo tanto mejora la economía del sistema.

40 [0007] Otro de los beneficios asociados con el uso de filtros de presión rotatorios es que se puede utilizar un sistema de lavado de la torta más eficiente que produce una torta con menor contenido de impurezas, que se puede lograr con los sistemas de la técnica anterior. Además, estos filtros de presión son más fáciles de funcionar que las centrifugadoras de la técnica, ya que giran más lentamente. Un beneficio adicional es que ofrecen flexibilidad para el proceso ya que la caída de presión y la velocidad de rotación se pueden ajustar fácilmente para optimizar la salida de producto y/o requisitos de funcionamiento.

45 [0008] Con el fin de gestionar el rendimiento significativo del ácido tereftálico que emana del proceso de oxidación comercial, se utilizan varios filtros de presión giratorios. Estos funcionan en paralelo, de tal manera que la corriente de producto de la reacción de oxidación se separa en subcorrientes que pasan a un filtro. Comúnmente se han utilizado dos filtros dispuestos en paralelo, aunque el número de filtros dependerá de la capacidad de la planta y la filosofía de descubierta.

50 [0009] Cuando funciona el filtro de presión rotatorio, se logra una caída de presión entre la caja del filtro y el interior del tambor por medio de un flujo de gas. La tasa de flujo de gas dependerá de las dimensiones del filtro y las condiciones de funcionamiento, como la temperatura, la presión, la caída de presión, la porosidad de la torta y la humedad residual deseada de la torta.

55 [0010] Como se indicó anteriormente, el término "gas" incluye no sólo los gases que pueden ser, por ejemplo, uno o más de un gas inerte, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono y similares, sino también vapores, como vapor de agua y/o vapor de proceso, y debe interpretarse en consecuencia.

60 [0011] Este proceso de la técnica anterior se ilustra esquemáticamente en la Figura 1. Una suspensión de ácido tereftálico en disolvente se pasa en la línea 1, a través de la bomba de alimentación del filtro 2 y las líneas 3 y 4 a los filtros 5 y 6, respectivamente. Por tanto los filtros funcionan en paralelo. El gas se introduce en la línea 7 y a través

de las líneas 8 y 9 hasta los filtros de 5 y 6 respectivamente. Un gas de retroceso, que se utiliza para eliminar la torta húmeda de los paños de filtro de los filtros se retira de la línea 7 y se suministra a las líneas 17 y 18 hasta el tambor de filtros de 5 y 6 respectivamente.

5 [0012] La torta de filtro separada se retira del filtro 5 en la línea 10 y la del filtro 6 se elimina de la línea 11. Las aguas madres y el gas se retiran del filtro 5 en la línea 12 y pasan al separador 13. Las aguas madres y el gas se retiran del filtro 6 en la línea 14, y también pasan al separador 13. El licor madre separado se elimina en la línea 15 y el gas en la línea 16. La presión del gas desde el separador tiene que ser más que en el último cristizador. Este proceso conducirá generalmente a un contenido de humedad de aproximadamente 12 a aproximadamente un 14 %.

10 [0013] Cuando se utiliza gas de proceso, se debe comprender que el flujo suministrado a los filtros de presión rotatorios representa una porción de la corriente total de gas que de otro modo dejaría la sección de reacción de oxidación de la planta y sería enviada a un expansor de gas para recuperar energía. Cuando se utiliza vapor de agua, el flujo suministrado a los filtros de presión rotatorios representa una parte de todo el vapor enviado a una turbina de vapor para la recuperación de energía. Por lo tanto, cuanto más gas necesiten los filtros, menos gas pasa al dispositivo de recuperación de energía y por lo tanto menor será la energía que se puede recuperar.

15 [0014] En un intento de abordar este problema, es común que el circuito de gas funcione con el filtro de presión como un bucle cerrado. Es decir, que el gas recuperado del separador se recicle y se utilice como la alimentación de gas a los filtros. Aunque se necesita gas compensatorio de la planta de gas, será generalmente una cantidad relativamente pequeña. Aunque esta solución al problema minimiza la necesidad de gas para el sistema de filtro y por lo tanto las pérdidas de la corriente de gas enviado para la recuperación de energía, el sistema de bucle cerrado sí que requiere elementos significativos de equipos, incluyendo separadores de gas/líquidos, condensadores de vapor y compresores de refuerzo que aumentan el capital y los costes operativos del sistema.

20 [0015] Por lo tanto, es necesario proporcionar un sistema que cumple con el requisito de reducir al mínimo el consumo de gas y por lo tanto maximice la recuperación de energía, pero que no tenga las desventajas generadas por los altos costes del equipo del sistema de bucle cerrado que funciona actualmente.

25 [0016] Ahora se ha hallado que si la pluralidad de filtros de presión funcionan de tal manera que el gas se pasa de un filtro al siguiente, es decir, el recorrido del flujo de gas es en serie, mientras que la suspensión pasa a los filtros en paralelo, se puede superar el problema de los dispositivos de la técnica anterior. Se debe entender que en el proceso, mientras que la suspensión que se va a filtrar es suministrada a los filtros en paralelo, los gases se suministran a través de los filtros en serie en una disposición de bucle abierto.

30 [0017] Por tanto, según la presente invención, se proporciona un proceso para la eliminación de ácido carboxílico aromático a partir de una suspensión del mismo en un disolvente que comprende las etapas de:

- 35
- (a) dividir la mezcla en subflujos y suministrar cada uno de dichos subflujos a un filtro de presión rotativos respectivo, de manera que dicho subflujo pase a través de los filtros en paralelo, y
  - (b) pasar el gas por los filtros de presión giratorios en serie en una disposición de circuito abierto.
- 40

[0018] Como se indicó anteriormente, el término "gas" incluye no sólo los gases que pueden ser, por ejemplo, uno o más de un gas inerte, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono y similares, sino también vapores, tales como vapor de agua y/o vapor de proceso y debe interpretarse en consecuencia.

[0019] En una disposición, se utilizan dos filtros de presión rotativos, es decir, un primer y un segundo filtro. En esta disposición, la suspensión se pasa en paralelo al primer y segundo filtro y el gas se hace pasar inicialmente al primer filtro y, posteriormente, al segundo filtro.

50 [0020] En general, los filtros funcionarán a diferentes niveles de presión, incluso si están a la misma temperatura. En una disposición, el gas alimentado en el proceso puede ser alimentado a una presión de desde aproximadamente 4 a 8 barg, más preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 7 barg. 6 barg también se puede utilizar. El gas puede dejarse a alrededor de 3 a aproximadamente 6 barg, más preferiblemente a aproximadamente 4 a aproximadamente 5 barg, ya que es suministrado al primer filtro rotatorio. Cuando sale del primer filtro de presión será generalmente a una presión menor que a la que es suministrado. En función de la caída de presión en el primer filtro, el gas puede dejarse para reducir se aún más antes de que se aplique al segundo filtro. Las presiones adecuadas para el segundo filtro pueden incluir de aproximadamente 3 a aproximadamente 5 o aproximadamente 4 barg.

60 [0021] Se puede utilizar cualquier temperatura adecuada. Generalmente, la temperatura estará en el intervalo de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 160 °C.

[0022] El procedimiento de la presente invención ofrece varias ventajas. Como la trayectoria de flujo de gas se realiza a través de los filtros en serie, el consumo de gas será menor que el necesario con las disposiciones paralelas, y al mismo tiempo se logra un nivel de humedad en la torta resultante que es comparable a la que puede

conseguirse en las disposiciones de la técnica anterior. Por ejemplo, si se utilizan los dos filtros, el consumo de gas se reducirá generalmente en un 50%.

5 [0023] Como alternativa, el proceso puede realizarse con un consumo de gas que es equivalente al observado con las disposiciones paralelas de la técnica mediante el aumento de la tasa de flujo de gas. La ventaja de esta disposición es que la humedad de la torta resultante se reduce minimizando de este modo los derechos de secado hacia abajo.

10 [0024] El principal beneficio de la disposición de la presente invención es que se evita el requisito para el equipo auxiliar utilizado en la disposición de la técnica de bucle cerrado, disminuyendo el capital y los costes operativos.

[0025] El procedimiento de la presente invención se puede utilizar en una o ambas de la sección de crudo o sección de purificación de un proceso para la producción de un ácidos carboxílicos aromáticos.

15 [0026] En una disposición, el ácido carboxílico aromático es el ácido tereftálico o ácido isoftálico.

[0027] Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un aparato para la eliminación de ácido carboxílico aromático a partir de una suspensión del mismo en un disolvente que comprende:

- 20 (a) una pluralidad de filtros de presión rotatorios;  
(b) medios para suministrar suspensión a los filtros en paralelo, y  
(c) medios para suministrar gas a los filtros secuencialmente en serie en una disposición de bucle abierto.

25 [0028] En una disposición, el ácido carboxílico aromático es el ácido tereftálico o ácido isoftálico.

[0029] La presente invención se describirá ahora en referencia a los siguientes dibujos en los que:

30 la Figura 1 es una representación esquemática de la técnica anterior, y  
la Figura 2 es una representación esquemática del proceso de la presente invención.

[0030] Los expertos en la técnica entenderán que los dibujos son esquemáticos y que se pueden necesitar otros elementos del equipo en una planta comercial. La provisión de tales elementos auxiliares de equipo no forma parte de la presente invención según la práctica convencional de la ingeniería química.

35 [0031] A modo de referencia, ahora se describirá el proceso en relación con la separación de ácido tereftálico a partir de una suspensión del mismo. Sin embargo, las descripciones aplican igualmente a la producción de otros ácidos carboxílicos aromáticos tales como el ácido isoftálico.

40 [0032] Una suspensión de ácido tereftálico con disolvente se pasa a la línea 21, a través de la bomba de alimentación del filtro 22 y las líneas 23 y 24 a los filtros 25 y 26, respectivamente. Por tanto, los filtros funcionan en paralelo. El gas se hace pasar de la línea 27 al filtro 25. El gas de retroceso se pasa en la línea 28 de la caja del filtro del filtro 25. La torta de filtración seca se retira en la línea 29 y el licor madre se retira en la línea 30. Se retira el gas en la línea 31 hacia el filtro 26. El gas de retroceso se pasa a la línea 32 desde la caja de filtro del filtro 26. La torta de filtración seca se elimina en la línea 33. El licor madre se retira del filtro 26 en la línea 34. El gas se retira del filtro 45 26 en la línea 35.

[0033] En una disposición en la que hay dos filtros, se puede hacer funcionar el sistema de la presente invención, con aproximadamente la mitad de la alimentación de gas de la disposición de bucle cerrado que la técnica anterior con dos filtros, y aun así lograr una torta de filtro de cada filtro con un contenido de humedad de aproximadamente 12 a aproximadamente el 14%. Como alternativa, si se utiliza una velocidad de flujo de gas similar a la utilizada en el sistema de circuito cerrado de la técnica anterior, se puede lograr una torta de filtro con un contenido de humedad de aproximadamente 6 a aproximadamente un 8%.

50

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Proceso para la eliminación de ácido carboxílico aromático a partir de una suspensión del mismo en un disolvente que comprende las etapas de:
- (a) dividir la suspensión en subflujos y suministrar cada uno de dichos subflujos a un respectivo filtro de presión rotatorio de manera que dicha subcorriente pase a través de los filtros en paralelo, y
  - (b) pasar gas a través de los filtros de presión giratorios en serie en una disposición de bucle abierto.
- 10 2. Proceso según la reivindicación 1, en el que un primero y segundo de filtro están presentes, la suspensión se divide en dos subflujos que se transmiten en paralelo al primer y segundo filtro, y el gas se hace pasar inicialmente al primer filtro y, posteriormente, al segundo filtro.
- 15 3. Procedimiento para la producción de ácido carboxílico aromático bruto que comprende el proceso de la reivindicación 1 o la reivindicación 2.
4. Procedimiento para la purificación de ácido carboxílico aromático bruto que comprende el proceso de la reivindicación 1 o la reivindicación 2.
- 20 5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el ácido carboxílico aromático es ácido tereftálico o ácido isoftálico.
- 25 6. Aparato para la eliminación de ácido carboxílico aromático a partir de una suspensión del mismo en un disolvente que comprende:
- (a) una pluralidad de filtros de presión rotatorios;
  - (b) medios para suministrar la suspensión a los filtros en paralelo, y
  - (c) medios para suministrar gas a los filtros secuencialmente en serie en una disposición de circuito abierto.
- 30 7. Aparato según la reivindicación 6 en el que el ácido carboxílico aromático es el ácido tereftálico o ácido isoftálico.

Fig. 1 proceso de la técnica anterior

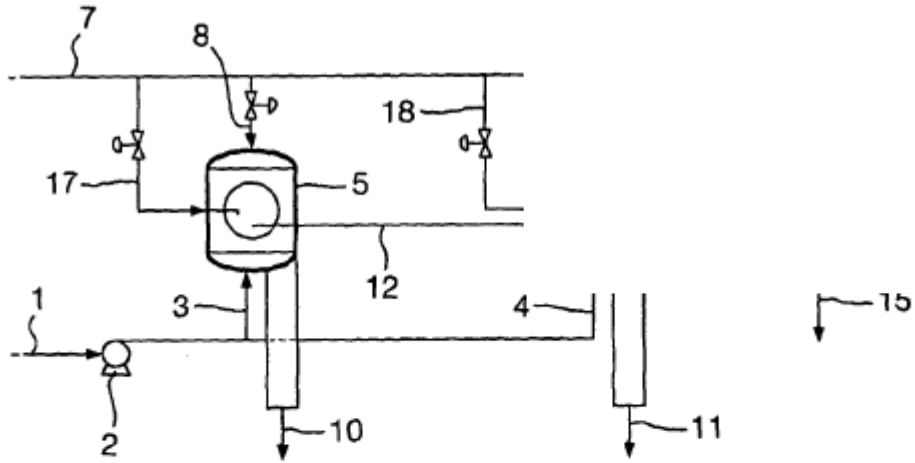


Fig. 2

