

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 464 724**

51 Int. Cl.:

C07C 51/265 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 63/24 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

C07C 63/15 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.10.2009 E 09745150 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014 EP 2344438**

54 Título: **Producción de ácido dicarboxílico con calentamiento directo con efluente gaseoso**

30 Prioridad:

31.10.2008 US 110235 P

09.09.2009 US 556101

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

03.06.2014

73 Titular/es:

**GRUPO PETROTEMEX, S.A. DE C.V. (100.0%)
Ricardo Margain No. 444, Torre sur, Piso 16, Col.
Valle de Campestre
San Pedro Garza Garcia, Nuevo Leon 66265, MX**

72 Inventor/es:

**FOGLE, RAYMOND ELBERT;
SHEPPARD, RONALD BUFORD;
UPSHAW, TIMOTHY ALAN y
WONDERS, ALAN GEORGE**

74 Agente/Representante:

POLO FLORES, Carlos

ES 2 464 724 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

Producción de ácido dicarboxílico con calentamiento directo con efluente gaseoso

5 **Antecedentes**

Es conocido recuperar la mayor parte del disolvente vaporizado de un efluente gaseoso de reacción pasándolo a través de al menos un medio de refrigeración, absorción y/o destilación, produciendo un disolvente recuperado licuado. Es generalmente deseable maximizar la recuperación del efluente gaseoso de la reacción de compuestos vaporizados que contienen al menos un enlace hidrocarbilo, denominados en la presente memoria "compuestos de hidrocarbilo", "compuestos orgánicos volátiles" y "COV".

Es conocido usar al menos un medio de destilación para eliminar del disolvente recuperado una cantidad de agua en exceso, que se coproduce en grandes cantidades por la oxidación parcial de pX. Son conocidos diversos diseños para usar energía derivada de la oxidación parcial de pX para al menos una parte del aporte de energía requerido para hacer funcionar un medio de destilación.

El término "agua de formación de TPA" se define en la presente memoria como 0,340 kg de agua por kg de alimentación de pX de pureza comercial. Esta proviene de la reacción pretendida de formación de TPA a partir de pX según la estequiometría: $pX + 3 O_2$ proporciona $TPA + 2 H_2O$. A pesar de que existen pequeñas cantidades de impurezas en el pX de pureza comercial y de que una pequeña cantidad de pX está suboxidado y/o sobreoxidado, las instalaciones de fabricación modernas producen pX de pureza comercial que comprende cantidades muy pequeñas de impurezas y que convierten dicha alimentación en TPA bruto y/o purificado con muy altos rendimientos. Preferiblemente, el rendimiento global del producto sólido de TPA, bruto y/o purificado, es de al menos aproximadamente 96 o 97 o 98 o 99 % en moles basado en la masa de alimentación de pX de pureza comercial dividida entre el peso molecular de 106,16 g/mol. Preferiblemente, la alimentación de pX de pureza comercial comprende al menos una fracción de masa de pX de aproximadamente 0,990 o 0,995, 0,997 o 0,998.

Es también conocido recuperar energía, tanto energía térmica como trabajo de eje mecánico, de una porción del efluente gaseoso en diversas combinaciones junto con la recuperación de disolvente vaporizado. Un procedimiento conocido de recuperación de energía es usar al menos una porción del efluente gaseoso para hervir un fluido de trabajo, por ejemplo agua o pentano, produciendo un vapor. Este vapor se usa para transferir calor a otro usuario, o se reduce la presión del vapor mediante un expansor, típicamente un turboexpansor, produciendo la provisión de trabajo de eje. La recuperación de energía de un turboexpansor puede convertirse directamente en trabajo mecánico, tal como accionando un compresor de suministro de aire u otra maquinaria móvil, o en energía eléctrica accionando un generador eléctrico giratorio conectado a una red de distribución y consumo de energía.

Otro procedimiento conocido de recuperación de energía es pasar al menos una porción del efluente gaseoso que comprende dinitrógeno a través de un turboexpansor. La recuperación de energía de un turboexpansor puede convertirse directamente en trabajo mecánico, tal como accionando un compresor de suministro de aire u otra maquinaria móvil, o en energía eléctrica accionando un generador eléctrico giratorio conectado a una red de distribución y consumo de energía.

Es también conocido enviar una porción significativa de agua en forma de vapor del efluente gaseoso a un medio de descomposición térmica oxidativa (DTO), en el que los contaminantes gaseosos y COV nocivos, por ejemplo, monóxido de carbono, ácido acético, acetato de metilo, para-xileno y bromuro de metilo, se convierten en vertidos más aceptables ambientalmente, por ejemplo vapor de agua y dióxido de carbono. Ciertos sistemas convencionales dan a conocer expulsar "el agua de reacción" en forma de vapor de un reactor de oxidación de para-xileno a un dispositivo de descomposición térmica para la eliminación de contaminantes nocivos.

Los documentos WO 99/41221 A1, WO 97/27168 A1 y US 5.723.656 dan a conocer procesos de oxidación a ácido tereftálico con recuperación de energía usando una unidad expansora.

Resumen

Los inventores han descubierto realizaciones preferidas no contempladas en la técnica anterior. Las realizaciones de la presente invención pueden proporcionar una mayor cantidad de recuperación de potencia de trabajo de eje del efluente gaseoso de reacción de ciertos medios de reacción de oxidación, tanto para la generación de energía eléctrica como directamente para usos mecánicos, y/o expulsar una cantidad de vapor de agua aún mayor que el agua de formación de TPA y/o una DTO automantenida (autoalimentada). Ciertas realizaciones de la invención

pueden incluso proporcionar una instalación combinada de pX a TPA a PET que efectivamente no produce agua residual líquida.

En una realización preferida, la invención comprende pasar sustancialmente todo el efluente gaseoso de la reacción de oxidación, incluyendo tanto las fuentes del reactor de oxidación primarias como secundarias con las alimentaciones tanto de pX como de mX, a través de un sistema de recuperación de disolvente y destilación compartido, después a través de una etapa de sobrecalentamiento y después a través de un turboexpansor de 2 etapas, que comprende calentamiento entre etapas para producir una mayor cantidad de trabajo de eje. Esta configuración permite exportar energía eléctrica más allá del consumo de los compresores de aire del proceso y las bombas de líquido y suspensión densa del proceso. Se usa vapor reevaporado del condensado en los calentadores del turboexpansor en otra porción del proceso de TPA. Después del turboexpansor, se condensa una porción del vapor de agua del efluente gaseoso de la reacción de oxidación, proporcionando agua líquida para diversos usos del proceso; y se deja el resto del vapor de agua en el efluente gaseoso, que se envía a un medio de DTO. Opcionalmente, se usa combustión directa para calentar el efluente gaseoso, en lugar de calentamiento con vapor, proporcionando supercalentamiento en un turboexpansor. Opcionalmente, se reduce la presión de salida de un turboexpansor recomprimiendo el efluente gaseoso después de pasar a través de un medio condensador y un medio separador de vapor-líquido.

Además, se prefieren las siguientes realizaciones para otros aspectos del proceso de la invención:

- Se prefiere dejar suficiente valor de combustible en el efluente gaseoso de tal modo que su reducción ambiental en una DTO, preferiblemente un oxidante térmico regenerativo (OTR), sea sustancialmente, más preferiblemente completamente, autocalentable sin adición de combustibles no presentes en el efluente gaseoso de reacción. Es aún más preferido que una cantidad sustancial de este valor de combustible proceda del acetato de metilo (AcOMe), un subproducto conocido de oxidación de pX a ácido acético. Los inventores han descubierto cómo mantener la formación de acetato de metilo suficientemente baja de tal modo que el considerable coste de capital y operativo de aislar el acetato de metilo y recuperar por hidrólisis el contenido de ácido acético no esté justificado cuando se considera frente a añadir combustible adquirido a un OTR.
- Se forma a menudo agua condensada del vapor de agua ambiental en sistemas de compresión que proporcionan aire ambiental a reactores de oxidación de TPA, y esta agua está potencialmente contaminada con lubricantes y fluidos de sellado. Se prefiere que esta agua ambiental condensada se reciba en los líquidos de proceso de TPA, por ejemplo, como agua de lavado, agua de inactivación, agua de reflujo, o se use como agua de uso general, por ejemplo como agua de relleno de torre de refrigeración, en lugar de enviarse directamente a una instalación de tratamiento de agua residual líquida.
- Después de la eliminación y/o descomposición térmica de los COV del efluente gaseoso, muchos escenarios requieren la eliminación del bromuro de hidrógeno de dicho efluente gaseoso tratado antes de liberar al medio ambiente. Este lavado se realiza a menudo mediante lavado acuoso produciendo una sal de bromo, por ejemplo, usando una disolución acuosa de hidróxido de sodio y bisulfito de sodio para lavar y producir bromuro de sodio. Los inventores han descubierto que el agua de purgado usada para controlar el contenido de sólidos disueltos en dicha agua de lavado se usa ventajosamente como agua de uso general, por ejemplo, agua de relleno de torre de refrigeración, en lugar de formar agua residual líquida.
- Un proceso de PET produce también agua por las reacciones de formación de PET, y esta agua está a menudo contaminada con diversos compuestos COV, por ejemplo, etilenglicol, acetaldehído y diversos dioxolanos. Se prefiere que al menos una porción del agua contaminada de un proceso de PET se procese en una instalación compartida común junto con el agua de la formación de TPA de una instalación de TPA adyacente. Preferiblemente, dicha agua contaminada de la formación de PET se deja en forma de vapor que sale de dicha instalación de PET para tratamiento o se convierte en forma de vapor usando al menos una porción de la energía térmica de dicha instalación de TPA adyacente. Más preferiblemente, el agua de las reacciones de formación de PET se procesa en una DTO compartida común junto con el agua de la formación de TPA.

Solas o en diversas combinaciones, las invenciones dadas a conocer en la presente memoria pueden proporcionar una instalación de pX a TPA que produce muy poca, o incluso nada de, agua residual líquida que requiera tratamiento medioambiental por unidad de producción de TPA. Adicionalmente, las invenciones pueden proporcionar una instalación de pX a TPA a PET que produzca muy poca, o incluso nada de, agua residual líquida que requiera tratamiento medioambiental por unidad de producción de PET.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra realizaciones ejemplares de la presente invención.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

- 5 Las invenciones de la presente memoria pueden combinarse con las divulgaciones de los documentos US 20070293699 y US 20060047158 (cuyas divulgaciones completas se incorporan a la presente memoria como referencia) para un medio de reacción de oxidación primario, proceso y medio para convertir pX en TPA preferidos. Estas divulgaciones de referencia comprenden numerosos rasgos mecánicos y condiciones de proceso preferidos
- 10 para una oxidación primaria, incluyendo dichas condiciones de proceso principalmente temperaturas y gradientes, presiones y gradientes, flujos, composiciones y gradientes, agitación y tiempos de residencia y distribuciones. Los usos en la presente memoria de "compuesto oxidable", "disolvente", "oxidante", "medio de reacción" e "hidrocarbilo" son según las referencias anteriores.
- 15 Las invenciones de la presente memoria son más preferidas cuando al menos una porción del efluente gaseoso de un medio de reacción de oxidación secundario se combina con al menos una porción de efluente gaseoso de un medio de reacción de oxidación primario antes de procesar en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Un medio de reacción secundario es aquel que recibe la mayoría de su alimentación de sustrato aromático de un reactor de oxidación previo que puede ser un medio de reacción de oxidación primario y/u otro
- 20 medio de reacción secundario. Véanse los documentos US 20070155985 y US 20070208191 para descripciones de un reactor de oxidación secundario optimizado para la reacción adicional del sustrato aromático en fase líquida entrante, incluyendo los beneficios de funcionar en intervalos de proceso seleccionados que comprenden temperaturas, presiones, flujos, composiciones, agitación y tiempos de residencia y distribuciones, equilibrados frente a diversos costes, incluyendo principalmente la sobreoxidación de sustrato, producto y disolvente. En la
- 25 presente memoria, se hace referencia a este tipo de reactor de oxidación secundario como "reactor postoxidación". Véanse también los documentos US 20070208190 y US 20070219393 para descripciones de un reactor de oxidación secundario optimizado para la reacción adicional del sustrato aromático en fase sólida entrante, incluyendo los beneficios de funcionar en intervalos de proceso seleccionados que comprenden temperaturas, presiones, flujos, composiciones, agitación y tiempos de residencia y distribuciones, equilibrados frente a diversos
- 30 costes, incluyendo principalmente sobreoxidación de sustrato, producto y disolvente. En la presente memoria, se hace referencia a este tipo de reactor de oxidación secundario como "reactor de digestión".

Cuando se produce intencionadamente energía, especialmente energía de eje, sometiendo a combustión (quemando oxidativamente) compuestos que comprenden esencialmente enlaces hidrocarbilo (combustibles), la

35 temperatura de dicha combustión se eleva a menudo al máximo practicable mecánicamente para maximizar la recuperación de energía según principios termodinámicos conocidos. Por otro lado, cuando se realiza una oxidación parcial catalítica formando un producto químico, la temperatura y presión del medio de reacción se fijan habitualmente para controlar los rendimientos, conversiones y purezas de producto resultantes. Las oxidaciones catalíticas de la presente invención son suficientemente rápidas para que se requiera tener gran cuidado en

40 mantener las concentraciones en fase líquida adecuadas de dióxigeno disuelto, y esto causa una preferencia por presiones de sistema más altas para proporcionar mayores presiones parciales de dióxigeno en fase gaseosa.

A pesar de estas preferencias generales por temperatura más alta para la recuperación de energía y por presión más alta para la pureza del producto TPA, los inventores han descubierto que se prefiere hacer funcionar al menos

45 una porción de un medio de reacción de oxidación primario con las siguientes presiones y temperaturas moderadas, aún recuperando una cantidad mejorada de energía de eje y aún expulsando cantidades mayores de agua residual en forma de vapor. Se prefiere hacer funcionar al menos una porción de medio de reacción de oxidación primario a una presión de menos de aproximadamente 1200, 1000, 800 o 700 kPa absolutos. Se prefiere hacer funcionar al menos una porción de medio de reacción de oxidación primario a una presión de al menos aproximadamente 200 o

50 300 o 400 o 500 kPa absolutos. Se prefiere hacer funcionar al menos una porción de medio de reacción de oxidación primario a una temperatura de menos de aproximadamente 200 o 190 o 180 o 170 °C. Se prefiere hacer funcionar al menos una porción de medio de reacción de oxidación primario a una temperatura de al menos aproximadamente 120 o 130 o 140 o 150 o 155 o 160 °C. Los inventores han descubierto que se prefiere generar los mayores volúmenes y masas de vapor posibles a la salida del efluente gaseoso del medio de reacción, satisfaciendo

55 el equilibrio de energía según se requiera para obtener las temperaturas y presiones de reacción preferidas. Indeseablemente, la generación de grandes cantidades de vapor aumenta la dificultad de retirar líquidos y sólidos del efluente gaseoso que sale de un medio de reacción. Indeseablemente, dicho aumento del efluente gaseoso aumenta los diámetros y volúmenes de los conductos y equipos de procesamiento de la reacción del efluente gaseoso; esto incluye principalmente un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Indeseablemente,

el medio de reacción de oxidación de la presente invención produce un efluente gaseoso que es suficientemente corrosivo para requerir materiales de construcción inusualmente caros, que a menudo comprenden titanio. Indeseablemente, el flujo aumentado de vapor que sale de medio de reacción se atenúa en gran medida tanto en masa como en volumen durante el procesamiento en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, en el que se recupera la mayoría de porción hidrocarbilo del disolvente. Sin embargo, los inventores han descubierto que puede mantenerse una cantidad aumentada de vapor de disolvente formado en el efluente gaseoso de la reacción en parte como una cantidad de vapor aumentada que comprende esencialmente agua, que sale de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y entra en un turboexpansor de efluente gaseoso, proporcionando a menudo una ventaja económica global en la recuperación de energía de eje que sorprendentemente supera los aumentos de otros costes operativos y los aumentos del coste de capital. En una realización de la presente invención, el efluente gaseoso desprovisto de hidrocarbilo producido por la columna de recuperación de disolvente comprende al menos un 10 o 15 o 20 o 30 o 35 o 40 o 45 o 50 % en peso de vapor de agua basado en la corriente de efluente gaseoso desprovisto de hidrocarbilo. En otra realización de la invención, el efluente gaseoso desprovisto de hidrocarbilo producido en la columna de recuperación de disolvente comprende menos de un 4, o 3, o 2, o 1 % en peso de ácido acético basado en la corriente de efluente gaseoso desprovisto de hidrocarbilo.

Los compuestos de vapor en el efluente gaseoso de reacción comprenden vapor de agua más COV. Los compuestos gaseosos no condensables en el efluente gaseoso de reacción comprenden dinitrógeno, dióxígeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono y dihidrógeno. Aplicando diversos aspectos de la presente invención, los inventores han descubierto que es posible y se prefiere hacer funcionar un proceso de oxidación parcial de pX con cantidades aumentadas de compuestos de vapor en el efluente gaseoso como sigue. Se prefiere que los compuestos de vapor en el efluente gaseoso de reacción sean de al menos aproximadamente 0,67 o 0,72 o 0,75 o 0,77 kg por kg de efluente gaseoso de reacción. Se prefiere que los compuestos de vapor del efluente gaseoso de reacción sean de al menos aproximadamente 12,4 o 13,2 o 13,8 o 14,2 kg por kg pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Para conseguir dichas grandes cantidades de vapor en el efluente gaseoso de reacción, los inventores han descubierto que se prefiere suprimir en gran medida las pérdidas ambientales y la eliminación de calor intencionada de un medio de reacción de oxidación de la presente invención a través de superficies límite conductoras aislantes, a pesar de que dicha reacción de oxidación es altamente exotérmica y requiere una gran refrigeración. Se prefiere aislar de tal modo que al menos aproximadamente un 70 o 90 o 95 o 99 % del área superficial expuesta al ambiente de los recipientes y/o conductos que contienen al menos una porción del medio de reacción de oxidación esté cubierta con al menos aproximadamente 0,01 o 0,02 o 0,04 o 0,08 m de grosor de material aislante. Se prefiere que las pérdidas de energía térmica a través del área superficial expuesta al ambiente de conductos y/o recipientes que contienen al menos una porción del medio de reacción de oxidación sean menores de aproximadamente 40 o 20 o 10 o 5 W/kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere limitar la refrigeración de al menos una porción del medio de reacción de oxidación por fluidos refrigerantes de uso general, por ejemplo agua y aire, a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor, de tal modo que la eliminación de energía térmica sea menor de aproximadamente 100 o 10 o 0,1 o 0,01 W/kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Para conseguir dichas grandes cantidades de vapor en el efluente gaseoso de reacción, los inventores han descubierto además que se prefiere que las alimentaciones al medio de reacción de oxidación sean lo más calientes que sea practicable, de nuevo a pesar de que dicha reacción de oxidación es altamente exotérmica y requiere una gran refrigeración. Se prefiere que la alimentación de oxidante a al menos un medio de reacción de oxidación sea aire comprimido, en la que se minimiza la refrigeración después de salir de la etapa final de compresión. Se prefiere que al menos aproximadamente un 50 o 70 o 90 o 99 % de la masa de dicho aire comprimido alcance un medio de reacción de oxidación a una temperatura de al menos aproximadamente 60, 70, 80 o 90 °C. Se prefiere que al menos aproximadamente un 50 o 70 o 90 o 99 % de la masa de dicho aire comprimido alcance un medio de reacción de oxidación a una temperatura de al menos aproximadamente la temperatura de descarga del correspondiente compresor de aire menos 40 o 20 o 10 o 5 °C. Se prefiere aislar de tal modo que al menos aproximadamente un 50 o 70 o 90 o 95 % del área superficial expuesta al ambiente de conductos, recipientes y controles para suministrar dicho aire comprimido esté cubierta con al menos aproximadamente 0,005 o 0,01 o 0,02 o 0,04 m de grosor de aislamiento.

Se prefiere recuperar el disolvente del efluente gaseoso de reacción en al menos un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y devolverlo después a un medio de reacción de oxidación a una temperatura que sea superior a la temperatura ambiente y cercana a la temperatura del correspondiente medio de reacción. Es decir, se

- prefiere condensar los compuestos de hidrocarbilo del efluente gaseoso de reacción, deshidratarlos apropiadamente y devolverlos al medio de reacción sin que estén mucho más fríos que el efluente gaseoso. Más preferiblemente, este disolvente recuperado caliente se proporciona con cantidades limitadas de aporte de energía térmica a través de superficies límites conductoras aislantes de intercambio de calor. Como se da a conocer en otro lugar de la presente memoria, este resultado se consigue limitando apropiadamente la cantidad de energía térmica eliminada de dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere suministrar al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado a un medio de reacción de oxidación a una temperatura de menos de aproximadamente 200 o 190 o 180 o 170 °C, puesto que se prefiere no transferir energía térmica al disolvente recuperado a una temperatura mayor que la temperatura del medio de reacción de oxidación primario. Se prefiere suministrar al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado a un medio de reacción de oxidación a una temperatura de al menos aproximadamente la temperatura del efluente gaseoso de reacción menos de aproximadamente 80 o 40 o 20 o 10 °C. Se prefiere suministrar al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado a un medio de reacción de oxidación a una temperatura de al menos aproximadamente 60 o 90 o 120 o 140 °C. Se prefiere que al menos aproximadamente un 40 u 80 o 90 o 98 % del aporte de energía térmica neta a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación proceda directamente del flujo de entrada del efluente gaseoso de reacción sin transferencia de energía térmica a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor. Se prefiere que al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado salga de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación a una temperatura de al menos aproximadamente la temperatura del correspondiente efluente gaseoso de reacción menos de aproximadamente 80 o 40 o 20 o 10 °C, procesándose en el mismo usando un aporte de energía térmica a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor de menos de aproximadamente 100 o 30 o 10 o 3 kcal/kg de disolvente recuperado, que entra en el correspondiente medio de reacción con un aporte de energía térmica a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor de menos de aproximadamente 100 o 30 o 10 o 3 kcal/kg de disolvente recuperado. Se prefiere aislar de tal modo que al menos aproximadamente un 70 o 90 o 95 o 99 % del área superficial expuesta al ambiente de recipientes y/o conductos que contienen al menos una porción de disolvente recuperado esté cubierta con al menos aproximadamente 0,01 o 0,02 o 0,04 o 0,08 m de grosor de material aislante.
- 30 Se prefiere devolver el disolvente filtrado recuperado por filtración y lavado de TPA sólido a un medio de reacción de oxidación a temperatura elevada proporcionada por transferencia de energía térmica a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor. El disolvente filtrado es disolvente de la separación mecánica y/o lavado de TPA sólido de una suspensión densa. Es un medio para obtener disolvente filtrado la filtración y lavado de suspensión densa de TPA mediante cualquier medio conocido en la técnica de la filtración, pero todas las demás separaciones mecánicas conocidas en la materia se contemplan por los inventores para producir disolvente filtrado; por ejemplo: sedimentación por gravedad, centrifugas, hidroclones y similares.

- Antes de devolver a un medio de reacción de oxidación, se prefiere enfriar al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho disolvente filtrado a una temperatura de menos de aproximadamente 100 u 80 o 70 o 60 °C. Esto reduce provechosamente la solubilidad de TPA en la suspensión densa y reduce provechosamente la corrosividad del disolvente filtrado, de modo que pueden usarse materiales de construcción menos costosos para conductos, recipientes, bombas y otros equipos y controles comprendidos en el almacenamiento y procesamiento de disolvente filtrado. Los materiales de construcción adecuados para dicho disolvente filtrado enfriado comprenden diversos metales y aleaciones con resistencia a la corrosión moderada, tales como aceros inoxidable o aceros dúplex, como alternativas al titanio y otros metales y aleaciones altamente resistentes a la corrosión más costosos.

- Sin embargo, es más preferido proporcionar al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho disolvente filtrado a un medio de reacción de oxidación a una temperatura de entrada de al menos aproximadamente 60 o 90 o 120 o 140 °C. Se prefiere usar energía solar, energía térmica del efluente gaseoso y/o energía térmica de vapor de condensación a una presión de menos de aproximadamente 6.000 o 2.000 u 800 o 400 kPa absolutos para calentar aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho disolvente filtrado al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 o 60 °C antes de alimentar a un medio de reacción de oxidación. Se prefiere transferir esta energía térmica al disolvente filtrado a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor.

- 55 Se prefiere alimentar pX a un medio de reacción de oxidación a temperatura elevada. Se prefiere proporcionar al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicha alimentación de pX a un medio de reacción a una temperatura de entrada de al menos aproximadamente 60 o 90 o 120 o 140 °C. Se prefiere usar energía solar, energía térmica del efluente gaseoso y/o energía térmica de vapor de condensación a una presión de menos de aproximadamente 6.000 o 2.000 u 800 o 400 kPa absolutos para calentar aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 %

en peso de dicho pX al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 o 60 °C por encima de la temperatura de almacenamiento en bruto y/o ambiental antes de alimentar a un medio de reacción de oxidación. Se prefiere transferir esta energía térmica al pX a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor.

- 5 Separadamente o en combinación, las temperaturas de alimentación más calientes de aire comprimido, disolvente recuperado, disolvente filtrado y/o pX requieren suministrar un flujo líquido aumentado a un reactor de oxidación para mantener su equilibrio de energía para conseguir las temperaturas y presiones operativas preferidas. Con alimentaciones más calientes, se elimina más del calor de reacción como calor latente de vaporización del disolvente, en lugar de un calentamiento razonable de las alimentaciones, y sale del reactor de oxidación una
- 10 cantidad aumentada de alimentación de disolvente líquido como vapor de disolvente en el efluente gaseoso. Indeseablemente, suministrar cantidades aumentadas de alimentación de disolvente líquido requiere bombas, conductos y controles más costosos, junto con cantidades aumentadas de energía de bombeo.

- Para la compresión de aire ambiental, elevar las temperaturas de suministro al omitir un posrefrigerador aumenta a
- 15 menudo la cantidad de vapor de agua que entra en el proceso de oxidación, a menos que se proporcione un medio de desecación diferente de la refrigeración. Dicha agua añadida debe separarse dado el caso y expulsarse del proceso de oxidación junto con el agua de formación de TPA para mantener la composición de disolvente deseada. Además, cuando se expulsa dado el caso dicha agua añadida, tanto como vapor como líquido o sólido, se pierde simultáneamente a menudo cierta masa que contiene carbono adquirida, y se crea dado el caso una carga de agua
- 20 residual añadida según la técnica anterior. Por tanto, dicho vapor de agua entrante adicional al aire ambiental comprimido puede considerarse como doblemente indeseable, al crear una pérdida de carbono potencial y un aumento del agua residual.

- Sin embargo, al usar las invenciones dadas a conocer en otro lugar de la presente memoria para expulsar
- 25 cantidades aumentadas de agua en forma de vapor y usar cantidades coincidentes limitadas de COV como combustible en una DTO, los inventores han descubierto el beneficio positivo neto de dejar cantidades seleccionadas de vapor de agua en el aire ambiental comprimido usado para alimentación de oxidante. Por consiguiente, se prefiere que al menos aproximadamente un 70 u 80 o 90 o 95 % en peso de la alimentación de oxidante a al menos un medio de reacción de oxidación comprenda al menos aproximadamente 0,01 o 0,03 o 0,04 o
- 30 0,05 kg de agua por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación y menos de aproximadamente 0,12 o 0,10 o 0,08 o 0,07 kg de agua por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

- Después de salir de un medio de reacción de oxidación, más preferiblemente un medio de reacción de oxidación
- 35 primario, se prefiere usar al menos una porción del efluente gaseoso para generar una cantidad de trabajo de eje usando uno o más medios turboexpansores. Un medio turboexpansor, o simplemente turboexpansor, es una o más etapas de turboexpansión montadas en serie, opcionalmente con uno o más medios de calentamiento entre etapas. Se hace referencia en la presente memoria al efluente gaseoso que sale de la etapa de menor presión de un turboexpansor, antes de etapas de proceso adicionales, como efluente gaseoso del turboexpansor. Se prefiere
- 40 localizar al menos una etapa de turboexpansión de tal modo que esté ligada mecánicamente al menos a una etapa de compresión para suministro de oxidante de aire ambiental. Dicho ligamiento se proporciona convenientemente por un eje mecánico giratorio y/o caja de cambios.

- Para maximizar la energía de eje, es deseable minimizar la pérdida de presión y de energía térmica del efluente
- 45 gaseoso antes de entrar en un turboexpansor. Sin embargo, existen demandas conflictivas del consumo de energía de presión y temperatura para recuperar el disolvente y para eliminar cantidades apropiadas de agua en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. También, los requisitos de coste de capital para un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación aumentan en gran medida a las presiones reducidas preferidas para la salida de un medio turboexpansor, porque los volúmenes de efluente gaseoso se vuelven excesivamente grandes.

- 50 Como se da a conocer en la presente memoria, los inventores han descubierto combinaciones de rasgos que posibilitan y equilibran el consumo de energía de presión y temperatura del efluente gaseoso de reacción en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación frente a la recuperación de energía de eje del efluente gaseoso en un medio turboexpansor. Los descubrimientos y divulgaciones habilitantes de un medio de recuperación
- 55 de disolvente y/o deshidratación preferido están contenidos en otro lugar de la presente memoria. Antes de proceder a los mismos, se dan a conocer los aspectos preferidos concernientes a un medio turboexpansor.

Se dirige la atención a los intervalos de presión preferidos concernientes a los flujos de entrada a las etapas de turboexpansión. Se prefiere reducir la presión a la salida del efluente gaseoso de un medio de recuperación de

- disolvente y/o deshidratación en menos de aproximadamente 200 o 100 o 50 o 20 kPa de presión estática evaluada desde donde se forma el efluente gaseoso cerca de una superficie superior del medio de reacción. Se prefiere que la pérdida de presión de flujo por fricción a través de un medio de calentamiento opcional que proporciona energía térmica al efluente gaseoso entre la salida del medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y la entrada a un turboexpansor sea menor de aproximadamente 32 o 16 u 8 o 4 kPa. Se prefiere reducir la presión del efluente gaseoso a la entrada de una primera etapa de turboexpansión en menos de aproximadamente 200 o 100 o 50 o 20 kPa de presión estática evaluada desde donde se forma el efluente gaseoso cerca de una superficie superior del medio de reacción. Se prefiere que la presión a la entrada de al menos una etapa de turboexpansión sea de al menos aproximadamente 200 o 300 o 400 o 500 kPa absolutos. Se prefiere que la presión a la entrada de una primera etapa de turboexpansión sea de menos de aproximadamente 1.200 o 1.000 u 800 o 700 kPa absolutos. Se prefiere que la pérdida de presión de flujo por fricción en cualquier conducto entre etapas y etapa de proceso, tales como medios de intercambio de calor, sumada entre la entrada a una primera etapa de turboexpansión y la salida de la última etapa sea de menos de aproximadamente 64 o 32 o 16 u 8 kPa.
- 15 Aunque es deseable minimizar la distancia desde la salida del efluente gaseoso de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación a la entrada a un turboexpansor para minimizar la pérdida de energía térmica a través del aislamiento y la pérdida de energía de presión por pérdida de flujo por fricción, los inventores han descubierto que se prefiere localizar la entrada del efluente gaseoso a un turboexpansor a menos de aproximadamente 40 o 30 o 20 o 10 m medidos hacia arriba desde el nivel circundante. Esto maximiza la reconversión de la altura de elevación del efluente gaseoso en presión estática a la entrada del turboexpansor, puesto que la elevación del efluente gaseoso que sale del medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación puede ser mayor de 50 m sobre el nivel.

- Para una mayor recuperación de energía de eje, se prefiere minimizar la contrapresión en un turboexpansor. La contrapresión reducida ayuda a maximizar la recuperación de energía de eje con un turboexpansor maximizando la relación de descompresión y el volumen de gas de salida. Sin embargo, el efluente gaseoso de turboexpansor de la presente invención tiene otras necesidades conflictivas. Como poco, debe proporcionarse presión para el flujo a través de conductos, controles y diversos equipos, que a menudo comprenden un medio de condensación y un medio de tratamiento ambiental, antes de liberar al entorno ambiental. Producir efluente gaseoso de turboexpansor a presiones menores causa considerables dificultades en los diseños y coste de capital en estos procesos posteriores. Está indicada una mayor presión para el efluente gaseoso de turboexpansor para facilitar condensar las cantidades preferidas de agua y COV, especialmente en aquellos diseños de proceso que prefieren condensar (sustancialmente) "todo" el vapor de agua en el efluente gaseoso de expansor. A presiones menores, condensar las porciones apropiadas de vapor de agua y COV del efluente gaseoso de turboexpansor es difícil o imposible de conseguir usando fluidos de refrigeración de uso general a temperaturas casi ambientales, y refrigerar los fluidos de refrigeración de uso general es indeseable para dichas altas cargas de calor. También, se reduce el tamaño físico requerido para el medio de intercambio de calor si se retiene más presión en el efluente gaseoso de turboexpansor, debido a coeficientes de intercambio de calor mejorados, a un diferencial de temperatura mejorado con cualquier temperatura de suministro de fluido de refrigeración de uso general dada y a gestionar las velocidades, caída de presión y distribución de flujo en dicho medio de intercambio de calor. Incluso después de condensar la mayoría, o incluso la mayor parte del vapor de agua y COV, las menores presiones para el efluente gaseoso de turboexpansor siguen significando tamaños mayores para los conductos, controles y equipos adicionales posteriores. Además, algunos diseños de proceso prefieren usar efluente gaseoso de expansor o efluente gaseoso de condensador para conducir el producto en polvo TPA, y esto puede causar otra necesidad de contrapresión de turboexpansor aumentada.

- Según un aspecto de la presente invención, los inventores han descubierto que los diseños dados a conocer para conductos, controles, medios de intercambio de calor, medios de DTO y medios de lavado de efluente gaseoso posibilitan las siguientes condiciones de presión preferida a la salida del turboexpansor de efluente gaseoso. Se prefiere que la presión del efluente gaseoso de turboexpansor sea menor de aproximadamente 90 o 60 o 40 o 30 kPa relativos. Se prefiere que la presión del efluente gaseoso de turboexpansor sea de al menos aproximadamente 5 o 10 o 15 o 20 kPa relativos, proporcionando este aspecto suficiente energía de presión para hacer fluir el efluente gaseoso de turboexpansor a través de los conductos, controles y equipos dados a conocer y que comprenden condensador, desnebulización de condensado y desnebulización, DTO y lavador de efluente gaseoso, aunque no comprenden una etapa de recompresión antes de liberación al entorno ambiental.

Según otro aspecto de la presente invención, se prefiere minimizar adicionalmente la contrapresión del turboexpansor minimizando el uso de presión posterior como anteriormente y proporcionando también una etapa de recompresión del efluente gaseoso localizada después del medio de intercambio de calor condensador, en el que se

elimina al menos aproximadamente un 10 o 20 o 40 u 80 % en peso del vapor de agua presente en el efluente gaseoso de turboexpansor como agua líquida. Los inventores han descubierto que, aunque se ventile el vapor de agua al entorno ambiental según las invenciones de la presente memoria, la eliminación eficaz del vapor de agua del efluente gaseoso según las invenciones posibilita en la presente memoria una etapa de recompresión para el efluente gaseoso restante que requiere provechosamente menos energía que el aumento de energía proporcionado por la mayor descompresión en el turboexpansor anterior. Además, es más preferible localizar un medio de separación de vapor/líquido entre un medio condensador de efluente gaseoso y la entrada a un medio de recompresión (véase en otro lugar de la presente memoria las divulgaciones y denominaciones para el efluente gaseoso de condensador y el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido). Cuando se usa recompresión del efluente gaseoso, se prefiere recomprimir el efluente gaseoso de condensador, más preferiblemente el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido, al menos aproximadamente 5 o 10 o 20 o 30 kPa. Cuando se usa recompresión del efluente gaseoso, se prefiere recomprimir el efluente gaseoso de condensador, más preferiblemente el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido, menos de aproximadamente 90 u 80 o 70 o 60 kPa. Cuando se usa recompresión del efluente gaseoso, se prefiere que la presión del efluente gaseoso que sale de la etapa de menor presión de un turboexpansor sea menor de aproximadamente 30 o 20 o 10 o 0 kPa relativos. Cuando se usa recompresión de efluente gaseoso, se prefiere que la presión del efluente gaseoso que sale de la etapa de menor presión de un turboexpansor sea de al menos aproximadamente -90 o -60 o -40 o -30 kPa relativos. Cuando se usa recompresión de efluente gaseoso, se prefiere localizar al menos una etapa de recompresión de tal modo que esté ligada mecánicamente al menos a una etapa de turboexpansor y/o al menos a una etapa de compresión para el suministro de oxidante del aire ambiental. Dicho ligamiento se proporciona convenientemente por un eje mecánico giratorio y/o caja de cambios.

Se dirige ahora la atención a las temperaturas preferidas para la entrada de efluente gaseoso a un medio turboexpansor o, si se proporciona opcionalmente, a la entrada a un medio precalentador de efluente gaseoso dispuesto después de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y antes de dicho medio turboexpansor. Se prefiere que la temperatura a la entrada de la primera etapa de turboexpansión sea de al menos aproximadamente 110 o 120 o 130 o 135 °C, evaluada antes de cualquier medio de precalentamiento de efluente gaseoso opcionalmente dispuesto más adelante de un primer medio turboexpansor. Se prefiere que la temperatura a la entrada de la primera etapa de turboexpansión sea de menos de aproximadamente 190 o 175 o 165 o 155 °C, evaluada antes de cualquier medio de precalentamiento de efluente gaseoso dispuesto más adelante de un primer medio turboexpansor. Se prefiere que la reducción de temperatura evaluada desde donde se forma el efluente gaseoso de reacción cerca de una superficie superior del medio de reacción a donde el efluente gaseoso entra en un primer medio turboexpansor sea una reducción de menos de aproximadamente 50 o 40 o 30 o 25 °C, evaluada antes de cualquier medio de precalentamiento de efluente gaseoso opcionalmente dispuesto más adelante de un primer medio turboexpansor.

Aunque los turboexpansores de condensación que funcionan a o por debajo del punto de rocío de un fluido de trabajo son bien conocidos en la materia, ciertos constituyentes del efluente gaseoso de la presente invención causan una cantidad excesiva de erosión y corrosión para muchos materiales de construcción cuando se usan en un turboexpansor que funciona demasiado cerca del punto de rocío del efluente gaseoso. Se cree que los constituyentes corrosivos comprenden ácidos carboxílicos y/o bromo junto con agua y/o dióxígeno.

Por consiguiente, se prefiere funcionar a una temperatura a la salida de al menos una etapa de turboexpansión de al menos aproximadamente 5 o 10 o 20 o 25 °C por encima de la temperatura del punto de rocío del efluente gaseoso. Más preferiblemente, estos márgenes de temperatura del efluente gaseoso se mantienen a la salida de todas las etapas de turboexpansión. Dichas temperaturas se alcanzan mediante diversos medios que comprenden limitar la eficacia mecánica de un turboexpansor, añadir energía térmica al efluente gaseoso entre la salida de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y la salida de un turboexpansor y/o limitar la reducción de presión a través de un turboexpansor.

Sin embargo, una vez se evita suficientemente el punto de rocío, los inventores han descubierto que a menudo es indeseable con respecto al coste de capital y al coste operativo hacer funcionar la invención actual con demasiado sobrecalentamiento en el efluente gaseoso de turboexpansor. Por consiguiente, se prefiere funcionar a una temperatura a la salida de al menos una etapa de turboexpansión y a la entrada de un condensador de efluente gaseoso de menos de aproximadamente 150 o 120 o 90 o 60 °C por encima del punto de rocío local.

Un turboexpansor menos eficaz requiere menos energía térmica añadida para asegurar que la temperatura de salida del turboexpansor permanece en el intervalo de punto de rocío preferido. Cuando se elimina menos entalpía del fluido de trabajo y se convierte en energía mecánica, la temperatura de salida del turboexpansor es inherentemente

mayor. Dependiendo de los costes relativos del calor térmico y los costes de la energía eléctrica, mejorar la eficacia mecánica de la turbina puede ser perjudicial o beneficioso para un coste optimizado. Los inventores han descubierto que cuando el coste unitario de la energía térmica suministrada es menos de aproximadamente 0,3 veces el coste de la energía eléctrica expresado en las mismas unidades, se prefiere entonces maximizar la eficacia mecánica del turboexpansor y usar un aporte de energía térmica adicional para obtener el intervalo de punto de rocío deseado a la salida del expansor. Esto es menor eficacia de lo que un ciclo generador de energía eléctrica puede conseguir, por ejemplo, a una relación de al menos aproximadamente 0,5 de provisión de energía mecánica a aporte de energía térmica, así que el uso del aporte de energía térmica al efluente gaseoso podría parecer desacertado en comparación con el trabajo de eje conseguido. Sin embargo, la cuestión de evitar el punto de rocío significa que el aporte de energía térmica gradual puede acoplarse con la eficacia mejorada en el expansor y/o la descompresión aumentada en el mismo para conseguir una mejora global notable de la recuperación de energía. Por tanto, se prefiere que la eficacia mecánica de un turboexpansor empleado en la presente invención sea de al menos aproximadamente un 65 o 75 u 80 u 85 % de la provisión de trabajo de eje máxima para conseguir una expansión isentrópica ideal del fluido de trabajo efluente gaseoso.

Para aumentar la provisión de energía mecánica de un turboexpansor, especialmente con respecto a mantener la temperatura de salida en un intervalo preferido respecto al punto de rocío usando un turboexpansor de alta eficacia, se prefiere proporcionar las siguientes cantidades de energía térmica al efluente gaseoso entre la salida de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y la entrada a un turboexpansor y/o en una posición entre etapas en un turboexpansor multietapas: al menos aproximadamente 100 o 200 o 300 o 350 W/kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación; menos de aproximadamente 1.000 u 800 o 600 o 500 W/kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación; al menos aproximadamente 10 o 20 o 30 o 40 W/kg de efluente gaseoso de turboexpansor; menos de aproximadamente 100 o 90 u 80 o 70 W/kg de efluente gaseoso de turboexpansor; una elevación de la temperatura del efluente gaseoso por el aporte de energía térmica de al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 o 60 °C y una elevación de temperatura del efluente gaseoso por el aporte de energía térmica de menos de aproximadamente 250 o 200 o 150 o 100 °C.

Dichas cantidades de energía térmica se suministran mediante un medio de intercambio de calor que comprende superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor, que comprenden preferiblemente diversos metales y aleaciones metálicas resistentes a la corrosión como es conocido en la materia. Preferiblemente, la energía térmica se suministra por un fluido de trabajo caliente, más preferiblemente vapor que se condensa formando una porción de condensado de agua líquida. Además, los inventores dan a conocer que se prefiere formar al menos una porción de vapor reevaporado de menor presión a partir del condensado formado en un medio de intercambio de calor de efluente gaseoso, y usar al menos una porción de dicho vapor reevaporado en al menos un medio de intercambio de calor en otro lugar de un proceso de producción de TPA, por ejemplo, calentando una porción de xileno, disolvente recuperado, disolvente filtrado, TPA sólido y/o efluente gaseoso.

Opcionalmente, dichas cantidades de energía térmica se suministran oxidando un combustible con dióxigeno y combinando directamente los productos de reacción calientes con el efluente gaseoso. Dichos productos de reacción calientes se reciben en una localización entre la salida de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y la entrada a un turboexpansor y/o en una posición entre etapas de un turboexpansor multietapa. Preferiblemente, dicho combustible comprende enlaces hidrocarbilo. Más preferiblemente, dicho combustible comprende un alcohol, acetato y/o hidrocarburo. Aún más preferiblemente, dicho combustible comprende principalmente metanol, etanol, metano, propano, butano y/o fueloil. Lo más preferiblemente, dicho combustible comprende al menos aproximadamente un 50 o 70 o 90 o 95 % en peso de metano.

Preferiblemente, se proporciona una porción de aire ambiental comprimido para oxidar dicho combustible, puesto que el efluente gaseoso de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación es a menudo relativamente pobre en dióxigeno y rico en vapor de agua. Más preferiblemente, se proporciona preferiblemente al menos aproximadamente un 50 o 70 o 90 o 100 % en peso de la cantidad estequiométrica de dióxigeno de aire ambiental comprimido alimentado a una zona de reacción de oxidación para dicho combustible. La cantidad estequiométrica de dióxigeno es la cantidad mínima requerida para la conversión completa del combustible suministrado en agua y dióxido de carbono. Aún más preferiblemente, se proporciona menos de al menos aproximadamente un 300 o 200 o 150 o 120 % en peso de la cantidad estequiométrica de dióxigeno de aire ambiental comprimido alimentado a una zona de reacción de oxidación para dicho combustible. Preferiblemente, la temperatura máxima para oxidar dicho combustible es de al menos aproximadamente 300 o 400 o 600 u 800 °C. Preferiblemente, no se usa un catalizador de oxidación para promover la oxidación de al menos aproximadamente un 10 o 50 u 80 o 95 % en peso de dicho combustible. Preferiblemente, al menos aproximadamente un 10 o 50 u 80 o 95 % en peso de los COV en el efluente gaseoso que sale de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación no se queman antes de

salir de la última etapa de un turboexpansor.

Aparte de aumentar la temperatura y presión a la entrada de un turboexpansor, los inventores han descubierto que las divulgaciones de la presente memoria son también preferidas para aumentar la masa de vapor de agua que alcanza la entrada de al menos un medio turboexpansor. Estas composiciones están habilitadas por las divulgaciones de la presente memoria concernientes al diseño y operación de un medio de reacción de oxidación primario, de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y de los conductos conectores. Se prefiere que la composición de efluente gaseoso que fluye en al menos una etapa de turboexpansión comprenda al menos aproximadamente 3,0 o 3,3 o 3,5 o 3,6 kg de agua por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que la composición de efluente gaseoso que fluye en al menos una etapa de turboexpansión comprenda al menos aproximadamente 0,38 o 0,42 o 0,44 o 0,46 kg de agua por kg de efluente gaseoso en la misma localización. Se prefiere que el flujo másico de efluente gaseoso a la entrada de al menos una etapa de turboexpansión sea de al menos aproximadamente 6,9 o 7,3 o 7,6 o 7,8 kg por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Se vuelve ahora la atención a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Es generalmente deseable maximizar la recuperación del efluente gaseoso de reacción de compuestos vaporizados que contienen al menos un enlace hidrocarbilo, denominados en la presente memoria "compuestos orgánicos volátiles" y "COV". Si no se recuperan del efluente gaseoso, estos compuestos se liberan indeseablemente en el entorno ambiental o, más preferiblemente, se convierten mayoritariamente en vapor de agua y dióxido de carbono en una DTO. Aunque el vertido de la DTO es más benigno ambientalmente, la pérdida de COV de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación sigue siendo un coste operativo.

Más específicamente, es generalmente deseable limitar las pérdidas de pX, ácido acético y acetato de metilo en el efluente gaseoso que entra en una DTO. Dicha minimización de pérdidas está influida por diversos procedimientos mecánicos en el medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, pero la separación se controla en última instancia por la termodinámica y el gasto de energía en el sistema de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Generalmente, mayores gastos de energía pueden proporcionar menores pérdidas de COV. Dichos gastos de energía dan como resultado menores temperaturas y/o mayores relaciones de reflujo en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación.

Sin embargo, los inventores han descubierto que aumentar intencionadamente las pérdidas de compuestos orgánicos volátiles por encima de su mínimo básico da como resultado una economía del proceso global mejorada cuando se integra con las necesidades de combustible de una DTO y la recuperación de potencia de eje de un turboexpansor.

Por consiguiente, se prefiere controlar la eliminación de energía y pérdidas de energía de al menos un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación procesando el efluente gaseoso de reacción como se da a conocer en la presente memoria. Se prefiere que la temperatura de al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del efluente gaseoso que sale de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación se reduzca menos de aproximadamente 50 o 40 o 30 o 25 °C, evaluada desde donde se forma el efluente gaseoso de reacción cerca de una superficie superior de un medio de reacción. Se prefiere aislar al menos aproximadamente un 70 o 90 o 95 o 99 % del área superficial expuesta al ambiente de conductos, recipientes y controles comprendidos en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación con al menos aproximadamente 0,01 o 0,02 o 0,04 o 0,08 m de grosor de material aislante, a pesar de que se liberan dado el caso vastas cantidades de energía térmica al entorno ambiental después de un turboexpansor. Se prefiere que las pérdidas de energía térmica a través del área superficial expuesta al ambiente de conductos y/o recipientes comprendidos en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación sean de menos de aproximadamente 40 o 20 o 10 o 5 W/kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Se prefiere limitar la recuperación de energía térmica de tal modo que se eliminen menos de aproximadamente 1.000 o 100 o 1 o 0,1 W de energía térmica por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación de los fluidos del proceso mediante superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor localizadas desde donde se forma el efluente gaseoso de reacción cerca de una superficie superior de un medio de reacción y hasta que ha pasado al menos aproximadamente un 80 o 90 o 95 o 99 % en peso del dinitrógeno del mismo a través del medio turboexpansor. Algunos diseños conocidos para la recuperación de energía del efluente gaseoso de reacción comprenden condensar y recuperar el disolvente mediante extracción de energía térmica a través de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor para calentar y/o vaporizar fluidos de uso general antes de pasar el efluente gaseoso a través de un turboexpansor. Se usan entonces los fluidos de uso

general para la generación de energía de eje y/o la transferencia de energía térmica a otras etapas. Los fluidos de transferencia de calor y/o refrigerantes de uso general ejemplares comprenden agua líquida y/o en vapor, hidrocarburo alifático ligero líquido y/o en vapor y/o aire.

5 Se prefiere hacer funcionar un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación sin añadir un compuesto de separación azeotrópica. Los compuestos de destilación azeotrópica ejemplares comprenden acetato de n-butilo y/o acetato de n-propilo. Se prefiere hacer funcionar un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación con la adición neta de menos de aproximadamente 0,1 o 0,01 o 0,001 o 0,0001 kg de compuestos de destilación azeotrópica por kg de disolvente recuperado del efluente gaseoso de reacción.

10

Se prefiere que un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación de la presente invención comprenda un medio de destilación de alta eficacia que procesa al menos aproximadamente un 80 o 90 o 95 o 99 % en peso de los gases no condensables y/o dinitrógeno presentes en el efluente gaseoso de reacción. Se prefiere que dicho medio de destilación comprenda al menos aproximadamente 20 o 25 o 30 o 35 etapas ideales de separación. Se prefiere

15

que la pérdida de presión de flujo por fricción del efluente gaseoso a través de dicho medio de destilación sea de menos de aproximadamente 60 o 40 o 20 o 10 kPa. Se prefiere que cualquier bandeja de destilación sea de un diseño de baja caída de presión de menos de aproximadamente 1,2 o 0,9 o 0,7 o 0,5 kPa por bandeja, a pesar de que esto limita indeseablemente la regulación operativa de dichas bandejas. Es más preferido usar un empaquetado estructurado como es conocido en la materia, a pesar de la necesidad de una costosa metalurgia resistente a la

20

corrosión y también a la inflamabilidad potencial de algunos materiales que comprenden titanio. Se prefiere construir dichos medios de destilación usando al menos dos diámetros de recipiente diferentes, en los que el diámetro horizontal máximo de una sección superior es menos de aproximadamente 1,0 o 0,96 o 0,92 o 0,90 veces el diámetro horizontal máximo que está presente a lo largo de al menos aproximadamente 4 m de altura en una sección inferior, y procesando al menos aproximadamente un 80 o 90 o 95 o 99 % en peso del dinitrógeno en el

25

efluente gaseoso de reacción.

Después de salir de un turboexpansor, se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso se enfríe en al menos un medio de intercambio de calor, denominado en la presente memoria un condensador de efluente gaseoso,

30

produciendo así un líquido, denominado en la presente memoria reflujo, y que comprende esencialmente agua, al menos una porción del cual se alimenta a dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que los diversos intervalos preferidos de temperatura, presión y/o composición a la entrada del condensador de efluente gaseoso sean iguales que a la salida de la etapa final de un turboexpansor. Se prefiere que la pérdida de presión de flujo por fricción del efluente gaseoso sea menor de aproximadamente 16 o 12 u 8 o 4 kPa en dicho condensador de efluente gaseoso. Cuando se funciona sin etapa de recompresión de efluente gaseoso, se prefiere

35

que la presión del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso sea de al menos aproximadamente 2 o 8 o 12 o 16 kPa relativos. Cuando se funciona sin una etapa de recompresión de efluente gaseoso, se prefiere que la presión del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso sea menor de aproximadamente 60 o 50 o 40 o 30 kPa relativos. Cuando se funciona con una etapa de recompresión de efluente gaseoso opcional, se prefiere que la presión del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso sea de al menos aproximadamente -80 o -70 o -60 o -50 kPa relativos. Cuando se funciona con una etapa de recompresión de efluente gaseoso opcional, se prefiere que la presión del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso sea menor de aproximadamente 10 o 0 o -10 o -20 kPa relativos. Se prefiere que la temperatura del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso sea de al menos aproximadamente 30 o 40 o 50 o 60 °C. Se prefiere que la temperatura del efluente gaseoso que sale de

40

dicho condensador de efluente gaseoso sea menor de aproximadamente 110 o 100 o 90 u 80 °C. Se prefiere que la temperatura del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso se reduzca al menos aproximadamente 10 o 20 o 30 o 35 °C por debajo de la temperatura de salida del turboexpansor. Se prefiere que la temperatura del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso se reduzca menos de aproximadamente 100 u 80 o 70 o 60 °C por debajo de la temperatura de salida del expansor. Se prefiere eliminar

45

una energía térmica menor de aproximadamente 3.100 o 2.900 o 2.700 o 2.500 W en dicho condensador de efluente gaseoso por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción. Se prefiere eliminar una energía térmica de al menos aproximadamente 1.600 o 1.800 o 2.000 o 2.100 W en dicho condensador de efluente gaseoso por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

50

La cantidad y temperatura de reflujo se seleccionan y controlan para maximizar el vapor de agua que entra en un turboexpansor en equilibrio con minimizar la pérdida de COV en el efluente gaseoso que sale del condensador. Se prefiere que el flujo del reflujo a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación comprenda al menos aproximadamente 7,0 u 8,0 u 8,5 o 9,0 kg de agua líquida por kg de agua de la formación de TPA producida en reactores de oxidación servidos por dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el

55

La cantidad y temperatura de reflujo se seleccionan y controlan para maximizar el vapor de agua que entra en un turboexpansor en equilibrio con minimizar la pérdida de COV en el efluente gaseoso que sale del condensador. Se prefiere que el flujo del reflujo a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación comprenda al menos aproximadamente 7,0 u 8,0 u 8,5 o 9,0 kg de agua líquida por kg de agua de la formación de TPA producida en reactores de oxidación servidos por dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el

flujo del reflujo a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación comprenda menos de aproximadamente 12,0 u 11,0 o 10,5 o 10,0 kg de agua líquida por kg de agua de formación de TPA producida en reactores de oxidación servidos por dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el flujo del reflujo a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación comprenda al menos aproximadamente 0,70 o 0,75 o 0,79 o 0,82 kg de agua líquida por kg de vapor de agua que sale de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el flujo del reflujo a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación comprenda menos de aproximadamente 0,98* o 0,96 o 0,92 o 0,90 kg de agua líquida por kg de vapor de agua que sale del medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación). (*Cuando se funciona con combustión directa opcional, se forma más masa de agua por la combustión del combustible). Se prefiere que la temperatura del reflujo alimentado a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación sea de al menos aproximadamente 40 o 50 o 55 o 60 °C. Se prefiere que la temperatura del reflujo alimentado a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación se enfríe menos de 40 o 30 o 20 o 10 °C por debajo de la temperatura del vapor de agua que sale del condensador de efluente gaseoso.

15 Los inventores observan que disponer un condensador de efluente gaseoso a dicha baja presión según la presente invención aumenta en gran medida el volumen de efluente gaseoso a la entrada y salida de un condensador. A menos que se usen conductos de diámetro inhabitualmente grande, las velocidades de flujo y caída de presión por fricción son inaceptables. Por consiguiente, se prefiere que los conductos de efluente gaseoso entre una salida de turboexpansor y una entrada a condensador de efluente gaseoso tengan diámetros de al menos aproximadamente 1,2 o 1,5 o 1,8 o 2,1 m, que son bastante grandes para conductos de un proceso a presión compuestos de diversos costosos metales y aleaciones metálicas resistentes a la corrosión. Para aminorar el diámetro y coste del conducto, se prefiere que la velocidad superficial del efluente gaseoso en conductos entre una salida de turboexpansor y una entrada a condensador de efluente gaseoso sea de al menos aproximadamente 30 o 40 o 50 o 60 m/s. Estas son velocidades de conducto inhabitualmente rápidas para la erosión, especialmente para un gas de proceso corrosivo cercano a su punto de rocío, y se requiere un control cuidadoso frente al punto de rocío. A la salida de un condensador de efluente gaseoso, cierta presencia de gotas líquidas aumenta el potencial de erosión y corrosión, y se prefiere limitar las velocidades superficiales en estos conductos a menos de aproximadamente 30 o 25 o 20 o 15 m/s hasta que entrar en un medio separador de vapor/líquido para eliminación de líquido, como se da a conocer en otro lugar de la presente memoria.

30 Los inventores observan también que hacer funcionar un condensador de efluente gaseoso a baja presión según la presente invención fuerza el uso de una temperatura de proceso más baja para condensar la cantidad requerida de reflujo. La temperatura de proceso más baja se aproxima más a la temperatura del fluido refrigerante, y la menor presión del proceso causa un coeficiente de transferencia de calor de película reducido por el lado del proceso.

35 Todos los factores fuerzan un área aumentada de superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor que comprenden típicamente diversos costosos metales y aleaciones metálicas resistentes a la corrosión.

Los retos de diseño y costes de un condensador de efluente gaseoso de la presente invención se amplían aún más cuando se expulsan las cantidades preferidas de vapor de agua al entorno ambiental según algunos aspectos de la presente invención. Expulsar las cantidades seleccionadas de vapor de agua introduce el requisito de controlar intencionadamente la cantidad de energía eliminada en un condensador de efluente gaseoso, incluso cuando se funciona con superficies límite conductoras aislantes nuevas o no obstruidas, con menores rendimientos de flujo másico y/o cargas de energía cuando se produce TPA a velocidades de producción reducidas, y a temperaturas variables del medio de refrigeración como es a menudo el caso, por ejemplo, debido a cambios ambientales diurnos y estacionales.

Es un reto particular para controlar un medio condensador de efluente gaseoso que la mayoría de sistemas de torre de agua refrigerante contienen cantidades de sólidos disueltos que se concentran en gran medida por la refrigeración evaporativa con aire ambiental. Cuando se regula el flujo de dicha agua de refrigeración para controlar la temperatura de proceso de un condensador de efluente gaseoso, se eleva la temperatura del agua de refrigeración saliente. Si la temperatura de dicha agua de refrigeración se eleva demasiado, precipitan parte de los sólidos disueltos. Desgraciadamente, muchas aleaciones metálicas altamente resistentes a la corrosión se atacan y perforan rápidamente por corrosión crateriforme bajo dichos depósitos tuberculados. Por consiguiente, los inventores dan a conocer las siguientes realizaciones preferidas para un condensador de efluente gaseoso según la presente invención. Como se usa en la presente memoria, "efluente gaseoso de condensador" comprende efluente gaseoso en el que al menos una porción se ha procesado en al menos un condensador de efluente gaseoso.

Se prefiere que dicho condensador de efluente gaseoso productor de agua líquida comprenda refrigeración con aire, en el que el aire ambiental está en contacto con superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor que

- contienen dicho efluente gaseoso. Se prefiere usar ventiladores de tiro forzado para mover el flujo de aire a través de las superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor que contienen dicho efluente gaseoso. Se prefiere usar una velocidad de ventilador, separación de paletas del ventilador, rejilla de control del flujo de aire y/u otros medios de control del flujo del aire y/o temperatura del aire para ajustar la cantidad de refrigeración del efluente gaseoso en respuesta a al menos una variable de proceso; por ejemplo, temperatura y/o presión del efluente gaseoso de condensador; temperatura y/o caudal del líquido de condensador; composición química del efluente gaseoso de condensador y/o del condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo, análisis infrarrojo de la composición.
- 10 Es más preferido que dicho condensador de efluente gaseoso productor de agua líquida comprenda agua de refrigeración en contacto con superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor que contienen dicho efluente gaseoso. Se prefiere usar el caudal de agua de refrigeración, temperatura de entrada del agua de refrigeración y/o temperatura de salida del agua de refrigeración para ajustar la cantidad de refrigeración del efluente gaseoso en respuesta a al menos una variable de proceso, por ejemplo, temperatura y/o presión del efluente gaseoso de condensador; temperatura y/o caudal del líquido de condensador; composición química del efluente gaseoso de condensador y/o del condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo análisis infrarrojo de la composición. Se prefiere que al menos una porción del agua de refrigeración que sale de dicho medio de intercambio de calor refrigerado con agua tenga una temperatura de al menos aproximadamente 50 o 60 o 70 u 80 °C. Se prefiere que dicha agua de refrigeración comprenda agua enfriada mediante contacto directo con aire ambiental. Es más preferido que dicha agua de refrigeración sea "agua de refrigeración de bucle cerrado". Se prefiere que dicha agua de refrigeración de bucle cerrado comprenda una cantidad reducida de sólidos disueltos totales (SDT), por ejemplo, agua desionizada o condensado de vapor. Se prefiere retirar al menos una porción del calor de dicha agua de refrigeración de bucle cerrado en un medio de intercambio de calor que comprende agua de refrigeración de uso general enfriada por contacto directo con aire ambiental. Se prefiere eliminar menos una porción de calor de dicha agua de refrigeración de bucle cerrado en un medio de intercambio de calor de placa y armazón.

Opcionalmente, se prefiere retirar al menos una porción de la superficie límite conductora aislante de intercambio de calor de la operación de vez en cuando en respuesta a al menos una variable de proceso, por ejemplo, temperatura y/o presión del efluente gaseoso de condensador; temperatura y/o caudal del líquido de condensador; composición química del efluente gaseoso de condensador y/o el condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo, análisis infrarrojo de la composición. Dicha porción de superficie se retira de la operación eliminándola del contacto con el flujo de efluente gaseoso y/o el flujo de fluido de refrigeración de uso general.

Es un modo opcional de controlar la cantidad de energía eliminada en un condensador de efluente gaseoso desviar una porción del efluente gaseoso de turboexpansor alrededor de dicho condensador, como se da a conocer en el documento US 6.504.051, cuya divulgación completa se incorpora a la presente memoria como referencia. Sin embargo, dicho desvío de gas crea nuevos problemas aunque resuelva la necesidad de ajustar y controlar la eliminación de energía. En primer lugar, dicho desvío afecta íntimamente al equilibrio de masas así como al equilibrio de energía, debido a que el vapor de disolvente no se condensa fácilmente del efluente gaseoso desviado. Si se desvía demasiado o demasiado poco gas buscando satisfacer el equilibrio de energía, se altera el equilibrio de agua para el sistema de recuperación de disolvente, volviendo el disolvente recuperado demasiado húmedo o demasiado seco; y existe también una alteración de la cantidad de COV enviada hacia liberación al ambiente y/o DTO. En segundo lugar, es deseable recombinar el efluente gaseoso de condensador y el efluente gaseoso desviado para tratamiento en un medio de tratamiento ambiental compartido común. Sin embargo, dicha recombinación es problemática porque se crea típicamente una niebla de aerosol cuando se combina un flujo de gas saturado con líquido más frío con un gas saturado con líquido más caliente. Dicho aerosol se demuestra peligroso con respecto a la corrosión crateriforme en conductos y equipos, porque el aerosol tiende a acumularse como gotas sobre las superficies más frías y/o menos turbulentas. Es difícil conseguir una eliminación rápida de dicho aerosol de un flujo de proceso a alta velocidad limitando la caída de presión y/o aporte de energía térmica, a pesar de que dicha niebla puede coalescer fácilmente precipitando gotas líquidas cuando se proporcionan tiempos de separación más largos.

Por consiguiente, los inventores han descubierto las siguientes realizaciones preferidas de la presente invención. Después de salir de un turboexpansor, se desvía al menos una porción del gas efluente gaseoso alrededor de al menos un condensador de efluente gaseoso, formando un "efluente gaseoso desviado", usando uno o más de los siguientes aspectos preferidos. Se prefiere que dicho efluente gaseoso desviado se enfríe menos de aproximadamente 60 o 50 o 30 o 10 °C en un medio de intercambio de calor que comprende superficies límite conductoras aislantes de intercambio de calor antes de combinar con el efluente gaseoso que sale de un condensador de efluente gaseoso, que entra en una DTO y/o que se libera al entorno ambiental. Se prefiere que

dicho efluente gaseoso desviado sea al menos aproximadamente un 1 o 2 o 4 u 8 % en peso de todo el efluente gaseoso que sale de un turboexpansor. Se prefiere que dicho efluente gaseoso desviado sea menos de aproximadamente un 50 o 40 o 30 o 20 % en peso de todo el efluente gaseoso que sale de un turboexpansor. Se prefiere usar el caudal de dicho efluente gaseoso desviado para ajustar la cantidad de refrigeración del efluente gaseoso de condensador; temperatura y/o caudal del líquido de condensador; composición química del efluente gaseoso de condensador y/o condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo análisis infrarrojo de la composición. Se prefiere combinar dicho efluente gaseoso desviado con al menos una porción de efluente gaseoso que ha salido de un condensador de efluente gaseoso, formando un "efluente gaseoso mixto" antes de liberar al entorno ambiental. Se prefiere que un "medio de separación de vapor/líquido", que utiliza al menos uno de los siguientes rasgos, procese al menos una porción del efluente gaseoso de condensador, produciendo así un "efluente gaseoso de separación de vapor/líquido". Preferiblemente, se separa al menos aproximadamente un 10, 50, 98 o 99,9 % en peso del líquido que entra en dicho medio separador de vapor/líquido y sale mezclado con menos de aproximadamente un 50 o 95 o 99 o 99,8 % en peso de dinitrógeno de efluente gaseoso de una abertura del 80 o 60 o 40 o 10 % más bajo de la altura de dicho medio separador de vapor/líquido. Preferiblemente, al menos una porción de dicho medio separador de vapor/líquido está localizada a una elevación menor que al menos un condensador de efluente gaseoso que proporciona un flujo multifásico de gas más líquido a dicho medio separador de vapor/líquido. Preferiblemente, sale agua líquida de dicho medio separador de vapor/líquido de una abertura localizada por debajo de la entrada de flujo de un condensador de efluente gaseoso. Preferiblemente, la velocidad vertical superficial del efluente gaseoso en dicho medio separador de vapor/líquido es menor de aproximadamente 4 o 3 o 2 o 1 m/s en el plano de mayor diámetro horizontal. Preferiblemente, la velocidad horizontal superficial de efluente gaseoso en dicho medio separador de vapor/líquido es menor de aproximadamente 6 o 5 o 4 o 3 m/s en el plano de mayor diámetro vertical. Preferiblemente, el tiempo medio de residencia del efluente gaseoso en dicho medio separador de vapor/líquido es menor de aproximadamente 20 o 13 u 8 o 5 s. Preferiblemente, el tiempo medio de residencia del efluente gaseoso en dicho medio separador de vapor/líquido es de al menos aproximadamente 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 s. Preferiblemente, el tiempo medio de residencia del líquido en dicho medio separador de vapor/líquido es de al menos aproximadamente 0,5 o 2 o 4 u 8 minutos. Preferiblemente, el tiempo medio de residencia en dicho medio separador es menor de aproximadamente 60 o 48 o 24 o 12 minutos. Preferiblemente, está incluida en dicho medio separador de vapor/líquido al menos una superficie de impacto eliminadora de líquido distinta de las superficies límite aislantes a presión. Preferiblemente, el área superficial sólida en contacto con el efluente gaseoso que pasa a través de un medio separador de vapor/líquido es de al menos aproximadamente 0,0005 o 0,001 o 0,002 o 0,004 m² por kg de efluente gaseoso que sale de dicho medio separador de vapor/líquido. Preferiblemente, al menos una porción de efluente gaseoso que pasa a través de dicho medio separador de vapor/líquido entra en contacto con al menos aproximadamente 0,001 o 0,005 o 0,01 o 0,02 m² de área superficial sólida aislante sin presión por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Preferiblemente, se eliminan del efluente gaseoso de separador al menos aproximadamente un 70 u 80 o 90 % de las gotas líquidas presentes menores de al menos aproximadamente 500 o 200 o 75 o 25 μm presentes en el efluente gaseoso que entra en un medio separador de vapor/líquido. Los inventores dan a conocer que estos diversos rasgos preferidos de un medio separador de vapor/líquido son preferidos en un medio separador de vapor/líquido que procese efluente gaseoso de condensador con o sin efluente gaseoso desviado.

Se prefiere procesar al menos una porción del efluente gaseoso desviado a una DTO, que procesa también al menos una porción del efluente gaseoso que ha salido de un condensador de efluente gaseoso. Más preferiblemente, se combina al menos una porción del efluente gaseoso desviado con al menos una porción del efluente gaseoso de condensador, formando un efluente gaseoso mixto antes de entrar en una DTO. Lo más preferiblemente, se añade energía térmica para elevar la temperatura de dicho efluente gaseoso mixto antes de entrar en un medio de DTO. Este calentamiento reduce la condensación en los conductos, recipientes y otros recintos de efluente gaseoso y minimiza por tanto el coste de los materiales de construcción. Esta energía térmica puede añadirse en total o en parte a dicho flujo de efluente gaseoso mixto, a dicho flujo de efluente gaseoso desviado o a dicho flujo de efluente gaseoso salido de condensador. Se prefiere que la temperatura de dicho efluente gaseoso mixto sea al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 o 60 °C superior a la temperatura del efluente gaseoso que sale de dicho condensador de efluente gaseoso.

Los inventores dan a conocer que se prefiere añadir energía térmica para separar el vapor/líquido del efluente gaseoso según este aspecto, incluso sin efluente gaseoso desviado. Se prefiere localizar el condensador de efluente gaseoso y el medio separador de vapor/líquido como sigue; para equilibrar simultáneamente el coste de bombeo del agua de refrigeración a altas elevaciones, el coste de estructuras y soportes altos, y la provisión de elevación para posibilitar el flujo por gravedad de líquido condensado en y/o a través de un medio condensador de efluente gaseoso y/o separador de vapor/líquido. Se prefiere que la elevación de la superficie enfriada más baja de al menos un

condensador de efluente de gas sea menor de aproximadamente 50 o 30 o 20 o 10 m por encima de la elevación de la superficie del suelo. Se prefiere que la elevación de la superficie enfriada más alta de al menos un condensador de efluente de gas sea de al menos aproximadamente 6 o 9 o 12 o 15 m por encima de la elevación de la superficie del suelo. Se prefiere que la elevación de las existencias de líquido en un medio separador de vapor/líquido sea al menos aproximadamente 0,5 o 1 o 2 o 3 m por encima de la elevación de la superficie del suelo circundante. Se prefiere que elevación de las existencias de líquido en un medio separador de vapor/líquido sea menor de aproximadamente 20 o 15 o 10 o 5 m por encima de la elevación de la superficie del suelo.

En combinación con una recuperación de energía mejorada de un turboexpansor de efluente de gas y/o autocalentamiento de una DTO según las divulgaciones de la presente memoria, los inventores han descubierto un sorprendente beneficio de dejar cantidades aumentadas de vapor de agua en efluente gaseoso ventilado, a pesar de las mayores pérdidas de COV que acompañan a menudo de dichas cantidades aumentadas de vapor de agua. Por consiguiente, los inventores dan a conocer las siguientes realizaciones preferidas para "vapor de agua ventilado" presente en un efluente gaseoso de condensador, un efluente gaseoso de separador de vapor/líquido y/o un efluente gaseoso de entrada a DTO. Se prefiere que el vapor de agua ventilado sea menor de aproximadamente un 400 o 300 o 250 o 200 % en peso del agua de formación de TPA. Esto evita gastar demasiado calor de la reacción de oxidación en vaporizar agua líquida de una vez a través del ciclo de energía del turboexpansor, con los consiguientes costes de capital y operativos para tratamiento en una DTO, y sin el aumento acompañante del suministro de reflujo para un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el vapor de agua ventilado sea al menos aproximadamente un 100 o 110 o 130 o 150 % en peso del agua de formación de TPA. Para evitar una excesiva deshidratación del sistema de disolvente recuperado y alterar así las condiciones de la reacción de oxidación, se dan a conocer en la presente memoria las fuentes preferidas de la cantidad de agua que supera el agua de formación de TPA.

Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda al menos una porción de agua que ha entrado en el proceso con el suministro de oxidante, más preferiblemente aire ambiental comprimido. La cantidad preferida de vapor de agua que entra en el aire comprimido se da a conocer en otro lugar de la presente memoria. Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda al menos una porción de agua formada por la sobreoxidación de productos aromáticos y disolvente. Se prefiere que el vapor de agua ventilado comprenda al menos aproximadamente 0,05 o 0,10 o 0,15 kg de agua formada por sobreoxidación de productos aromáticos y disolvente por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que el vapor de agua ventilado comprenda menos de aproximadamente 0,05 o 0,04 o 0,03 kg de agua formada por sobreoxidación de productos aromáticos y disolvente por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda agua formada por la inyección de vapor a presión (al menos aproximadamente un 50, 90, 95 o 99 % en peso de agua, al menos aproximadamente a 110 o 140 o 180 o 220 °C) a un flujo de proceso que comprende disolvente líquido. Las aplicaciones preferidas comprenden vapor como fuente de energía térmica y como medio de purgado para conductos, orificios y equipos. Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda al menos una porción de agua usada para lavar los orificios de ventilación del proceso que posteriormente liberan gas al entorno ambiental. Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda al menos una porción de agua usada como auxiliar de separación azeotrópica en un proceso de purificación de disolvente y/o recuperación de catalizador que comprende las divulgaciones de la patente de EE.UU. n.º 4.939.297, el documento US 7.351.396 y la pub. de sol. de patente de EE.UU. n.º 2005-0038288.

Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda al menos una porción de agua formada por la oxidación de combustible cuando se usa opcionalmente para calentar el efluente gaseoso entre una salida de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y una salida de un turboexpansor.

Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación de TPA comprenda al menos una porción de agua procedente de un proceso de PET adyacente y que entra en el proceso de TPA antes de la salida de una DTO, más preferiblemente antes de la entrada en una DTO. Se prefiere que dicho proceso de PET esté localizado de tal modo que la distancia horizontal mínima desde dicho proceso de TPA sea menor de aproximadamente 1.800, 900, 300 o 100 m. Se prefiere que dicho proceso de PET forme al menos una porción de PET que use el producto TPA de dicho proceso de TPA. Se prefiere alimentar al menos una porción de dicho producto TPA a un medio de reacción de dicho proceso de PET adyacente al cabo de menos de aproximadamente 72 o 24 o 12 o 4 horas después de formarse a partir de para-xileno, para-tolualdehído y/o ácido para-tolúico. Se

prefiere que el agua procedente de dicho proceso de PET sea al menos aproximadamente 0,02 o 0,2 o 0,3 o 0,4 kg por kg de agua de formación de TPA. Se prefiere que el agua procedente de dicho proceso de PET sea menor de aproximadamente 1,1 o 0,9 o 0,7 o 0,6 kg por kg de agua de formación de TPA.

5 Se prefiere que la DTO se autoalimente por oxidación de los compuestos del efluente gaseoso que comprenden monóxido de carbono y COV, especialmente por oxidación de acetato de metilo. Se prefiere que el contenido de combustible del efluente gaseoso sea al menos aproximadamente un 60, 70, 80 o 90 % de todo el contenido de combustible que entra en la DTO. Se evalúa el contenido de combustible como el calor de las reacciones de oxidación que proporcionan productos en fase de vapor que comprenden vapor de agua y dióxido de carbono

10 gaseoso. Se prefiere que el contenido de combustible del efluente gaseoso sea menor de aproximadamente un 160 o 140 o 120 o 110 % del contenido mínimo de combustible necesario para hacer funcionar la DTO sin un medio de refrigeración, por ejemplo, calentamiento razonable de aire u otro gas/vapor y/o calentamiento razonable o latente de agua u otro líquido, tanto directamente mezclando masas como indirectamente a través de superficies conductoras aislantes de intercambio de calor.

15

Se prefiere que la DTO se alimente provechosamente, incluso predominantemente, con acetato de metilo de efluente gaseoso según las siguientes divulgaciones. El acetato de metilo es un subproducto conocido de la oxidación en fase líquida de pX a TPA en ácido acético. Son conocidas en la materia tecnologías para aislar acetato de metilo e hidrolizarlo después con agua, recuperando el disolvente ácido acético y el subproducto metanol del

20 vertido. Los inventores han descubierto que un sistema de síntesis de TPA eficaz, por ejemplo de los documentos US 20070293699 y US 20070208191, proporciona una reducción útil de la velocidad de formación neta de acetato de metilo. El componente de CO del efluente gaseoso tiene un poder calórico relativamente bajo, y el efluente gaseoso contiene a menudo cantidades relativamente pequeñas de MeBr y ácido acético. El acetato de metilo proporciona un contenido de combustible útil para una DTO para conseguir las temperaturas y eficacias de

25 descomposición requeridas de los contaminantes, incluyendo el acetato de metilo mismo. Si el contenido de combustible del efluente gaseoso es demasiado bajo, entonces deben suministrarse combustibles suplementarios, por ejemplo metano, metanol o fueloil, a la DTO para conseguir las temperaturas y eficacias de descomposición requeridas para los contaminantes.

30 Los inventores han descubierto los siguientes intervalos preferidos para acetato de metilo en efluente gaseoso de separador de vapor/líquido, intervalos que equilibran provechosamente el valor calórico del acetato de metilo en una DTO frente a los costes de capital y operativos de una supresión adicional de la formación de acetato de metilo y/o la recuperación de su contenido de ácido acético mediante separación e hidrólisis. Se prefiere que el contenido de acetato de metilo en el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido y/o efluente gaseoso que entra en una DTO

35 sea de al menos aproximadamente 0,003 o 0,005 o 0,007 o 0,008 kg por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que el contenido de acetato de metilo en el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido y/o efluente gaseoso que entra en una DTO sea menor de aproximadamente 0,030 o 0,025 o 0,020 o 0,015 kg por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que el acetato de metilo proporcione al menos aproximadamente un 20 o 30 o 40 o 50 % de todo el contenido de

40 combustible que entra en una DTO. En otra realización de la invención, se prefiere que el contenido de acetato de metilo y/o metanol en el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido y/o efluente gaseoso que entra en una DTO sea menor de aproximadamente 0,030 o 0,025 o 0,020 o 0,015 kg por g de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que el acetato de metilo proporcione al menos aproximadamente un 20 o 30 o 40 o 50 % de todo el contenido de combustible que entra en una DTO.

45

Se prefiere que el contenido de ácido acético de un efluente gaseoso de separador de vapor/líquido y/o efluente gaseoso que entra en una DTO sea menor de aproximadamente 0,005 o 0,004 o 0,003 o 0,002 kg por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que el contenido de monóxido de carbono en el efluente gaseoso de separador de vapor/líquido y/o efluente gaseoso que entra en una DTO sea

50 menor de aproximadamente 0,45 o 0,40 o 0,35 o 0,30 % en moles evaluado en base seca solo con compuestos gaseosos no condensables.

Sin embargo, es indeseable gastar demasiada energía, tanto combustible intrínseco en un efluente gaseoso como combustible añadido, en la DTO. Por lo tanto, se prefiere que la energía de combustión total liberada por una DTO

55 sea menor de 600 o 500 o 450 o 400 kJ por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Esta baja cantidad de calor de combustión requerida se consigue proporcionando una integración térmica eficaz entre el efluente gaseoso tratado caliente cerca de la salida de una DTO y el efluente gaseoso no tratado cerca de la entrada a dicha DTO, como es conocido en la materia por diversos medios.

El suministro de calor de combustión se controla apropiadamente con los procedimientos operativos y composiciones de efluente gaseoso dados a conocer en la presente memoria. Se prefiere que la DTO funcione a una temperatura interna máxima de al menos aproximadamente 200 o 400 o 600 u 800 °C. Se prefiere que al menos aproximadamente un 94 o 96 o 98 o 99 % en moles de los carbonos en el efluente gaseoso que entra en una DTO se oxiden a CO₂ antes de salir de la DTO. Lo más preferiblemente, DTO significa en todas las divulgaciones de la presente memoria un medio de oxidación térmica regenerativa (OTR).

Después de la eliminación y/o descomposición de los contaminantes monóxido de carbono y COV en el efluente gaseoso de reacción de oxidación, muchos escenarios requieren la eliminación sustancial de bromo del efluente gaseoso tratado. Esta reducción de bromo se realiza a menudo mediante lavado acuoso del efluente gaseoso tratado de un DTO, por ejemplo, lavado con líquido del efluente gaseoso usando una disolución acuosa de hidróxido de sodio y bisulfito de sodio, produciendo la sal bromuro de sodio. Con el tiempo, aumenta la concentración de diversas sales en el agua de lavado, y debe proporcionarse un purgado del vertido junto con un relleno de agua más pura. Preferiblemente, dicha agua de relleno de lavado de efluente gaseoso es agua filtrada. Más preferiblemente, dicha agua de relleno de lavado es agua desmineralizada, agua desionizada y/o condensado de vapor.

Los inventores han descubierto que dicho vertido de purgado líquido de lavado que comprende esencialmente agua se usa ventajosamente como agua para uso general, por ejemplo, agua de relleno de torre de refrigeración. Por consiguiente, se prefiere usar al menos aproximadamente 0,01 o 0,05 kg de agua de vertido líquida de lavado de efluente gaseoso por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación como agua de uso general, en lugar de descargar dicha agua de lavado a una unidad de tratamiento de agua residual y/o directamente al entorno ambiental. En otra realización de la invención, puede usarse cualquier agua de vertido obtenida de una instalación de producción que comprenda un medio de reacción de oxidación a una tasa de 0,01 a 0,05 kg de agua de vertido por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación como agua de uso general, en lugar de descargar el agua de uso general a una unidad de tratamiento de agua residual y/o directamente al entorno ambiental.

En una realización opcional y más preferida, la invención comprende combinar un efluente gaseoso de reacción de oxidación, incluyendo fuentes de reactor de oxidación primarias y secundarias, para procesamiento a través de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo combinados y compartidos.

Indeseablemente con respecto a la recuperación de energía, las presiones y temperaturas operativas de los medios de reacción secundarios son a menudo sustancialmente diferentes, a veces significativamente mayores, que en un medio de reacción primario y/o entre sí. La simple expansión de los efluentes gaseosos de reacción a mayor presión a través de una válvula de reducción de presión hasta un efluente gaseoso a menor presión disipa habitualmente una entropía significativa, causando una pérdida de la capacidad posterior de producir trabajo de eje. Sin embargo, la presente invención retiene provechosamente la entalpía en los efluentes gaseosos combinados a la entrada de un turboexpansor, y los flujos de efluente gaseoso combinados mezclan provechosamente los valores calóricos de CO y COV más adelante de una DTO.

Se prefiere procesar el efluente gaseoso de al menos dos medios de reacción distintos en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo compartido común. Se prefiere que al menos una porción de dichos medios de reacción distintos estén separados horizontalmente entre sí menos de aproximadamente 1.000 o 500 o 100 o 150 m. "Proceso integrado" significa que se combinan y procesan las corrientes de alimentación o producto de dos procesos/instalaciones diferentes usando al menos una pieza de equipo común seleccionada del grupo consistente en medio turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo.

Cuando se forma una mezcla de efluente gaseoso, se prefiere que la cantidad de todo el efluente gaseoso en la mezcla originario del medio de reacción de oxidación secundario sea mucho menor que la cantidad de todo el efluente gaseoso en la mezcla originario del medio de reacción de oxidación primario. En mezclas de efluente gaseoso primario y secundario, se prefiere que el efluente gaseoso procedente del medio de reacción de oxidación secundario comprenda menos de aproximadamente un 20 o 10 o 5 o 2 % en peso de la masa de efluente gaseoso combinado y menos de aproximadamente un 20 o 10 o 5 o 2 % en peso de la masa de dinitrógeno del efluente gaseoso combinado. En mezclas de efluente gaseoso primario y secundario, se prefiere que el efluente gaseoso procedente del medio de reacción de oxidación secundario comprenda al menos aproximadamente un 0,1 o 0,2 o 0,4 o 0,8 % en peso de la masa de efluente gaseoso combinado y menos de aproximadamente un 0,1 o 0,2 o 0,4 o 0,8 % en peso de la masa de dinitrógeno del efluente gaseoso combinado.

Se prefiere combinar al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del efluente gaseoso de reacción de al menos un medio de reacción de oxidación secundario con al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del efluente gaseoso de reacción de un medio de reacción de oxidación primario para procesar en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo compartido común. Se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso de dicho medio secundario se forme a una temperatura de al menos aproximadamente 160 o 175 o 190 o 200 °C. Se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso de dicho medio secundario se forme a una temperatura de menos de aproximadamente 250 o 240 o 230 o 220 °C. Se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso de dicho medio secundario se forme a una presión de al menos aproximadamente 700 o 1.000 o 1.300 o 1.600 kPa absolutos. Se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso de dicho medio secundario se forme a una presión de menos de aproximadamente 4.000 o 3.400 o 2.800 o 2.400 kPa absolutos.

Se prefiere combinar al menos una porción del efluente gaseoso de reacción de al menos dos medios de reacción de oxidación secundarios entre sí y con al menos una porción del efluente gaseoso de reacción de un medio de reacción de oxidación primario para procesar en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo compartido común. Se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso de al menos un medio secundario se forme a una temperatura de menos de aproximadamente 20 o 15 o 10 o 5 °C mayor que una porción de dicho efluente gaseoso de dicho medio de reacción de oxidación primario. Se prefiere que al menos una porción del efluente gaseoso de un medio secundario se forme a una temperatura al menos aproximadamente 10 o 15 o 25 o 35 °C mayor que una porción de dicho efluente gaseoso de dicho medio de reacción de oxidación primario y/o una porción de dicho efluente gaseoso de un medio de reacción de oxidación secundario distinto. Se prefiere que al menos una porción de dicho efluente gaseoso de un medio secundario se forme a una temperatura de menos de aproximadamente 20 o 15 o 10 o 5 °C diferente de una porción de dicho efluente gaseoso de un medio de reacción de oxidación secundario distinto. Se prefiere que al menos uno de dichos efluentes gaseoso de reacción proceda de un medio de reacción de oxidación secundario separado horizontalmente de una porción de dicho medio de reacción primario por menos de aproximadamente 6 o 20 u 8 o 2 m. Se prefiere que al menos uno de dichos efluentes gaseosos de reacción proceda de un medio de reacción de oxidación secundario separado horizontalmente de una porción de dicho medio de reacción primario por al menos aproximadamente 4 u 8 o 16 o 32 m.

Se prefiere procesar al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del dinitrógeno en el efluente gaseoso de reacción de al menos un medio de reacción de oxidación secundario combinado con al menos aproximadamente un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del dinitrógeno en el efluente gaseoso de un medio de reacción de oxidación primario en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo compartido común.

Las invenciones de la presente memoria se prefieren para un proceso que produce TPA bruto en que las impurezas de ácido monocarboxílico totales comprenden al menos aproximadamente 1.000 o 2.000 o 4.000 o 6.0000 ppm; que produce TPA purificado en que las impurezas de ácido monocarboxílico totales comprenden menos de aproximadamente 1.000 o 500 o 300 o 200 ppm; y que produce tanto TPA bruto como purificado simultáneamente en cualquier relación relativa. Las impurezas de ácido monocarboxílico comprenden principalmente ácido benzoico, ácido para-toluico y 4-carboxibenzaldehído.

Las invenciones de la presente memoria son más preferidas para producir TPA purificado con un color b* de menos de aproximadamente 4,0 o 3,5 o 3,0 o 2,5 unidades b*. El valor de b* como se usa en la presente memoria es un atributo de color medido en un instrumento espectroscópico tal como un instrumento Hunter Ultrascan XE (Hunter Associates Laboratory, Inc., 11491 Sunset Hills Road, Reston, VA 20190-5280, www.hunterlab.com) usando el modo de reflectancia. Las lecturas positivas significan el grado de amarillo (o absorbancia de azul), mientras que las lecturas negativas significan el grado de azul (o absorbancia de amarillo).

Las invenciones de la presente memoria se aplican a procesos que convierten m-xileno (mX) en ácido isoftálico (IPA) en todos los aspectos de las divulgaciones mediante la sustitución de la especie meta por la especie para, por ejemplo, mX por pX, IPA por TPA, ácido meta-toluico por ácido para-toluico y 3-carboxibenzaldehído por 4-carboxibenzaldehído. Esta extensión se aplica a un proceso que forma IPA separadamente. La extensión se aplica también a procesos parcial y/o totalmente combinados que forman tanto TPA como IPA.

Los aspectos de la invención concernientes a combinar efluentes gaseosos de reacción de diferentes medios de reacción para procesar en al menos un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio

turboexpansor, medio condensador, medio separador de vapor/líquido, DTO y/o lavador de bromo se aplican a todos los aspectos también cuando la especie aromática predominante en al menos un medio de reacción está para-sustituida y la especie aromática predominante en al menos otro medio de reacción está meta-sustituida. Todos los aspectos de la invención concernientes al disolvente recuperado se aplican también cuando al menos una porción del disolvente recuperado del efluente gaseoso de la reacción de oxidación de un xileno se usa posteriormente al cabo de 72 o 48 o 24 o 12 horas en medio de reacción que oxida el otro xileno. Todos los aspectos de la invención concernientes al disolvente filtrado se aplican también cuando al menos una porción del disolvente filtrado formado mediante separación de un producto sólido que es mayoritariamente un ácido dicarboxílico aromático se usa posteriormente al cabo de 72, 48, 24 o 12 horas en el medio de reacción que oxida el otro xileno. (Incluso es posible, y a menudo preferible, mantener Co/Mn/Br e incluso las impurezas aromáticas pesadas de un filtrado aislado al otro, no se prefiere mantener los componentes de agua, ácido acético y ácido benzoico separados).

Se prefiere tratar al menos una porción de disolvente filtrado (filtrado para) de un proceso en el que la especie aromática predominante esté para-sustituida y una porción de disolvente filtrado (filtrado meta) de un proceso en el que la especie aromática predominante esté meta-sustituida en un proceso de purificación de disolvente y/o recuperación de catalizador que comparte al menos un conducto, recipiente a presión y/o artículo de equipo giratorio. Las unidades de purificación de filtrado adecuadas están comprendidas en las divulgaciones de la patente de EE.UU. n° 4.939.297, US 7.351.396 y la pub. de sol. de patente de EE.UU. n° 2005-0038288. Es más preferido coalimentar al menos una porción del filtrado para y del filtrado meta al mismo tiempo, en comparación con procesarse secuencialmente. Se prefiere usar al menos una porción de filtrado purificado y/o al menos una porción de catalizador recuperado de dicho proceso posteriormente formando al menos una porción de medio de reacción de oxidación y posteriormente formando una porción de filtrado para o de filtrado meta, más preferiblemente formando una porción de ambos filtrados. Se prefiere combinar físicamente al menos aproximadamente un 10 o 40 u 80 o 98 % en peso de las impurezas aromáticas eliminadas del filtrado para por dicho proceso de purificación de disolvente filtrado y/o recuperación de catalizador con al menos aproximadamente un 10 o 40 u 80 o 98 % en peso de las impurezas aromáticas eliminadas del filtrado meta por dicho proceso.

Todos los aspectos de la invención concernientes a aire comprimido para suministro de oxidante se aplican cuando una porción del aire comprimido de un medio de compresión se divide proporcionando suministro de oxidante a al menos un medio de reacción de oxidación en el que la especies predominantes están para-sustituidas y al menos otro medio de reacción de oxidación en el que las especies predominantes están meta-sustituidas.

Todos los aspectos de la invención concernientes al condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante se aplican cuando al menos una porción del condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante se divide, usándose parte en al menos una etapa de proceso en la que las especies aromáticas predominantes están para-sustituidas y usándose otra parte en al menos otra etapa de proceso en la que las especies aromáticas predominantes están meta-sustituidas.

En una realización, se prefiere colocalizar un proceso de fabricación de IPA menor con un proceso de fabricación de TPA mayor. Cuando se combina el efluente gaseoso de al menos un medio de reacción predominantemente meta-sustituido con el efluente gaseoso de al menos un medio de reacción predominantemente para-sustituido, se prefiere que el efluente gaseoso procedente del medio predominantemente meta-sustituido comprenda menos de aproximadamente un 50 o 40 o 30 o 20 % en peso del efluente gaseoso combinado y menos de aproximadamente un 50 o 40 o 30 o 20 % en peso de la masa de dinitrógeno del efluente gaseoso combinado.

Cuando se combina un efluente gaseoso de al menos un medio de reacción predominantemente meta-sustituido con un efluente gaseoso de al menos un medio de reacción predominantemente para-sustituido, se prefiere que el efluente gaseoso procedente del medio predominantemente meta-sustituido comprenda al menos aproximadamente un 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 % en peso de la masa de efluente gaseoso combinado y menos de aproximadamente un 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 % en peso de la masa de dinitrógeno del efluente gaseoso combinado.

Cuando un medio de compresión de aire ambiental suministra oxidante a al menos un medio de reacción predominantemente meta-sustituido y a al menos un medio de reacción predominantemente para-sustituido, se prefiere que el medio de reacción predominantemente meta-sustituido reciba menos de aproximadamente un 50 o 40 o 30 o 20 % en peso del flujo másico total de oxidante de dicho medio de compresión de aire. Cuando un medio de compresión de aire ambiental suministra oxidante a al menos un medio de reacción predominantemente meta-sustituido y al menos a un medio de reacción predominantemente para-sustituido, se prefiere que el medio de reacción predominantemente meta-sustituido reciba al menos aproximadamente un 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 % en peso del flujo másico total de dicho medio de compresión de aire.

Es más preferido que dichos procesos de fabricación de IPA y TPA estén colocalizados con al menos un proceso de fabricación de PET colocalizado. Se prefiere que el IPA producido en dicho proceso colocalizado comprenda al menos aproximadamente un 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 % en peso de todo el ácido dicarboxílico alimentado a un proceso de fabricación de PET colocalizado. Se prefiere también que el IPA producido en dicho proceso colocalizado comprenda menos de aproximadamente un 16 o 12 u 8 o 4 % en peso de todo el ácido dicarboxílico alimentado a un proceso de fabricación de PET colocalizado.

En otra realización, con o sin colocalizar IPA y TPA, es más preferido alimentar al menos una porción de IPA alimentado de un medio de reacción primario que comprende predominantemente especies meta-sustituidas a un medio de reacción de PET sin que dicho IPA se haya purificado disolviendo, hidrotratando selectivamente ni precipitando para eliminar 3-CBA y/o especies coloreadas.

En una realización, se prefiere que dicho IPA alimentado al medio de reacción de PET sea IPA bruto directamente de un medio de reacción de oxidación primario que está predominantemente meta-sustituido o sea IPA postoxidado formado en un medio de reacción secundario cuya temperatura media de reacción es menos de aproximadamente 24, 16, 12, 8 °C más caliente que dicho medio de reacción primario. Se prefiere que dicho IPA bruto y/o IPA postoxidado comprenda al menos aproximadamente 20 u 80 o 160 o 320 ppmp de 3-CBA; menos de aproximadamente 3.000 o 2.400 o 1.800 o 1.200 ppmp de 3-CBA; al menos aproximadamente 2 o 4 u 8 o 16 ppmp de 2,6-DCF y menos de aproximadamente 160 o 120 u 80 o 60 ppmp de 2,6-DCF.

En otra realización, se prefiere que dicho IPA alimentado a PET sea IPA digerido formado en un medio de reacción secundario cuya temperatura media de reacción es al menos aproximadamente 16 o 24 o 30 o 36 °C más caliente que dicho medio de reacción primario y menos de aproximadamente 80 o 70 o 60 o 50 °C más caliente que dicho medio de reacción primario. Se prefiere que dicho IPA digerido comprenda al menos aproximadamente 10 o 40 o 60 u 80 ppmp de 3-CBA; menos de aproximadamente 1.000 u 800 o 500 o 300 ppmp de 3-CBA; al menos aproximadamente 2 o 4 o 6 u 8 ppmp de 2,6-DCF y menos de aproximadamente 120 u 80 o 60 o 40 ppmp de 2,6-DCF.

Otro aspecto de la presente invención se refiere a una disposición mejorada del agua ambiental condensada y eliminada, en lugar de retenerse como vapor, durante la compresión de aire ambiental para suministro de oxidante. El medio de compresión para suministrar aire ambiental a presión comprende a menudo sistemas de compresión multietapas que usan al menos un termocambiator intermedio para eliminar el calor de compresión, para hacer más termodinámica y mecánicamente eficaz el proceso. Dichos sistemas producen típicamente agua condensada en refrigeradores entre etapas, y esta agua se separa típicamente del aire antes de la entrada a una etapa de compresión posterior. Debido a que dicho condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante puede estar contaminado con lubricantes y/o fluidos de sellado, se dirige convencionalmente dicho condensado a una instalación de tratamiento de agua residual, quizás solo un separador de aceite aunque a veces comprende tecnologías de tratamiento biológico u otras.

Los inventores han descubierto los siguientes usos mejorados para el condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante, que simultáneamente reducen los costes de tratamiento de aguas residuales y reducen los costes de adquisición y/o purificación de agua para uso general. Se prefiere alimentar al menos una porción de condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante a un proceso de TPA y/o proceso de PET adyacente, más preferiblemente en al menos una de las siguientes etapas de proceso. Un medio de recuperación de disolvente de TPA y/o deshidratación, especialmente como reflujo como se define en la presente memoria. Un sistema de purificación de disolvente filtrado de TPA, especialmente como auxiliar de separación azeotrópica para la recuperación de los componentes catalizadores de TPA, más preferiblemente que comprende acetato de isopropilo según las referencias contenidas en la presente memoria. Un proceso para purificar TPA mediante hidrogenación catalítica selectiva de TPA bruto. Un lavador en un orificio de ventilación ambiental de un proceso de TPA o PET o recipiente de almacenamiento.

Se prefiere alimentar al menos una porción de condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante a al menos un sistema de agua de uso general, más preferiblemente que comprende los siguientes sistemas, y lo más preferiblemente para uso por un proceso de TPA y/o proceso de PET adyacente. Un sistema de agua refrigerante, más preferiblemente un sistema de torre de agua refrigerante en el que el agua se enfría por contacto directo con aire. Un sistema de agua filtrada. Un sistema de agua desionizada y/o desmineralizada. Un sistema de agua para incendios.

La cantidad de condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante varía con la humedad ambiental, con la temperatura del medio refrigerante, con la velocidad de alimentación de pX y con el dióxigeno en exceso en el efluente gaseoso de reacción, tanto transitoriamente como de media. Por consiguiente, se prefiere que los usos preferidos dados a conocer comprendan al menos aproximadamente 0,01 o 0,02 o 0,04 o 0,08 kg de condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Generalmente, se prefiere ventilar el vapor de agua en equilibrio aproximadamente continuo con su introducción mediante diversas etapas de proceso; pero no obstante, es inevitable que haya alteraciones de producción y actividades de mantenimiento que produzcan un exceso temporal de agua residual líquida. Por ejemplo, abrir un recipiente de proceso para inspección o reparaciones durante una parada de proceso está a menudo precedido por un lavado concienzudo con agua o vapor para eliminar esencialmente todo el disolvente, sustrato y producto; y la cantidad de dicha agua alterada puede ser grande para actividades de mantenimiento principales. Se prefiere proporcionar al menos un depósito de almacenamiento para agua residual líquida y que esta agua residual líquida se devuelva posteriormente a al menos una etapa de proceso y se ventile posteriormente como vapor de agua según las demás divulgaciones de la presente memoria. Se prefiere que dichos depósitos de almacenamiento de agua residual líquida proporcionen un aislamiento eficaz para controlar la liberación de COV al entorno ambiental. Se prefiere que el volumen de dichos depósitos de almacenamiento sea de al menos aproximadamente 50 o 100 o 200 o 400 m³. Se prefiere que el volumen de dichos depósitos de almacenamiento sea menor de aproximadamente 12.000 o 9.000 o 6.000 o 3.000 m³.

Al combinar diversos aspectos referentes a la expulsión de agua en forma de vapor al entorno ambiental, más preferiblemente después de tratamiento en una DTO, junto con el uso de condensado de termocambiator intermedio de suministro de oxidante y/o agua de lavador de bromo en las aplicaciones dadas a conocer para agua de proceso y/o de uso general, se prefiere producir menos de aproximadamente 400 o 350 o 300 o 250 o 200 o 100 o 50 o 20 g de vertido de agua residual líquida por kg de producto de TPA sólido formado. Se prefiere mantener este rendimiento de forma esencialmente continua durante largos periodos. Se prefiere producir estos bajos niveles de vertido de agua residual durante al menos aproximadamente un 60 u 80 o 90 o 95 % del tiempo en un periodo continuo de 24 h. Se prefiere producir estos bajos niveles de vertido de agua residual líquida promediados por un periodo de al menos aproximadamente 4 o 16 o 64 o 254 días. Una instalación de síntesis de PET produce también agua a partir de reacciones que convierten al menos una porción de TPA en PET, y esta agua está a menudo contaminada con diversos compuestos COV, por ejemplo, etilenglicol, acetaldehído y diversos dioxolanos. Se prefiere tratar al menos una porción de agua contaminada de la formación de PET en una instalación compartida común junto con agua de la formación de TPA de una instalación de TPA adyacente. Preferiblemente, dicha agua contaminada de la formación de PET se deja en forma de vapor que sale de dicha instalación de PET para tratamiento, o se convierte en forma de vapor usando al menos una porción de la energía térmica de dicha instalación de TPA adyacente.

En otra realización de la invención, la cantidad de agua generada como subproducto o añadida a la oxidación que sale de dicha instalación de producción al entorno externo ambiental en forma de vapor es de al menos 0,3 o 0,4 o 0,49 kg por kg de compuesto aromático. Como se usa en la presente memoria, instalación de producción puede incluir tratamiento de agua residual.

Más preferiblemente, se trata al menos una porción de agua vaporizada de la formación de PET de reacciones de una instalación de síntesis de PET adyacente junto con al menos una porción de agua vaporizada de la formación de TPA en una DTO compartida común, aún más preferiblemente un OTR, según cualquiera y/o todas las divulgaciones de la presente memoria concernientes al procesamiento del efluente gaseoso de reacción del medio de reacción de oxidación. Se prefiere que al menos una porción del medio de reacción de oxidación que forma TPA esté localizado de tal modo que la distancia horizontal mínima desde dicha instalación de síntesis de PET sea menor de aproximadamente 1.800 o 900 o 300 o 100 m. Se prefiere alimentar al menos una porción de TPA a un medio de reacción de dicha instalación de síntesis de PET adyacente al cabo de menos de aproximadamente 72 o 24 o 12 o 4 horas después de formarse a partir de para-xileno. Se prefiere procesar al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso del efluente gaseoso de dicha instalación de síntesis de PET adyacente en una DTO compartida común, más preferiblemente un OTR, con al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso del efluente gaseoso de reacción de al menos un medio de reacción de oxidación primario. Se prefiere procesar al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso del agua de formación de TPA de una instalación de producción de TPA en una DTO compartida común, más preferiblemente un OTR, con al menos aproximadamente un 40 o 60 o 70 u 80 % en peso del agua de formación de PET en dicha instalación de producción de PET adyacente.

Se prefiere que el flujo normal de vertido de agua residual de proceso de dicha instalación de producción de PET adyacente combinado con el flujo normal de vertido de agua residual de proceso de dicha instalación de producción de TPA sea menor de aproximadamente 400 o 200 o 100 o 50 g de vertido de agua residual líquida por kg de PET formado. Si la cantidad de TPA producido en dicha instalación de producción de TPA difiere de la cantidad de TPA consumida en dicha instalación de producción de PET adyacente en más de un 10 % en peso, entonces se prorroga el vertido de agua residual líquida de dicha instalación de TPA por la relación de su uso en dicha instalación de PET, se suma este valor al vertido de agua residual líquida de dicha instalación de PET y se divide entre la cantidad de PET producida.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un ácido dicarboxílico aromático, comprendiendo dicho proceso:
- 5 (a) oxidar un compuesto aromático en al menos un oxidante, produciendo así un efluente gaseoso de oxidante y un producto de oxidante que comprende un ácido dicarboxílico aromático;
- (b) introducir al menos una porción de dicho efluente gaseoso oxidante en un sistema de recuperación de disolvente, produciendo así un efluente gaseoso desprovisto de disolvente y un disolvente recuperado;
- 10 (c) añadir productos de combustión calientes a dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente, proporcionando así un efluente gaseoso calentado que comprende COV; y
- (d) pasar al menos una porción de dicho efluente gaseoso calentado a través de un turboexpansor, pasando a través de dicho turboexpansor al menos un 50 % en moles de los compuestos de hidrocarbilo presentes en dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente que salen de dicho sistema de recuperación de disolvente.
- 15 2. El proceso según la reivindicación 1, en el que dichos productos de combustión calientes se añaden a dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente a una cantidad suficiente para mantener dicho efluente gaseoso calentado a una temperatura que es al menos 5 °C superior a su temperatura de punto de rocío local en todos los puntos durante el paso de dicho efluente gaseoso calentado a través de dicho turboexpansor.
- 20 3. El proceso según la reivindicación 1, en el que la temperatura de dicho efluente gaseoso calentado es al menos 10 °C mayor que la temperatura de dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente.
4. El proceso según la reivindicación 1, en el que la cantidad de energía térmica añadida a dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente por dicho producto de combustión caliente es de al menos 100 W/kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidante.
- 25 5. El proceso según la reivindicación 1, en el que la cantidad de energía térmica añadida a dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente por dicho producto de combustión caliente es de al menos 1.000 W/kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidante.
- 30 6. El proceso según la reivindicación 1, que comprende adicionalmente oxidar un combustible con dióxígeno, produciendo así dichos productos de combustión calientes, en que dicho combustible comprende compuestos de hidrocarbilo.
- 35 7. El proceso según la reivindicación 6, en el que dicho combustible comprende predominantemente metanol, etanol, metano, propano, butano y/o fueloil.
8. El proceso según la reivindicación 6, en el que dicho combustible comprende al menos un 50 % en peso de metano.
- 40 9. El proceso según la reivindicación 6, que comprende adicionalmente comprimir aire en un compresor de aire, proporcionando así aire comprimido, que comprende adicionalmente introducir una primera porción de dicho aire comprimido en dicho oxidante, que comprende adicionalmente usar una segunda porción de dicho aire comprimido para suministrar al menos una porción de dicho dióxígeno usado para oxidar dicho combustible.
- 45 10. El proceso según la reivindicación 9, en el que no se usa un catalizador de oxidación para promover dicha oxidación de dicho combustible.
- 50 11. El proceso según la reivindicación 10, en el que al menos un 10 % en peso de los compuestos de hidrocarbilo presentes en dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente no se queman antes de salir de la última etapa de dicho turboexpansor.
12. El proceso según la reivindicación 11, en el que se pasa a través de dicho turboexpansor al menos un 50 % del acetato de metilo presente en dicho efluente gaseoso desprovisto de disolvente de dicho sistema de recuperación de disolvente.
- 55 13. El proceso según la reivindicación 1 o 6, que comprende adicionalmente enfriar un efluente gaseoso de turboexpansor que sale de la última etapa de dicho turboexpansor en un condensador de efluente gaseoso,

condensando así el vapor de agua presente en dicho efluente gaseoso de turboexpansor y proporcionando así un efluente de condensador que comprende un efluente gaseoso de condensador y un líquido condensado.

14. El proceso según la reivindicación 13, que comprende adicionalmente pasar al menos una porción de dicho efluente de condensador a través de un recipiente de separación de vapor-líquido, separando así dicho efluente de condensador en un efluente gaseoso de separación de vapor-líquido y un líquido de separación de vapor-líquido.

15. El proceso según la reivindicación 14, que comprende adicionalmente someter al menos una porción de dicho efluente gaseoso de separación de vapor-líquido a degradación oxidativa térmica (DOT) en un dispositivo de DOT, produciendo así efluente gaseoso de DOT.

16. El proceso según la reivindicación 15, que comprende adicionalmente tratar dicho efluente gaseoso de DOT en un lavador de bromo, produciendo así un efluente gaseoso desprovisto de bromo.

17. El proceso según la reivindicación 1 o 6, en el que dicho compuesto aromático es para-xileno y/o meta-xileno.

