

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 469 799**

51 Int. Cl.:

C07C 51/265 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

C07C 63/15 (2006.01)

C07C 63/24 (2006.01)

C07C 63/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.10.2009 E 09744230 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.04.2014 EP 2344440**

54 Título: **Producción de ácido dicarboxílico con destrucción oxidativa autoalimentada**

30 Prioridad:

09.09.2009 US 556099

31.10.2008 US 110240 P

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

20.06.2014

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 García, Nuevo León 66265, MX**

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

POLO FLORES, Carlos

ES 2 469 799 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 destrucción oxidativa autoalimentada

5 Antecedentes

Es conocida la recuperación de la mayor parte del disolvente vaporizado de la descarga gaseosa de una reacción pasándola a través de al menos un medio de enfriamiento, absorción y/o destilación para producir un disolvente recuperado licuado. En general es conveniente maximizar la recuperación de la descarga gaseosa de la reacción de compuestos vaporizados que contienen al menos un enlace hidrocarbilo llamados en el presente documento "compuestos hidrocarbilo", "compuestos orgánicos volátiles" y "COV".

Es conocido el uso de al menos un medio de destilación para eliminar del disolvente recuperado una cantidad de agua en exceso, que es coproducida en grandes cantidades por la oxidación parcial de pX. Se conocen varios diseños para usar la 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 el presente documento como 0,340 kg de agua por kg de pX alimentado de pureza comercial. Esta proviene de la reacción prevista de formación de TPA a partir de pX de acuerdo con 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 dividido entre el peso molecular de 106,16 g/mol. Preferiblemente, la alimentación de pX de pureza comercial comprende al menos aproximadamente una fracción de masa de pX de 0,990 o 0,995, 0,997 o 0,998.

También es conocida la recuperación de energía, tanto energía térmica como trabajo mecánico de eje, de una parte de la descarga gaseosa en diferentes combinaciones junto con la recuperación de disolvente vaporizado. Un procedimiento conocido de recuperación de energía es usar al menos una parte de la descarga gaseosa para hervir un fluido de trabajo, por ejemplo agua o pentano, para producir 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, para producir rendimiento de trabajo de eje. La recuperación de energía de un turboexpansor puede convertirse directamente en trabajo mecánico, tal como por accionamiento de un compresor de suministro de aire u otra maquinaria en movimiento, o en energía eléctrica accionando un generador eléctrico rotativo conectado a una red de distribución y consumo de energía.

Otro procedimiento conocido de recuperación de energía es pasar al menos una parte de la descarga gaseosa que comprende dinitrógeno a través de un turboexpansor. La recuperación de energía de un turboexpansor se puede convertir directamente en trabajo mecánico, tal como por el accionamiento de un compresor de suministro de aire u otra maquinaria en movimiento, o en energía eléctrica por accionamiento de un generador eléctrico rotativo conectado a una red de distribución y consumo de energía.

Es también conocido el envío de una parte significativa de agua en forma de vapor de la descarga gaseosa a un medio de destrucción por oxidación térmica (TOD), en el que los contaminantes gaseosos y COV contaminantes, p. ej., monóxido de carbono, ácido acético, acetato de metilo, para-xileno y bromuro de metilo, se convierten en efluentes ambientalmente más aceptables, p. ej., vapor de agua y dióxido de carbono. Algunos sistemas convencionales describen la expulsión de "el agua de reacción" en forma de vapor de un reactor de oxidación de para-xileno a un dispositivo de descomposición térmica para eliminar contaminantes nocivos. El documento WO 2006/102137 A1 describe una combustión térmica de la descarga gaseosa de la reacción.

Resumen

Los autores de la invención 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 de la descarga gaseosa de la reacción de determinados medios de reacción de oxidación, ya sea para la generación de energía eléctrica o directamente para usos mecánicos, y/o expulsar una cantidad de vapor de agua aún mayor que el agua de formación de TPA y/o un TOD automantenido (autoalimentado). Algunas realizaciones de

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

En una realización preferida, la invención comprende pasar sustancialmente toda la descarga gaseosa de la reacción de oxidación, incluyendo tanto fuentes del reactor de oxidación primarias como secundarias con las alimentaciones tanto de pX como de mX, por un sistema de destilación de recuperación de disolvente compartido, después por una etapa de sobrecalentamiento y después por un turboexpansor de 2 etapas, que comprende calentamiento entre etapas con el fin de producir una mayor cantidad de trabajo de eje. Esta configuración permite exportar energía eléctrica más allá del consumo de los compresores de aire del procedimiento y las bombas de líquido y suspensión del procedimiento. Se usa vapor de agua de vaporización instantánea del condensado en los calentadores del turboexpansor en otra parte del procedimiento de TPA. Después del turboexpansor, se condensa una parte del vapor de agua de la descarga gaseosa de la reacción de oxidación, para proporcionar agua líquida para diferentes usos del procedimiento; y se deja el resto del vapor de agua en la descarga gaseosa, que se envía a un medio de TOD. Opcionalmente, se usa combustión directa para calentar la descarga gaseosa, en lugar de calentamiento con vapor de agua, para proporcionar sobrecalentamiento en un turboexpansor. Opcionalmente, se reduce la presión de salida de un turboexpansor por recompresión de la descarga gaseosa después de pasar por un medio condensador y un medio extractor de líquido.

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

20 - Se prefiere dejar suficiente valor calorífico de combustible en la descarga gaseosa de modo que su reducción ambiental en un TOD, preferiblemente un oxidador térmico regenerativo (RTO), sea sustancialmente, más preferiblemente completamente, autocalentable sin adición de combustibles no presentes en la descarga gaseosa de la reacción. Es todavía más preferido que una cantidad sustancial de este valor calorífico de combustible proceda del acetato de metilo (MeOAc), un subproducto conocido de la oxidación de pX en ácido acético. Los autores de la invención han descubierto cómo mantener la formación de acetato de metilo suficientemente baja de modo que el considerable coste de capital y operativo para 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 RTO.

30 - A menudo se forma agua condensada del vapor de agua ambiental en sistemas de compresión que proporcionan aire ambiente 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 sea admitida en los líquidos de procesamiento de TPA, p. ej., como agua de lavado, agua de inactivación, agua de reflujo, o sea usada como agua de uso general, p. ej. como agua de relleno de torre de refrigeración, en lugar de ser enviada directamente a una instalación de tratamiento de agua residual líquida.

40 - Después de la eliminación y/o destrucción térmica de los COV en la descarga gaseosa, muchos casos requieren la eliminación del bromuro de hidrógeno de dicha descarga gaseosa tratada antes de liberar al medio ambiente. Este lavado se hace a menudo mediante lavado acuoso para producir una sal de bromo, p. ej., usando una disolución acuosa de hidróxido sódico y bisulfito sódico para lavar y producir bromuro sódico. Los autores de la invención han descubierto que el agua de purga 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.

45 - Un procedimiento de PET también produce agua procedente de las reacciones de formación de PET, y esta agua a menudo está contaminada con diferentes compuestos COV, p. ej., etilenglicol, acetaldehído y diferentes dioxolanos. Se prefiere que al menos una parte del agua contaminada de un procedimiento de PET sea procesada 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 el tratamiento o se convierte a una forma de vapor usando al menos una parte de la energía térmica de dicha instalación de TPA adyacente. Más preferiblemente, el agua de las reacciones de formación de PET se procesa en un TOD compartido común junto con el agua de la formación de TPA.

55 Solas o en diversas combinaciones, las invenciones descritas en el presente documento 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. Además, 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 de ejemplo de la presente invención.

5 Descripción detallada de las realizaciones preferidas

Las invenciones del presente documento se pueden combinar con las descripciones de los documentos US 20070293699 y US 20060047158 para un medio de reacción de oxidación primario, procedimiento y medio preferidos para convertir pX en TPA. Estas descripciones de referencia comprenden numerosas características mecánicas y condiciones del procedimiento preferidos para una oxidación primaria, incluyendo las condiciones del procedimiento principalmente temperaturas y gradientes, presiones y gradientes, flujos, composiciones y gradientes, agitación y tiempos de permanencia y distribuciones. Los usos del presente documento para el "compuesto oxidable", "disolvente", "oxidante", "medio de reacción" e "hidrocarbilo" son según las referencias anteriores.

15 Las invenciones del presente documento son más preferidas cuando al menos una parte de la descarga gaseosa de un medio de reacción de oxidación secundario se combina con al menos una parte de la descarga gaseosa 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 uno que recibe la mayor parte de su alimentación de sustrato aromático de un reactor de oxidación corriente arriba que puede ser un medio de reacción de oxidación primario y/u
 20 otro 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 de entrada en fase líquida, incluyendo los beneficios de trabajar en intervalos del procedimiento seleccionados que comprenden temperaturas, presiones, flujos, composiciones, agitación y tiempos de permanencia y distribuciones, equilibrados frente a diferentes costes, incluyendo principalmente la sobreoxidación de sustrato, producto y
 25 disolvente. En el presente documento, este tipo de reactor de oxidación secundario se denomina "reactor de 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 de entrada en fase sólida, incluyendo los beneficios de trabajar en intervalos de procedimiento seleccionados que comprenden temperaturas, presiones, flujos, composiciones, agitación y tiempos de permanencia y distribuciones, equilibrados
 30 frente a diferentes costes, incluyendo principalmente sobreoxidación de sustrato, producto y disolvente. En el presente documento, este tipo de reactor de oxidación secundario se denomina "reactor de digestión".

Cuando se produce intencionadamente energía, en especial potencia de eje, mediante combustión (quemado oxidativo) de compuestos que comprenden esencialmente enlaces hidrocarbilo (combustibles), la temperatura de
 35 dicha combustión a menudo se eleva tan alta como sea viable mecánicamente con el fin de maximizar la recuperación de energía de acuerdo con principios termodinámicos conocidos. Por otro lado, cuando se lleva a cabo una oxidación parcial catalítica para formar un producto químico, la temperatura y presión del medio de reacción habitualmente se ajustan para controlar los rendimientos, conversiones y purezas de producto resultantes. Las oxidaciones catalíticas de la presente invención son suficientemente rápidas de modo que se requiere mucho
 40 cuidado para mantener las concentraciones en fase líquida adecuadas de dióxigeno disuelto, y esto da lugar a una preferencia por presiones de sistema más altas para proporcionar mayores presiones parciales del dióxigeno en fase gaseosa.

A pesar de estas preferencias generales por la temperatura más alta para la recuperación de energía y por la
 45 presión más alta para la pureza del producto TPA, los autores de la invención han descubierto que se prefiere trabajar con al menos una parte de un medio de reacción de oxidación primario con las siguientes presiones y temperaturas moderadas, incluso aunque se recupera una cantidad mejorada de potencia de eje e incluso aunque se expulsan cantidades mayores de agua residual en forma de vapor. Se prefiere trabajar con al menos una parte de medio de reacción de oxidación primario a una presión menor de aproximadamente 12, 10, 8 o 7 bar absolutos. Se
 50 prefiere trabajar con al menos una parte del medio de reacción de oxidación primario a una presión de al menos 2 o 3 o 4 o 5 bar absolutos. Se prefiere trabajar con al menos una parte del medio de reacción de oxidación primario a una temperatura menor de 200 o 190 o 180 o 170 °C. Se prefiere trabajar con al menos una parte del medio de reacción de oxidación primario a una temperatura de al menos 120 o 130 o 140 o 150 o 155 o 160 °C. Los autores de la invención han descubierto que se prefiere generar los mayores volúmenes y masas de vapor posibles a la
 55 salida de la descarga gaseosa del medio de reacción, mientras que se cumple el equilibrio de energía según se requiera para obtener temperaturas y presiones de reacción preferidas. De forma no deseada, la generación de cantidades de vapor mayores aumenta la dificultad de sacar líquidos y sólidos de la descarga gaseosa que sale de un medio de reacción. De forma no deseada, dicho aumento de la descarga gaseosa aumenta los diámetros y volúmenes de los conductos y equipos de procesamiento de la descarga gaseosa de la reacción; esto incluye

principalmente un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. De forma no deseada, el medio de reacción de oxidación de la presente invención produce una descarga gaseosa que es suficientemente corrosiva para requerir materiales de construcción extraordinariamente caros, que a menudo comprenden titanio. De forma no deseada, el mayor flujo de vapor que sale del 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 mayor parte de hidrocarbilo del disolvente. Sin embargo, los autores de la invención han descubierto que se puede mantener una mayor cantidad de vapor de disolvente formado en la descarga gaseosa de la reacción en parte como una mayor cantidad de vapor que comprende esencialmente agua, que sale de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y entra en un turboexpansor de descarga gaseosa, proporcionando a menudo una ventaja económica global en la recuperación de energía de eje que sorprendentemente supera el aumento de otros costes operativos y el aumento del coste de capital. En una realización de la presente invención, la descarga gaseosa reducida en hidrocarbilo producida de la columna de recuperación de disolvente comprende al menos 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 descarga gaseosa reducida en hidrocarbilo. En otra realización de la invención, la descarga gaseosa reducida en hidrocarbilo producida en la columna de recuperación de disolvente comprende menos de 4, o 3, o 2, o 1 % en peso de ácido acético basado en la corriente de descarga gaseosa reducida en hidrocarbilo.

Los compuestos de vapor en la descarga gaseosa de la reacción comprenden vapor de agua más COV. Los compuestos gaseosos no condensables en la descarga gaseosa de la reacción comprenden dinitrógeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, dióxido de carbono y dihidrógeno. Aplicando varios aspectos de la presente invención, los autores de la invención han descubierto que se puede y se prefiere trabajar en un procedimiento de oxidación parcial de pX con cantidades mayores de compuestos de vapor en la descarga gaseosa de la reacción como sigue. Se prefiere que los compuestos de vapor en una descarga gaseosa de la reacción sean al menos aproximadamente 0,67 o 0,72 o 0,75 o 0,77 kg por kg de descarga gaseosa de reacción. Se prefiere que los compuestos de vapor de la descarga gaseosa de reacción sean al menos aproximadamente 12,4 o 13,2 o 13,8 o 14,2 kg por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

Para conseguir dichas grandes cantidades de vapor en la descarga gaseosa de reacción, los autores de la invención 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 aisladas, a pesar de que dicha reacción de oxidación es altamente exotérmica y requiere una gran refrigeración. Se prefiere aislar de modo que al menos aproximadamente 70 o 90 o 95 o 99 % del área superficial expuesta al ambiente de los recipientes y/o conductos que contienen al menos una parte 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 parte 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 parte del medio de reacción de oxidación mediante fluidos refrigerantes de uso general, por ejemplo agua y aire, a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras, aisladas, de modo que la eliminación de energía térmica sea menor de 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 la descarga gaseosa de reacción, los autores de la invención han descubierto además que se prefiere que las alimentaciones a un medio de reacción de oxidación estén tan calientes como sea viable, 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 el que se minimiza la refrigeración después de salir de la etapa final de compresión. Se prefiere que al menos aproximadamente 50 o 70 o 90 o 99 % de la masa de dicho aire comprimido alcance un medio de reacción de oxidación con una temperatura de al menos aproximadamente 60, 70, 80 o 90 °C. Se prefiere que al menos aproximadamente 50 o 70 o 90 o 99 % de la masa de dicho aire comprimido alcance un medio de reacción de oxidación con una temperatura de al menos aproximadamente la temperatura de descarga de un compresor de aire correspondiente menos 40 o 20 o 10 o 5 °C. Se prefiere aislar de modo que al menos aproximadamente 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 de la descarga gaseosa de reacción en al menos un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y después devolverlo a un medio de reacción de oxidación con una temperatura que sea superior a la temperatura ambiente y cercana a la temperatura del correspondiente medio de reacción. Es decir,

se prefiere que los compuestos de hidrocarbilo sean condensados de la descarga gaseosa de reacción, deshidratados de forma adecuada, y devueltos al medio de reacción sin que estén mucho más fríos que la descarga gaseosa de reacción. Más preferiblemente, este disolvente recuperado caliente se proporciona con cantidades limitadas de aporte de energía térmica a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas.

- 5 Como se describe en otra parte de la presente memoria, este resultado se consigue limitando de forma adecuada la cantidad de energía térmica eliminada de dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere suministrar al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado a un medio de reacción de oxidación con una temperatura menor 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
- 10 medio de reacción de oxidación primario. Se prefiere suministrar al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado a un medio de reacción de oxidación con una temperatura de al menos aproximadamente la temperatura de la descarga gaseosa de reacción menos, menos de aproximadamente 80 o 40 o 20 o 10 °C. Se prefiere suministrar al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado a un medio de reacción de oxidación con una temperatura de al menos aproximadamente 60 o 90 o 120
- 15 o 140 °C. Se prefiere que al menos aproximadamente 40 u 80 o 90 o 98 % del aporte de energía térmica neto a un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación proceda directamente del flujo de entrada de la descarga gaseosa de reacción sin transferencia de energía térmica a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas. Se prefiere que al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de dicho disolvente recuperado salga de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación con una temperatura de al menos
- 20 aproximadamente la temperatura de la correspondiente descarga gaseosa de reacción menos, menos de aproximadamente 80 o 40 o 20 o 10 °C, siendo procesada en el mismo usando un aporte de energía térmica a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, 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 de intercambio de calor conductoras aisladas, de menos de
- 25 aproximadamente 100 o 30 o 10 o 3 kcal/kg de disolvente recuperado. Se prefiere aislar de modo que al menos aproximadamente 70 o 90 o 95 o 99 % del área superficial expuesta al ambiente de recipientes y/o conductos que contienen al menos una parte 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 de la filtración y lavado de TPA sólido a un medio de reacción de oxidación con temperatura elevada proporcionada por transferencia de energía térmica a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas. El disolvente filtrado es disolvente de la separación mecánica y/o lavado de TPA sólido de una suspensión. Un medio para obtener disolvente filtrado es la filtración y lavado de suspensión de TPA mediante cualquier medio conocido en la técnica de la filtración, pero todas las demás separaciones mecánicas conocidas en la materia están contempladas por los autores de la invención para producir
- 35 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 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho disolvente filtrado a una temperatura menor de aproximadamente 100 u 80 o 70 o 60 °C.

- 40 Esto reduce de forma conveniente la solubilidad del TPA en la suspensión y reduce de forma conveniente la corrosividad del disolvente filtrado, de modo que se pueden usar materiales de construcción menos costosos para conductos, recipientes, bombas y otro equipo y controles que comprenden el almacenamiento y procesamiento de disolvente filtrado. Los materiales de construcción adecuados para dicho disolvente filtrado enfriado comprenden diferentes metales y aleaciones con resistencia a la corrosión moderada, tales como aceros inoxidable o aceros
- 45 dúplex, como alternativas al titanio y otros metales y aleaciones muy resistentes a la corrosión más costosos.

Sin embargo, es más preferido proporcionar al menos aproximadamente 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho disolvente filtrado a un medio de reacción de oxidación con una temperatura de entrada de al menos aproximadamente 60 o 90 o 120 o 140 °C. Se prefiere usar energía solar, energía térmica de la descarga gaseosa

50 y/o energía térmica de condensación de vapor de agua a una presión menor de aproximadamente 60 o 20 u 8 o 4 bar absolutos para calentar aproximadamente 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho disolvente filtrado en 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 de intercambio de calor conductoras aisladas.

- 55 Se prefiere alimentar pX a un medio de reacción de oxidación con temperatura elevada. Se prefiere que al menos aproximadamente 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicha alimentación de pX se proporcione a un medio de reacción con una temperatura de entrada de al menos aproximadamente 60 o 90 o 120 o 140 °C. Se prefiere usar energía solar, energía térmica de la descarga gaseosa y/o energía térmica de condensación de vapor de agua a una presión

menor de aproximadamente 60 o 20 u 8 o 4 bar absolutos para calentar aproximadamente 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de dicho pX en al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 o 60 °C por encima de la temperatura de almacenamiento a granel y/o ambiente antes de alimentar a un medio de reacción de oxidación. Se prefiere transferir esta energía térmica al pX a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas.

- 5 Por separado o en combinación, las temperaturas de alimentación más calientes de aire comprimido, disolvente recuperado, disolvente filtrado y/o pX requieren suministrar un mayor flujo líquido a un reactor de oxidación con el fin de mantener su equilibrio de energía para conseguir las temperaturas y presiones de trabajo preferidas. Con alimentaciones más calientes, se elimina la mayor parte del calor de reacción como calor latente de vaporización del
- 10 disolvente, en lugar de un calentamiento razonable de las alimentaciones, y sale del reactor de oxidación una cantidad mayor de alimentación de disolvente líquido como vapor de disolvente en la descarga gaseosa de reacción. De forma no deseada, suministrar cantidades mayores de alimentación de disolvente líquido requiere bombas, conductos y controles más costosos, junto con cantidades mayores de energía de bombeo.
- 15 Para la compresión de aire ambiente, elevar las temperaturas de suministro omitiendo un post-refrigerador a menudo aumenta la cantidad de vapor de agua que entra en el procedimiento de oxidación, a menos que se proporcione un medio de desecación diferente de la refrigeración. Dicha agua añadida finalmente debe ser separada y expulsada del procedimiento de oxidación junto con el agua de formación de TPA con el fin de mantener la composición de disolvente deseada. Además, cuando se expulsa finalmente dicha agua añadida, sea como vapor o líquido o sólido,
- 20 a menudo se pierde simultáneamente cierta masa que contiene carbono adquirida, y se crea finalmente una carga de agua residual añadida de acuerdo con la técnica anterior. Por tanto, dicho vapor de agua que entra adicional en el aire ambiente comprimido puede considerarse como doblemente indeseable, creando una pérdida de carbono potencial y un aumento del agua residual.
- 25 Sin embargo, usando las invenciones descritas en otra parte del presente documento para expulsar cantidades mayores de agua en forma de vapor y usar cantidades coincidentes limitadas de COV como combustible en un TOD, los autores de la invención han descubierto el beneficio positivo neto de dejar cantidades seleccionadas de vapor de agua en el aire ambiente comprimido usado para la alimentación de oxidante. Por consiguiente, se prefiere que al menos aproximadamente 70 u 80 o 90 o 95 % en peso de la alimentación de oxidante a al menos un medio de
- 30 reacción de oxidación de la presente invención comprenda al menos 0,01 o 0,03 o 0,04 o 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 parte de la descarga gaseosa 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 un turboexpansor secuenciadas en serie, opcionalmente con uno o más medios de calentamiento entre etapas. La descarga gaseosa que sale de la etapa de menor presión de un turboexpansor, antes de etapas de procedimiento adicionales, se denomina en el presente documento descarga gaseosa del turboexpansor. Se prefiere
- 40 situar al menos una etapa del turboexpansor de modo que esté ligada mecánicamente al menos a una etapa de compresión para suministro de oxidante del aire ambiente. Dicha conexión se proporciona convenientemente mediante un eje mecánico rotatorio y/o caja de engranajes.

- Con el fin de maximizar la potencia de eje, es deseable minimizar la pérdida de presión y de energía térmica de la
- 45 descarga gaseosa antes de entrar en un turboexpansor. Sin embargo, existen demandas en competencia de consumo de energía de presión y temperatura con el fin de recuperar el disolvente y eliminar cantidades adecuadas 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 mucho a las presiones reducidas preferidas para la salida de un medio turboexpansor, porque los volúmenes de descarga gaseosa se vuelven
- 50 excesivamente grandes.

- Como se describe en el presente documento, los autores de la invención han descubierto combinaciones de características que permiten y equilibran el consumo de la energía de presión y temperatura de la descarga gaseosa de reacción en un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación frente a la recuperación de potencia de
- 55 eje de la descarga gaseosa en un medio turboexpansor. Los descubrimientos y descripciones que los permiten de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación preferido están contenidos en otra parte del presente documento. Antes de proseguir con los mismos, se describen los aspectos preferidos relativos a un medio turboexpansor.

Se dirige la atención a los intervalos de presión preferidos relativos a los flujos de entrada a las etapas del turboexpansor. Se prefiere que la presión a la salida de la descarga gaseosa de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación se reduzca en menos de aproximadamente 2 o 1 o 0,5 o 0,2 bar de presión estática evaluada desde donde se forma la descarga gaseosa 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 a la descarga gaseosa entre una salida del medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y una entrada de un turboexpansor sea menor de aproximadamente 32.000 o 16.000 u 8.000 o 4.000 Pa. Se prefiere reducir la presión de la descarga gaseosa en una entrada a una primera etapa del turboexpansor en menos de aproximadamente 2 o 1 o 0,5 o 0,2 bar de presión estática evaluada desde donde se forma la descarga gaseosa cerca de una superficie superior del medio de reacción. Se prefiere que la presión en la entrada a al menos una etapa del turboexpansor sea al menos aproximadamente 2 o 3 o 4 o 5 bar absolutos. Se prefiere que la presión a la entrada de una primera etapa del turboexpansor sea menor de aproximadamente 12 o 10 u 8 o 7 bar absolutos. Se prefiere que la pérdida de presión de flujo por fricción en cualquier conducto entre etapas y etapas del procedimiento, tales como medios de intercambio de calor, sumada entre la entrada a una primera etapa del turboexpansor y la salida de una última etapa sea menor de aproximadamente 64.000 o 32.000 o 16.000 u 8.000 Pa.

Aunque es deseable minimizar la distancia desde la salida de la descarga gaseosa de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación a la entrada de un turboexpansor con el fin de minimizar la pérdida de energía térmica a través del aislamiento y la pérdida de energía de presión por pérdida de flujo por fricción, los autores de la invención han descubierto que se prefiere situar la entrada de la descarga gaseosa a un turboexpansor a menos de 40 o 30 o 20 o 10 m medidos hacia arriba desde el nivel circundante. Esto maximiza la reconversión del desnivel de la descarga gaseosa en presión estática a la entrada del turboexpansor, puesto que la altura de la descarga gaseosa 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 la potencia de eje, se prefiere minimizar la contrapresión en un turboexpansor. La contrapresión reducida ayuda a maximizar la recuperación de potencia de eje con un turboexpansor maximizando la relación de descompresión y el volumen de gas de salida. Sin embargo, la descarga gaseosa del turboexpansor de la presente invención tiene otras necesidades en competencia. Por lo menos, debe proporcionarse presión para el flujo a través de conductos, controles y diferentes equipos, que a menudo comprenden un medio de condensación y un medio de tratamiento medioambiental, antes de liberación al medio ambiente circundante. Producir descarga gaseosa del turboexpansor a presiones menores causa considerables dificultades en los diseños y coste de capital en estos procedimientos corriente abajo. Está indicada una mayor presión para la descarga gaseosa del turboexpansor para facilitar la condensación de cantidades preferidas de agua y COV, en especial en aquellos diseños de procedimiento que prefieren condensar (sustancialmente) "todo" el vapor de agua en la descarga gaseosa del expansor. A presiones menores, la condensación de partes adecuadas del vapor de agua y COV de la descarga gaseosa del turboexpansor es difícil o imposible de conseguir usando fluidos de refrigeración de uso general a temperaturas cercanas a la ambiente, y refrigerar los fluidos de refrigeración de uso general no es deseable para dichas cargas altas de calor. También, se reduce el tamaño físico requerido para el medio de intercambio de calor si se retiene más presión en la descarga gaseosa del turboexpansor, debido a coeficientes de intercambio de calor mejorados, a un diferencial de temperatura mejorado con cualquier temperatura del suministro de fluido de refrigeración de uso general dada, y a la gestión de las velocidades, caída de presión y distribución de flujo en dicho medio de intercambio de calor. Incluso después de condensar la mayor parte, o incluso la parte principal del vapor de agua y COV, las menores presiones para la descarga gaseosa del turboexpansor siguen significando tamaños mayores para los conductos, controles y equipos corriente abajo. Además, algunos diseños de procedimientos prefieren usar descarga gaseosa del expansor o descarga gaseosa del condensador para transportar el producto TPA en polvo, y esto puede causar otra necesidad de una mayor contrapresión de turboexpansor.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, los autores de la invención han descubierto que los diseños descritos para conductos, controles, medios de intercambio de calor, medios de TOD y medios de lavado de la descarga gaseosa permiten las siguientes condiciones de presión preferidas a la salida de un turboexpansor de descarga gaseosa. Se prefiere que la presión de la descarga gaseosa del turboexpansor sea menor de aproximadamente 0,9 o 0,6 o 0,4 o 0,3 bar manométricos. Se prefiere que la presión de la descarga gaseosa del turboexpansor sea de al menos aproximadamente 0,05 o 0,10 o 0,15 o 0,20 bar manométricos, proporcionando este aspecto suficiente energía de presión para hacer fluir la descarga gaseosa del turboexpansor a través de los conductos, controles y equipos descritos, y que comprenden condensador, extracción de niebla del condensado y extracción de niebla, TOD y lavador de la descarga gaseosa, mientras que no comprenden una etapa de recompresión antes de liberación al medio ambiente circundante.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se prefiere minimizar más la contrapresión del turboexpansor minimizando el uso de presión corriente abajo como antes y proporcionando también una etapa de recompresión de la descarga gaseosa situada después de un medio de intercambio de calor condensador, en el que se elimina al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 u 80 % en peso del vapor de agua presente en la descarga gaseosa del turboexpansor como agua líquida. Los autores de la invención han descubierto que, aunque se ventila el vapor de agua al medio ambiente circundante de acuerdo con las invenciones del presente documento, la eliminación eficaz del vapor de agua de la descarga gaseosa de acuerdo con las invenciones en el presente documento, permite una etapa de recompresión para la descarga gaseosa restante que requiere de forma conveniente menos energía que el aumento de energía proporcionado por la mayor descompresión en el turboexpansor corriente arriba. Además, es más preferible situar un medio extractor entre un medio condensador de descarga gaseosa y la entrada a un medio de recompresión (véase en otro parte del presente documento las descripciones y denominaciones para la descarga gaseosa del condensador y la descarga gaseosa del extractor). Cuando se usa recompresión de la descarga gaseosa, se prefiere recomprimir la descarga gaseosa del condensador, más preferiblemente la descarga gaseosa del extractor, en al menos aproximadamente 0,05 o 0,1 o 0,2 o 0,3 bar. Cuando se usa recompresión de la descarga gaseosa, se prefiere recomprimir la descarga gaseosa del condensador, más preferiblemente la descarga gaseosa del extractor, en menos aproximadamente 0,9 u 0,8 o 0,7 o 0,6 bar. Cuando se usa recompresión de la descarga gaseosa, se prefiere que la presión de la descarga gaseosa que sale de la etapa de menor presión de un turboexpansor sea menor de aproximadamente 0,3 o 0,2 o 0,1 o 0 bar manométricos. Cuando se usa recompresión de un turboexpansor sea al menos aproximadamente -0,9 o -0,6 o -0,4 o -0,3 bar manométricos. Cuando se usa recompresión de la descarga gaseosa, se prefiere situar al menos una etapa de recompresión de modo que esté conectada mecánicamente al menos a una etapa del turboexpansor y/o al menos a una etapa de compresión para el suministro de oxidante del aire ambiente. Dicha conexión se proporciona convenientemente mediante un eje mecánico rotatorio y/o caja de engranajes.

Se dirige ahora la atención a las temperaturas preferidas para una entrada de descarga gaseosa a un medio turboexpansor u, opcionalmente si se proporciona, a la entrada de un medio precalentador de descarga gaseosa 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 del turboexpansor sea al menos aproximadamente 110 o 120 o 130 o 135 °C, evaluada antes de cualquier medio de precalentamiento de descarga gaseosa opcionalmente dispuesto más adelante de un primer medio turboexpansor. Se prefiere que la temperatura a la entrada de la primera etapa del turboexpansor sea menor de aproximadamente 190 o 175 o 165 o 155 °C, evaluada antes de cualquier medio de precalentamiento de descarga gaseosa dispuesto más delante de un primer medio turboexpansor. Se prefiere que la reducción de temperatura evaluada desde donde se forma la descarga gaseosa de reacción cerca de una superficie superior del medio de reacción hasta donde la descarga gaseosa entra en un primer medio turboexpansor sea menor de aproximadamente 50 o 40 o 30 o 25 °C de reducción, evaluada antes de cualquier medio de precalentamiento de descarga gaseosa opcionalmente dispuesto más delante 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, algunos constituyentes de la descarga gaseosa de la presente invención producen 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 de la descarga gaseosa. Se cree que los constituyentes corrosivos comprenden ácidos carboxílicos y/o bromo junto con agua y/o dióxido.

Por consiguiente, se prefiere trabajar con una temperatura a la salida de al menos una etapa del turboexpansor de al menos 5 o 10 o 20 o 25 °C por encima de la temperatura del punto de rocío local de la descarga gaseosa. Más preferiblemente, estos márgenes de temperatura respecto al punto de rocío se mantienen a la salida de todas las etapas de un turboexpansor. Dichas temperaturas se alcanzan por diferentes medios que comprenden limitar la eficacia mecánica de un turboexpansor, añadir energía térmica a la descarga gaseosa 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 autores de la invención han descubierto que a menudo no es deseable, con respecto al coste de capital y al coste operativo, llevar a cabo la invención actual con demasiado sobrecalentamiento en la descarga gaseosa del turboexpansor. Por consiguiente, se prefiere trabajar con una temperatura a la salida de al menos una etapa del turboexpansor y a la entrada de un condensador de descarga gaseosa 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 del 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, la mejora de la eficacia mecánica de la turbina puede ser perjudicial o beneficiosa para un coste optimizado. Los autores de la invención han descubierto que cuando el coste unitario de la energía térmica suministrada es menor de aproximadamente 0,3 veces el coste de la energía eléctrica expresado en las mismas unidades, entonces se prefiere maximizar la eficacia mecánica del turboexpansor y usar un aporte de energía térmica adicional para obtener el intervalo del punto de rocío deseado en la salida del expansor. Esto es menor eficacia de lo que un ciclo generador de energía eléctrica puede conseguir, p. ej., una relación de al menos aproximadamente 0,5 de salida de energía mecánica a aporte de energía térmica, de modo que el uso del aporte de energía térmica a la descarga gaseosa 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 creciente se puede acoplar con la eficacia mejorada en el expansor y/o mayor descompresión en el mismo para conseguir una mejora general notable de la recuperación de energía. Por tanto, se prefiere que la eficacia mecánica de un turboexpansor usado en la presente invención sea de al menos aproximadamente 65 o 75 u 80 u 85 % de la producción de trabajo de eje máxima para conseguir una expansión isentrópica ideal del fluido de trabajo de descarga gaseosa.

Para aumentar la producción de energía mecánica de un turboexpansor, en especial con respecto al mantenimiento de 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 a la descarga gaseosa entre la salida de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación y una entrada a un turboexpansor y/o en una posición entre etapas en un turboexpansor de 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 descarga gaseosa del turboexpansor; menos de 100 o 90 u 10 u 80 o 70 W/kg de descarga gaseosa del turboexpansor; un aumento de la temperatura de la descarga gaseosa por el aporte de energía térmica de al menos 10 o 20 o 40 o 60 °C y un aumento de la temperatura de la descarga gaseosa por el aporte de energía térmica menor de 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 de intercambio de calor conductoras aisladas, que comprenden preferiblemente diferentes 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 para formar una parte de condensado de agua líquida. Además, los autores de la invención describen que se prefiere formar al menos una parte de vapor reevaporado de menor presión a partir del condensado formado en un medio de intercambio de calor de la descarga gaseosa, y usar al menos una parte de dicho vapor reevaporado en al menos un medio de intercambio de calor en otra parte de un procedimiento de producción de TPA, p. ej., calentando una parte de xileno, disolvente recuperado, disolvente filtrado, TPA sólido y/o descarga gaseosa.

Opcionalmente, dichas cantidades de energía térmica se suministran oxidando un combustible con dióxígeno y combinando directamente los productos de reacción calientes resultantes con la descarga gaseosa. Dichos productos de reacción calientes son admitidos en una sitio 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 de 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 50 o 70 o 90 o 95 % en peso de metano.

Preferiblemente, se proporciona una parte de aire ambiente comprimido para oxidar dicho combustible, puesto que la descarga gaseosa de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación es a menudo relativamente pobre en dióxígeno y rica en vapor de agua. Más preferiblemente, se proporciona preferiblemente al menos un 50 o 70 o 90 o 100 % en peso de la cantidad estequiométrica de dióxígeno de aire ambiente comprimido alimentado a una zona de reacción de oxidación para dicho combustible. La cantidad estequiométrica de dióxígeno 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 mínimo aproximadamente 300 o 200 o 150 o 120 % en peso de la cantidad estequiométrica de dióxígeno de aire ambiente comprimido alimentado a una zona de reacción de oxidación para dicho combustible. Preferiblemente, la temperatura máxima para oxidar dicho combustible es 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 10 o 50 u 80 o 95 % en peso de dicho combustible. Preferiblemente, al menos aproximadamente 10 o 50 u 80 o 95 % en peso de los COV en la descarga gaseosa 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 autores de la invención han descubierto que las descripciones del presente documento también son preferidas para aumentar la masa de vapor de agua que llega a la entrada de al menos un medio turboexpansor. Estas composiciones están permitidas por las descripciones del presente documento relativas 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 la descarga gaseosa que fluye en al menos una etapa del turboexpansor 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 la descarga gaseosa que fluye en al menos una etapa del turboexpansor comprenda al menos aproximadamente 0,38 o 0,42 o 0,44 o 0,46 kg de agua por kg de descarga gaseosa en el mismo sitio. Se prefiere que el flujo másico de descarga gaseosa en la entrada de al menos una etapa del turboexpansor 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. En general, es deseable maximizar la recuperación de la descarga gaseosa de reacción de compuestos vaporizados que contienen al menos un enlace hidrocarbilo, denominados en el presente documento "compuestos orgánicos volátiles" y "COV". Si no se recuperan de la descarga gaseosa, estos compuestos se liberan indeseablemente en el medio ambiente circundante o, más preferiblemente, se convierten mayoritariamente en vapor de agua y dióxido de carbono en un TOD. Aunque el efluente del TOD es más benigno medioambientalmente, la pérdida de COV de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación sigue siendo un coste operativo.

Más específicamente, en general es deseable limitar las pérdidas de pX, ácido acético y acetato de metilo en la descarga gaseosa que entra en un TOD. En dicha minimización de pérdidas influyen diferentes 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. En general, 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 autores de la invención han descubierto que aumentar intencionadamente las pérdidas de compuestos orgánicos volátiles por encima de su mínimo básico da como resultado una economía del procedimiento global mejorada cuando se integra con las necesidades de combustible de un TOD 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 la descarga gaseosa de reacción como se describe en la presente memoria. Se prefiere que la temperatura de al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de la descarga gaseosa que sale de un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación se reduzca menos de aproximadamente 50 o 40 o 30 25 o 25 °C, evaluada desde donde se forma la descarga gaseosa de reacción cerca de una superficie superior de un medio de reacción. Se prefiere aislar al menos 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 0,01 o 0,02 o 0,04 o 0,08 m de grosor de material aislante, a pesar de que finalmente se liberan grandes cantidades de energía térmica al medio ambiente circundante 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 que comprenden un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación sean de menos de 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 modo que se eliminen menos de 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 procedimiento a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, situadas desde donde se forma la descarga gaseosa de reacción cerca de una superficie superior de un medio de reacción y hasta que ha pasado al menos aproximadamente 80 o 90 o 95 o 99 % en peso del dinitrógeno del mismo a través de un medio turboexpansor. Algunos diseños conocidos para la recuperación de energía de la descarga gaseosa de reacción

comprenden condensar y recuperar el disolvente por extracción de energía térmica a través de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, para calentar y/o vaporizar fluidos de uso general antes de pasar la descarga gaseosa a través de un turboexpansor. Después los fluidos de uso general se usan para la generación de potencia de eje y/o transferencia de energía térmica en otras etapas. Los fluidos de transferencia de calor y/o refrigerantes de uso general de ejemplo comprenden agua líquida y/o vapor, hidrocarburo alifático ligero líquido y/o vapor, y/o aire.

Se prefiere que un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación trabajen sin añadir un compuesto de separación azeotrópica. Los compuestos de destilación azeotrópica de ejemplo comprenden acetato de n-butilo y/o acetato de n-propilo. Se prefiere que un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación trabaje 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 de la descarga gaseosa de reacción.

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 80 o 90 o 95 o 99 % en peso de los gases no condensables y/o dinitrógeno presentes en la descarga gaseosa 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 que la pérdida de presión de flujo por fricción de la descarga gaseosa a través de dicho medio de destilación sea menor 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 menor de aproximadamente 1.200 o 900 o 700 o 500 Pa por bandeja, a pesar de que esto limita de forma no deseada el retorno operativo de dichas bandejas. Es más preferido usar un empaquetado estructurado como se conoce en la materia, a pesar de la necesidad de una costosa metalurgia resistente a la corrosión y también a la inflamabilidad potencial de algunos metales 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 menor 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 procesa al menos aproximadamente 80 o 90 o 95 o 99 % en peso del dinitrógeno en la descarga gaseosa de reacción.

Después de salir de un turboexpansor, se prefiere que al menos una parte de la descarga gaseosa se enfríe en al menos un medio de intercambio de calor, denominado en el presente documento un condensador de descarga gaseosa, produciendo así un líquido, denominado en el presente documento reflujo y que comprende esencialmente agua, al menos una parte 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 descarga gaseosa sean iguales que a la salida de la etapa final de un turboexpansor. Se prefiere que la pérdida de presión de flujo por fricción de la descarga gaseosa sea menor de aproximadamente 16 o 12 u 8 o 4 kPa en dicho condensador de descarga gaseosa. Cuando se trabaja sin una etapa de recompresión de la descarga gaseosa, se prefiere que la presión de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa sea al menos aproximadamente 0,02 o 0,08 o 0,12 o 0,16 bar manométricos. Cuando se funciona sin una etapa de recompresión de descarga gaseosa, se prefiere que la presión de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa sea menor de aproximadamente 0,6 o 0,5 o 0,4 o 0,3 bar manométricos. Cuando se trabaja con una etapa de recompresión de descarga gaseosa opcional, se prefiere que la presión de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa sea al menos aproximadamente -0,8 o -0,7 o -0,6 o -0,5 bar manométricos. Cuando se trabaja con una etapa de recompresión de descarga gaseosa opcional, se prefiere que la presión de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa sea menor de aproximadamente 0,1 o 0,0 o -0,1 o -0,2 bar manométricos. Se prefiere que la temperatura de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa sea al menos aproximadamente 30 o 40 o 50 o 60 °C. Se prefiere que la temperatura de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa sea menor de aproximadamente 110 o 100 o 90 u 80 °C. Se prefiere que la temperatura de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa 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 de la descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa se reduzca menos de aproximadamente 100 u 80 o 70 o 60 °C por debajo de la temperatura de salida del turboexpansor. Se prefiere eliminar la energía térmica menor de aproximadamente 3.100 o 2.900 o 2.700 o 2.500 W en dicho condensador de descarga gaseosa por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción. Se prefiere eliminar la energía térmica de al menos aproximadamente 1.600 o 1.800 o 2.000 o 2.100 W en dicho condensador de descarga gaseosa por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

La cantidad y temperatura de reflujo se seleccionan y controlan para maximizar el vapor de agua que entra en un

turboexpansor en equilibrio con la minimización de la pérdida de COV en la descarga gaseosa que sale del condensador. Se prefiere que el flujo de 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 producido en reactores de oxidación servidos por dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el flujo de 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 producido en reactores de oxidación servidos por dicho medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación. Se prefiere que el flujo de 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 de 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 trabaja con combustión de combustible 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 aproximadamente 40 o 30 o 20 o 10 °C por debajo de la temperatura del vapor de agua que sale del condensador de descarga gaseosa.

Los autores de la invención observan que disponer un condensador de descarga gaseosa a dicha baja presión de acuerdo con la presente invención aumenta mucho el volumen de descarga gaseosa a la entrada y salida de un condensador. Salvo que se usen conductos de diámetro inusualmente grande, las velocidades de flujo y caída de presión por fricción son inaceptables. Por consiguiente, se prefiere que los conductos de descarga gaseosa entre una salida del turboexpansor y una entrada al condensador de descarga gaseosa 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 procedimiento que contiene presión hechos de diferentes metales y aleaciones metálicas resistentes a la corrosión costosos. Para moderar el diámetro y coste del conducto, se prefiere que la velocidad superficial de la descarga gaseosa en conductos entre una salida del turboexpansor y una entrada al condensador de descarga gaseosa sea de al menos aproximadamente 30 o 40 o 50 o 60 m/s. Estas son velocidades de conducto inusualmente rápidas de erosión, en especial para un gas de procedimiento 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 descarga gaseosa, determinada 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 entrar en un medio extractor para eliminación de líquido, como se describe en otra parte del presente documento.

Los autores de la invención también observan que trabajar con un condensador de descarga gaseosa a baja presión de acuerdo con la presente invención fuerza al uso de una temperatura de procedimiento más baja para condensar la cantidad requerida de reflujo. La temperatura de procedimiento más baja se aproxima más a la temperatura del fluido refrigerante, y la menor presión del procedimiento produce un coeficiente de transferencia de calor de película reducido por el lado del procedimiento. Todos los factores fuerzan una mayor área de superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, que típicamente comprenden diferentes metales y aleaciones metálicas resistentes a la corrosión, caros.

Los retos de diseño y costes de un condensador de descarga gaseosa de la presente invención se amplían todavía más cuando se expulsan las cantidades preferidas de vapor de agua al medio ambiente circundante según algunos aspectos de la presente invención. Expulsar las cantidades seleccionadas de vapor de agua introduce un requisito de controlar intencionadamente la cantidad de energía eliminada en un condensador de descarga gaseosa, incluso cuando se trabaja con superficies límite conductoras aisladas nuevas o no contaminadas, 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.

Un reto particular para controlar un medio condensador de descarga gaseosa es que la mayoría de los sistemas de agua de torre de refrigeración contienen cantidades de sólidos disueltos que se concentran en gran medida por la refrigeración evaporativa con aire ambiente. Cuando se regula el flujo de dicha agua de refrigeración para controlar la temperatura del procedimiento de un condensador de descarga gaseosa, aumenta la temperatura del agua de refrigeración que sale. Si la temperatura de dicha agua de refrigeración se eleva demasiado, precipitan parte de los sólidos disueltos. Desgraciadamente, muchas aleaciones metálicas muy resistentes a la corrosión son atacadas y perforadas rápidamente por corrosión por picadura bajo dichos depósitos tuberculados. Por consiguiente, los autores de la invención describen las siguientes realizaciones preferidas para un condensador de descarga gaseosa de

acuerdo con la presente invención. Como se usa en el presente documento, "descarga gaseosa del condensador" comprende descarga gaseosa en la que al menos una parte se ha procesado en al menos un condensador de descarga gaseosa.

5 Se prefiere que dicho condensador de descarga gaseosa que produce agua líquida comprenda refrigeración con aire, en el que el aire ambiente está en contacto con superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, que contienen dicha descarga gaseosa. Se prefiere usar ventiladores de tiro forzado para mover el flujo de aire a través de las superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, que contienen dicho descarga gaseosa. Se prefiere usar una velocidad del ventilador, separación de paletas del ventilador, rejilla de control del
10 flujo de aire y/u otros medios de control del flujo del aire y/o temperatura del aire para ajustar la cantidad de refrigeración de la descarga gaseosa en respuesta a al menos una variable del procedimiento; por ejemplo, temperatura y/o presión de la descarga gaseosa del condensador; temperatura y/o caudal del líquido del condensador; composición química de la descarga gaseosa del condensador y/o del condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo, análisis infrarrojo de la composición.

15 Es más preferido que dicho condensador de descarga gaseosa que produce agua líquida comprenda agua de refrigeración en contacto con superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas, que contienen dicho descarga gaseosa. 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 de la
20 descarga gaseosa en respuesta a al menos una variable del procedimiento, por ejemplo, temperatura y/o presión de la descarga gaseosa del condensador; temperatura y/o caudal del líquido del condensador; composición química de la descarga gaseosa del condensador y/o del condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo análisis infrarrojo de la composición. Se prefiere que al menos una parte 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
25 80 °C. Se prefiere que dicha agua de refrigeración comprenda agua enfriada mediante contacto directo con aire ambiente. 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 eliminar al menos una parte del calor de dicha agua de refrigeración de bucle cerrado en un medio de intercambio de calor que comprende agua de
30 refrigeración de uso general enfriada por contacto directo con aire ambiente. Se prefiere eliminar al menos una parte de calor de dicha agua de refrigeración de bucle cerrado en un medio de intercambio de calor de placas.

Opcionalmente, se prefiere retirar del servicio al menos una parte de la superficie límite de intercambio de calor conductora aislada de vez en cuando en respuesta a al menos una variable del procedimiento, por ejemplo,
35 temperatura y/o presión de la descarga gaseosa del condensador; temperatura y/o caudal del líquido del condensador; composición química de la descarga gaseosa del condensador y/o el condensado mediante cualquier medida en línea, por ejemplo, análisis infrarrojo de la composición. Dicha parte de superficie se retira del servicio retirándola del contacto con el flujo de descarga gaseosa y/o el flujo de fluido de refrigeración de uso general.

40 Un modo opcional de controlar la cantidad de energía eliminada en un condensador de descarga gaseosa es desviar una parte de la descarga gaseosa del turboexpansor alrededor de dicho condensador, como se describe en el documento US 6.504.051. 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 de la
45 descarga gaseosa desviada. 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 a liberar al ambiente y/o un TOD. En segundo lugar, es deseable recombinar la descarga gaseosa del condensador y la descarga gaseosa desviada para tratamiento en un medio de tratamiento medioambiental compartido común. Sin
50 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 demuestra ser peligroso con respecto a la corrosión de picadura 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 procedimiento a alta velocidad limitando la caída de presión y/o aporte de
55 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 autores de la invención han descubierto las siguientes realizaciones preferidas de la presente invención. Después de salir de un turboexpansor, se desvía al menos una parte del gas de descarga gaseosa

- alrededor de al menos un condensador de descarga gaseosa, para formar una “descarga gaseosa desviada”, usando uno o más de los siguientes aspectos preferidos. Se prefiere que dicha descarga gaseosa desviada se enfríe menos de aproximadamente 60 o 50 o 30 o 10 °C en un medio de intercambio de calor que comprende superficies límite de intercambio de calor conductoras aisladas antes de combinar con la descarga gaseosa que sale de un
- 5 condensador de descarga gaseosa, que entra en un TOD y/o que se libera al medio ambiente circundante. Se prefiere que dicha descarga gaseosa desviada sea al menos aproximadamente 1 o 2 o 4 u 8 % en peso de toda la descarga gaseosa que sale de un turboexpansor. Se prefiere que dicha descarga gaseosa desviada sea menor de aproximadamente 50 o 40 o 30 o 20 % en peso de toda la descarga gaseosa que sale de un turboexpansor. Se prefiere usar el caudal de dicha descarga gaseosa desviada para ajustar la cantidad de refrigeración de la descarga
- 10 gaseosa en respuesta al menos a una variable del procedimiento; p. ej., temperatura y/o presión de la descarga gaseosa del condensador; temperatura y/o caudal del líquido del condensador; composición química de la descarga gaseosa del condensador y/o condensado mediante cualquier medición en línea, p. ej. análisis infrarrojo de la composición. Se prefiere combinar dicha descarga gaseosa desviada con al menos una parte de descarga gaseosa que ha salido de un condensador de descarga gaseosa, para formar un “descarga gaseosa mixta” antes de liberar al
- 15 medio ambiente circundante. Se prefiere que un “medio extractor”, que usa al menos una de las siguientes características, procese al menos una parte de la descarga gaseosa del condensador, produciendo así una “descarga gaseosa del extractor”. Preferiblemente, se separa al menos aproximadamente 10, 50, 98 o 99,9 % en peso del líquido que entra en dicho medio extractor y sale mezclado con menos de aproximadamente 50 o 95 o 99 o 99,8 % en peso de dinitrógeno de la descarga gaseosa de una abertura en el 80 o 60 o 40 o 10 % inferior de la
- 20 altura de dicho medio extractor. Preferiblemente, al menos una parte de dicho medio extractor está localizada a una altura menor que al menos un condensador de descarga gaseosa que proporciona un flujo multifásico de gas más líquido a dicho medio extractor. Preferiblemente, sale agua líquida de dicho medio extractor de una abertura localizada por debajo de la entrada de flujo de un condensador de descarga gaseosa. Preferiblemente, la velocidad superficial vertical de la descarga gaseosa en dicho medio extractor es menor de aproximadamente 4 o 3 o 2 o 1 m/s
- 25 en el plano del diámetro horizontal mayor. Preferiblemente, la velocidad superficial horizontal de la descarga gaseosa en dicho medio extractor es menor de aproximadamente 6 o 5 o 4 o 3 m/s en el plano del diámetro vertical mayor. Preferiblemente, el tiempo medio de permanencia de la descarga gaseosa en dicho medio extractor es menor de aproximadamente 20 o 13 u 8 o 5 s. Preferiblemente, el tiempo medio de permanencia de la descarga gaseosa en dicho medio extractor es de al menos aproximadamente 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 s. Preferiblemente, el
- 30 tiempo medio de permanencia del líquido en dicho medio extractor es de al menos 0,5 o 2 o 4 u 8 minutos. Preferiblemente, el tiempo medio de permanencia del líquido en dicho medio extractor es menor de aproximadamente 60 o 48 o 24 o 12 minutos. Preferiblemente, está incluida en dicho medio extractor al menos una superficie de impacto eliminadora de líquido distinta de las superficies límite de aislamiento de presión. Preferiblemente, el área superficial sólida en contacto con la descarga gaseosa que pasa a través de un medio
- 35 extractor es de al menos aproximadamente 0,0005 o 0,001 o 0,002 o 0,004 m² por kg de descarga gaseosa que sale de dicho medio extractor. Preferiblemente, al menos una parte de la descarga gaseosa que pasa a través de dicho medio extractor entra en contacto con al menos aproximadamente 0,001 o 0,005 o 0,01 o 0,02 m² de área superficial sólida de aislamiento sin presión por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Preferiblemente, se eliminan de la descarga gaseosa del extractor al menos aproximadamente 70 u 80 o 90 % de las
- 40 gotas líquidas menores de al menos aproximadamente 500 o 200 o 75 o 25 µm presentes en la descarga gaseosa que entra en un medio extractor. Los autores de la invención describen que estas diferentes características preferidas de un medio extractor son preferidas en un medio extractor que procese descarga gaseosa de condensador con o sin descarga gaseosa desviada.
- 45 Se prefiere que al menos una parte de la descarga gaseosa desviada sea procesada en un TOD, que procesa también al menos una parte de la descarga gaseosa que ha salido de un condensador de descarga gaseosa. Más preferiblemente, se combina al menos una parte de la descarga gaseosa desviada con al menos una parte de la descarga gaseosa del condensador, para formar un descarga gaseosa mixta antes de entrar en un TOD. Lo más preferiblemente, se añade energía térmica para elevar la temperatura de dicha descarga gaseosa mixta antes de
- 50 entrar en un medio de TOD. Este calentamiento reduce la condensación en los conductos, recipientes y otros recintos de descarga gaseosa 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 descarga gaseosa mixta, a dicho flujo de descarga gaseosa desviada o a dicho flujo de descarga gaseosa que sale del condensador. Se prefiere que la temperatura de dicha descarga gaseosa mixta sea al menos aproximadamente 10 o 20 o 40 o 60 °C superior a la temperatura de la
- 55 descarga gaseosa que sale de dicho condensador de descarga gaseosa.

Los autores de la invención describen que se prefiere añadir energía térmica para extraer la descarga gaseosa de acuerdo con este aspecto, incluso sin descarga gaseosa desviada. Se prefiere situar el condensador de descarga gaseosa y el medio extractor como sigue, con el fin de equilibrar simultáneamente el coste de bombeo del agua de

refrigeración a alturas altas, el coste de estructuras y soportes altos, y la provisión de altura para posibilitar el flujo por gravedad del líquido condensado en y/o a través de un medio condensador de descarga gaseosa y/o extractor. Se prefiere que la altura de la superficie enfriada más baja de al menos un condensador de descarga gaseosa sea menor de aproximadamente 50 o 30 o 20 o 10 m por encima de la altura de la superficie del suelo. Se prefiere que la altura de la superficie enfriada más alta de al menos un condensador de descarga gaseosa sea de al menos aproximadamente 6 o 9 o 12 o 15 m por encima de la altura de la superficie del suelo. Se prefiere que la altura de las existencias de líquido en un medio extractor sea al menos aproximadamente 0,5 o 1 o 2 o 3 m por encima de la altura de la superficie del suelo circundante. Se prefiere que altura de las existencias de líquido en un medio extractor sea menor de aproximadamente 20 o 15 o 10 o 5 m por encima de la altura de la superficie del suelo.

En combinación con una recuperación de energía mejorada de un turboexpansor de descarga gaseosa y/o autocalentamiento de un TOD según las descripciones del presente documento, los autores de la invención han descubierto un sorprendente beneficio de dejar cantidades mayores de vapor de agua en la descarga gaseosa ventilada, a pesar de las mayores pérdidas de COV que acompañan a menudo de dichas cantidades mayores de vapor de agua. Por consiguiente, los autores de la invención describen las siguientes realizaciones preferidas para el "vapor de agua ventilado" presente en un descarga gaseosa de condensador, un descarga gaseosa de extractor y/o un descarga gaseosa de entrada a TOD. Se prefiere que el vapor de agua ventilado sea menor de aproximadamente 400 o 300 o 250 o 200 % en peso del agua de formación del 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 el tratamiento en un TOD, y sin el aumento simultáneo 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 100 o 110 o 130 o 150 % en peso del agua de formación del TPA. Para evitar una excesiva deshidratación del sistema de disolvente recuperado y alterar así las condiciones de la reacción de oxidación, en la presente memoria se describen las fuentes preferidas de la cantidad de agua que supera el agua de formación del TPA.

Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación del TPA comprenda al menos una parte de agua que ha entrado en el procedimiento con el suministro de oxidante, más preferiblemente aire ambiente comprimido. La cantidad preferida de vapor de agua que entra en el aire comprimido se describe en otra parte del presente documento. Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación del TPA comprenda al menos una parte 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 del TPA comprenda agua formada por la inyección de vapor de agua presurizado (al menos aproximadamente 50, 90, 95 o 99 % en peso de agua, al menos a aproximadamente 110 o 140 o 180 o 220 °C) a un flujo del 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 del TPA comprenda al menos una parte de agua usada para lavar los orificios de ventilación del procedimiento que posteriormente liberan gas al medio ambiente circundante. Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación del TPA comprenda al menos una parte de agua usada como auxiliar de separación azeotrópica en un procedimiento de purificación de disolvente y/o recuperación de catalizador que comprende las descripciones de la patente de EE.UU. n° 4.939.297, el documento US 7.351.396 y la publicación de solicitud de patente de EE.UU. n° 2005-0038288.

Se prefiere que el vapor de agua ventilado en exceso del agua de formación del TPA comprenda al menos una parte de agua formada por la oxidación de combustible cuando se usa opcionalmente para calentar la descarga gaseosa 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 del TPA comprenda al menos una parte de agua procedente de un procedimiento de PET adyacente y que entra en el procedimiento de TPA antes de la salida de un TOD, más preferiblemente antes de la entrada en un TOD. Se prefiere que dicho procedimiento de PET esté situado de modo que la distancia horizontal mínima desde dicho procedimiento de TPA sea menor de aproximadamente 1.800, 900, 300 o 100 m. Se prefiere que dicho procedimiento de PET forme al menos una parte de PET usando el producto TPA de dicho procedimiento de TPA. Se prefiere alimentar al menos una parte de dicho

producto TPA a un medio de reacción de dicho procedimiento de PET adyacente en un plazo de menos de 72 o 24 o 12 o 4 horas después de formarse a partir de para-xileno, para-tolualdehído y/o ácido para-toluico. Se prefiere que el agua procedente de dicho procedimiento 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 procedimiento de PET sea menor de 5 aproximadamente 1,1 o 0,9 o 0,7 o 0,6 kg por kg de agua de formación de TPA.

Se prefiere que el TOD se autoalimente por oxidación de compuestos de la descarga gaseosa que comprenden monóxido de carbono y COV, en especial por oxidación de acetato de metilo. Se prefiere que el contenido de combustible de la descarga gaseosa sea al menos aproximadamente 60, 70, 80 o 90 % de todo el contenido de combustible que entra en el TOD. El contenido de combustible se evalúa como el calor de las reacciones de oxidación que proporcionan productos en fase de vapor que comprenden vapor de agua y dióxido de carbono gaseoso. Se prefiere que el contenido de combustible de la descarga gaseosa sea menor de aproximadamente 160 o 140 o 120 o 110 % del contenido mínimo de combustible necesario para hacer funcionar el TOD sin un medio de refrigeración, por ejemplo, calentamiento razonable de aire u otro gas/vapor y/o calentamiento razonable o latente de 10 agua u otro líquido, tanto directamente mezclando masas como indirectamente a través de superficies de intercambio de calor conductoras aisladas. 15

Se prefiere que el TOD se alimente convenientemente, incluso de forma predominante, con acetato de metilo de descarga gaseosa de acuerdo con las siguientes descripciones. El acetato de metilo es un subproducto conocido de la oxidación en fase líquida de pX en TPA en ácido acético. Son conocidas en la materia tecnologías para aislar acetato de metilo y después hidrolizarlo con agua, para recuperar el disolvente ácido acético y el efluente del subproducto metanol. Los autores de la invención han descubierto que un sistema de síntesis de TPA eficaz, p. ej. 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 de la descarga gaseosa tiene un poder calorífico 20 relativamente bajo, y la descarga gaseosa contiene a menudo cantidades relativamente pequeñas de MeBr y ácido acético. El acetato de metilo proporciona un contenido de combustible útil para un TOD para conseguir las temperaturas y eficacias de destrucción de los contaminantes requeridas, incluyendo el acetato de metilo mismo. Si el contenido de combustible de la descarga gaseosa es demasiado bajo, entonces deben suministrarse combustibles complementarios, por ejemplo metano, metanol o fueloil, al TOD para conseguir las temperaturas y 30 eficacias de descomposición de los contaminantes requeridas.

Los autores de la invención han descubierto los siguientes intervalos preferidos para el acetato de metilo en la descarga gaseosa del extractor, intervalos que equilibran de forma conveniente el valor calorífico del acetato de metilo en un TOD 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 35 contenido de acetato de metilo en la descarga gaseosa del extractor y/o descarga gaseosa que entra en un TOD 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 la descarga gaseosa del extractor y/o descarga gaseosa que entra en un TOD sea menor de aproximadamente 0,030 o 0,025 o 0,020 o 0,015 kg por kg 40 de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación. Se prefiere que el acetato de metilo proporcione al menos aproximadamente 20 o 30 o 40 o 50 % de todo el contenido de combustible que entra en un TOD. En otra realización de la invención, se prefiere que el contenido de acetato de metilo y/o metanol en la descarga gaseosa del extractor y/o descarga gaseosa que entra en un TOD 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 45 que el acetato de metilo proporcione al menos aproximadamente 20 o 30 o 40 o 50 % de todo el contenido de combustible que entra en un TOD.

Se prefiere que el contenido de ácido acético de una descarga gaseosa de extractor y/o efluente gaseoso que entra en un TOD 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 la 50 descarga gaseosa del extractor y/o descarga gaseosa que entra en un TOD sea menor de aproximadamente 0,45 o 20 0,40 o 0,35 o 0,30 % en moles evaluado en una base seca solo con compuestos gaseosos no condensables.

Sin embargo, no es deseable gastar demasiada energía, sea combustible intrínseco en una descarga gaseosa o combustible añadido, en el TOD. Por lo tanto, se prefiere que la energía de combustión total liberada por un TOD sea menor de aproximadamente 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 55 integración térmica eficaz entre la descarga gaseosa tratada caliente cerca de la salida de un TOD y la descarga gaseosa no tratada cerca de la entrada de dicha TOD, como es conocido en la materia por diferentes medios.

El suministro de calor de combustión se controla de forma adecuada con los procedimientos de trabajo y composiciones de descarga gaseosa como se describe en el presente documento. Se prefiere que un TOD trabaje a una temperatura interna máxima de al menos aproximadamente 200 o 400 o 600 u 800 °C. Se prefiere que al menos 5 aproximadamente 94 o 96 o 98 o 99 % en moles de los carbonos en la descarga gaseosa que entra en un TOD se oxiden a CO₂ antes de salir del TOD. Lo más preferiblemente, el TOD en todas las descripciones del presente documento significa un medio de oxidación térmica regenerativa (RTO).

Después de la eliminación y/o descomposición de los contaminantes monóxido de carbono y COV en una descarga 10 gaseosa de reacción de oxidación, muchos casos requieren la eliminación sustancial de bromo de la descarga gaseosa tratada. Esta reducción de bromo se realiza a menudo mediante lavado acuoso de la descarga gaseosa tratada de un TOD, por ejemplo, lavado con líquido de la descarga gaseosa usando una disolución acuosa de hidróxido sódico y bisulfito sódico, para producir 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 efluente junto con la reposición de 15 agua más pura. Preferiblemente, dicha agua de reposición del lavado de descarga gaseosa es agua filtrada. Más preferiblemente, dicha agua de reposición del lavado es agua desmineralizada, agua desionizada y/o condensado de vapor de agua.

Los autores de la invención han descubierto que dicho efluente de purgado de líquido de lavado que comprende 20 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 efluente de líquido de lavado de descarga gaseosa 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 medio ambiente circundante. En otra realización de la invención, puede usarse cualquier 25 agua de efluente obtenida de una instalación de producción que comprenda un medio de reacción de oxidación, con una relación de 0,01 a 0,05 kg de agua de efluente 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.

30 En una realización opcional y más preferida, la invención comprende combinar la descarga gaseosa de reacción de oxidación, incluyendo tanto fuentes del reactor de oxidación primaria como secundaria, para el procesamiento por un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio extractor, TOD y/o lavador de bromo, combinados compartidos.

35 De forma no deseable con respecto a la recuperación de energía, las presiones y temperaturas de trabajo 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 descargas gaseosas de reacción a mayor presión a través de una válvula de reducción de presión hasta una descarga gaseosa a menor presión disipa habitualmente una entropía significativa, causando una pérdida de la capacidad posterior de producir trabajo de eje. 40 Sin embargo, la presente invención retiene de forma conveniente la entalpía en las descargas gaseosas combinadas a la entrada de un turboexpansor, y los flujos de descargas gaseosas combinados mezclan de forma conveniente los valores caloríficos de CO y COV por delante de un TOD.

Se prefiere procesar la descarga gaseosa de al menos dos medios de reacción distintos en un medio de 45 recuperación de disolvente y/o deshidratación, medio turboexpansor, medio condensador, medio extractor, TOD y/o lavador de bromo, compartido común. Se prefiere que al menos una parte de dichos medios de reacción distintos estén separados horizontalmente entre sí menos de aproximadamente 1.000 o 500 o 100 o 150 m. "Procedimiento integrado" significa que se combinan y procesan las corrientes de alimentación o producto de dos procedimientos/instalaciones diferentes usando al menos una pieza de equipo común seleccionada del grupo que 50 consiste en medio turboexpansor, medio condensador, medio extractor, TOD y/o lavador de bromo.

Cuando se forma una mezcla de descarga gaseosa, se prefiere que la cantidad de toda la descarga gaseosa en la mezcla que procede del medio de reacción de oxidación secundario sea mucho menor que la cantidad de toda la 55 descargas gaseosa en la mezcla que procede del medio de reacción de oxidación primario. En mezclas de descargas gaseosas primaria y secundaria, se prefiere que la descarga gaseosa que viene del medio de reacción de oxidación secundario comprenda menos de aproximadamente 20 o 10 o 5 o 2 % en peso de la masa de descarga gaseosa combinada y menos de aproximadamente 20 o 10 o 5 o 2 % en peso de la masa de dinitrógeno de la descarga gaseosa combinada. En mezclas de descargas gaseosas primaria y secundaria, se prefiere que la descarga gaseosa que viene del medio de reacción de oxidación secundario comprenda al menos aproximadamente 0,1 o 0,2

o 0,4 o 0,8 % en peso de la masa de descarga gaseosa combinada y menos de aproximadamente 0,1 o 0,2 o 0,4 o 0,8 % en peso de la masa de dinitrógeno de la descarga gaseosa combinada.

Se prefiere combinar al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de la descarga gaseosa de reacción de al menos un medio de reacción de oxidación secundario con al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso de la descarga gaseosa 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 extractor, TOD y/o lavador de bromo, compartido común. Se prefiere que al menos una parte de la descarga gaseosa 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 parte de la descarga gaseosa 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 parte de la descarga gaseosa de dicho medio secundario se forme a una presión de al menos aproximadamente 7 o 10 o 13 o 16 bar absolutos. Se prefiere que al menos una parte de la descarga gaseosa de dicho medio secundario se forme a una presión de menor de aproximadamente 40 o 34 o 28 o 24 bar absolutos.

Se prefiere combinar al menos una parte de la descarga gaseosa de reacción de al menos dos medios de reacción de oxidación secundarios distintos entre sí y con al menos una parte de la descarga gaseosa 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 extractor, TOD y/o lavador de bromo, compartido común. Se prefiere que al menos una parte de la descarga gaseosa 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 parte de dicha descarga gaseosa de dicho medio de reacción de oxidación primario. Se prefiere que al menos una parte de la descarga gaseosa de un medio secundario se forme a una temperatura al menos aproximadamente 10 o 15 o 25 o 35 °C mayor que una parte de dicha descarga gaseosa de dicho medio de reacción de oxidación primario y/o una parte de dicha descarga gaseosa de un medio de reacción de oxidación secundario distinto. Se prefiere que al menos una parte de dicha descarga gaseosa de un medio secundario se forme a una temperatura diferente en menos de aproximadamente 20 o 15 o 10 o 5 °C de una parte de dicha descarga gaseosa de un medio de reacción de oxidación secundario distinto. Se prefiere que al menos una de dichas descargas gaseosas de reacción proceda de un medio de reacción de oxidación secundario separado horizontalmente de una parte de dicho medio de reacción primario por menos de 6 o 20 u 8 o 2 m. Se prefiere que al menos una de dichas descargas gaseosas de reacción proceda de un medio de reacción de oxidación secundario separado horizontalmente de una parte de dicho medio de reacción primario por al menos 4 u 8 o 16 o 32 m.

Se prefiere procesar al menos aproximadamente 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del dinitrógeno en la descarga gaseosa de reacción de al menos un medio de reacción de oxidación secundario combinado con al menos un 40 o 60 u 80 o 90 % en peso del dinitrógeno en la descarga gaseosa de reacción de un medio de reacción de oxidación primario en un medio turboexpansor, condensador, medio extractor, TOD y/o lavador de bromo, compartido común.

Las invenciones del presente documento se prefieren para un procedimiento que produce TPA bruto en el que las impurezas de ácido monocarboxílico totales comprenden al menos aproximadamente 1.000 o 2.000 o 4.000 o 6.000 ppmp; que produce TPA purificado en el que las impurezas de ácido monocarboxílico totales comprenden menos de 1.000 o 500 o 300 o 200 ppmp; 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 del presente documento 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 el presente documento 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) que usa 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 del presente documento se aplican a procedimientos que convierten m-xileno (mX) en ácido isoftálico (IPA) en todos los aspectos de las descripciones sustituyendo la especie para por la especie meta, p. ej., pX por mX, TPA por IPA, ácido para-toluico por ácido meta-toluico y 4-carboxibenzaldehído por 3-carboxibenzaldehído. Esta extensión se aplica para un procedimiento que forma IPA por separado. La extensión se aplica también a procedimientos parcial y/o totalmente combinados que forman tanto TPA como IPA.

Los aspectos de la invención relativos a combinar la descarga gaseosa de reacción de diferentes medios de reacción para procesar en al menos un medio de recuperación de disolvente y/o deshidratación, turboexpansor,

condensador, medio extractor, TOD 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 sustituida en para y la especie aromática predominante en al menos otro medio de reacción está sustituida en meta. Todos los aspectos de la invención relativos al disolvente recuperado se aplican también cuando al menos una parte del disolvente recuperado de la
5 descarga gaseosa de reacción de la oxidación de un xileno se usa posteriormente en el plazo de 72 o 48 o 24 o 12 horas en medio de reacción que oxida el otro xileno. Todos los aspectos de la invención relativos al disolvente filtrado se aplican también cuando al menos una parte 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
10 Co/Mn/Br e incluso 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 parte de disolvente filtrado (filtrado de para) de un procedimiento en el que la especie aromática predominante esté sustituida en para y una parte de disolvente filtrado (filtrado de meta) de un
15 procedimiento en el que la especie aromática predominante esté sustituida en meta en un procedimiento de purificación de disolvente y/o recuperación de catalizador que comparte al menos un conducto, recipiente a presión y/o artículo de equipo rotatorio. Las unidades de purificación de filtrado adecuadas están comprendidas en las descripciones de la patente de EE.UU. nº 4.939.297, US 7.351.396 y publicación de solicitud de patente de EE.UU. nº 2005-0038288. Es más preferido que al menos una parte del filtrado de para y del filtrado de meta se coalimenten
20 al mismo tiempo, en comparación con hacerlo de forma secuencial. Se prefiere usar al menos una parte de filtrado purificado y/o al menos una parte de catalizador recuperado de dicho procedimiento posteriormente para formar al menos una parte de medio de reacción de oxidación y posteriormente formar una parte de filtrado de para o de filtrado de meta, más preferiblemente para formar una parte de ambos filtrados. Se prefiere combinar físicamente al menos aproximadamente 10 o 40 u 80 o 98 % en peso de las impurezas aromáticas eliminadas del filtrado de para
25 por dicho procedimiento de purificación de disolvente filtrado y/o recuperación de catalizador con al menos aproximadamente 10 o 40 u 80 o 98 % en peso de las impurezas aromáticas eliminadas del filtrado de meta por dicho procedimiento.

Todos los aspectos de la invención relativos al aire comprimido para suministro de oxidante se aplican cuando una
30 parte del aire comprimido de un medio de compresión se divide para proporcionar suministro de oxidante a al menos un medio de reacción de oxidación en el que la especies predominantes son las sustituidas en para y al menos otro medio de reacción de oxidación en el que las especies predominantes son las sustituidas en meta.

Todos los aspectos de la invención relativos al condensado del termocambiator intermedio de suministro de
35 oxidante se aplican cuando al menos una parte del condensado del termocambiator intermedio de suministro de oxidante se divide, usándose parte en al menos una etapa del procedimiento en la que las especies aromáticas predominantes están sustituida en para y usándose otra parte en al menos otra etapa de procedimiento en la que las especies aromáticas predominantes están sustituida en meta.

40 En una realización, se prefiere cosituar un procedimiento de fabricación de IPA más pequeño con un procedimiento de fabricación de TPA más grande. Cuando se combina la descarga gaseosa de al menos un medio de reacción predominantemente sustituido en meta con la descarga gaseosa de al menos un medio de reacción predominantemente sustituido en para, se prefiere que la descarga gaseosa procedente del medio predominantemente sustituido en meta comprenda menos de aproximadamente 50 o 40 o 30 o 20 % en peso de la
45 descarga gaseosa combinada y menos de aproximadamente 50 o 40 o 30 o 20 % en peso de la masa de dinitrógeno de la descarga gaseosa combinada.

Cuando se combina la descarga gaseosa de al menos un medio de reacción predominantemente sustituido en meta con la descarga gaseosa de al menos un medio de reacción predominantemente sustituido en para, se prefiere que
50 la descarga gaseosa procedente del medio predominantemente sustituido en meta comprenda al menos aproximadamente 0,5 o 1,0 o 1,5 15 o 2,0 % en peso de la masa de descarga gaseosa combinada y menos de aproximadamente 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 % en peso de la masa de dinitrógeno de la descarga gaseosa combinada.

Cuando un medio de compresión de aire ambiente suministra oxidante a al menos un medio de reacción
55 predominantemente sustituido en meta y a al menos un medio de reacción predominantemente sustituido en para, se prefiere que el medio de reacción predominantemente sustituido en meta reciba menos de aproximadamente 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 ambiente suministra oxidante a al menos un medio de reacción predominantemente sustituido en meta y al menos a un medio de reacción predominantemente sustituido en para, se prefiere que el medio de

reacción predominantemente sustituido en meta reciba al menos aproximadamente 0,5 o 1,0 o 1,5 o 2,0 % en peso del flujo másico total de dicho medio de compresión de aire.

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

10 En otra realización, con o sin cosituar el IPA y TPA, es más preferido que al menos una parte de IPA alimentado desde un medio de reacción primario que comprende predominantemente especies sustituidas en meta se alimente a un medio de reacción de PET sin que dicho IPA se haya purificado disolviendo, hidrotratando selectivamente ni reprecipitando para eliminar 3-CBA y/o especies coloreadas.

15 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 sustituido en meta 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
20 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.

25 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
30 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 un uso mejorado del agua ambiental condensada y eliminada, en lugar de retenerse como vapor, durante la compresión de aire ambiente para suministro de oxidante. El medio de compresión para suministrar aire ambiente a presión comprende a menudo sistemas de compresión de multietapas
35 que usan al menos un termocambiador intermedio para eliminar el calor de compresión, para hacer termodinámica y mecánicamente más eficaz el procedimiento. Dichos sistemas típicamente producen agua condensada en refrigeradores entre etapas, y esta agua típicamente se separa del aire antes de la entrada a una etapa de compresión posterior. Debido a que dicho condensado de termocambiador intermedio de suministro de oxidante puede estar contaminado con lubricantes y/o fluidos de sellado, convencionalmente se dirige dicho condensado a
40 una instalación de tratamiento de aguas residuales, quizás solo a un separador de aceite aunque a veces comprende tecnologías de tratamiento biológico u otras tecnologías.

Los autores de la invención han descubierto los siguientes usos mejorados para el condensado del termocambiador intermedio de suministro de oxidante, que simultáneamente reducen los costes de tratamiento de aguas residuales y
45 reducen los costes de adquisición y/o purificación de agua para uso general. Se prefiere alimentar al menos una parte del condensado del termocambiador intermedio de suministro de oxidante a un procedimiento de TPA y/o procedimiento de PET adyacente, más preferiblemente en al menos una de las siguientes etapas de procedimiento. Un medio de recuperación de disolvente del TPA y/o deshidratación, en especial como reflujo como se define en el presente documento. Un sistema de purificación de disolvente filtrado del TPA, en especial como auxiliar de
50 separación azeotrópica para la recuperación de los componentes catalizadores del TPA, más preferiblemente que comprende acetato de isopropilo de acuerdo con las referencias contenidas en el presente documento. Un procedimiento para purificar TPA mediante hidrogenación catalítica selectiva de TPA bruto. Un lavador en una ventilación al medio ambiente de un procedimiento de TPA o PET o recipiente de almacenamiento.

55 Se prefiere alimentar al menos una parte del condensado del termocambiador 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 procedimiento de TPA y/o procedimiento de PET adyacente. Un sistema de agua de refrigeración, más preferiblemente un sistema de torre de agua de refrigeración 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 del termocambiador intermedio de suministro de oxidante varía con la humedad ambiental, con la temperatura del medio de refrigeración, con la velocidad de alimentación de pX y con el dióxigeno en exceso en la descarga gaseosa de reacción, tanto transitoriamente como de media. Por consiguiente, se prefiere que los usos preferidos descritos comprendan al menos aproximadamente 0,01 o 0,02 o 0,04 o 0,08 kg de condensado del termocambiador intermedio de suministro de oxidante por kg de pX alimentado al correspondiente medio de reacción de oxidación.

- 10 Generalmente, se prefiere ventilar el vapor de agua en equilibrio aproximadamente continuo con su introducción a través de diferentes etapas de procedimiento; 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 del procedimiento para inspección o reparaciones durante una parada del procedimiento está a menudo precedido por un lavado concienzudo con agua o vapor de agua para eliminar esencialmente todo el disolvente, 15 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 este agua residual líquida se devuelva posteriormente a al menos una etapa del procedimiento y se ventile posteriormente como vapor de agua de acuerdo con otras descripciones del presente documento. Se prefiere que dichos depósitos de almacenamiento de agua residual líquida proporcionen un aislamiento eficaz para controlar la liberación de COV al medio ambiente circundante. 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 relativos a la expulsión de agua en forma de vapor al medio ambiente circundante, 25 más preferiblemente después de tratamiento en un TOD, junto con el uso de condensado del termocambiador intermedio de suministro de oxidante y/o agua de lavador de bromo en las aplicaciones descritas para agua del procedimiento 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 efluente 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 30 bajos niveles de efluente de agua residual durante al menos aproximadamente 60 u 80 o 90 o 95 % del tiempo en un periodo continuo de 24 h. Se prefiere producir estos bajos niveles de efluente de agua residual líquida promediados a lo largo de 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 parte del TPA en PET, y esta agua está a menudo contaminada con diferentes compuestos COV, por ejemplo, etilenglicol, acetaldehído y diversos dióxolanos. 35 Se prefiere tratar al menos una parte del 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 a una forma de vapor usando al menos una parte de la energía térmica de dicha instalación de TPA adyacente.

- 40 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 medio ambiente exterior 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 el presente documento, la instalación de producción puede incluir tratamiento de agua residual.

- 45 Más preferiblemente, se trata al menos una parte de agua vaporizada de la formación de PET de reacciones de una instalación de síntesis de PET adyacente junto con al menos una parte de agua vaporizada de la formación de TPA en un TOD compartido común, aún más preferiblemente un RTO, de acuerdo con cualquiera y/o todas las descripciones del presente documento relativas al procesamiento de la descarga gaseosa de reacción del medio de reacción de oxidación. Se prefiere que al menos una parte del medio de reacción de oxidación que forma TPA esté 50 situado de 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 parte del TPA a un medio de reacción de dicha instalación de síntesis de PET adyacente en un plazo 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 40 o 60 o 55 70 u 80 % en peso de la descarga gaseosa de dicha instalación de síntesis de PET adyacente en un TOD compartido común, más preferiblemente un RTO, con al menos aproximadamente 40 o 60 o 70 u 80 % en peso de la descarga gaseosa de reacción de al menos un medio de reacción de oxidación primario. Se prefiere procesar al menos aproximadamente 40 o 60 o 70 u 80 % en peso del agua de formación de TPA de una instalación de producción de TPA en un TOD compartido común, más preferiblemente un RTO, con al menos aproximadamente 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 del efluente de agua residual del procedimiento de dicha instalación de producción de PET adyacente combinado con el flujo normal del efluente de agua residual del procedimiento de dicha instalación de producción de TPA sea menor de aproximadamente 400 o 200 o 100 o 50 g de efluente 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 prorratea el efluente de agua residual líquida de dicha instalación de TPA mediante la relación de su uso en dicha instalación de PET, se suma este valor al efluente de agua residual líquida de dicha instalación de PET y se divide entre la cantidad de PET producida.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir un ácido dicarboxílico aromático, comprendiendo dicho procedimiento:
- 5 (a) oxidar un compuesto aromático en al menos un oxidador, para producir así un descarga gaseosa del oxidador y un producto del oxidador que comprende un ácido dicarboxílico aromático;
- (b) alimentar directa o indirectamente al menos una parte de dicha descarga gaseosa del oxidador a un dispositivo de oxidación térmica (TOD), y
- 10 (c) oxidar dicha al menos una parte de la descarga gaseosa del oxidador en dicho dispositivo TOD, en el que durante el funcionamiento en estado de equilibrio de dicho dispositivo TOD al menos 60 % del contenido de combustible suministrado a dicho dispositivo de destrucción por oxidación térmica procede de dicha descarga gaseosa del oxidador o de los productos de reacción de dicha descarga gaseosa del oxidador.
- 15 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho TOD es un oxidador térmico regenerativo.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que durante el funcionamiento en estado de
- 20 equilibrio de dicho dispositivo TOD al menos 70 % del contenido de combustible suministrado a dicho dispositivo de destrucción por oxidación térmica procede de dicha descarga gaseosa del oxidador.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que durante el funcionamiento en estado de equilibrio de dicho dispositivo TOD al menos 90 % en moles de los carbonos presentes en dicha al menos una parte
- 25 de dicha descarga gaseosa del oxidador introducida en dicho dispositivo TOD se oxida a dióxido de carbono en dicho TOD.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha al menos una parte de dicha descarga gaseosa del oxidador oxidada en dicho dispositivo TOD comprende acetato de metilo y/o metanol en una
- 30 cantidad de al menos 0,003 kg por kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidador y menos de 0,030 kg por kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidador.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha al menos una parte de dicha descarga gaseosa del oxidador oxidada en dicho dispositivo TOD comprende ácido acético en una cantidad menor
- 35 de 0,005 kg por kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidador.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha al menos una parte de dicha descarga gaseosa del oxidador oxidada en dicho dispositivo TOD comprende monóxido de carbono en una cantidad menor de 0,45 kg por kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidador.
- 40 8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha al menos una parte de dicha descarga gaseosa del oxidador oxidada en dicho dispositivo TOD comprende acetato de metilo en una cantidad menor de 0,005 kg por kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidador y menos de 0,020 kg por kg de dicho compuesto aromático alimentado a dicho oxidador.
- 45 9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que dicho acetato de metilo presente en dicha al menos una parte de dicha descarga gaseosa del oxidador oxidada en dicho dispositivo TOD es un subproducto de dicha oxidación de la etapa (a).
- 50 10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que sustancialmente no se elimina o convierte o hidroliza acetato de metilo después o durante una etapa de recuperación de disolvente y antes de dicho dispositivo TOD, de modo que sustancialmente todo el acetato de metilo que sale de dicha etapa de recuperación de disolvente se alimenta a dicho dispositivo TOD.
- 55 11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 5, que además comprende tratar una descarga gaseosa de TOD procedente de dicho dispositivo TOD en un lavador de bromo para así producir una descarga gaseosa reducida en bromo.
12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, que además comprende recuperar compuestos

de hidrocarbilo de dicha descarga gaseosa del oxidador en un sistema de recuperación de disolvente para así producir una descarga gaseosa reducida en hidrocarbilo.

5 13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, que además comprende calentar al menos una parte de dicha descarga gaseosa reducida en hidrocarbilo con un sistema de calentamiento térmico para así proporcionar una corriente de descarga gaseosa calentada.

10 14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, que además comprende pasar al menos una parte de dicha corriente de descarga gaseosa calentada a través de un turboexpansor para sí generar trabajo y producir una descarga gaseosa del turboexpansor.

15 15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, que además comprende enfriar dicha descarga gaseosa del turboexpansor en un condensador de descarga gaseosa condensando así el vapor de agua presente en dicha descarga gaseosa del turboexpansor para así proporcionar un efluente del condensador que comprende una descarga gaseosa del condensador y un líquido condensado.

20 16. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15, que además comprende pasar al menos una parte de dicho efluente del condensador a través de un recipiente de extracción para así separar dicho efluente del condensador en una descarga gaseosa extraída y un líquido extraído.

17. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 16, que además comprende la recompresión de al menos una parte de dicha descarga gaseosa extraída en un compresor de descarga gaseosa.

25 18. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 5, que además comprende someter al menos una parte de dicha descarga gaseosa extraída a destrucción por oxidación térmica (TOD) en un dispositivo TOD para así producir descarga gaseosa del TOD.

30 19. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 5, en el que dicho compuesto aromático es para-xileno.

20. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 5, en el que dicho oxidador es un reactor de columna de burbujeo.

FIGURA 1. REALIZACIONES DE EJEMPLOS DE LA PRESENTE INVENCIÓN

