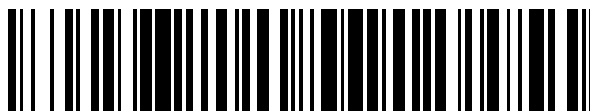


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 559 821**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/00** (2006.01)

**C07C 63/26** (2006.01)

**C07C 51/43** (2006.01)

**C07C 51/47** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.08.2011 E 11818576 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.11.2015 EP 2606023**

54 Título: **Mejora de la velocidad de filtración de purga de ácido tereftálico mediante el control del % de agua en la suspensión de alimentación del filtro**

30 Prioridad:

**20.08.2010 US 860128**

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

**16.02.2016**

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:

**PARKER, KENNY RANDOLPH y  
BLAIR, LARRY WAYNE**

74 Agente/Representante:

**POLO FLORES, Carlos**

ES 2 559 821 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

Mejora de la velocidad de filtración de purga de ácido tereftálico mediante el control del % de agua en la suspensión de alimentación del filtro.

5

## CAMPO DE LA INVENCION

Esta solicitud reivindica prioridad respecto a la solicitud de EE.UU. número de serie 12/860.128, presentada el 20 de agosto de 2010.

10

Esta invención se refiere a la mejora de la velocidad de filtración de purga de ácido tereftálico controlando el % de agua en la suspensión de alimentación del filtro y a la recuperación de un catalizador metálico de una corriente de purga de oxidante producida en la síntesis de ácido carboxílico, típicamente ácido tereftálico, a la vez que se usa filtración con presión.

15

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El ácido tereftálico se produce comercialmente por oxidación del paraxileno en presencia de un catalizador, tal como, por ejemplo, Co, Mn, Br y un disolvente. El ácido tereftálico usado en la producción de fibras, películas y resinas de poliéster, debe tratarse más para eliminar impurezas formadas como resultado de la oxidación del paraxileno.

20

El ácido tereftálico (TPA) es un compuesto intermedio en la producción de poliésteres para plásticos y aplicaciones de fibras. Los procedimientos comerciales para la fabricación del TPA a menudo se basan en la oxidación del p-xileno catalizada por metales pesados, en general con un promotor bromuro en un disolvente ácido acético. Debido a la solubilidad limitada del TPA en ácido acético en las condiciones de oxidación prácticas, normalmente se forma una suspensión de cristales de TPA en el reactor de oxidación. Típicamente, la suspensión de TPA del oxidante se extrae del reactor y se separan los sólidos de TPA de las aguas madre del oxidante usando técnicas de separación de sólido-líquido convencionales. Las aguas madre del oxidante, que contienen la mayor parte del catalizador y promotor usados en el procedimiento, se reciclan al reactor de oxidación. Aparte del catalizador y promotor, la corriente de aguas madre del oxidante también contiene TPA disuelto y muchos subproductos e impurezas. Estos subproductos e impurezas surgen parcialmente de impurezas minoritarias presentes en la corriente de alimentación de p-xileno. Otras impurezas surgen debido a la oxidación incompleta del p-xileno que da como resultado productos oxidados parcialmente. Todavía otros subproductos son resultado de reacciones secundarias que compiten formadas como resultado de la oxidación del p-xileno en ácido tereftálico. Las patentes que describen la producción de ácido tereftálico son, por ejemplo, las patentes de EE.UU. nº 4.158.738 y nº 3.996.271.

25

30

35

Los sólidos de TPA se someten a una separación de sólido-líquido en la que se usa disolvente de nueva aportación para desplazar una parte importante del componente líquido de las aguas madre del oxidante. Muchas de las impurezas en la corriente de aguas madre del oxidante que se reciclan son relativamente inertes para la posterior oxidación. Dichas impurezas incluyen, por ejemplo, ácido isoftálico, ácido ftálico y ácido trimelítico. También están presentes impurezas que pueden sufrir una oxidación adicional, tales como, por ejemplo, 4-carboxibenzaldehído, ácido p-toluico y p-tolualdehído. Las impurezas inertes para la oxidación tienden a acumularse en las aguas madre del oxidante tras el reciclado. La concentración de estas impurezas inertes aumentará en las aguas madre del oxidante hasta que se alcanza un equilibrio, de modo que la velocidad de eliminación de cada una de las impurezas por el producto de TPA se equilibra con la velocidad de formación y la velocidad de adición al procedimiento de oxidación. El nivel normal de impurezas en el TPA bruto comercial hace que no sea adecuado para el uso directo en la mayoría de las aplicaciones de polímeros.

40

45

50

55

Convencionalmente, el TPA bruto se ha purificado bien por conversión en un éster dimetilico o bien por disolución en agua con posterior hidrogenación sobre catalizadores de hidrogenación estándar. Más recientemente, se han usado tratamientos oxidantes secundarios para producir TPA de calidad polímero. Es deseable minimizar la concentración de impurezas en las aguas madre y de esta forma facilitar la posterior purificación del TPA. En algunos casos, no es posible producir un TPA purificado de calidad polímero, a menos que se usen algunos medios para separar las impurezas de la corriente de aguas madre del oxidante.

Otra técnica para la eliminación de impurezas de una corriente de reciclado usada habitualmente en la industria del procesado químico, es extraer o "purgar" alguna parte de la corriente de reciclado. Típicamente, la corriente de purga simplemente se elimina, o si está justificado económicamente, se somete a diferentes tratamientos para

separar las impurezas no deseadas, a la vez que se recuperan componentes valiosos. Un ejemplo es el documento de EE.UU. nº 4.939.297. La cantidad de purga requerida para controlar las impurezas depende del procedimiento; sin embargo, una cantidad de purga igual a 10-40% de la corriente total de aguas madre del oxidante normalmente es suficiente para producir TPA adecuado como materia prima para la fabricación de polímeros comerciales. En la producción del TPA, el porcentaje de purga de la corriente de las aguas madre del oxidante necesario para mantener concentraciones de impurezas aceptables, junto con el valor económico del catalizador metálico y los componentes disolventes en la corriente de purga del oxidante, hace que la simple eliminación de la corriente de purga del oxidante no sea económicamente atractiva. Por lo tanto, es necesario un procedimiento que recupere esencialmente todos los catalizadores metálicos valiosos y el ácido acético contenidos en la corriente de purga del oxidante, a la vez que separe una parte importante de las impurezas presentes en la corriente de purga del oxidante. El catalizador metálico se puede recuperar en una forma activa adecuada para volver a usar por reciclado directo a la etapa de oxidación del p-xileno.

Una serie de patentes enseñan un procedimiento del ácido tereftálico que comprende un procedimiento de purga que comprende concentración, filtración, seguido de extracción.

Por ejemplo, el documento US 2007/003803 describe la eliminación de impurezas, específicamente de ácido benzoico, de unas aguas madre producidas en la síntesis de ácido carboxílico, típicamente ácido tereftálico, específicamente la eliminación de ácido benzoico, de una corriente que lleva ácido benzoico producida en la síntesis de ácido carboxílico.

La concentración por evaporación de una alimentación de purga que comprende ácido acético y agua, da como resultado una suspensión de purga superconcentrada con menor % en peso de contenido de agua, con respecto a la purga alimentada debido a que el agua tiene un punto de ebullición menor que el ácido acético. Por ejemplo, una alimentación de suspensión de purga que comprende aproximadamente 94% en peso (por ciento en peso) de ácido acético y aproximadamente 6% en peso de agua, comprenderá solo aproximadamente 2,5% en peso de agua después de separar por ebullición aproximadamente 92% en peso de la masa de alimentación de la suspensión de purga.

Se ha descubierto que la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada en un procedimiento de purga de ácido tereftálico puede variar mucho dependiendo del porcentaje en peso de agua en la suspensión de purga superconcentrada. La variabilidad en la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada es una característica de la suspensión y está relacionada con la distribución del tamaño de partículas de los sólidos en la suspensión. En esta descripción hay realizaciones de la invención que describen procedimientos para controlar el porcentaje en peso de agua en la suspensión de purga superconcentrada que mejoran la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada.

## RESUMEN DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a la eliminación de impurezas y a la recuperación de un catalizador metálico de una corriente de purga de oxidante producida en la síntesis de ácidos carboxílicos, típicamente ácido tereftálico, comprendiendo el procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1:

(a) someter una corriente de purga de oxidante formada en un procedimiento de ácido tereftálico, que comprende un ácido carboxílico, un catalizador metálico, impurezas, agua y un disolvente que comprende ácido acético, a evaporación en una 1ª zona de evaporador para producir una 1ª corriente de vapor y una corriente de purga concentrada, y

(b) añadir agua a la corriente de purga concentrada en una zona de mezclado para producir una corriente de purga concentrada rica en agua;

(c) someter la corriente de purga concentrada rica en agua a evaporación en una 2ª zona de evaporador para producir una 2ª corriente rica en disolvente y una suspensión de purga concentrada intermedia; y

(d) someter la suspensión de purga concentrada intermedia a evaporación en una 3ª zona de evaporador para producir una 3ª corriente rica en disolvente y una suspensión de purga superconcentrada, en la que la 3ª zona de evaporador comprende un evaporador que trabaja a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 70°C; en la que dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua de aproximadamente 5% en peso a aproximadamente 25% en peso.

(e) filtrar dicha suspensión de purga superconcentrada en una zona de separación de sólido-líquido para formar una torta de filtración y aguas madre;

5 (f) lavar la torta de filtración con una alimentación de lavado en la zona de separación de sólido-líquido para formar una torta de filtración lavada, y filtrado de lavado; en el que preferiblemente al menos 80% del catalizador metálico de la suspensión de purga superconcentrada se recupera por la zona de separación en las aguas madres y las aguas de lavado acumulado; y

10 (g) opcionalmente desecar la torta de filtración lavada en la zona de separación de sólido-líquido para formar una torta de filtración desecada.

(h) opcionalmente combinar agua con unas aguas madre para recuperar el catalizador metálico y después someter una mezcla acuosa así formada a extracción con un disolvente de extracción para producir una corriente de extracto

15 y una corriente de refinado que comprende un catalizador metálico.

Estas realizaciones y otras realizaciones serán más evidentes para otros expertos en la materia después de leer esta descripción.

## 20 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 ilustra una realización de la invención de un procedimiento para eliminar impurezas de una corriente de purga de oxidante formada en un procedimiento de ácido tereftálico que comprende ácido acético, agua, un catalizador metálico e impurezas de oxidación, por (a) evaporación de una parte de una corriente de purga de oxidante en una primera zona de evaporador para producir una corriente de purga concentrada y una 1ª corriente de vapor que comprende ácido acético y agua, (b) adición de agua de una forma controlada a la corriente de purga concentrada en una 1ª zona de mezclamiento para producir una corriente de purga concentrada rica en agua, (c) evaporación de una parte de la corriente de purga concentrada rica en agua en una 2ª zona de evaporador para formar una corriente de suspensión de purga concentrada intermedia y una 2ª corriente de vapor que comprende ácido acético y agua; (d) evaporación de una parte de la corriente de suspensión de purga concentrada intermedia en una 3ª zona de evaporador, para formar una corriente de suspensión de purga superconcentrada con un contenido de agua en el intervalo de 5,8% a 24,4% y una 3ª corriente de vapor que comprende ácido acético y agua; (e) separación de sólidos de la corriente de suspensión de purga superconcentrada y someter los sólidos a una alimentación de lavado en una zona de separación de sólido-líquido para formar una corriente de aguas madre, una corriente de aguas de lavado y una corriente de torta de filtración húmeda lavada; (f) mezclamiento en una 2ª zona de mezclamiento de agua con la corriente de aguas madre y opcionalmente una parte de la corriente de aguas de lavado para formar una mezcla acuosa; y (g) adición de un disolvente de extracción a la mezcla acuosa en una zona de extracción para formar una corriente de extracto y una corriente de refinado; y (h) alimentación de la corriente de extracto a una columna de destilación para formar una corriente de reciclado de disolvente de extracción y una corriente de lodo.

La figura 2 ilustra diferentes realizaciones de la invención, en las que la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada varía mucho dependiendo del % de agua en la corriente.

## 45 DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN:

En esta memoria descriptiva y en las siguientes reivindicaciones, se hará referencia a una serie de términos que se definirán para que tengan los siguientes significados:

50 Como se usa en la memoria descriptiva y reivindicaciones adjuntas, las formas singulares “un”, “una”, “el” y “la” incluyen las referencias plurales salvo que el contexto indique claramente otra cosa. Así, por ejemplo, la referencia a un reactor de tubos incluye uno o más reactores de tubos.

Los intervalos se pueden expresar en la presente memoria como de “aproximadamente” un valor particular y/o a “aproximadamente” otro valor particular. Cuando se expresa dicho intervalo, otra realización incluye desde el valor particular y/o al otro valor particular. De forma similar, cuando los valores se expresan como aproximaciones, mediante el uso precedente de “aproximadamente”, se entenderá que el valor particular forma otra realización. Se entenderá además que los puntos finales de cada uno de los intervalos son significativos tanto con respecto al otro punto final como independientemente del otro punto final.

“Opcional” u “opcionalmente” significa que el suceso o circunstancia posteriormente descrito puede ocurrir o no, y que la descripción incluye casos en los que el suceso o circunstancia ocurre y casos en los que no ocurre. Por ejemplo, la frase “opcionalmente calentado” significa que el material puede calentarse o puede no calentarse y que dicha frase incluyen tanto procedimientos calentados como no calentados.

A pesar de que los intervalos numéricos y parámetros que establecen el alcance de la invención son aproximaciones, los valores numéricos establecidos en los ejemplos específicos se dan de forma tan precisa como es posible. Sin embargo, cualquier valor numérico contiene de forma inherente ciertos errores que resultan necesariamente de la desviación estándar encontrada en sus respectivas mediciones de ensayo.

Como se usa en la memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas, el uso de “por ciento” o “%” se refieren a un porcentaje en peso.

En una realización de esta invención, se proporciona un procedimiento para eliminar impurezas subproductos de oxidación de una corriente de purga de oxidante 101, como se muestra en la figura 1. El procedimiento comprende las siguientes etapas.

La etapa (a) comprende someter una corriente de purga de oxidante 101 a evaporación en una primera zona de evaporador 120 para producir una 1ª corriente de vapor 121 y una corriente de purga concentrada 122.

La corriente de purga de oxidante 101 se extrae de un procedimiento de síntesis oxidativa de ácido carboxílico, que comprende ácido tereftálico. Un procedimiento para generar la corriente de purga de oxidante 101 es filtrar la suspensión de oxidante del ácido tereftálico y recoger una parte de las aguas madre que salen del filtro y encaminarlas al procedimiento de purga. Otro procedimiento más para generar la corriente de purga de oxidante 101 es llevar a cabo un intercambio de disolvente en la suspensión de oxidación del ácido tereftálico desplazando una parte de las aguas madre y encaminándolas al procedimiento de purga. Las aguas madre de oxidación obtenidas de un procedimiento de ácido tereftálico se pueden enfriar a una temperatura en el intervalo de 90°C a 45°C y encaminarlas a un filtro de presión de clarificación tal como un filtro de bujía para eliminar cualquier sólido presente antes de encaminarlas al 1<sup>er</sup> evaporador en el procedimiento de purga.

La corriente de purga de oxidante 101 sirve como corriente de alimentación del presente procedimiento de purga de ácido tereftálico. La corriente de purga de oxidante 101 comprende ácido carboxílico, agua, un disolvente, el catalizador metálico e impurezas. Las impurezas comprenden bromuros orgánicos, metales de corrosión, subproductos de oxidación del p-xileno, e impurezas derivadas como resultado de las impurezas en el p-xileno. Los bromuros orgánicos se pueden usar como promotores en la reacción de oxidación. Los ejemplos de metales de corrosión son compuestos de hierro y cromo, que inhiben, reducen o destruyen completamente la actividad del catalizador metálico. Aparte del catalizador y promotor, la corriente de aguas madre del oxidante también contiene subproductos e impurezas. Estos subproductos e impurezas surgen parcialmente de impurezas minoritarias presentes en la corriente de alimentación de p-xileno. Otras impurezas surgen debido a la oxidación incompleta del p-xileno que produce productos parcialmente oxidados. Otros subproductos más son resultado de reacciones secundarias que compiten en la oxidación del p-xileno en ácido tereftálico.

Los ácidos carboxílicos incluyen ácidos carboxílicos aromáticos producidos por oxidación controlada de un sustrato orgánico. Dichos ácidos carboxílicos aromáticos incluyen compuestos con al menos un grupo ácido carboxílico unido a un átomo de carbono que es parte de un anillo aromático, que preferiblemente tiene al menos 6 átomos de carbono, incluso más preferiblemente que tienen solo átomos de carbono. Los ejemplos adecuados de dichos anillos aromáticos incluyen, pero no se limitan a benceno, bifenilo, terfenilo, naftaleno, y otros anillos aromáticos condensados basados en carbono. Los ejemplos de ácidos carboxílicos adecuados incluyen, pero no se limitan a ácido tereftálico, ácido benzoico, ácido p-toluico, ácido isoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalenodicarboxílico, ácido 2,5-difeniltereftálico y mezclas de los mismos.

Los disolventes adecuados incluyen, pero no se limitan a ácidos monocarboxílicos alifáticos que contienen preferiblemente de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico y mezclas de los mismos y mezclas de estos compuestos con agua. Preferiblemente, el disolvente es ácido acético mezclado con agua, en una relación en masa de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 25:1, preferiblemente entre aproximadamente 8:1 y aproximadamente 20:1, y lo más preferiblemente entre aproximadamente 11:1 y 20:1. A lo largo de la memoria descriptiva, se hará referencia al ácido acético como el disolvente. Sin embargo, debe apreciarse que también se pueden usar otros disolventes adecuados, tales como los descritos previamente.

En la primera etapa del presente procedimiento, la corriente de purga del oxidante 101 se concentra por medios convencionales en una 1ª zona de evaporador 120 que comprende un evaporador para producir una 1ª corriente de vapor 121 y suspensión de purga concentrada 122. El evaporador trabaja en condiciones atmosféricas o ligeramente por encima de las atmosféricas de aproximadamente  $10^5$  Pa (1 atmósfera) a aproximadamente  $10^6$  Pa (10 atmósferas). La corriente de vapor 121 comprende una mayor parte del agua y disolvente, y la corriente de purga concentrada 122 comprende el resto del agua y de disolvente no eliminados de la corriente de purga del oxidante 101. La evaporación elimina de aproximadamente 50% en peso a aproximadamente 85% en peso de la masa de disolvente presente en la corriente de purga del oxidante 101.

10 En la etapa (b) se somete la corriente de purga concentrada 122 y la corriente 131 que comprende agua a la zona de mezcla 130 para producir una corriente de purga concentrada rica en agua 132. La corriente de purga concentrada rica en agua 132 está enriquecida en agua en cuanto que el % en peso de agua en la corriente de purga concentrada rica en agua 132 es mayor que en la corriente de purga concentrada 122. Se puede usar cualquier equipamiento conocido en la técnica para el mezclado de las dos corrientes de líquido, incluyendo el mezclado de las dos corrientes en una tubería equipada con un mezclador estático interno. En una realización de la invención, la velocidad de alimentación (masa/tiempo) de la corriente 131 añadida en la zona de mezcla 130 se manipula para controlar el porcentaje en peso de agua contenido en la corriente de suspensión de purga superconcentrada 152 aguas abajo, de aproximadamente 5,0% en peso (porcentaje en peso) a aproximadamente 25,0% en peso de agua. Otro intervalo para controlar el contenido de agua de la corriente 152 es de aproximadamente 8,0% en peso de agua a aproximadamente 23,0% en peso de agua. Otro intervalo más para controlar el contenido de agua de la corriente 152 es de aproximadamente 11,0% en peso de agua a aproximadamente 21,0% en peso de agua. Todavía otro intervalo para controlar el contenido de agua de la corriente 152 es de aproximadamente 13,0% en peso de agua a aproximadamente 19,0% en peso de agua. El conducto entre el 1<sup>er</sup> evaporador 120 y la zona de mezcla 130 debe mantenerse a una temperatura de o por encima de 90°C para minimizar que los sólidos salgan de la disolución en el conducto.

En la etapa (c) se somete la corriente de purga concentrada rica en agua 132 a evaporación en una 2ª zona de evaporador 140 para producir una 2ª corriente de vapor 141 y una corriente de suspensión de purga concentrada intermedia 142. El conducto entre la zona de mezcla 130 y el segundo evaporador 140 debe mantenerse a una temperatura de o por encima de 80°C para minimizar la cantidad de sólidos que salen de la disolución en el conducto. La segunda zona de evaporador 140 comprende al menos un evaporador que trabaja en condiciones de vacío. La evaporación se puede llevar a cabo a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 90°C; otro intervalo es de aproximadamente 30°C a aproximadamente 80°C. En una realización de la invención, una parte de hasta 100% de la corriente de vapor 141 se puede condensar y devolver al segundo evaporador 140. Esto permite un tiempo de permanencia en el 2ª evaporador 140 para el crecimiento del tamaño de las partículas de los sólidos contenidos en el 2º evaporador 140 sin concentrar la suspensión. Esto permite desacoplar la temperatura de la suspensión en el 2º evaporador 140 y el nivel de vacío en el 2º evaporador.

40 En la etapa (d) se somete la corriente de suspensión de purga concentrada intermedia 142 a evaporación en una 3ª zona de evaporador 150 para producir una 3ª corriente de vapor 151 y una corriente de suspensión de purga superconcentrada 152. La tercera zona de evaporador 150 comprende al menos un evaporador que trabaja en condiciones de vacío. La evaporación se puede llevar a cabo a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 70°C; otro intervalo es de aproximadamente 30°C a aproximadamente 60°C. La combinación de los evaporadores 120, 140 y 150 se hace trabajar de modo que se concentre la corriente de purga del oxidante 101 a un estado en el que de aproximadamente 75% en peso a aproximadamente 97% en peso de la masa de la corriente 101 se elimine por evaporación. Otro intervalo de trabajo de la combinación de los evaporadores 120, 140 y 150 es para concentrar la corriente de purga del oxidante representada por la corriente 101 a un estado en el que de aproximadamente 85% en peso a aproximadamente 94% en peso de la masa de la corriente 101 se elimine por evaporación. Otro intervalo más de trabajo de la combinación de los evaporadores 120, 140 y 150 es para concentrar la corriente de purga del oxidante representada por la corriente 101 a un estado en el que de aproximadamente 87% en peso a aproximadamente 93% en peso de la masa de la corriente 101 se elimine por evaporación.

55 En una realización de la presente invención, el estado de la suspensión de purga superconcentrada 152 puede ser una mezcla de sólido líquido con solo suficiente disolvente para proporcionar la capacidad de bombeo.

La etapa (e) comprende filtrar una suspensión de purga superconcentrada 152 en una zona de filtración 160 para formar una torta de filtración 164 y unas aguas madre 163; y

En la etapa (f) se lava la torta de filtración 164 con una alimentación de lavado 166 en una zona de lavado 161 para formar una torta lavada 165 y unas aguas de lavado 167; y opcionalmente se deseca la torta de lavado 165 en una zona de desecado opcional 162 con una alimentación de gas 168 para formar una torta desecada 169. En una realización de la presente invención, la corriente de lavado 166 comprende agua.

En una realización de la invención la zona de filtración 160 comprende al menos un dispositivo de separación de sólido-líquido. En otra realización de la invención, la zona de filtración 160 y la zona de lavado 161 y opcionalmente la zona de desecado 162 se pueden realizar en un solo dispositivo de separación de sólido-líquido o en múltiples dispositivos en una zona de separación de sólido-líquido 200. Los ejemplos de dichos dispositivos incluyen, pero no se limitan a filtros de presión continuos, filtros de vacío continuos, filtros de presión discontinuos, centrífugas, y dispositivos similares. En otra realización de la invención, la zona de separación de sólido-líquido y la zona de lavado y la zona de desecado opcional pueden realizarse en un solo dispositivo. Ejemplos de dichos dispositivos incluyen, pero no se limitan a filtros de presión continuos, filtros de vacío continuos, filtros de presión discontinuos, centrífugas, y dispositivos similares.

En otra realización de la invención, la zona de separación de sólido-líquido 200 comprende al menos un dispositivo de separación de sólido-líquido. En otra realización de la invención, la zona de separación de sólido-líquido y la zona de lavado se pueden realizar en un dispositivo de separación de sólido-líquido. Los ejemplos de dichos dispositivos incluyen, pero no se limitan a filtros de presión continuos, filtros de vacío continuos, filtros de presión discontinuos, centrífugas, y dispositivos similares. En otra realización de la invención, la zona de separación de sólido-líquido y la zona de lavado y la zona de desecado opcional se pueden realizar en un solo dispositivo. Los ejemplos de dichos dispositivos incluyen, pero no se limitan a filtros de presión continuos, filtros de vacío continuos, filtros de presión discontinuos, centrífugas, y dispositivos similares.

Un filtro de presión adecuado que se puede adaptar a los requisitos del presente procedimiento inventado es BHS-FEST®, filtro de presión de tambor rotatorio, aunque se pueden usar otros filtros de presión que pueden realizar la operación requerida. Los ejemplos de otros dispositivos que se pueden usar en la zona de separación de sólido-líquido 200 incluyen, pero no se limitan a filtros de banda de vacío, filtros-prensas, centrífugas, filtros de hoja de presión y filtros de flujo cruzado, filtros de tambor de presión y filtros de tambor de vacío. El filtro de presión puede trabajar a temperatura y presión suficientes para obtener al menos 80% de recuperación del catalizador metálico del soluto de las aguas madre 163. Preferiblemente, el filtro de presión puede trabajar a una temperatura de aproximadamente 25°C a aproximadamente 80°C, y una presión manométrica de 2 bar a 6 bar.

La etapa (g) comprende mezclar en la 2ª zona de mezclamiento 170 una corriente de agua 171 con la corriente de aguas madre 163 y opcionalmente una parte de la corriente de aguas de lavado 167 para formar una mezcla acuosa 172. En una realización de la invención, la zona de mezclamiento 170 comprende un mezclador convencional. Si es necesario, el agua 171 se puede añadir a la zona de mezclamiento 170 en cantidad suficiente para disolver el catalizador metálico en la corriente de mezcla acuosa 172.

La corriente de agua 171 se añade a la zona de mezclamiento 170 en cantidad suficiente para disolver el catalizador produciendo una mezcla acuosa 172 en donde la relación de ácido acético a agua está en el intervalo de aproximadamente 0,7:1 a 1,4:1, preferiblemente de aproximadamente 0,8:1 a 1,3:1, y lo más preferiblemente de aproximadamente 0,9:1 a 1,2:1. Es conveniente mantener la mezcla acuosa 172 circulando con un bucle de circulación externo. Se puede añadir una pequeña cantidad de disolvente de extracción 181, en general de aproximadamente 1 a aproximadamente 10% en peso, preferiblemente menos de 5% en peso, a la zona de mezclamiento 170 para potenciar la manipulación de la suspensión reduciendo la adherencia de sólidos a las paredes de los recipientes. Esto se representa mediante la flecha de trazos desde la corriente 181 en la figura 1. Es conveniente, pero no necesario, someter la mezcla acuosa 172 antes de extracción, a un tratamiento térmico de aproximadamente 60°C a aproximadamente 95°C, otro intervalo es de aproximadamente 80°C a aproximadamente 90°C, durante de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 4 horas, preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 2 horas. Mediante este tratamiento, los bromuros orgánicos se hacen reaccionar para dar bromuros inorgánicos que preferiblemente son retenidos en la corriente de refinado 183. La cantidad de compuestos que contienen bromo purgados del sistema junto con las impurezas no deseadas se minimiza de esta forma. El tratamiento térmico conserva bromuros y simplifica la eliminación de las impurezas orgánicas.

La etapa (h) comprende poner en contacto un disolvente de extracción 181 con la mezcla acuosa 172 en una zona de extracción 180 para formar una corriente de extracto 182 y la corriente de refinado 183.

La mezcla acuosa 172 se alimenta a una zona de extracción 180 en la que la mezcla acuosa 172 y el disolvente de extracción 181 se ponen en contacto en la zona de extracción 180. La mezcla acuosa 172 y el disolvente de extracción 181 se mezclan para formar una corriente de extracto 182 que comprende disolvente, agua, impurezas orgánicas y disolvente de extracción, que forma una fase más ligera, y la corriente de refinado 183 que comprende un catalizador metálico, metales de corrosión y agua. La corriente de extracto 182 se extrae como una corriente por la parte superior y la corriente de refinado 183 se extrae desde el fondo del extractor en la zona de extracción 180. En esta invención, una realización de la zona de extracción 180 es un extractor de una sola etapa.

El disolvente de extracción 181 usado en el extractor debe ser sustancialmente inmiscible con el agua para minimizar la cantidad de disolvente orgánico disuelto en la fracción acuosa. Además, el disolvente de extracción 181 preferiblemente es un agente azeótropo que sirve para ayudar a la recuperación del extracto orgánico. Los disolventes que se ha mostrado que son particularmente útiles son acetatos de alquilo de C1 a C6, en particular acetato de n-propilo, acetato de isopropilo, acetato de isobutilo, acetato de sec-butilo, acetato de etilo y acetato de n-butilo, aunque también se pueden usar otros disolventes orgánicos sustancialmente inmiscibles con el agua que tengan una densidad adecuada y un punto de ebullición suficientemente bajo, tales como el p-xileno. El acetato de n-propilo y el acetato de isopropilo son particularmente preferidos debido a su miscibilidad con el agua relativamente baja y excelente comportamiento azeotrópico.

La extracción se puede realizar usando relaciones de disolvente de aproximadamente 1-4 partes en peso del disolvente de extracción por parte de mezcla acuosa. Aunque la extracción se puede hacer a temperatura y presión ambientes, se puede usar el calentamiento del disolvente y extractor de aproximadamente 30°C a aproximadamente 70°C, otro intervalo es de aproximadamente 40°C a aproximadamente 60°C. Aunque la corriente de extracto 109 comprende pequeñas cantidades del catalizador metálico y metales de corrosión, esencialmente todo el catalizador metálico y la mayor parte de los metales de corrosión que quedan están contenidos en la fase más pesada, la corriente de refinado 183.

La etapa (i) comprende separar la corriente de extracto 182 en una zona de separación 190 para formar una corriente de impurezas orgánicas de alto punto de ebullición 192 y una corriente de disolvente de extracción recuperado 191.

La corriente de extracto 182 comprende disolvente orgánico e impurezas orgánicas. La corriente de extracto 182 puede comprender además ácido acético y agua, a menudo en cantidades minoritarias. La corriente de extracto 182 se puede destilar en una zona de separación 190 que comprende equipamiento de destilación convencional. El equipamiento de destilación convencional incluye, por ejemplo, una columna de destilación.

La mayor parte de las impurezas orgánicas son extraídas por el disolvente orgánico en la zona de extracción 180. Esto ocurre porque las impurezas orgánicas muestran un grado alto de solubilidad para el disolvente orgánico y en menor medida para el ácido acético. Mediante la destilación de la fase más ligera del extractor, el disolvente orgánico se evapora permitiendo que las impurezas orgánicas se concentren bajo el flujo de la columna.

La corriente de disolvente de extracción recuperado 191 se puede reciclar al extractor en la zona de extracción 180. La corriente de impurezas orgánicas de alto punto de ebullición 192 se elimina como lodo de la base de la columna de destilación para la eliminación.

En una realización de la invención, las zonas de evaporador 120, 140 y 150 trabajan en un modo continuo en oposición a la operación discontinua. En una realización de la invención, todas las operaciones unitarias (zonas 120 a 190) trabajan en un modo continuo en oposición a la operación discontinua.

#### Ejemplos:

Esta invención se puede ilustrar más mediante los siguientes ejemplos de otras realizaciones de la misma, aunque se entenderá que estos ejemplos están incluidos simplemente con el fin de ilustrar y no se pretende que limiten el alcance de la invención salvo que específicamente se indique lo contrario.

Los datos para los ejemplos 1 a 9 se resumen en la tabla 1 y la figura 2, y se generaron en un laboratorio. Un objetivo de estos ejemplos es ilustrar la relación entre el % de agua en la corriente de suspensión de purga superconcentrada 152 y la velocidad de filtración de la corriente de suspensión de purga superconcentrada 152 en un filtro de presión. También es un objetivo de estos ejemplos ilustrar cómo generar la corriente de suspensión de purga superconcentrada 152 con un intervalo de contenido de agua. El % de agua en la corriente de suspensión de



purga superconcentrada 152 está en el intervalo de 2,5% a 25% y la velocidad de filtración de la corriente de suspensión de purga superconcentrada 152 está en el intervalo de 30 kg de filtrado/minuto.metro cuadrado a 1110 kg de filtrado/minuto.metro cuadrado, respectivamente.

- 5 Para cada experimento de laboratorio, la alimentación de purga de oxidante 101 se obtuvo de una instalación comercial, comprendiendo aproximadamente 6% de agua y 94% de ácido acético. El 75% de la masa de la alimentación de purga de oxidante se eliminó por evaporación a 120°C en una 1ª zona de evaporador produciendo una corriente de purga concentrada 122 que comprende aproximadamente 4,6% de agua.
- 10 En los experimentos 1 y 2, la corriente de purga concentrada 122 se sometió a concentración por evaporación adicional a una temperatura final de aproximadamente 55°C produciendo una suspensión de purga superconcentrada 152 que comprende agua en aproximadamente 2,5%, y una pérdida total por evaporación de aproximadamente 92% de la alimentación de purga de oxidante original. La suspensión de purga superconcentrada resultante se filtró en un filtro de presión de escala de laboratorio a una presión manométrica de 3 bar con un área de filtración de 20 cm<sup>2</sup>, se lavó con agua y se desecó con N<sub>2</sub>. La velocidad de filtración se calculó dividiendo la masa de líquido total (aguas madre + aguas de lavado) entre el área de filtración de 20 cm<sup>2</sup> y la suma del tiempo de filtración y el tiempo de lavado. Por ejemplo, la velocidad de filtración del experimento 1 es = (507 gramos/20 cm<sup>2</sup>/ (345 s +165 s) = 0,0497 gramos/cm<sup>2</sup>.segundo o 29,8 kg/metro<sup>2</sup>. minuto.
- 15
- 20 En los experimentos de 3 a 9, la corriente de purga concentrada 122 se mezcló de forma continua en una zona de mezcla con cantidades variables de agua a temperatura ambiente y después se sometió a concentración por evaporación adicional a una temperatura final de aproximadamente 55°C, produciendo una corriente de purga superconcentrada 152 que comprende agua en el intervalo de aproximadamente 8 por ciento en peso (% en peso) a 25% en peso. Se pierde aproximadamente 92% en peso de la masa original de la alimentación de purga de oxidante durante la concentración por evaporación. La corriente de purga superconcentrada 152 resultante se filtró en un filtro de presión de escala de laboratorio que trabajaba a 3 bar de presión manométrica con un área de filtración de 20 cm<sup>2</sup>, se lavó con agua y se desecó con N<sub>2</sub>.
- 25
- Es instructivo comparar los experimentos 1 a 5 para ver cómo la adición de agua a la corriente de purga concentrada 122 tiene un impacto significativo en la velocidad de filtración de la respectiva corriente de purga superconcentrada 152 resultante. En ambos ejemplos, se separa por ebullición aproximadamente 92% de la alimentación de purga de oxidante. En el ejemplo 1 no se añade agua a la corriente de purga concentrada 122 produciendo una corriente de purga superconcentrada 152 alimentada al filtro, que contiene 2,5% de agua, y una velocidad de filtración de aproximadamente 30 kg/m<sup>2</sup>.min. En el ejemplo 5 se añade suficiente agua a la corriente de purga concentrada 122 de modo que el % de agua en la corriente de purga superconcentrada 152 aguas abajo alimentada al filtro, contiene 14% de agua, y la velocidad de filtración de esta corriente de purga superconcentrada 152 es 1.059 kg/m<sup>2</sup>.min. Está claro que mediante la adición de agua a la corriente de purga concentrada 122 en el ejemplo 5, la velocidad de filtración de la corriente de purga superconcentrada 152 resultante aguas abajo aumenta de 30 kg/m<sup>2</sup>.min a 1.059 kg/m<sup>2</sup>.min. Esto es un aumento de la velocidad de filtración de 3,530%
- 30
- 35
- 40 La adición de agua como se ha enseñado antes, no es simplemente un efecto de dilución sino que tiene impacto en el crecimiento de cristales de los sólidos durante la concentración por evaporación produciendo menos partículas pequeñas en la suspensión alimentada al filtro. Es bien conocido en la materia que la presencia de partículas pequeñas, en particular de o inferiores a 10 micrómetros, tiene un impacto negativo en una velocidad de filtración de suspensiones. La adición de agua a la suspensión de purga concentrada 122 como se ha enseñado antes, tiene un impacto positivo en la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada corriente abajo alimentada al filtro, disminuyendo el % en peso de las partículas menores de 10 micrómetros en la suspensión de purga superconcentrada. Si se añade agua a la suspensión de purga superconcentrada 152 justo antes de la filtración, no se obtiene mejora material en la velocidad de filtración. La adición de agua debe producirse en un punto del procedimiento de purga antes de la zona de concentración por evaporación final. Por ejemplo, la etapa de adición de agua se puede producir después de la 1ª zona de concentración por evaporación en un procedimiento de purga con dos zonas de concentración por evaporación. La adición de agua también se puede producir antes de la 1ª zona de evaporador, pero no es conveniente debido a los mayores costes de energía asociados con la concentración por evaporación antes de la zona de separación de sólido-líquido 200.
- 45
- 50
- 55 Está claro a partir de los datos representados gráficamente en la figura 2 a continuación, que es conveniente controlar el % de agua contenido en la alimentación de corriente de suspensión de purga superconcentrada 152 al filtro de 5,8% a 24,4% de agua. Un intervalo más preferido para controlar el contenido de agua de la corriente 152 es de 7,9% de agua a 22,8% de agua. Un intervalo todavía más preferido para controlar el contenido de agua de la

corriente 152 es de 10,5% de agua a 20,4% de agua. El intervalo más preferido para controlar el contenido de agua de la corriente 152 es de 12,5% de agua a 18,9% de agua. También está claro que la situación física en el procedimiento de purga donde se añade agua para lograr esta mejora en la velocidad de filtración de la corriente 152 estará situada antes de la última zona de evaporación en el procedimiento de purga.

5

Tabla 1										
Datos experimentales de filtración para suspensión de purga superconcentrada (SCPS)										
Exp. n°	% de agua en la SCPS de alimentación al filtro (% en peso)	Datos de la zona de filtración			Datos de la zona de lavado			Datos de flujo de líquido total		
		Masa de alimentación de SCPS (g)	Tiempo de filtr. (s)	Masa de aguas madre (g)	Masa de lavado (g)	Tiempo de lavado (s)	Masa de filtrado de lavado (g)	Aguas madre combinadas con filtrado de lavado		
								Masa (g)	gramos s	kg min.m <sup>2</sup>
1	2,5%	400,3	345,0	350,0	150	165	157,7	507,7	1,00	30
2	2,5%	400,5	30,0	103,4	180	654	429,9	533,3	0,78	23
3	7,7%	400,8	16,0	306,4	76,00	9,1	132,6	439,0	17,49	525
4	11%	400,2	13,0	321,8	98,03	6,1	150,4	472,2	24,75	742
5	14%	400,3	8,3	309,3	98,00	5,2	167,4	476,7	35,31	1059
6	14%	400,1	8,6	303,1	98,00	5,7	173,4	476,5	33,32	1000
7	18%	400,2	8,0	313,1	140	5,9	201,4	514,5	37,01	1110
8	20%	400,4	18,3	351,2	65,00	5,2	101,5	452,7	19,26	578
9	25%	400,0	27,0	323,7	116,7	13,6	168,2	491,9	12,12	363

De acuerdo con una realización preferida, el dispositivo de separación de sólido-líquido es un dispositivo de filtración con presión que trabaja a una temperatura de entre 25°C a 90°C, preferiblemente en el que dicho dispositivo de filtración con presión comprende al menos una célula de filtro y en el que al menos una célula de filtro acumula al

10

menos 0,64 cm (0,25 pulgadas) de profundidad de la torta de filtración.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento que comprende:
- 5 (a) someter una corriente de purga del oxidante formada en un procedimiento de ácido tereftálico, a evaporación en una 1ª zona de evaporador para producir una corriente de vapor y una corriente de purga concentrada; en el que dicha corriente de purga de oxidante comprende un ácido carboxílico, un catalizador metálico, impurezas, agua y un disolvente; en el que dicho disolvente comprende ácido acético; y
- 10 (b) añadir agua a dicha corriente de purga concentrada en una zona de mezclamiento para producir una corriente de purga concentrada rica en agua;
- (c) someter dicha corriente de purga concentrada rica en agua a evaporación en una 2ª zona de evaporador para producir una corriente rica en disolvente y una corriente de suspensión de purga concentrada intermedia; y
- 15 (d) someter dicha suspensión de purga concentrada intermedia a evaporación en una tercera zona de evaporador, en el que dicha 3ª zona de evaporador comprende un evaporador que trabaja a una temperatura de 20°C a 70°C; en el que dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua de 5,0% en peso a 25,0% en peso;
- 20 (e) filtrar dicha suspensión de purga superconcentrada en una zona de separación de sólido-líquido para formar una torta de filtración y aguas madre;
- (f) lavar dicha torta de filtración con una alimentación de lavado en dicha zona de separación de sólido-líquido para formar una torta de filtración lavada, y filtrado de lavado.
- 25 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos 80% de dicho catalizador metálico de dicha suspensión de purga superconcentrada se recupera por dicha zona de separación en dichas aguas madre y dichas aguas de lavado acumulado.
- 30 3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que de 75% a 95% de dicha masa de la corriente de purga de oxidante se elimina por evaporación de dicha corriente de purga de oxidante en las etapas (a), (c) y (d) combinadas.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos una parte de la torta de
- 35 filtración lavada se encamina al producto de ácido tereftálico aguas abajo de la zona de oxidación.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua de 8% en peso a 23% en peso; o en el que dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua de 11% en peso a 21% en peso; o en el que dicha suspensión
- 40 de purga superconcentrada tiene un contenido de agua de 13% en peso a 19% en peso.
6. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho dispositivo de separación de sólido-líquido es un dispositivo de filtración de presión que trabaja a una temperatura entre 25°C y 90°C, preferiblemente en el que dicho dispositivo de filtración de presión comprende al menos una célula de filtro y en el
- 45 que al menos una célula de filtro acumula al menos 0,64 cm (0,25 pulgadas) de profundidad de dicha torta de filtración.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos una parte de las aguas madre formadas en la etapa (e) se encamina de nuevo a la zona de oxidación del procedimiento del ácido tereftálico.
- 50 8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho dispositivo de filtración de presión es un filtro de tambor rotatorio de presión.
9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la temperatura de la corriente de purga
- 55 concentrada encaminada de la primera zona de evaporación a la zona de mezcla se mantiene por encima de 80°C.
10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tiempo de permanencia en la segunda zona de evaporación está en el intervalo de 30 min a 180 min.

11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las aguas madre se encaminan a una zona de extracción para generar una corriente acuosa y una corriente orgánica.

12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la corriente orgánica se encamina a una columna de destilación para recuperar el disolvente de extracción y una corriente de lodo residual que comprende impurezas de subproductos de oxidación.

13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, en el que (A) la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada en dicha zona de separación de sólido-líquido es mayor para un intervalo de contenido de agua de dicha suspensión de purga superconcentrada en el intervalo de 8% a 23%, que en cualquier concentración de agua fuera de dicho intervalo; o:

en el que (B) la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada en dicha zona de separación de sólido-líquido es mayor para un intervalo de contenido de agua de dicha suspensión de purga superconcentrada en el intervalo de 11% a 21%, que en cualquier concentración de agua fuera de dicho intervalo; o:

en el que (C) la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada en dicha zona de separación de sólido-líquido es mayor para un intervalo de contenido de agua de dicha suspensión de purga superconcentrada en el intervalo de 13% a 19%, que en cualquier concentración de agua fuera de dicho intervalo.

14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente es ácido acético mezclado con agua, en una relación de 8:1 a 20:1, y preferiblemente entre 11:1 y 20:1.

15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se manipula la masa de agua añadida en la zona de mezcla para controlar el % de agua contenido en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo de 5% a 25% de agua; o

en el que se manipula la masa de agua añadida en la zona de mezcla para controlar el % de agua contenido en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo de 10% a 20% de agua; o

en el que se manipula la masa de agua añadida en la zona de mezcla para controlar el % de agua contenido en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo de 13% a 18% de agua; o

en el que se manipula la masa de agua añadida en la zona de mezcla para controlar el % de agua contenido en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo de 8% a 23% de agua.

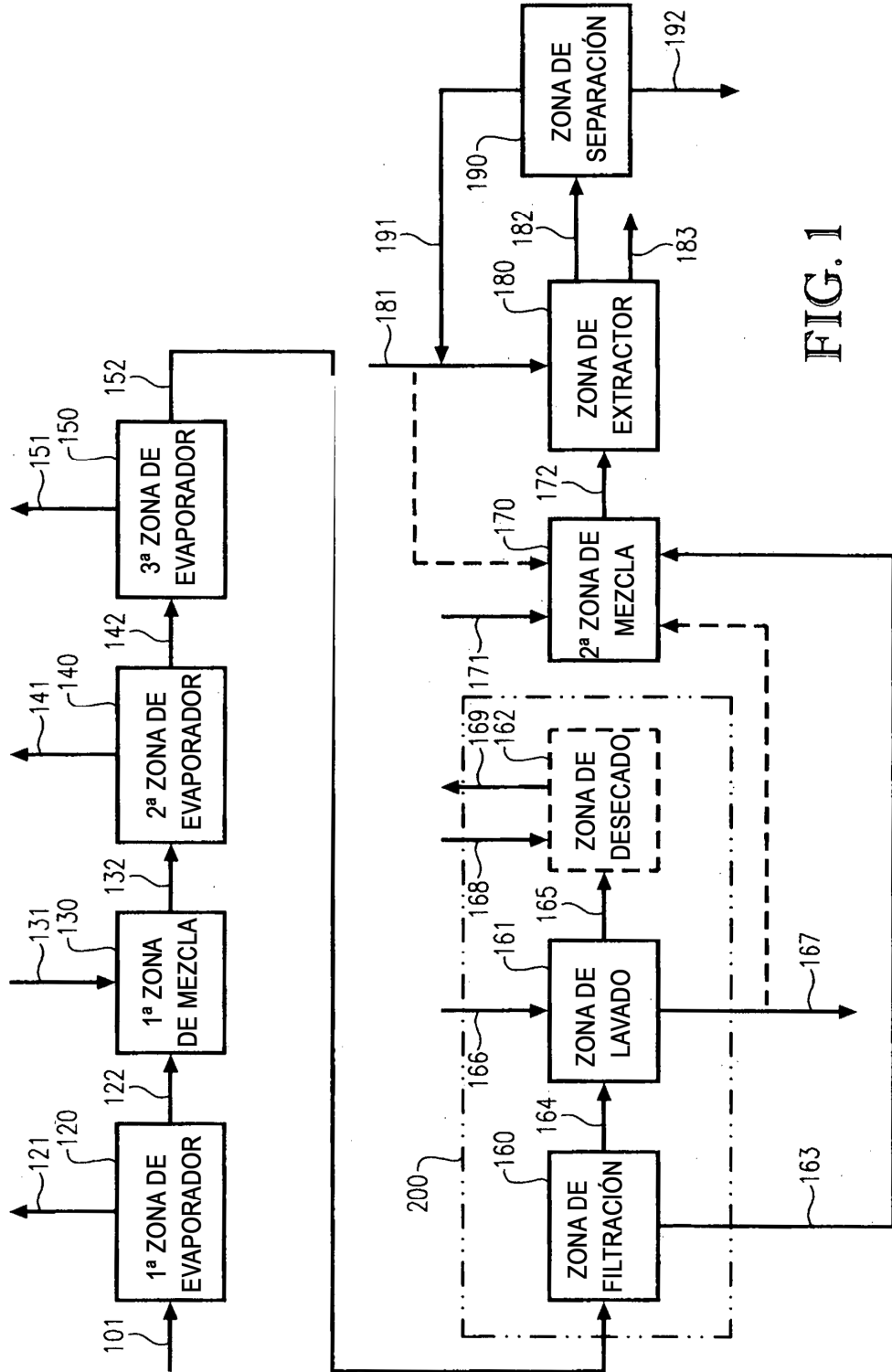


FIG. 1

Velocidad de filtración frente a % de agua en la alimentación al filtro

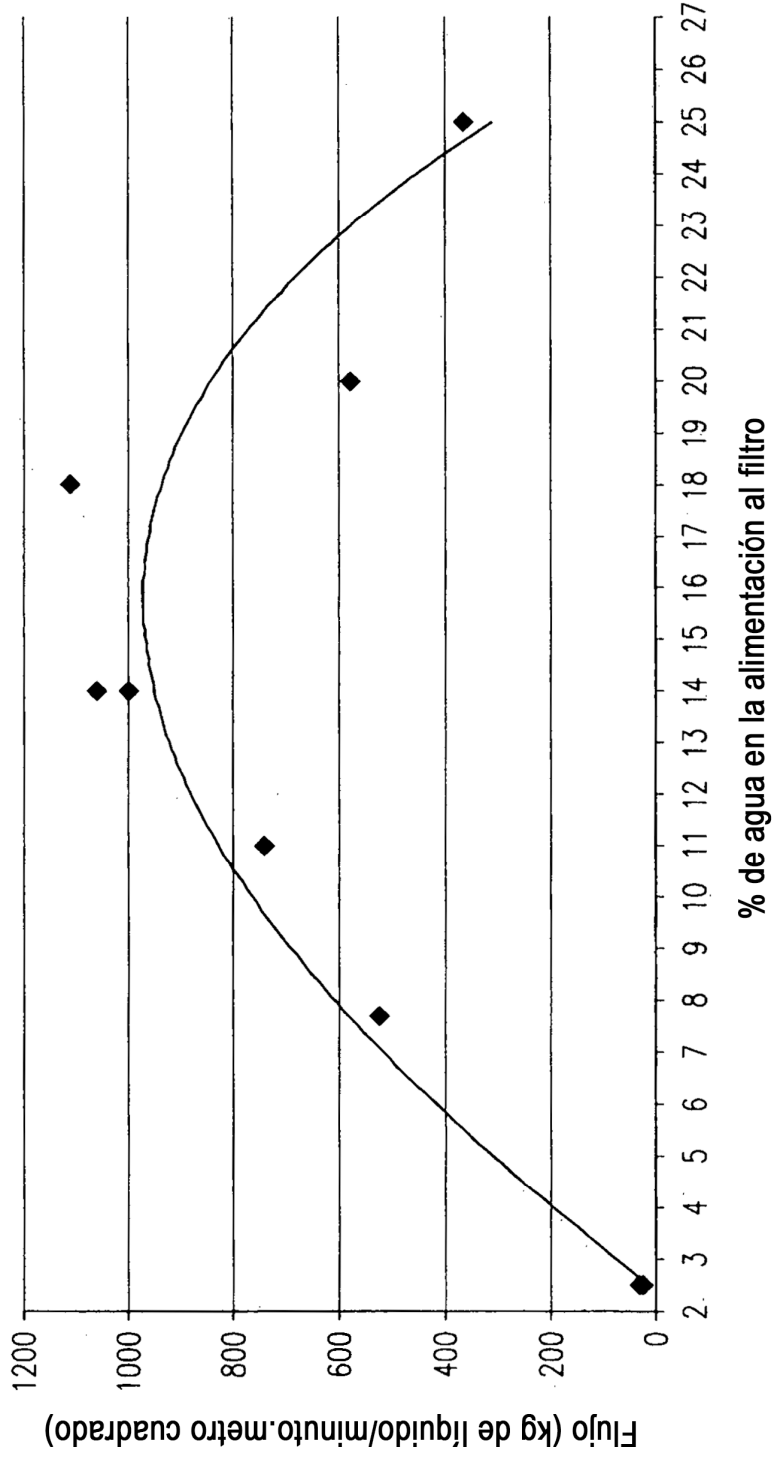


FIG. 2