

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 603 178**

51 Int. Cl.:

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

C07C 51/47 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.07.2006 PCT/US2006/029267**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.02.2007 WO07021487**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2006 E 06788703 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.08.2016 EP 1912927**

54 Título: **Procedimiento para la eliminación del ácido benzoico de una corriente de purga de oxidación**

30 Prioridad:

11.08.2005 US 201512

11.08.2005 US 201799

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

24.02.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LIN, ROBERT;
GIBSON, PHILIP, EDWARD y
PARKER, KENNY, RANDOLPH**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 603 178 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la eliminación del ácido benzoico de una corriente de purga de oxidación

Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a la eliminación de impurezas, concretamente el ácido benzoico, a partir de un licor madre producido en la síntesis del ácido carboxílico, típicamente ácido tereftálico. Esta invención también se refiere a la eliminación de impurezas, concretamente el ácido benzoico, de una corriente que conduce ácido benzoico producido en la síntesis de ácido carboxílico.

Antecedentes de la invención

10 El ácido tereftálico es producido comercialmente por la oxidación de paraxileno en presencia de un catalizador, tal como, por ejemplo, Co, Mn, Br y un disolvente. El ácido tereftálico utilizado en la producción de fibras de poliéster, películas, y resinas debe ser tratado adicionalmente para eliminar las impurezas formadas como resultado de la oxidación de paraxileno.

15 El ácido tereftálico (TPA) es un intermedio en la producción de poliésteres para plásticos y aplicaciones de fibras. Los procesos comerciales para la fabricación de TPA se basan a menudo en la oxidación catalizada por el metal pesado de p-xileno, generalmente con un promotor de bromuro en un disolvente de ácido acético. Debido a la limitada solubilidad de TPA en el ácido acético en condiciones prácticas de oxidación, una suspensión de cristales de TPA se forma normalmente en el reactor de oxidación. Típicamente, la suspensión oxidante TPA se retira del reactor, y los sólidos de TPA se separan del licor madre de oxidación usando técnicas de separación sólido-líquido convencionales. El licor madre de oxidación, que contiene la mayor parte del catalizador y el promotor usado en el proceso, se recicla al reactor de oxidación. Aparte del catalizador y del promotor, la corriente de licor madre de oxidación también contiene TPA disuelto y muchos subproductos e impurezas. Estos subproductos e impurezas surgen parcialmente de impurezas menores presentes en la corriente de alimentación de p-xileno. Otras impurezas surgen debido a la oxidación incompleta de p-xileno lo que resulta en productos parcialmente oxidados. Todavía otros subproductos son el resultado de reacciones secundarias competitivas formadas como resultado de la oxidación de p-xileno a ácido tereftálico.

20 Los sólidos de TPA se someten a una separación sólido-líquido en la que el disolvente fresco se utiliza para desplazar una parte importante del componente líquido de las aguas madres de oxidación. Después de secar, los sólidos de TPA están contaminados con las impurezas que estaban presentes en el licor madre de oxidación, ya que estas impurezas se pueden incorporar en los sólidos de TPA. Las impurezas también están presentes debido a oclusiones en la estructura cristalina de TPA y debido a la eliminación incompleta del licor madre de oxidación por el lavado con disolvente fresco.

25 Muchas de las impurezas en la corriente de licor madre de oxidación que se reciclan son relativamente inertes para promover la oxidación. Estas impurezas incluyen, por ejemplo, ácido isoftálico, ácido ftálico y ácido trimelítico. Las impurezas, que pueden sufrir una oxidación adicional también están presentes, tales como, por ejemplo, 4-carboxibenzaldehído, ácido p-tolúico y p-tolualdehído. Las impurezas inertes de la oxidación tienden a acumularse en el licor madre de oxidación bajo el reciclado. La concentración de estas impurezas inertes aumentará en el licor madre de oxidación hasta que se alcance un equilibrio mediante el cual la velocidad de eliminación de cada impureza vía los productos TPA se equilibre con la velocidad de formación y la velocidad de adición al proceso de oxidación. El nivel normal de impurezas en TPA crudo comercial lo hace inadecuado para su uso directo en la mayoría de las aplicaciones de polímeros.

30 Convencionalmente, se ha purificado TPA bruto ya sea por conversión de un éster de dimetilo o por disolución en agua con subsiguiente hidrogenación sobre catalizadores de hidrogenación convencionales. Más recientemente, los tratamientos de oxidación secundarios se han utilizado para producir TPA de calidad para polímeros. Es deseable minimizar la concentración de impurezas en el licor madre y de ese modo facilitar la purificación posterior de TPA. En algunos casos, no es posible producir un TPA purificado de calidad para polímeros a menos que se utilicen algunos medios para retirar las impurezas de la corriente del licor madre de oxidación.

35 El documento GB 892.766 describe mejoras que se relacionan con la producción de ácidos aromáticos, en particular la recuperación de catalizadores de oxidación empleados para la oxidación en fase líquida de compuestos aromáticos sustituidos alifáticos o compuestos aromáticos de anillo fusionados en ácidos carboxílicos aromáticos. El procedimiento comprende extraer la fracción inferior en estado fundido o sólido con una mezcla de disolventes seleccionada entre agua y ácidos monocarboxílicos parafínicos y naftánicos poco saturados para separar los catalizadores de oxidación de los sub-productos de oxidación no disueltos.

40 El documento WO 97/30963 se refiere a un licor madre que se deriva de un proceso de separación primario sólido-líquido usado para separar cristales de ácido carboxílico aromático de una mezcla del mismo, en el licor madre. De forma específica, el licor madre se divide en una fracción de reciclado y una fracción de purga, en donde la fracción de reciclado se vuelve a un reactor, en el que el ácido carboxílico aromático se forma.

Una técnica para la eliminación de impurezas de una corriente de reciclado de uso común en la industria de transformación química es extraer o "purgar" una parte de la corriente de reciclado. Típicamente, la corriente de purga se desecha simplemente o, si se justifica económicamente, se somete a varios tratamientos para eliminar las impurezas no deseadas mientras se recuperan los componentes valiosos. Un ejemplo de este proceso es la patente de EE.UU. N° 4.939.297. La cantidad de purga necesaria para el control de las impurezas es un proceso dependiente; sin embargo, una cantidad de purga igual a de 10 a 40% en peso de la corriente total de licor madre de oxidación es generalmente suficiente para producir el TPA adecuado como materia prima para la fabricación de polímero comercial. En la producción de TPA, el porcentaje de la purga de corriente de licor madre oxidante necesario para mantener las concentraciones de impurezas aceptables, junto con el valor económico del catalizador de metal y los componentes del disolvente en la corriente de purga de oxidante, facilitan la eliminación sencilla de la corriente de purga oxidante, económicamente poco atractiva. Por lo tanto, hay una necesidad de un proceso que recupere esencialmente la totalidad de los catalizadores de metales valiosos y el ácido acético contenidos en la corriente de purga oxidante mientras se quita una porción importante de las impurezas presentes en la corriente de oxidante de purga. El catalizador de metal puede recuperarse en una forma activa adecuada para su reutilización por el reciclaje directo a la etapa de oxidación de p-xileno.

Uno de los beneficios de esta invención es el ahorro de costes de energía y de capital en comparación con el proceso de purga de base de extracción descrito anteriormente.

Otro beneficio de esta invención es su eficacia en comparación con los procesos de extracción de purga sobre la utilidad de la corriente(s) de disolvente reciclada al proceso de TPA. La principal motivación en un proceso de extracción líquido se basa en la suposición de que la introducción de las impurezas aromáticas en un proceso de oxidación de p-xileno para producir ácido tereftálico tiene un efecto perjudicial en la calidad del polvo del ácido tereftálico (color, por ejemplo, amarillo). Por lo tanto, se supuso que un amplio espectro de eliminación de impurezas aromáticas, tal como la proporcionada por extracción de líquidos, era necesario para conseguir una calidad de polvo de ácido tereftálico adecuado.

En una realización de esta invención, sin embargo, se emplea un proceso relativamente sencillo que separa el ácido benzoico a partir de un disolvente acuoso. La eficiencia del proceso respecto al ácido benzoico es alta ya que el ácido benzoico es más volátil (una presión de vapor más alta) que la mayoría de las impurezas aromáticas identificadas en la producción de un ácido carboxílico, típicamente ácido tereftálico. Estas impurezas aromáticas incluyen, pero no se limitan a, ácido trimelítico, ácido isoftálico, estilbenos, y antraquinonas. Por lo tanto, es bastante sorprendente que la eliminación de un ácido benzoico en favor de las otras impurezas conocidas, que son inherentemente de color, sería suficiente para producir un ácido carboxílico, típicamente ácido tereftálico de buena calidad.

Sumario de la invención

La invención se refiere a un proceso como se define en la reivindicación 1.

Las realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones de 2 a 14 dependiendo de las mismas.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 ilustra un proceso para recuperar el ácido benzoico a partir de una corriente de purga de oxidante 101.

La figura 2 ilustra una realización del proceso que ocurre en la zona de separación sólido-líquido 151 en el que la zona de separación sólido-líquido comprende una zona de filtración 153, una zona de lavado 155, y opcionalmente una zona de deshidratación 157.

La figura 3 ilustra una realización en donde un filtro de tambor rotativo de presión se utiliza en la zona de separación sólido-líquido.

La figura 4 ilustra una realización en donde se muestra un proceso para recuperar el ácido benzoico de una corriente de oxidante de purga 101, y el proceso utiliza una zona de evaporación principal 125.

La figura 5 ilustra la invención en la que se proporciona un proceso para la recuperación de ácido benzoico a partir de una corriente que lleva ácido benzoico 347.

Descripción de la invención

Se describe un procedimiento para separar ácido benzoico de una corriente de oxidante de purga 101 como se muestra en la figura. 1.

La etapa (a) comprende someter una corriente de oxidante de purga 101 a la evaporación en una primera zona de evaporación 121 para producir una corriente de vapor 104 y una suspensión de purga concentrada 105.

En una realización, la corriente de oxidante de purga 101 se retira de un proceso de síntesis oxidativa de ácido carboxílico. La corriente de oxidante de purga 101 sirve como la corriente de alimentación al presente proceso. En

una realización, la corriente de purga de oxidante 101 comprende al menos un ácido carboxílico, al menos un disolvente, al menos un catalizador de metal y las impurezas. Las impurezas comprenden al menos una impureza seleccionada del grupo que consiste en bromuros orgánicos, metales de corrosión, subproductos de oxidación de p-xileno, y las impurezas derivadas como resultado de impurezas en el p-xileno. Los bromuros orgánicos pueden ser utilizados como promotores en la reacción de oxidación. Ejemplos de metales de corrosión son compuestos de hierro y cromo, que inhiben, reducen o destruyen totalmente la actividad del catalizador de metal. Aparte del catalizador y promotor, la corriente de purga de oxidante 101 también contiene subproductos e impurezas. Estos subproductos e impurezas surgen parcialmente de impurezas menores presentes en la corriente de alimentación de p-xileno. Otras impurezas surgen debido a la oxidación incompleta de p-xileno lo que resulta en productos parcialmente oxidados. Todavía otros subproductos son el resultado de reacciones secundarias competitivas en la oxidación de p-xileno a ácido tereftálico.

Los ácidos carboxílicos incluyen los ácidos carboxílicos aromáticos producidos mediante la oxidación controlada de un sustrato orgánico. Tales ácidos carboxílicos aromáticos incluyen compuestos con al menos un grupo de ácido carboxílico unido a un átomo de carbono que es parte de un anillo aromático, preferiblemente que tienen al menos 6 átomos de carbono, incluso más preferiblemente que tienen solamente átomos de carbono. Ejemplos adecuados de tales anillos aromáticos incluyen, pero no se limitan a, benceno, bifenilo, terfenilo, naftaleno, y otros anillos aromáticos condensados a base de carbono. Ejemplos de ácidos carboxílicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, ácido tereftálico, ácido p-toluico, ácido isoftálico, ácido trimelítico, ácido naftaleno dicarboxílico, ácido 2,5-difenil-tereftálico, y mezclas de los mismos.

Los disolventes adecuados incluyen ácidos monocarboxílicos alifáticos, que contienen preferiblemente 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 de aproximadamente 5: 1 a aproximadamente 25: 1, preferiblemente entre aproximadamente 8: 1 y aproximadamente 20: 1. En toda la memoria, se hará referencia al ácido acético como el disolvente. Sin embargo, se debe apreciar que otros disolventes adecuados, tales como los descritos anteriormente, también se pueden utilizar.

En la primera etapa del presente proceso, la corriente de oxidante de purga 101 se concentra por medios convencionales en una primera zona de evaporación 121 que comprende al menos un evaporador para producir una corriente de vapor 104 y una suspensión de purga concentrada 105. En una forma de realización el evaporador se hace funcionar en condiciones atmosféricas o ligeramente súper atmosféricas, generalmente de 1×10^5 Pa (1 atmósfera) a aproximadamente 1×10^6 Pa (10 atmósferas). La corriente de vapor 104 comprende una mayor parte del agua y del disolvente, y la suspensión de purga concentrada 105 comprende el resto del agua y el disolvente no eliminado de la corriente de purga de oxidante 101. En la presente memoria por "mayoría" se entiende mayor que 50% en peso. En una realización, la evaporación elimina aproximadamente el 50% en peso (por ciento en peso) a aproximadamente 80% en peso del disolvente y agua, típicamente ácido acético y agua, que están presentes en la corriente de purga de oxidante 101.

La etapa (b) que comprende someter la suspensión de purga concentrada 105 a la evaporación en una segunda zona de evaporación 150 para producir una corriente rica en disolvente 144 y una suspensión de purga súper concentrada 145.

En una realización, la segunda zona de evaporación 150 comprende al menos un evaporador que funciona a condiciones de vacío. En una realización de la invención, la evaporación puede llevarse a cabo a una temperatura de aproximadamente 20°C a aproximadamente 70°C; otro intervalo es de aproximadamente 30°C a aproximadamente 50°C. En una realización, la combinación de los evaporadores 121 y 150 se hace funcionar a fin de concentrar la corriente de oxidante de purga tal como se representa por la corriente 101 a una condición en la que aproximadamente de 75% en peso a 99% en peso del disolvente y agua, típicamente ácido acético y agua, se eliminan de la corriente de purga de oxidante 101 para producir la suspensión de purga súper concentrada 145. En otra realización otro rango para el funcionamiento de la combinación de los evaporadores 121 y 150 se accionan a fin de concentrar la corriente de oxidante de purga tal como se representa por la corriente 101 a una condición en la que aproximadamente de 85% en peso a 99% en peso del disolvente y agua, típicamente ácido acético y agua, se retira de la corriente de purga de oxidante 101 para producir la suspensión de purga súper concentrada 145.

En otra realización de la invención, la primera zona de evaporación 121 y la segunda zona de evaporación se pueden combinar en una zona de evaporación principal 125 como se muestra en la figura. 4. La zona de evaporación principal 125 comprende al menos un evaporador. El evaporador o evaporadores en la zona de evaporación principal 125 se hacen funcionar a una temperatura y presión suficientes para eliminar al menos 75% en peso del disolvente y el agua combinada de la corriente de purga de oxidante 101. En otra realización de la invención, el evaporador o evaporadores en la zona de evaporación principal 125 se hacen funcionar a una temperatura y presión suficientes para eliminar al menos 85% en peso del disolvente y el agua combinada de la corriente de oxidante de purga. En otra realización de la invención, el evaporador o evaporadores en la zona de evaporación principal 125 se hacen funcionar a una temperatura y presión suficientes para eliminar al menos 90% en peso del disolvente y el agua combinada de la corriente de purga de oxidante 101. En otra realización de la invención, el evaporador o evaporadores en la zona de evaporación principal 125 se hacen funcionar a una

temperatura y presión suficientes para eliminar al menos 95% en peso del disolvente y el agua combinada de la corriente de oxidante de purga.

5 Los intervalos indicados en esta descripción y las reivindicaciones que siguen deben entenderse que describen todos los intervalos específicos y no sólo el punto(s) final. Por ejemplo, la descripción del intervalo de 0 a 10 se debe entender que describe específicamente 2, 2,5, 3,17 y todo otro número subsumido y no sólo 0 y 10.

En una realización, la condición de la suspensión de purga súper concentrada 145 puede ser como una mezcla sólido-líquido con solo suficiente disolvente para proporcionar capacidad de bombeo.

La etapa (c) comprende filtrar la suspensión de purga súper concentrada 145 en una zona de separación sólido-líquido 151 para formar una torta de filtro 154 y un licor madre 147.

10 La etapa (d) comprende el lavado de la torta de filtro 154 con una alimentación de lavado 149 en la zona de separación sólido-líquido 151 para formar una torta lavada 146 y un filtrado de lavado 148; y deshidratar opcionalmente torta lavada 146 en la zona de separación sólido-líquido 151 para formar una torta deshidratada 159; en el que la zona de separación sólido-líquido 151 comprende al menos un dispositivo de filtración a presión.

15 En una realización, la suspensión de purga súper concentrada 145 se introduce en la zona de separación sólido-líquido 151 donde la zona de separación sólido-líquido comprende una zona de filtración 153, una zona de lavado 155, y opcionalmente una zona de secado 157 como se muestra en la figura 2. La zona de filtración 153 comprende una celda de filtro, o una serie de celdas de filtro, físicamente situadas para permitir que una torta de filtro 154 desarrolle una distribución a través del área de la célula de filtro que dificulte o impida la canalización de la alimentación de lavado 149 a través de la torta de filtro 154 .

20 Adecuadamente, una torta de filtro 154 de al menos 0,64 cm (0,25 pulgadas) de profundidad a aproximadamente 20 cm (8 pulgadas) de profundidad, preferiblemente al menos 1,3 cm (0,5 pulgadas) de profundidad, más preferiblemente al menos 2,5 cm (1 pulgada) de profundidad, y aún más preferiblemente aproximadamente de 5 cm (2 pulgadas) a aproximadamente 10 cm (4 pulgadas) de profundidad es distribuida en el área de la célula de filtro. La torta lavada, 146, puede recuperarse o tratarse adicionalmente, reciclarse y / o enviarse a instalaciones de
25 tratamiento de residuos.

Tras obtener una altura adecuada o preferida de torta de filtro 154, la torta de filtro 154 sale de la zona de filtración 153 que comprende un filtro o una serie de filtros y entra en una zona de lavado 155 donde la torta de filtro 154 se pone en contacto con una alimentación de lavado 149. En una realización, hay una presión suficiente a través de la
30 torta del filtro 154 para permitir un depósito o acumulación de la alimentación de lavado 149 a través de la torta del filtro 154 a una profundidad adecuada, preferiblemente a una profundidad mínima de 0,64 cm (0,25 pulgadas). Un gradiente de presión de al menos 3,4 kPa (0,5 psi), preferiblemente de aproximadamente 3x10 kPa (5 psi) a aproximadamente 45x10 kPa (65 psi), a través de la torta de filtro 154 y el depósito de alimentación de lavado 149 se puede aplicar para desplazar cualquier soluto en la torta de filtro 154 con la alimentación de lavado 149.

35 Una profundidad de torta de filtro 154 de al menos 1,3 cm (0,5 pulgadas) es adecuada para obtener una torta de filtro 154 de suficiente compacidad para proporcionar un vehículo de lavado, es decir, la torta de filtro 154, de la que un filtrado de lavado 148 que contiene un soluto de la torta de filtro 154 se puede quitar de manera eficiente por lavado por desplazamiento. Si la profundidad de la torta de filtro 154 es menor de aproximadamente 0,64 cm (0,25 pulgadas), la canalización de la alimentación de lavado 149 en la torta de filtro 154 puede ocurrir como resultado de un lavado no uniforme de la torta de filtro 154.

40 Debido a la pérdida de eficiencia en el lavado de desplazamiento de la torta de filtro 154, se prefiere una profundidad mínima de la torta de filtro 154 de al menos 0,64 cm (0,25 pulgadas) de ácido tereftálico purificado.

Se requiere una altura mínima de líquido por encima de superficie de la torta de filtro 154 para garantizar que se produce el lavado por desplazamiento. Esta altura debe ser suficiente para asegurar que la superficie de la torta de
45 filtro 154 esté completamente cubierta con la alimentación de lavado 149. Si la superficie de la torta de filtro 154 no está cubierta con la alimentación de lavado 149, puede ocurrir el rodeo de la alimentación de lavado 149 sin un desplazamiento adecuado del soluto en la torta de filtro 154. Debido a las irregularidades en la superficie de la torta de filtro 154, una altura mínima de líquido alrededor de 0,64 cm (0,25 pulgadas) se prefiere por encima de la superficie de la torta de filtro 154.

50 Se ha encontrado que el desplazamiento del soluto de la torta de filtro 154 mediante la alimentación de lavado 149 a alta presión permite una separación eficiente de los metales catalizadores de la torta de filtro 154. Otro de los beneficios de la alta presión es la reducción de la alimentación de lavado 149 requerida para recuperar el cobalto como se muestra en los ejemplos.

55 La utilización de etapas adicionales en la zona de separación sólido-líquido 151 puede disminuir la cantidad de alimentación de lavado 149 requerida para reducir la cantidad total de catalizador de metal retenido en la torta de filtro 154. Es conveniente, por tanto, que un número adecuado de etapas de lavado por desplazamiento positivo se

utilicen para minimizar la alimentación total de lavado 149 utilizada en el lavado de desplazamiento para reducir la necesidad de instalaciones de tratamiento de residuos aguas abajo.

Se entiende que varias etapas del procedimiento de lavado por desplazamiento pueden sustituir un procedimiento de lavado de desplazamiento de etapa única, en el que la cantidad de alimentación de lavado 149 es suficiente para obtener al menos 80% en peso de recuperación del catalizador de metal de la suspensión súper concentrada 145 a las aguas madres 147 y 148 y el filtrado de lavado. Además, un procedimiento que utiliza múltiples etapas de lavado en contracorriente puede ser útil si la reducción de la cantidad de alimentación de lavado 149 se determina que es ventajosa.

En el proceso, una suspensión de purga súper concentrada 145 se introduce en una o más de una serie de celdas de filtración situadas físicamente para permitir una torta de filtro 154 de espesor requerido para desarrollar. Tras obtener una altura mínima de torta de filtro 154, de 0,64 cm (0,25 pulgadas) a 10 cm (4 pulgadas), la torta de filtro 154 sale del filtro o serie de filtros y entra en una zona de lavado 155 donde la torta de filtro 154 se lava con una alimentación de lavado 149. A continuación, se puede aplicar presión a la alimentación de lavado 149 para desplazar el soluto (es decir, el líquido y cualesquiera compuestos disueltos tal como el catalizador de metal en la torta de filtro) de la torta de filtro 154. Tras el desplazamiento del soluto con la alimentación de lavado, la torta de filtro 154 puede ser descargada de la zona de filtración 155 por cualquier medio adecuado, y el ciclo se repite. En una realización, la relación de alimentación de lavado 149 a la descarga de la torta de filtro 154 se encuentra dentro del intervalo de 1:20 a 20: 1 para reducir el nivel de catalizador de metal en la torta de filtro en más de un 95% en peso.

El equipo para realizar el ciclo de lavado requerido puede comprender una serie de celdas de filtración mantenidas en una posición adecuada para permitir que un depósito de lavado de alimentación 149 se desarrolle sobre las celdas de filtro. En una realización de la invención, un equipo adecuado puede comprender un filtro de presión de tambor rotativo con múltiples celdas de filtración, equipado con un medio para la descarga de la torta lavada 146 de las celdas de filtración. La torta de filtro 154 se puede lavar tantas veces como sea necesario para desarrollar una concentración mínima de catalizador de metal en la torta lavada 146 antes de la descarga de la torta lavada 146 desde el dispositivo de filtro.

Un filtro de presión adecuado que se puede adaptar a los requisitos del presente procedimiento inventado es un filtro de presión de tambor giratorio BHS-FESTTM, BHS-WERK, Sonthofen, D-8972, Sonthofen, Alemania Occidental, aunque se pueden utilizar otros filtros de presión que puedan realizar la operación requerida. Ejemplos de otros dispositivos que se pueden utilizar en la zona de separación sólido-líquido 151 incluyen, pero no se limitan a, filtros de cinta de presión, filtros prensa, centrifugas, filtros de hoja de presión, y los filtros de flujo cruzado. El filtro de presión puede ser operado a una temperatura y presión suficientes para obtener la recuperación de al menos 80% en peso del catalizador de metal del soluto de la solución madre 147. Preferiblemente, el filtro de presión se puede operar a una temperatura de aproximadamente 25°C a aproximadamente 160°C, y una presión de 1x100 kPa (1 atmósfera) a 5x1000 kPa (50 atmósferas).

En el funcionamiento del filtro BHS-FESTTM, un tambor rotativo contiene una serie de celdas de filtración situadas en la periferia del tambor giratorio. A medida que el tambor gira, las celdas de filtración reciben una lechada de purga súper concentrada 145 y una torta de filtro 154 se acumula a una profundidad requerida. El licor madre 147 se produce por filtración de la suspensión de la purga súper concentrada 145. Tras la rotación del tambor, la torta de filtro 154 entra en una zona de lavado 155, donde un depósito de alimentación de lavado 149 está construido a lo largo de la torta de filtro 154 a una profundidad requerida. La presión aplicada al depósito de alimentación de lavado obliga al agua a pasar a través de la torta de filtro 154 para desplazar el soluto (con el catalizador de metal disuelto) retenido en la suspensión de purga súper concentrada 145 para producir una torta lavada 146. Tras la rotación adicional del tambor, el ciclo de lavado se puede repetir por lo menos tres veces más si es necesario a contracorriente, después de lo cual la presión del sistema se libera con disminución de la temperatura operadora a las condiciones ambientales. Opcionalmente, la torta lavada 146 puede ser deshidratada en una zona de deshidratación 157 con un vapor a través del conducto 152 para producir una torta deshidratada 159 y un vapor húmedo 160. La torta deshidratada 159 resultante a continuación, puede ser descargada desde el tambor por cualquier medio convencional.

La figura 3 ilustra una realización donde se utiliza un filtro de tambor rotativo de presión como dispositivo de filtración de proceso. En una realización, el filtro de presión de tambor giratorio comprende una zona de filtración 153, una zona de lavado 155, opcionalmente, una zona de deshidratación 157, una zona de descarga 164 y una zona de lavado de tela 162. La zona de lavado de tela que se muestra en la figura 3 es una realización en la que el filtro de tambor rotativo de presión comprende una zona de lavado de tela 162, donde se lavan los filtros después de la descarga de la torta deshidratada 159.

El filtrado de lavado 148 se produce por el desplazamiento del lavado de la torta de filtro con la alimentación de lavado 149. La torta de filtro 154 dentro de la zona de separación sólido-líquido 151 se somete a la extracción del catalizador de metal mediante la introducción del lavado de alimentación 149 para formar el filtrado de lavado 148. En una realización de la invención, al menos 80% en peso del catalizador de metal se recupera en el filtrado de lavado 148 y el licor madre 147. En una realización de la invención, al menos 90% en peso del catalizador de metal

se recupera en el filtrado de lavado 148 y el licor madre 147. La alimentación de lavado 149 comprende agua y, opcionalmente, un disolvente de oxidación adicional.

5 Tal vez, lo más sorprendente al utilizar agua como alimentación de lavado 149 a temperaturas en el intervalo de aproximadamente 20°C a aproximadamente 70°C, preferiblemente aproximadamente de 30°C a aproximadamente 50°C, sea que suficiente metal de la corrosión se mantiene en la torta deshidratada 159, en la que la necesidad de eliminación del metal de la corrosión por otros medios se elimina. La torta deshidratada 159 que representa sólidos despojados del catalizador de metal puede ser eliminada del sistema.

10 La etapa (e) comprende opcionalmente someter el licor madre 147 y, opcionalmente, el filtrado de lavado 148 a la evaporación en una zona de evaporador 210 para producir una corriente de vapor rico en disolvente 202 y el residuo filtrado de lavado 201.

15 La zona de evaporador 210 comprende al menos un evaporador. En una realización, el evaporador se hace funcionar en condiciones atmosféricas o ligeramente súper atmosféricas, generalmente de aproximadamente 1x100 kPa (1 atmósfera) a aproximadamente 1x1000 kPa (10 atmósferas). El vapor rico en disolvente 202 comprende una mayor parte de agua y disolvente, y el residuo del filtrado de lavado 201 comprende el resto del agua y el disolvente no eliminado del licor madre 147 y la mayoría del catalizador. La evaporación elimina del 90% en peso al 99% en peso del disolvente y el agua de la corriente combinada en el conducto 147, típicamente ácido acético y agua, que están presentes en el filtrado de lavado 148 y la mayoría del ácido benzoico en el licor madre 147. "Mayoría" como se usa en la presente memoria significa mayor que 50% en peso.

20 La etapa (f) comprende someter la corriente de vapor rica en disolvente 202 a destilación convencional en la zona de destilación 220 para formar una corriente rica en ácido benzoico 203 y una corriente rica en disolvente 204.

25 La zona de separación 220 comprende al menos un separador de líquido-vapor. En una realización, el separador funciona en condiciones atmosféricas o ligeramente súper atmosféricas, generalmente de 1x100 kPa (1 atmósfera) a 1x1000 kPa (10 atmósferas). El separador de líquido-vapor comprende al menos una etapa teórica de equilibrio vapor-líquido. Ejemplos de separadores de líquido-vapor incluyen, pero no se limitan a, los condensadores de flash y las columnas de destilación.

30 En una realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 tiene ácido benzoico en más que 5% en peso. En otra realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 tiene ácido benzoico en más que 15% en peso. En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 203 tiene ácido benzoico en más que 30% en peso. En otra realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 tiene ácido benzoico en más que 50% en peso. En otra realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 comprende de aproximadamente 5% en peso a 75% en peso de ácido benzoico. En otra realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 comprende de aproximadamente 5% en peso a 50% en peso de ácido benzoico. En otra realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 comprende de aproximadamente 5% en peso a 35% en peso de ácido benzoico. En otra realización, la corriente rica en ácido benzoico 203 comprende de aproximadamente 15% en peso a 30% en peso de ácido benzoico.

35 La etapa (g) comprende opcionalmente el reciclado de al menos una porción de la corriente rica en disolvente 204 devuelta a un reactor de oxidación en un proceso de oxidación aromática.

40 Al menos una porción de la corriente rica en disolvente se puede reciclar de nuevo a un reactor de oxidación en el proceso de oxidación. "Al menos una parte" puede significar al menos 5% en peso, al menos 15% en peso, al menos 30% en peso, al menos 50% en peso, al menos 75% en peso, o la totalidad de la corriente rica en disolvente es reciclada 204 de nuevo a un reactor de oxidación.

Un ejemplo de un proceso de oxidación aromática se da a conocer en la solicitud de patente EE.UU. N° 10/156.312.

45 Aunque la composición de las diversas corrientes en el proceso varía dependiendo de las condiciones del proceso, una composición típica de las corrientes, utilizando un modelo simulado por ordenador (ASPEN versión 12.1) del proceso, se muestra en las Tablas 1a y 1b. En las Tablas 1a y 1b, los componentes se muestran en la columna de la izquierda, y la cantidad de estos componentes en cada corriente en la figura 1 se muestra en la columna del número correspondiente al número de la corriente en la figura 1.

De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento como se muestra en la figura 5.

La etapa (a) comprende opcionalmente someter una corriente que lleva ácido benzoico 347 a evaporación en una zona de evaporador 310 para producir un vapor rico en disolvente 302 y el residuo filtrado de lavado 301.

50 La zona de evaporador 310 comprende al menos un evaporador. La corriente que lleva ácido benzoico 347 comprende agua y ácido benzoico. En una realización de la invención, el evaporador se hace funcionar en condiciones atmosféricas o ligeramente súper atmosféricas, generalmente de 1x100 kPa (1 atmósfera) a 1x1000 kPa (10 atmósferas). El vapor rico en disolvente 302 comprende una mayor parte del agua y el disolvente, y el residuo filtrado de lavado 301 comprende el resto del agua y el disolvente no se elimina de la corriente que lleva ácido benzoico 347. En otra realización de la invención, la evaporación elimina de aproximadamente el 90% en peso

a aproximadamente el 99% en peso del disolvente y el agua de la corriente que lleva ácido benzoico 347, típicamente ácido acético y agua.

5 La corriente que lleva ácido benzoico es una corriente producida en un proceso de oxidación aromática de para-xileno a ácido tereftálico. Un ejemplo de un proceso de oxidación aromática se describe en la solicitud de patente de EE.UU. Nº 10/156.312.

10 Por ejemplo, durante el curso de la reacción de oxidación, el calor exotérmico de reacción y el agua generada por la oxidación del compuesto aromático de dialquilo se retiran del reactor a través de la vaporización de una porción del medio de reacción líquido. Estos vapores, conocidos como gas de salida del reactor, comprenden el disolvente acuoso que tiene de cinco a treinta por ciento en peso de agua y gas de proceso empobrecido en oxígeno que contiene pequeñas cantidades de productos de descomposición, incluyendo el residuo de catalizador. El gas de salida del reactor se puede utilizar como la corriente que lleva ácido benzoico.

15 En una realización de la invención, la zona de evaporación, 310, se opera en condiciones atmosféricas o ligeramente súper atmosféricas, generalmente de 1x100 kPa (1 atmósfera) a 1x1000 kPa (10 atmósferas). La corriente de vapor rica en disolvente, 302, comprende ácido benzoico, y el residuo filtrado de lavado, 301, comprende sólidos no capturados en la zona de separación sólido-líquido, incluyendo cualesquiera metales del catalizador residuales.

La etapa (b) comprende someter la corriente de vapor rica en disolvente 302 a destilación en la zona de separación 320 para formar una corriente rica en ácido benzoico 303 y una corriente rica en disolvente 304.

20 La zona de separación 320 comprende al menos un separador de líquido-vapor. En una realización de la invención, el separador de vapor líquido opera en condiciones atmosféricas o ligeramente súper atmosféricas, generalmente de 1x100 kPa (1 atmósfera) a 1x1000 kPa (10 atmósferas). El separador de líquido-vapor comprende al menos una etapa teórica de equilibrio vapor-líquido. Ejemplos de separadores de líquido-vapor incluyen, pero no se limitan a, los condensadores de flash y las columnas de destilación.

25 La corriente rica en ácido benzoico 303 comprende al menos 5% en peso de ácido benzoico. En otra realización de la invención, la corriente de ácido benzoico tiene más de 15% en peso de ácido benzoico.

30 En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 303 tiene más de 30% en peso de ácido benzoico. En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 303 tiene más de 50% en peso de ácido benzoico. En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 303 comprende de 5% en peso a 75% en peso de ácido benzoico. En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 303 comprende de 5% en peso a 50% en peso de ácido benzoico. En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 303 comprende de 5% en peso a 35% en peso de ácido benzoico. En otra realización de la invención, la corriente rica en ácido benzoico 303 comprende de 15% en peso a 30% en peso de ácido benzoico.

La etapa (c) comprende opcionalmente el reciclado de al menos una porción de la corriente rica en disolvente 304 de vuelta a un reactor de oxidación en un proceso de oxidación aromática.

35 Al menos una porción de la corriente rica en disolvente se puede reciclar a un reactor de oxidación en el proceso de oxidación. Al menos una parte puede significar al menos 5, al menos 15% en peso, al menos 30% en peso, al menos 50% en peso, al menos 75% en peso o la totalidad de la corriente rica en disolvente se recicla 304 a un reactor de oxidación.

40

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento que comprende:
- (a) someter una corriente que lleva ácido benzoico (347), que comprende agua y ácido benzoico, a evaporación en una zona de evaporación (310) para formar un vapor rico en disolvente (302) y un residuo filtrado de lavado (301); y
- 5 (b) someter dicho vapor rico en disolvente (302) a destilación en una zona de separación (320) para formar una corriente rica en disolvente (304) y una corriente rica en ácido benzoico (303); en el que dicha corriente rica en ácido benzoico (303) comprende al menos 5% en peso de ácido benzoico;
- en el que el disolvente incluye ácido acético y agua, y en el que dicha corriente que lleva ácido benzoico (347) es producida en un proceso de oxidación aromática de p-xileno a ácido tereftálico.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha corriente rica en ácido benzoico (303) comprende ácido benzoico en una cantidad mayor que 30% en peso.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha corriente que lleva ácido benzoico (347) es una corriente de vapor producida en la oxidación de dicho compuesto aromático.
- 15 4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha zona de evaporación (310) se hace funcionar entre 1×10^5 Pa y 1×10^6 Pa (de 1 a 10 atmósferas).
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha corriente rica en ácido benzoico (303) comprende al menos 15% en peso de ácido benzoico; y que además comprende (c) reciclar al menos una porción de la corriente rica en disolvente (304) de vuelta a un reactor de oxidación en un proceso de oxidación aromática.
- 20 6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que dicha corriente rica en ácido benzoico (303) comprende ácido benzoico en una cantidad mayor que 30% en peso.
7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que dicha corriente que lleva ácido benzoico (347) es una corriente de vapor producida en la oxidación de dicho compuesto aromático.
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que al menos 50% en peso de dicha corriente rica en ácido benzoico (303) se recicla a un reactor de oxidación en dicho proceso de oxidación aromática.
- 25 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que dicha zona de evaporación (310) se hace funcionar entre 1×10^5 Pa y 1×10^6 Pa (de 1 a 10 atmósferas).
10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha corriente rica en ácido benzoico (303) comprende de 5% en peso a 35% en peso de ácido benzoico; y que además comprende (c) reciclar al menos 50% en peso de la corriente rica en disolvente (304) a un reactor de oxidación en dicho proceso de oxidación aromática.
- 30 11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que dicha corriente que lleva ácido benzoico (347) es una corriente de vapor producida en la oxidación de dicho compuesto aromático.
12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que al menos 75% en peso de dicha corriente rica en ácido benzoico (303) se recicla a un reactor de oxidación en dicho proceso de oxidación aromática.
- 35 13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que dicha zona de evaporación (310) se hace funcionar entre 1×10^5 Pa y 1×10^6 Pa (de 1 a 10 atmósferas).
14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que toda la corriente rica en disolvente (304) es reciclada a un reactor de oxidación en dicho proceso de oxidación aromática.

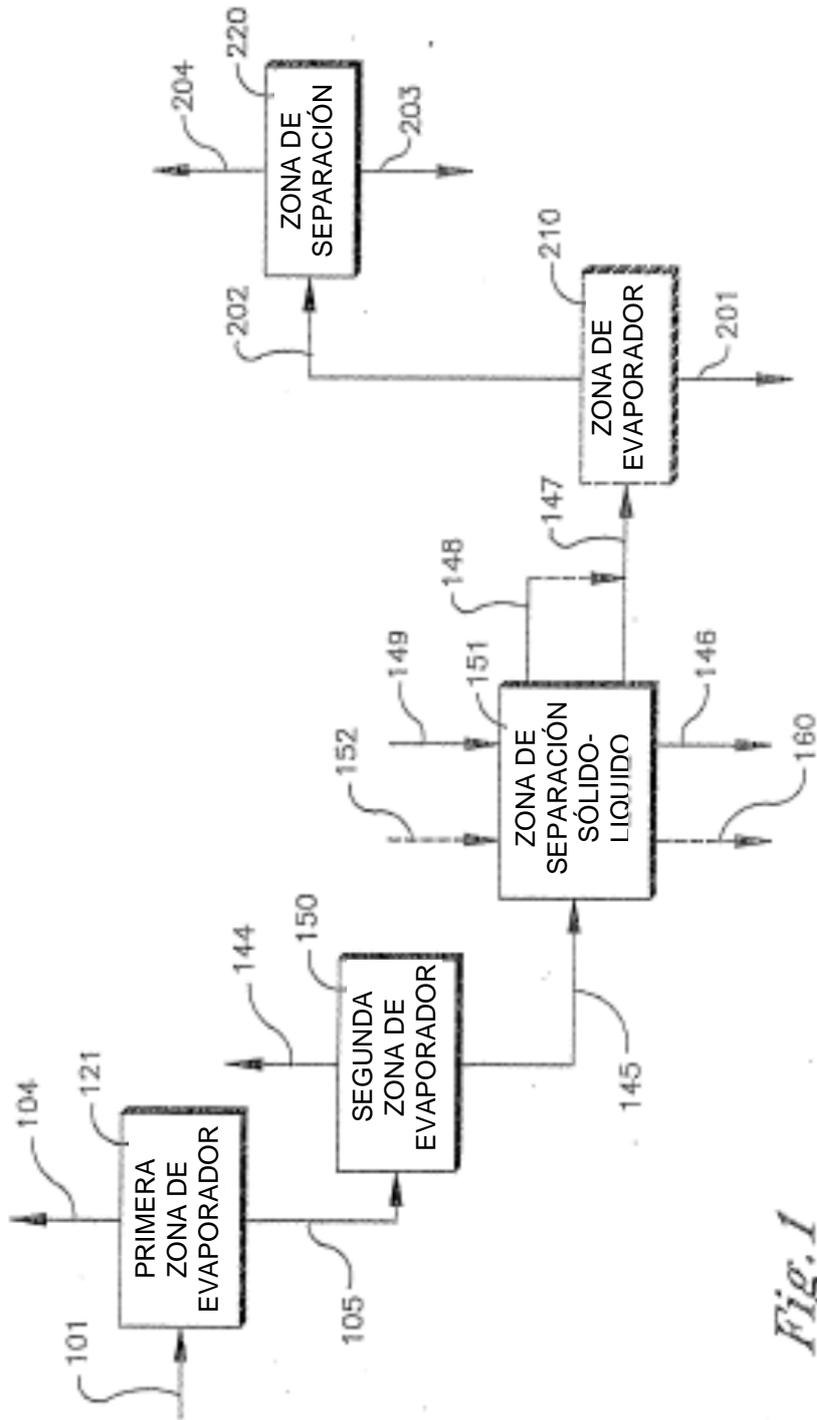


Fig. 1

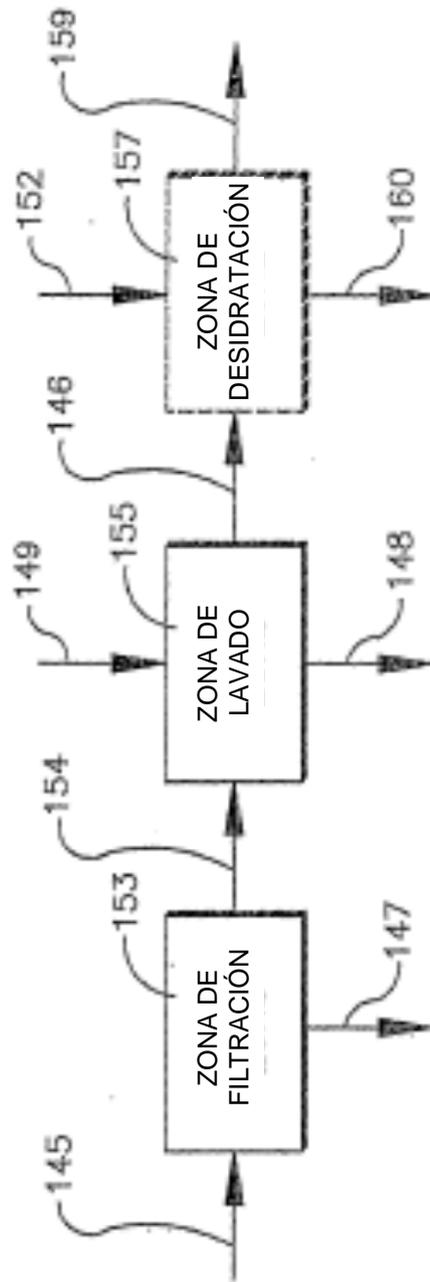


Fig. 2

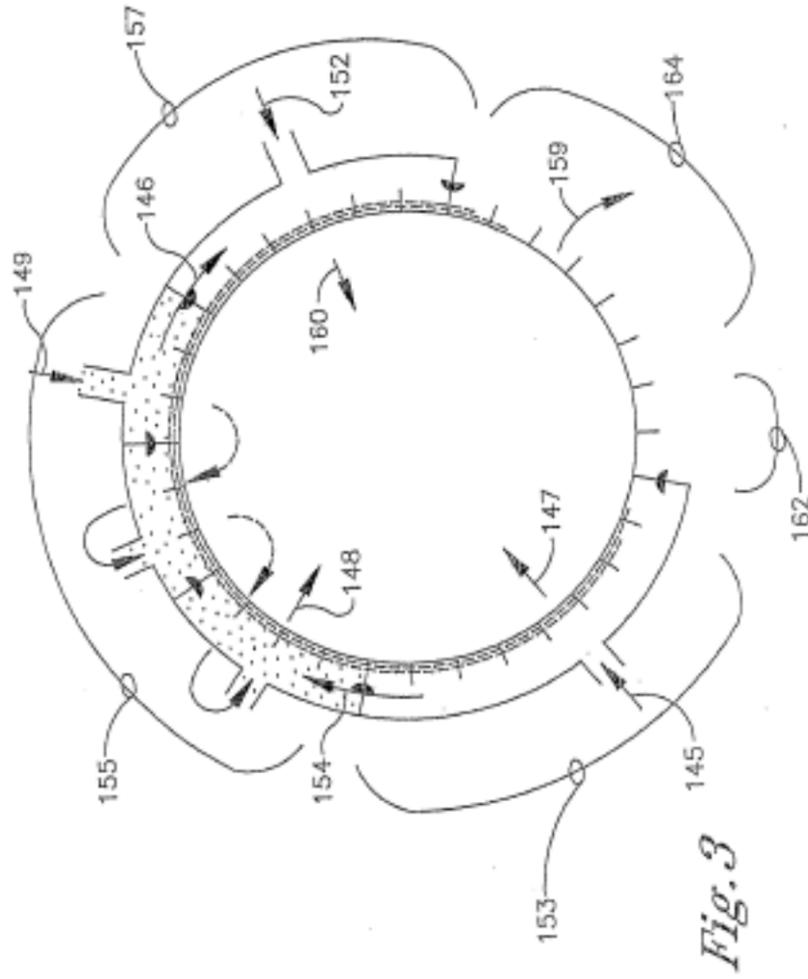


Fig. 3

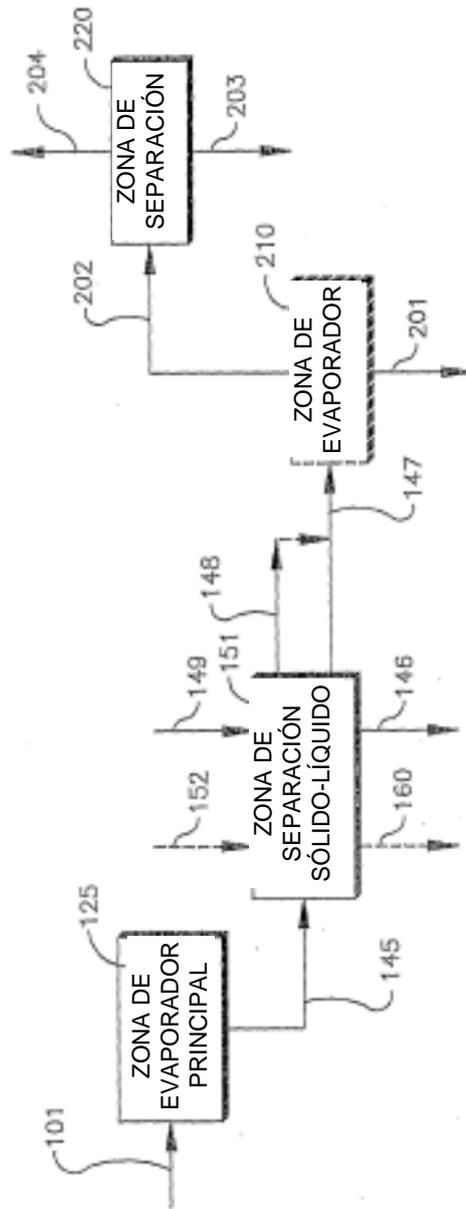


Fig. 4

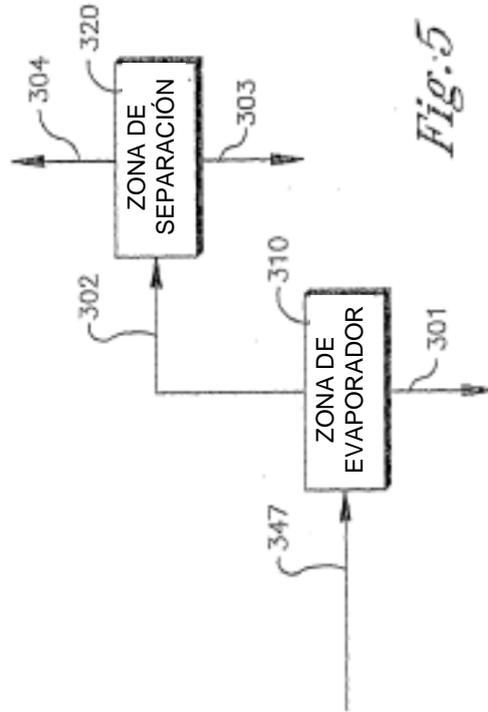


Fig.5

	101 MASA %	104 MASA %	105 MASA %	144 MASA %	145 MASA %	146 MASA %	147 MASA %
AGUA	7,7	8,9	4,3	6,0	2,7	20,0	3,5
ÁCIDO ACÉTICO	88,4	91,1	80,2	94,0	66,7	0,0	86,6
ÁCIDO TEREFTÁLICO	2,9	0,0	11,4	0,0	22,7	74,0	2,3
OTROS ORGÁNICOS	0,6	0,1	2,0	0,0	4,0	5,9	3,1
ÁCIDO BENZOICO	0,3	0,0	1,1	0,0	2,1	0,0	2,8
COMPLEJO DE (METALES Y BROMO)	0,2	0,0	0,9	0,0	1,8	0,1	1,7
FLUJO TOTAL kg/h	10000	7500	2500	1241	1259	351	894
TEMPERATURA, C	121,2	123,5	123,5	49,4	49,4	83,0	49,4

SIMULACIÓN DE PROCESO ASPEN

Tabla 1A

	148 MASA %	149 MASA %	201 MASA %	202 MASA %	203 MASA %	204 MASA %
AGUA	89,8	100,0	0,0	3,7	1,2	3,9
ÁCIDO ACÉTICO	8,1	0,0	1,7	91,7	47,0	94,4
ÁCIDO TEREFÁTICO	0,7	0,0	40,2	0,0	0,0	0,0
OTROS ORGÁNICOS	0,3	0,0	27,1	1,6	20,3	0,5
ÁCIDO BENZOICO	0,3	0,0	0,7	2,9	31,5	1,2
COMPLEJO DE METALES Y BROMO	0,9	0,0	30,2	0,0	0,1	0,0
FLUJO TOTAL kg/h	801	787	51	843	48	795
TEMPERATURA, C	60,0	70,9	272,1	272,1	159,5	159,5

Tabla 1B