

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 928**

51 Int. Cl.:

C07C 51/42 (2006.01)

C07C 51/43 (2006.01)

C07C 63/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.07.2007 PCT/JP2007/064286**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.01.2008 WO08013100**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.07.2007 E 07791039 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016 EP 2050732**

54 Título: **Método de sustitución de un medio de dispersión**

30 Prioridad:

24.07.2006 JP 2006200909

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

02.06.2017

73 Titular/es:

**MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.
(100.0%)
5-2, Marunouchi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-8324, JP**

72 Inventor/es:

**INARI, MASATO y
ZAIMA, FUMIYA**

74 Agente/Representante:

URÍZAR ANASAGASTI, Jesús María

ES 2 614 928 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

Método de sustitución de un medio de dispersión

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método de sustitución de un primer medio de dispersión en una suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y un cristal de ácido isoftálico por un segundo medio de dispersión. Más específicamente, la presente invención se refiere a un método eficaz de sustituir un primer medio de dispersión en una suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y cristales de ácido isoftálico, que se producen por una reacción de oxidación en fase líquida o se obtienen por un tratamiento del ácido isoftálico bruto por una hidrogenación catalítica o recristalización y que contiene una gran cantidad de impurezas, por un segundo medio de dispersión. El método de la presente invención se utiliza adecuadamente para producir un ácido isoftálico de alta pureza.

15 Técnica anterior

El ácido isoftálico se produce por una reacción de oxidación en fase líquida de m-dialquilbenceno tal como m-xileno. En general, el m-dialquilbenceno se somete a una reacción de oxidación en fase líquida en un disolvente de ácido acético en presencia de un catalizador tal como cobalto y manganeso, o en la presencia conjunta de un catalizador y un acelerador tal como un compuesto de bromo y acetaldehído para obtener un ácido isoftálico bruto, y después el ácido isoftálico bruto resultante se purifica para obtener el ácido isoftálico de alta pureza deseado.

Sin embargo, puesto que el ácido acético se utiliza como disolvente en la reacción anterior y el producto de reacción contiene impurezas tales como 3-carboxibenzaldehído (3CBA) y ácido m-toluico (m-TOL), se requiere una técnica de alta purificación para obtener el ácido isoftálico de alta pureza.

Se sabe de diversos métodos para purificar el ácido isoftálico bruto obtenido mediante la reacción anterior, tal como un método de disolver el ácido isoftálico bruto en ácido acético, agua o un disolvente mezclado de ácido acético/agua a alta temperatura y alta presión y someter después la solución resultante a hidrogenación catalítica, descarbonilación, oxidación o recristalización, y un método de someter una dispersión que disuelve parcialmente cristal de ácido isoftálico a un tratamiento de inmersión a alta temperatura.

Tanto en la producción del ácido isoftálico bruto mediante la reacción de oxidación en fase líquida como en la purificación del mismo, es finalmente necesario la separación del cristal de ácido isoftálico de la suspensión resultante. Cuando el medio de dispersión (primer medio de dispersión) de la solución producto de reacción obtenida por la reacción de oxidación en fase líquida es ácido acético y un medio de dispersión diferente (segundo medio de dispersión) como el agua se utiliza en la purificación, se requiere primer separar cristales de la solución producto de reacción y después volver a dispersar los cristales separados en el segundo medio de dispersión. Cuando el primer medio de dispersión en la solución producto de reacción es del mismo tipo que el segundo medio de dispersión para la purificación posterior, una parte sustancial de las impurezas tales como sustancias intermedias de oxidación, por ejemplo, 3CBA y m-TOL y colorantes permanecen disueltos en el medio de dispersión después de una operación de purificación a alta temperatura de la solución producto de reacción de la reacción de oxidación en fase líquida o la suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y los cristales de ácido isoftálico. Si la solución producto de reacción de la reacción de oxidación en fase líquida o la suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y los cristales de ácido isoftálico se enfría a aproximadamente 100 °C al tiempo que permite que las impurezas se disuelvan en la misma, las impurezas se incluyen en los cristales de ácido isoftálico, fallando así en obtener el ácido isoftálico de alta pureza deseado. Por lo tanto, es necesario realizar la separación a altas temperaturas bajo altas presiones para separar un ácido isoftálico de alta pureza de la solución producto de reacción obtenida por la reacción de oxidación en fase líquida, la suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y los cristales de ácido isoftálico o la suspensión después del tratamiento de purificación.

Una separación centrífuga se ha utilizado más generalmente para la separación de una suspensión en cristales y un medio de dispersión, que también se utiliza en gran medida en la separación de la solución producto de reacción obtenida por la reacción de oxidación en fase líquida o la suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y los cristales de ácido isoftálico.

En la separación centrífuga, la suspensión inicial por el primer medio de dispersión y los cristales de ácido isoftálico se introduce en una cesta que está girando a alta velocidad para permitir que el primer medio de dispersión se desborde de la porción superior de la cesta y permitir que los cristales se muevan hacia abajo. Se ha sabido que este método implica diversos problemas causados por la limitación en las estructuras y funciones debido a la operación a altas temperaturas bajo altas presiones.

Puesto que el aclarado durante la separación centrífuga y el enjuague de los cristales separados son difíciles en este método, la cantidad del primer medio de dispersión que se adhiere a los cristales aumenta. Por lo tanto, los cristales de ácido isoftálico separados por centrifugación se hacen en una suspensión mediante una adición

adicional de un disolvente fresco a alta temperatura, necesitando de este modo una separación adicional de los cristales y el medio de dispersión. Además, el giro de alta velocidad a altas temperaturas bajo altas presiones requiere un mantenimiento difícil y complicado del separador centrífugo, lo que aumenta los costes de producción.

5 Por ejemplo, en el método para producir un ácido isoftálico de alta pureza divulgado en el Documento de Patente 1, un ácido isoftálico bruto obtenido mediante una oxidación en fase líquida se hidrogena catalíticamente y se permite la cristalización del ácido isoftálico para obtener una suspensión que, a continuación, se pone en contacto con agua caliente para intercambiar el medio de dispersión. Se ha informado de que la calidad del ácido isoftálico que se toma de la parte inferior de una torre para la sustitución del medio de dispersión aumenta mediante la descarga de una
10 parte de cristales de ácido isoftálico finos junto con el licor madre de la suspensión desde la parte superior de la torre. Sin embargo, el documento de Patente 1 carece por completo de información acerca de la dispersión uniforme de los cristales de ácido isoftálico en la torre para la sustitución del medio de dispersión.

El Documento de Patente 2 se refiere a un procedimiento con el procedimiento básico de introducir en un aparato de sustitución una suspensión original que contiene partículas sólidas y un primer medio de dispersión en la parte superior del aparato, introducir en la parte inferior de la columna un segundo medio de dispersión, transferir las partículas del medio de dispersión original al segundo medio de dispersión (de sustitución) por asentamiento por gravedad y extraer la suspensión sustituida, que comprende las partículas sólidas y el segundo medio de dispersión, en la parte inferior del aparato, y el medio de dispersión original en su parte superior. El documento describe el problema de un estado no uniforme en la parte inferior del aparato que es la consecuencia de las dos corrientes diferentes en esa parte, en concreto, la adición del segundo medio de dispersión vacío y la eliminación de la suspensión concentrada de las partes sólidas en el segundo medio de dispersión. Este estado no uniforme y, en particular, la situación en que la parte inferior puede tener una parte con dispersión concentrada baja, conduce a un problema de inestabilidad y una migración perturbada de partículas sólidas de la parte intermedia del aparato a la parte inferior. Esta situación de amenaza de inestabilidad en la parte inferior del aparato es la motivación para la enseñanza del documento. Esta enseñanza proporciona un "procedimiento de agitación de mezcla" que tiene la finalidad de llevar los dos componentes a la parte inferior del aparato, en concreto, la suspensión sustituida y el segundo medio de dispersión en un estado uniforme. Esta etapa de mezcla se limitará a la parte inferior del aparato de sustitución, el documento enfatiza la necesidad de que la agitación no tenga ningún efecto en la parte intermedia del aparato de sustitución. Para evitar este efecto indeseado en la parte intermedia, una solución típica es disponer una circulación del contenido en la parte inferior del aparato de sustitución. El documento contiene además la descripción de que la parte intermedia del aparato de sustitución se dividirá verticalmente de modo que la corriente en la parte intermedia quede dividida en varias corrientes más pequeñas, preferentemente de la misma forma y área de sección transversal. Tampoco se sugiere en el Documento de Patente 3. Este documento proporciona la presencia de dos cuerpos separados que se disponen de manera coaxial. No hay forma obvia en la que este aspecto se pueda aplicar en la enseñanza del Documento de Patente 2 y pueda conducir al objeto de la presente invención. El Documento de Patente 4 divulga un método para la separación de arena de un fluido.

[Documento de Patente 1] Patente Japonesa 3269508

[Documento de Patente 2] Documento EP 0 719 576 A1

40 [Documento de Patente 3] Documento US 2 794 832 A

[Documento de Patente 4] Documento WO 95/07325 A1

Divulgación de la invención

45 Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para sustituir un medio de dispersión con otro que es capaz de dispersar uniformemente cristales de ácido isoftálico contenidos en una suspensión inicial compuesta de los cristales de ácido isoftálico y un primer medio de dispersión en la dirección horizontal de un aparato, y además operar de forma estable la operación de sustitución durante un largo período de tiempo.

50 Los inventores han tratado de sustituir el medio de dispersión llegando una suspensión que contiene cristales de ácido isoftálico en contacto con agua caliente mediante un distribuidor conocido que regula el flujo mediante la estrangulación de orificios de inyección respectivos. Sin embargo, este método no pudo dispersar los cristales de ácido isoftálico uniformemente en la dirección horizontal y no permitió una operación estable durante un largo período de tiempo. Como resultado de un amplio estudio para resolver estos problemas, los inventores han llegado a la utilización de una fuerza centrífuga para mejorar la dispersión uniforme de los cristales y han encontrado un método de sustitución de un medio de dispersión con otro utilizando una boquilla en forma de ciclón que tiene una estructura simple y una buena eficacia de dispersión.

60 Por tanto, la presente invención se refiere a un método de sustitución de un medio de dispersión con otro en un tanque de sustitución (12) fabricándose el tanque de sustitución (12) de acero inoxidable y teniendo un diámetro de 0,3 a 0,7 m y una altura de 1 a 20 m, estando el tanque de sustitución (12) equipado con un puerto de salida (19) en la parte inferior del tanque de sustitución (12),

65

un puerto de alimentación (18) dispuesto en proximidad a la parte inferior del tanque de sustitución (12), una boquilla (16) en forma de ciclón dispuesta en la porción superior del tanque de sustitución (12), comprendiendo la boquilla en forma de ciclón como un cuerpo hueco de revolución, una porción cilíndrica que tiene un eje de extensión vertical y una abertura dispuesta en un extremo verticalmente inferior, cuya porción cilíndrica tiene un diámetro de 0,1 a 1 m, y un puerto de descarga (20) dispuesto en la porción superior del tanque de sustitución (12),

comprendiendo el método las etapas de:

alimentar una suspensión inicial que contiene cristales de ácido isoftálico a una concentración del 10 al 45 % en peso en un primer medio de dispersión a una boquilla (16) en forma de ciclón a través de una válvula de alimentación (14) y un puerto de alimentación (15), alimentándose tangencialmente la suspensión inicial en el cuerpo hueco de revolución a fin de permitir que la suspensión inicial se mueva circularmente a lo largo de una pared interna del cuerpo hueco de revolución,

descargar la solución inicial que se está moviendo circularmente desde la abertura de la boquilla (16) en forma de ciclón,

poner en contacto la solución inicial descargada de la boquilla (16) en forma de ciclón con un segundo medio de dispersión que se alimenta de este el puerto de alimentación (18) que fluye hacia arriba a través del tanque de sustitución (12)

distribuir y dispersar uniformemente la solución inicial en el segundo medio de dispersión en una dirección horizontal mientras se mantiene el movimiento circular,

sedimentar por gravedad los cristales de ácido isoftálico dispersados a través de toda la fase rica en el segundo medio de dispersión,

concentrar la solución sustituida compuesta de cristales de ácido isoftálico y principalmente el segundo medio de dispersión en la porción inferior del tanque de sustitución (12), y

descargar la solución sustituida que comprende cristales de ácido isoftálico y el segundo medio de dispersión desde el puerto de salida (19) utilizando una bomba de descarga (13), y extraer el primer medio de dispersión desde el puerto de descarga (20)

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1a es una vista en perspectiva que muestra un ejemplo de una boquilla en forma de ciclón, y la Figura 1b es una vista en sección tomada a lo largo de la línea V-V de la Figura 1a.

La Figura 2a es una vista en perspectiva que muestra otro ejemplo de una boquilla en forma de ciclón, y la Figura 2b es una vista en sección tomada a lo largo de la línea V-V de la Figura 2a.

La Figura 3 es una vista esquemática que muestra una forma de alimentación tangencialmente y distributivamente una suspensión inicial a partir de un colector anular en las entradas de boquillas en forma de ciclón.

La Figura 4 es una vista esquemática que muestra un ejemplo de un aparato de sustitución del medio de dispersión.

La Figura 5 es una vista en perspectiva que muestra una boquilla en forma de ciclón.

La Figura 6 es un gráfico que muestra la distribución de la concentración de la suspensión en un tanque en el Ejemplo de Referencia 1.

La Figura 7 es un gráfico que muestra la distribución de la concentración de la suspensión en un tanque en el Ejemplo Comparativo 1.

La Figura 8 es una vista esquemática que muestra otro ejemplo de un aparato de sustitución del medio de dispersión.

La Figura 9 es un gráfico que muestra la distribución de la concentración de la suspensión en un tanque en el Ejemplo 1.

La Figura 10 es una vista esquemática en sección transversal de la boquilla en forma de ciclón para mostrar la forma de vertedero.

Mejor modo de realizar la invención

El aparato de sustitución del medio de dispersión utilizado en la presente invención incluye una boquilla en forma de ciclón. Ejemplos de la boquilla en forma de ciclón se muestran en las Figuras 1 y 2. Sin embargo, la estructura, forma, etc., de la boquilla en forma de ciclón no se limitan particularmente a las mostradas en estas Figuras, siempre que cumpla las siguientes condiciones.

La boquilla en forma de ciclón tiene una porción de alimentación 21 para la alimentación de una suspensión inicial y una porción cilíndrica (cuerpo hueco de revolución) 20 conectada a la porción de alimentación. La porción cilíndrica tiene un eje de extensión vertical (es decir, la porción cilíndrica se extiende en la dirección vertical). La abertura 28, 29 se dispone en los extremos verticalmente superior e inferior, al menos en el extremo verticalmente inferior de la

porción cilíndrica. La porción de alimentación 21 se dispone de manera que permita la alimentación de la suspensión inicial tangencialmente en la porción cilíndrica 20. La suspensión inicial se alimenta a la porción cilíndrica 20 a fin de moverse circularmente a lo largo de una pared interna de la porción cilíndrica. La suspensión inicial que se mueve circularmente se ve obligada a moverse hacia la pared interna de la porción cilíndrica por la acción de una fuerza centrífuga y la proximidad de la pared interna se llena con la suspensión inicial que se mueve circularmente. La suspensión inicial fluye hacia abajo mientras se mueve circularmente, y se descarga después desde la abertura 29 de la porción cilíndrica 20, que se forma en el extremo vertical inferior, mientras se mantiene el movimiento circular. La suspensión inicial descargada de la porción cilíndrica 20 se distribuye y dispersa ampliamente en la dirección horizontal por la acción de la fuerza centrífuga. Puesto que el diámetro de la abertura 29 se puede hacer suficientemente grande en comparación con el diámetro de poros del distribuidor convencional, la obstrucción de la abertura no ocurre incluso después de operar durante un largo periodo de tiempo. El vertedero 22, 34 se forma preferentemente en la porción inferior de la porción cilíndrica 20, y, si es necesario, en su parte superior.

Como se ha descrito anteriormente, es importante que la boquilla en forma de ciclón utilizada en la presente invención satisfaga las siguientes estructuras básicas (1) a (3):

(1) Que incluya una porción de alimentación para alimentar la suspensión inicial y una porción cilíndrica que tiene un eje de extensión vertical que se conecta a la porción de alimentación de tal manera que la suspensión inicial se alimenta tangencialmente a la porción cilíndrica.

(2) Una abertura para la descarga de la suspensión inicial, que se está moviendo circularmente, se proporciona en el extremo vertical inferior de la porción cilíndrica. Otra abertura se proporciona opcionalmente en el extremo verticalmente superior de la porción cilíndrica.

(3) Un vertedero se proporciona en la porción inferior de la porción cilíndrica, y en su parte superior, si es necesario.

La porción cilíndrica (cuerpo hueco de revolución) que tiene un eje de extensión vertical permite la alimentación de la suspensión inicial al tiempo que se mueve circularmente a lo largo de la pared interna de la porción cilíndrica. En la presente invención, es importante alimentar la suspensión inicial desde la boquilla en el aparato de dispersión del medio de sustitución, manteniendo el movimiento circular de la suspensión inicial, distribuyendo y dispersando de este modo uniformemente la suspensión inicial en la dirección horizontal por la acción de la fuerza centrífuga. Por lo tanto, la estructura de la porción cilíndrica no está particularmente limitada a menos que se inhiba el movimiento circular de la suspensión inicial. Con el fin de permitir que la suspensión inicial alimentada se mueva circularmente a lo largo de la pared interna de la porción cilíndrica, la porción de alimentación y la porción cilíndrica se conectan preferentemente entre sí con el fin de alimentar tangencialmente la suspensión inicial en la porción cilíndrica.

La abertura para permitir que la suspensión inicial, que se está moviendo circularmente, entre en el aparato de sustitución del medio de dispersión se proporciona en un extremo verticalmente inferior de la boquilla en forma de ciclón, como se muestra en las Figuras 1 y 2.

Para permitir que la suspensión inicial mantenga su movimiento circular, un vertedero inferior 23 se proporciona preferentemente como se muestra en las Figuras 1 y 2. Un vertedero superior 22 se puede disponer, si es necesario. El vertedero se forma de manera que se extienda desde la pared interna de la porción cilíndrica 20 hacia el centro de la porción cilíndrica horizontalmente o con una inclinación vertical hacia abajo. Con un vertedero de este tipo, se evita que la suspensión inicial alimentada se descargue inmediatamente desde la boquilla en forma de ciclón en el aparato de sustitución del medio de dispersión. La forma del vertedero superior 22 y del vertedero inferior 23 se muestra esquemáticamente en las Figuras 11a a 11g con una vista en sección transversal de la boquilla en forma de ciclón.

En el método de la sustitución de un medio de dispersión con otro de acuerdo con la presente invención, la suspensión inicial compuesta del primer medio de dispersión y los cristales de ácido isoftálico se alimenta a la boquilla en forma de ciclón dispuesta en una porción superior del aparato de dispersión del medio de sustitución. El segundo medio de dispersión se alimenta desde una porción inferior del aparato de sustitución del medio de dispersión. Desde la parte inferior del aparato de sustitución del medio de dispersión, la suspensión de sustitución resultante compuesta de cristales de ácido isoftálico y el segundo medio de dispersión se descarga principalmente, y el primer medio de dispersión se descarga principalmente de la porción superior.

Como la suspensión inicial que contiene el primer medio de dispersión y cristales de ácido isoftálico, se puede utilizar una solución producto de reacción de la oxidación en fase líquida y una suspensión obtenida en la recristalización de ácido isoftálico bruto.

La solución producto de reacción de la oxidación en fase líquida se obtiene en la oxidación en fase líquida de m-dialquilbenceno tal como m-xileno en un disolvente de ácido acético en presencia de un catalizador tal como cobalto y manganeso o en la presencia conjunta del catalizador y un acelerador tal como compuestos de bromo y acetaldehído. El primer medio de dispersión de la solución producto de reacción de la oxidación en fase líquida es la solución madre de la reacción de oxidación compuesta principalmente de ácido acético. La concentración de ácido isoftálico en dicha suspensión inicial es preferentemente del 10 al 45 % en peso, y la concentración de ácido acético

en el primer medio de dispersión es preferentemente del 70 al 100 % en peso. La temperatura de la suspensión inicial a alimentarse en el aparato de sustitución del medio de dispersión es preferentemente de 80 a 220 °C.

5 En la purificación de la solución producto de reacción de la oxidación en fase líquida (suspensión inicial), cualquiera del ácido acético que contiene opcionalmente agua o agua se utiliza como el segundo medio de dispersión. La concentración de agua en el segundo medio de dispersión es preferentemente del 50 al 100 % en peso. Además, cuando los cristales de ácido isoftálico se vuelven a dispersar en agua, el segundo medio de dispersión es agua.

10 La suspensión de recristalización del ácido isoftálico bruto se obtiene en la etapa donde el ácido isoftálico bruto se disuelve en ácido acético, agua o un disolvente mixto de los mismos a una temperatura alta bajo una alta presión y se somete después a una hidrogenación catalítica, descarbonilación, oxidación, o recristalización. El primer medio de dispersión en la suspensión de recristalización del ácido isoftálico bruto es ácido acético o agua que disuelve las impurezas durante la recristalización, y el segundo medio de dispersión es agua. La concentración de ácido isoftálico en la suspensión de recristalización es preferentemente del 10 al 45 % en peso. La temperatura de la suspensión de recristalización a ser alimentada al aparato de sustitución del medio de dispersión es preferentemente de 60 a 180 °C.

20 El área de la abertura de la salida para descargar la suspensión inicial de la boquilla en forma de ciclón, es decir, el área de la abertura dispuesta en el extremo inferior de la porción cilíndrica es preferentemente de 0,03 a 0,8 m². El número de las boquillas en forma de ciclón por área de la sección horizontal del aparato de sustitución del medio de dispersión es preferentemente de 0,3 a 2/m². El número de boquillas en forma de ciclón se determina dependiendo del tamaño del aparato de sustitución del medio de dispersión y la región (área de dispersión) a través de la que se dispersa horizontalmente la suspensión inicial descargada desde las boquillas en forma de ciclón. El área de dispersión eficaz de una boquilla en forma de ciclón es generalmente 3 m² o menos. Por lo tanto, el número de las boquillas en forma de ciclón por una unidad de área de sección del aparato de sustitución del medio de dispersión se requiere que sea 0,3/m² o más. El número de boquillas en forma de ciclón por unidad de área de sección se puede hacer tan grande como sea posible. Sin embargo, si el número de boquillas en forma de ciclón es excesivamente grande, la alimentación uniforme de la suspensión inicial a las respectivas boquillas en forma de ciclón se dificulta. Por lo tanto, en vista del tamaño del aparato industrialmente utilizado y el rendimiento de las boquillas en forma de ciclón, un número de boquillas en forma de ciclón de más de 2/m² es desventajoso para la producción industrial.

30 La alimentación de la suspensión inicial en dos o más boquillas en forma de ciclón se realiza mediante diversos métodos. El método más adecuado para la alimentación uniforme es controlar el caudal de cada boquilla en forma de ciclón, pero este método es costoso.

35 En otro método, la alimentación concentrada de la suspensión inicial en alguna boquilla en forma de ciclón se evita mediante el control del caudal por orificios o válvulas basándose en la diferencia de presión entre cada par de boquillas en forma de ciclón que se calcula técnicamente de acuerdo con el diseño de la boquilla en forma de ciclón. Este método puede ser suficiente en un aparato de cierto tamaño. Tomando en cuenta la complejidad de la suspensión como un fluido y la precisión de la técnica de cálculo, es difícil alimentar uniformemente la suspensión inicial en un aparato de gran escala, es decir, en un gran número de las boquillas en forma de ciclón.

40 En un aparato de este tipo a gran escala con tiene un gran número de las boquillas en forma de ciclón, la suspensión inicial se puede alimentar bastante uniformemente en las boquillas en forma de ciclón por el dispositivo como se muestra en la Figura 3 que tiene una estructura muy simple, en el que dos o más boquillas en forma de ciclón se conectan a un colector anular y la suspensión inicial alimentada al colector anular se distribuye a los respectivos inyectores en forma de ciclón. La suspensión inicial se alimenta preferentemente a las respectivas boquillas en forma de ciclón a lo largo de una dirección tangencial del colector anular. Si se alimenta de esta manera, la suspensión inicial se alimenta a las respectivas boquillas en forma de ciclón, manteniendo el movimiento circular en el colector anular. La suspensión inicial alimentada en respectivas boquillas en forma de ciclón se descarga a continuación en el aparato de sustitución del medio de dispersión, manteniendo el movimiento circular, y se distribuye y se dispersa mientras se mueve circularmente. Con una estructura fractal de este tipo de las corrientes de vórtice, el primer medio de dispersión en la suspensión inicial se sustituye eficazmente con el segundo medio de dispersión. Por el uso del colector anular, la suspensión inicial se alimenta de manera uniforme a las respectivas boquillas en forma de ciclón incluso cuando el caudal de la suspensión inicial alimentada al colector anular varía. Este efecto no puede lograrse mediante el método de regulación del caudal por orificios o válvulas.

45 Un ejemplo del aparato de sustitución del medio de dispersión se muestra en la Figura 8. La suspensión inicial (cristales de ácido isoftálico/primer medio de dispersión) se alimenta a una boquilla 16 en forma de ciclón dispuesta en una parte superior de un tanque de sustitución 12 fabricado de acero inoxidable, etc. a través de una válvula de alimentación 14 y un orificio de alimentación 15. En la operación industrial, el tanque de sustitución 12 tiene preferentemente un diámetro de 0,3-7 m y una altura de 1 a 20 m. El diámetro de la porción cilíndrica de la boquilla 16 en forma de ciclón es preferentemente de 0,1 a 1 m. La velocidad de alimentación de la suspensión inicial para su alimentación en la boquilla 16 en forma de ciclón no está particularmente limitada, siempre y cuando la suspensión inicial se descargue de la boquilla 16 en forma de ciclón, manteniendo el movimiento circular. Cuando el tanque de sustitución 12 y la boquilla 16 en forma de ciclón tienen los tamaños mencionados anteriormente, la

velocidad de alimentación es preferentemente de 0,5 a 50 t/h.

5 El segundo medio de dispersión se alimenta desde un puerto de alimentación 18 dispuesto en proximidad a una parte inferior del tanque de sustitución 12 a través de una válvula preferentemente a una velocidad de alimentación de 0,3 a 40 t/h. La alimentación del segundo medio de dispersión fluye hacia arriba en el tanque de sustitución 12. La suspensión inicial descargada de la boquilla 16 en forma de ciclón se pone en contacto con el flujo hacia arriba del segundo medio de dispersión, y se distribuye y dispersa uniformemente en el segundo medio de dispersión en una dirección horizontal, manteniendo el movimiento circular. Los cristales de ácido isoftálico dispersados se sedimentan por gravedad a través de toda la fase rica en el segundo medio de dispersión, y la suspensión sustituida compuesta de cristales de ácido isoftálico y sobre todo del segundo medio de dispersión se concentra en la parte inferior del tanque de sustitución 12. La suspensión sustituida se descarga desde un orificio de salida 19 usando una bomba de descarga 13. La temperatura interna del tanque de sustitución 12 se mantiene preferentemente de 80 hasta 180 °C.

15 El primer medio de dispersión se ve obligado hacia arriba por el segundo medio de dispersión ascendente y se descarga fuera del aparato desde un puerto de descarga 20.

Ejemplos

20 La presente invención se describe con más detalle a continuación haciendo referencia a los siguientes ejemplos. Sin embargo, estos ejemplos son solo ilustrativos y no pretenden limitar la invención a los mismos.

Ejemplo de referencia 1

25 Al utilizar un aparato experimental como se muestra en la Figura 4, se observó el estado de dispersión en un tanque de sustitución experimental 1 (diámetro: 2 m y altura: 4 m). Una suspensión en agua de arena que tiene un tamaño de partícula regulado (tamaño medio de partícula: 95µm; concentración de arena: 35 % en peso) se utilizó como una suspensión inicial. La suspensión inicial se cargó en el tanque de sustitución experimental 1 y se hizo circular a un puerto de alimentación 5 a través de un medidor de flujo electromagnético 4 y una válvula de control de flujo 3 mediante el uso de una bomba de circulación 2, mientras que se evitó la deposición de arena en la parte inferior del tanque.

35 La suspensión inicial que se hizo circular se alimentó a la boquilla 6 en forma de ciclón, y después se descargó y dispersó en el tanque de sustitución experimental 1, manteniendo el movimiento circular. La estructura de la boquilla 6 en forma de ciclón se muestra en la Figura 5. Una porción de alimentación 11 para la alimentación de la suspensión inicial se conectó a una porción cilíndrica 10 con el fin de alimentar tangencialmente la suspensión inicial. En los extremos verticalmente superior e inferior de la porción cilíndrica 10 (diámetro interno: 0,70 m), una abertura 8 (diámetro de abertura: 0,58 m) y una abertura 9 (diámetro de abertura: 0,43 m) se proporcionaron, respectivamente.

40 La suspensión se muestreó a través de una boquilla de muestreo 21 (dispuesta a una altura de 1,50 m desde la parte inferior del tanque de sustitución experimental 1), que se dispuso a través de una abertura de muestreo 17 a fin de moverse radialmente dentro del tanque de sustitución experimental 1, y la concentración de la suspensión (concentración de arena en la suspensión) se midió. Los resultados se muestran en el gráfico de la Figura 6. Como se desprende de la Figura 6, la arena se dispersó uniformemente en la dirección horizontal.

La suspensión se hizo circular continuamente durante 6 h, durante las que no se produjo ninguna obstrucción en la boquilla en forma de ciclón.

50 Ejemplo comparativo 1

El mismo procedimiento que en el Ejemplo de Referencia 1 se repitió excepto que se utilizó una boquilla de alimentación realizada a partir de un tubo en forma de L que tiene una abertura hacia abajo en lugar de la boquilla en forma de ciclón, para medir la distribución concentración de la suspensión en el tanque de sustitución experimental 1. Los resultados se muestran en la Figura 7. Como se observa la Figura 7, la arena no se dispersó uniformemente en la dirección horizontal.

Ejemplo comparativo 2

60 La suspensión inicial se hizo circular de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1, excepto para la fijación de un dispersador de cable flexible a la boquilla de alimentación en forma de L utilizada en el Ejemplo Comparativo 1. Transcurridos 10 min desde el inicio de la circulación, se obstruyó la boquilla de alimentación.

Ejemplo 1

5 Al utilizar un aparato que tiene la misma estructura que se muestra en la Figura 8, se realizó la sustitución del medio de dispersión por otro. Como el tanque de sustitución, un recipiente cerrado de acero inoxidable con un diámetro interno de 30 cm y una altura de 100 cm se utilizó.

10 El recipiente cerrado se llenó con agua mantenida a 100 °C. Una suspensión inicial compuesta del 30 % en peso de ácido isoftálico y agua como primer medio de dispersión se alimentó a una tasa de 770 kg/h en la misma boquilla en forma de ciclón utilizada en el Ejemplo 1. El agua como un segundo medio de dispersión se alimentó a una velocidad de 560 kg/h desde una porción inferior del tanque de sustitución. Desde la porción inferior del tanque de sustitución, la suspensión sustituida compuesta por cristales de ácido isoftálico y el segundo medio de dispersión se descargó principalmente. Desde la porción superior del tanque de sustitución, el primer medio de dispersión se extrajo principalmente. La sustitución del medio de dispersión por otro se realizó de forma continua durante una semana, durante la que no se produjeron problemas tales como la obstrucción.

15 La suspensión en el tanque de sustitución se muestreó utilizando una boquilla de muestreo 21 que se dispuso a través de una abertura de muestreo 17 en posiciones horizontalmente diferentes (a una altura de 40 m desde la parte inferior del tanque de sustitución), para medir la concentración de la suspensión (concentración de cristales de ácido isoftálico en la suspensión). Como se muestra en el gráfico de la Figura 10, los cristales de ácido isoftálico se dispersaron de manera uniforme en la dirección horizontal.

Aplicabilidad industrial

25 En el método de sustitución de un medio de dispersión con otro de acuerdo con la presente invención, se utiliza una boquilla en forma de ciclón que satisface los requisitos específicos. Mediante la alimentación de una suspensión inicial compuesta de un primer medio de dispersión y cristales de ácido isoftálico a través de una boquilla en forma de ciclón de este tipo, los cristales de ácido isoftálico se dispersan uniformemente en la dirección horizontal, y la operación de sustitución se realiza de manera estable durante un largo período de tiempo.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método de sustitución de un medio de dispersión con otro en un tanque de sustitución (12), fabricándose el tanque de sustitución (12) de acero inoxidable y teniendo un diámetro de 0,3 a 0,7 m y una altura de 1 a 20 m, estando el tanque de sustitución (12) equipado con
- 10 un puerto de salida (19) en la parte inferior del tanque de sustitución (12),
un puerto de alimentación (18) dispuesto en proximidad a la parte inferior del tanque de sustitución (12),
una boquilla (16) en forma de ciclón dispuesta en la porción superior del tanque de sustitución (12),
comprendiendo la boquilla en forma de ciclón como un cuerpo hueco de revolución, una porción cilíndrica que
tiene un eje de extensión vertical y una abertura dispuesta en un extremo verticalmente inferior, cuya porción
cilíndrica tiene un diámetro de 0,1 a 1 m, y
un puerto de descarga (20) dispuesto en la porción superior del tanque de sustitución (12),
- 15 comprendiendo el método las etapas de:
- 20 alimentar una suspensión inicial que contiene cristales de ácido isoftálico a una concentración del 10 al 45 % en peso en un primer medio de dispersión a una boquilla (16) en forma de ciclón a través de una válvula de alimentación (14) y un puerto de alimentación (15), alimentándose tangencialmente la suspensión inicial en el cuerpo hueco de revolución a fin de permitir que la suspensión inicial se mueva circularmente a lo largo de una pared interna del cuerpo hueco de revolución,
descargar la solución inicial que se está moviendo circularmente desde la abertura de la boquilla (16) en forma de ciclón,
25 poner en contacto la solución inicial descargada de la boquilla (16) en forma de ciclón con un segundo medio de dispersión que se alimenta desde el puerto de alimentación (18) que fluye hacia arriba a través del tanque de sustitución (12);
distribuir y dispersar uniformemente la solución inicial en el segundo medio de dispersión en una dirección horizontal mientras se mantiene el movimiento circular,
30 sedimentar por gravedad los cristales de ácido isoftálico dispersados a través de toda la fase rica en el segundo medio de dispersión,
concentrar la solución sustituida compuesta de cristales de ácido isoftálico y principalmente el segundo medio de dispersión en la porción inferior del tanque de sustitución (12), y
descargar la solución sustituida que comprende cristales de ácido isoftálico y el segundo medio de dispersión desde el puerto de salida (19) utilizando una bomba de descarga (13), y
35 extraer el primer medio de dispersión desde el puerto de descarga (20),
- mientras se mantiene la temperatura interna del tanque de sustitución (12) entre 80 y 180 °C.
- 40 2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tanque de sustitución (12) está equipado con dos o más boquillas en forma de ciclón conectadas a un colector anular.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el área de abertura de la abertura dispuesta en el extremo inferior de la porción cilíndrica es de 0,03 a 0,8 m².
- 45 4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el número de las boquillas en forma de ciclón por área de sección del tanque de sustitución es de 0,3-2/m².
- 50 5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la suspensión inicial es una solución producto de reacción de la oxidación en fase líquida de m-dialquibenceno.
6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la suspensión inicial es una suspensión de recristalización del ácido isoftálico bruto.

FIG. 1a

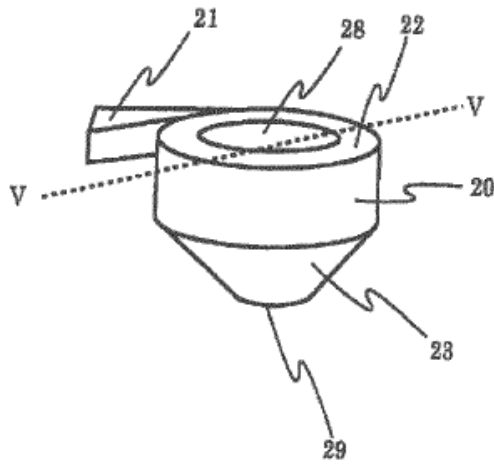


FIG. 1b

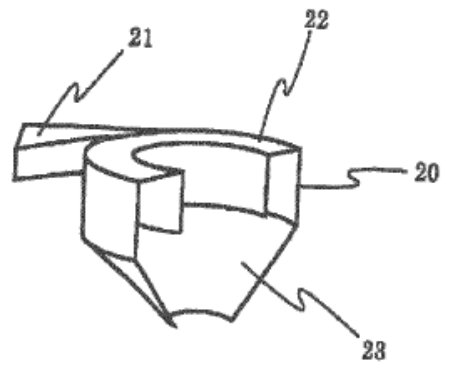


FIG. 2a

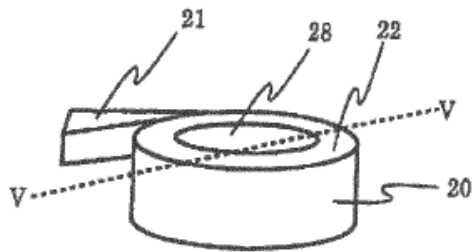


FIG. 2b

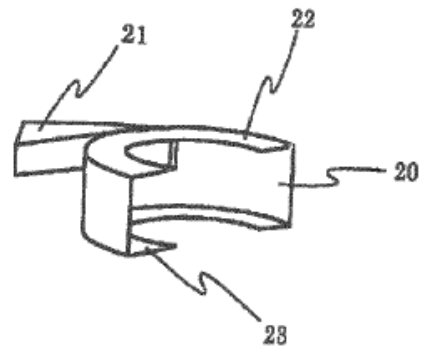


FIG. 3

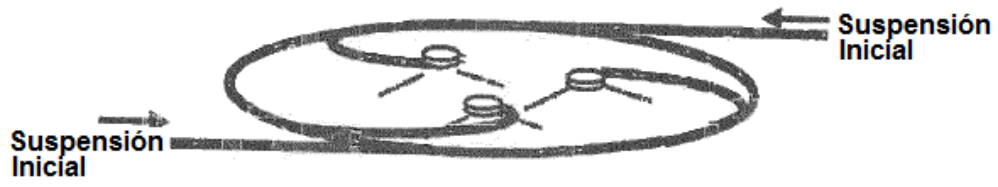


FIG. 4

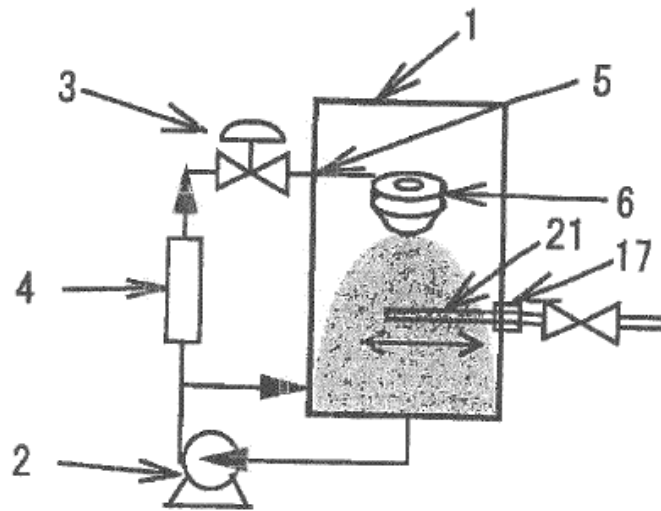


FIG. 5

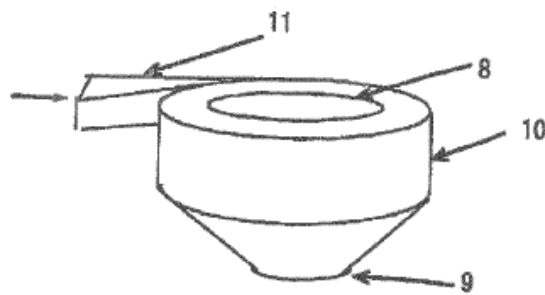


FIG. 6

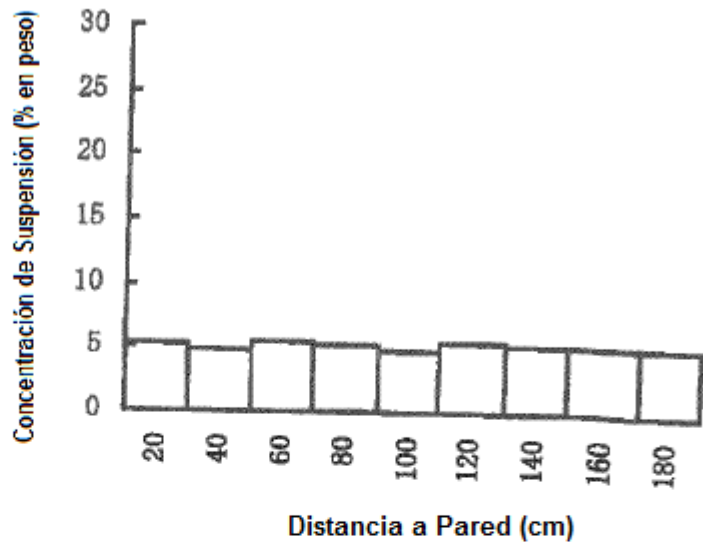


FIG. 7

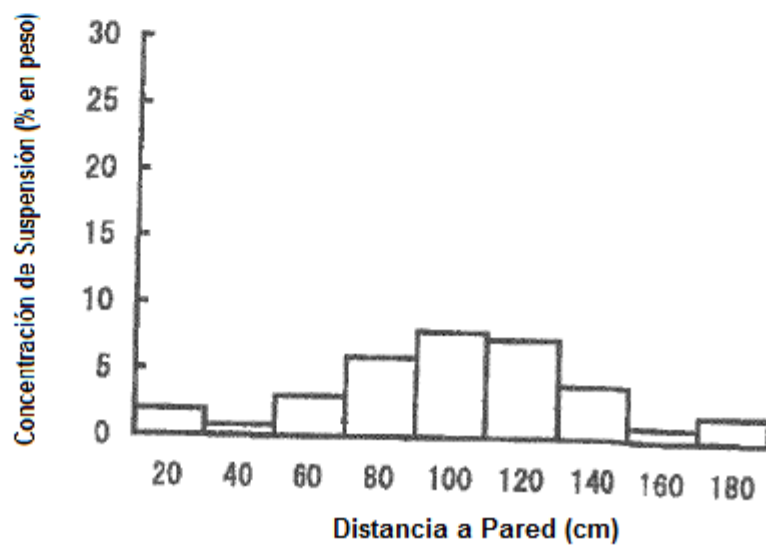


FIG. 8

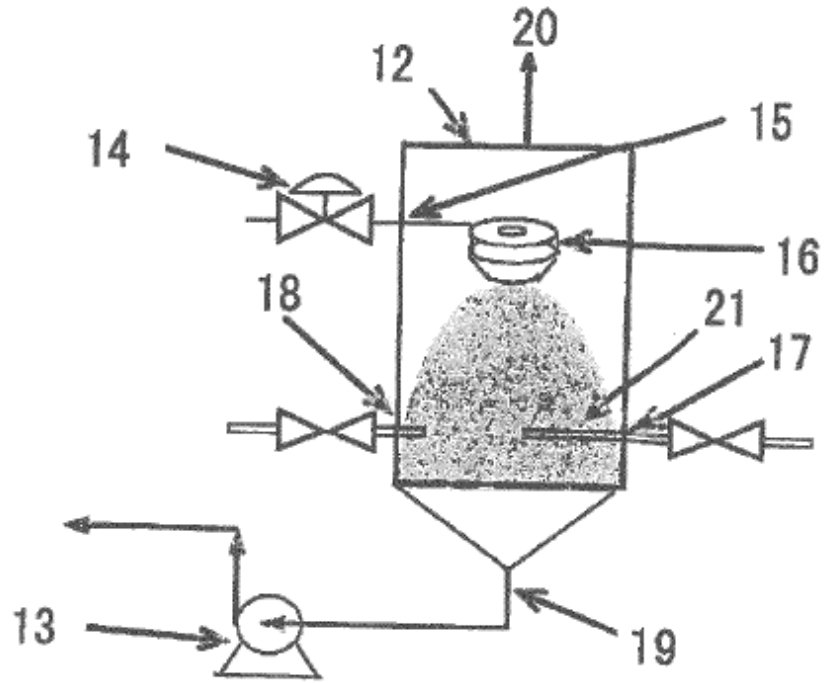


FIG. 9

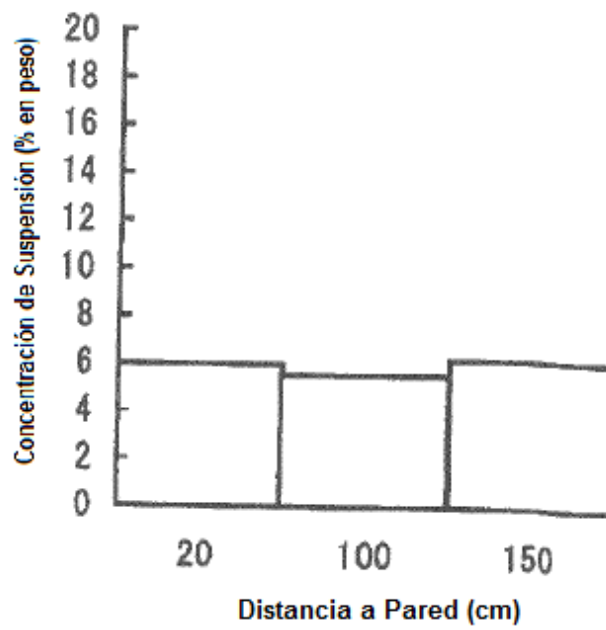


FIG. 10a

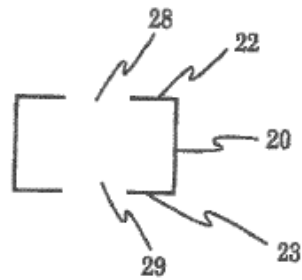


FIG. 10b

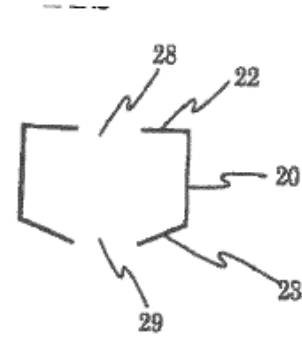


FIG. 10c

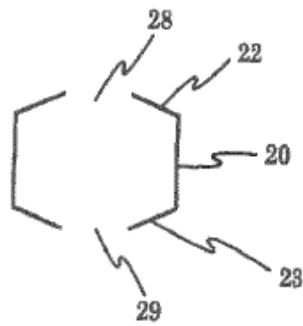


FIG. 10d

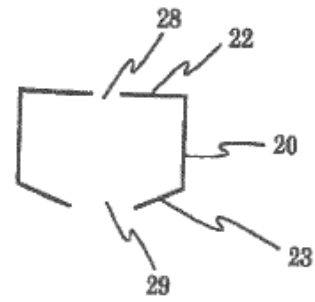


FIG. 10e

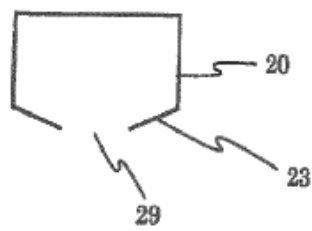


FIG. 10f

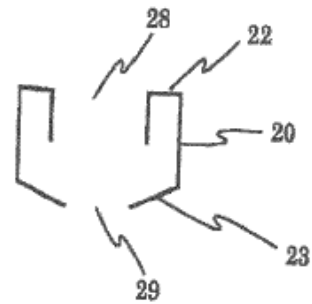


FIG. 10g

