

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 615 125**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/47** (2006.01)

**C07C 51/43** (2006.01)

**C07C 63/26** (2006.01)

**B01D 9/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.06.2007 PCT/JP2007/061667**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.12.2007 WO07145149**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2007 E 07767086 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.11.2016 EP 2028175**

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

30 Prioridad:

**12.06.2006 JP 2006162207**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**05.06.2017**

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 2 615 125 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 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 de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y un cristal de ácido tereftálico con un segundo medio de dispersión. Más específicamente, la presente invención se refiere a un método eficiente de sustitución de un primer medio de dispersión en una suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y un cristal de ácido tereftálico, que se produce mediante una reacción de oxidación en fase líquida o se obtiene por un tratamiento del ácido tereftálico en bruto mediante una hidrogenación catalítica o recristalización y que contiene una gran cantidad de impurezas, con un segundo medio de dispersión. El método de la presente invención se usa de forma conveniente para producir un ácido tereftálico de gran pureza.

15 **Antecedentes de la técnica**

El ácido tereftálico se produce mediante una reacción de oxidación en fase líquida de un compuesto p-fenileno tal como p-alkil bencenos, normalmente p-xileno. En general, el compuesto de p-fenileno se somete a una reacción de oxidación en fase líquida en ácido acético como disolvente en presencia de un catalizador tal como cobalto y manganeso, o en presencia del catalizador y un acelerador tal como un compuesto de bromo y acetaldehído para obtener un ácido tereftálico en bruto y, a continuación, el ácido tereftálico en bruto resultante se purifica para obtener el ácido tereftálico de gran pureza pretendido.

25 No obstante, debido a que el ácido acético se usa como disolvente en la reacción anterior y el producto de la reacción contiene impurezas tales como 4-carboxibenzaldehído (4CBA) y ácido p-toluico (p-TOL), se requiere una técnica de alta purificación para obtener el ácido tereftálico de alta pureza.

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

35 Tanto en la producción del ácido tereftálico en bruto mediante la reacción de oxidación en fase líquida como en la purificación del mismo, es finalmente necesaria la separación de los cristales de ácido tereftálico a partir de la suspensión resultante. Cuando el medio de dispersión (primer medio de dispersión) de la solución producto de la reacción obtenido por la reacción de oxidación en fase líquida es ácido acético y se utiliza un medio de dispersión diferente (segundo medio de dispersión) como el agua en la purificación, se requiere en primer lugar separar el cristal de la solución producto de la reacción y, a continuación, volver a dispersar el cristal separado en el segundo medio de dispersión. Cuando el primer medio de dispersión en la solución producto de la reacción es del mismo tipo que el segundo medio de dispersión para la purificación posterior, una parte sustancial de las impurezas tales como el intermediario de oxidación, por ejemplo, 4CBA y p-TOL y sustancias colorantes permanecen en el medio de dispersión disuelto después de una operación de purificación a alta temperatura de la solución producto de la reacción de la reacción de oxidación en fase líquida o en la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico. Si la solución producto de la reacción de la reacción de oxidación en fase líquida o en la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico se enfría a aproximadamente 100 °C al tiempo que permite que las impurezas se disuelvan en la misma, las impurezas se incluyen en el cristal de ácido tereftálico, con lo que no se obtiene el ácido tereftálico de gran pureza pretendido. Por lo tanto, es necesario llevar a cabo la separación a altas temperaturas bajo altas presiones para separar un ácido tereftálico de alta pureza a partir de la solución producto de la reacción obtenida por la reacción de oxidación en fase líquida, la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico o la suspensión después del tratamiento de purificación.

55 Una separación centrífuga se ha utilizado más generalmente para la separación de una suspensión en un cristal y un medio de dispersión, que también se utiliza ampliamente en la separación de la solución producto de la reacción obtenida por la reacción de oxidación en fase líquida o la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico.

60 En la separación centrífuga, la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico se introduce en una cesta que se hace girar a una alta velocidad para permitir que el primer medio de dispersión se desborde desde la porción superior de la cesta y el cristal se mueva hacia abajo. Se ha sabido que este método implica varios problemas causados por la limitación en las estructuras y funciones debido a la operación a altas temperaturas bajo altas presiones.

65 Debido a que el aclarado durante la separación centrífuga y el aclarado de los cristales separados son difíciles en

este método, la cantidad del primer medio de dispersión que se adhiere al cristal aumenta. Por lo tanto, el cristal de ácido tereftálico separado por centrifugación se convierte en una suspensión mediante una adición adicional de un disolvente fresco a alta temperatura, necesitando de este modo una separación adicional en el cristal y el medio de dispersión. Además, la rotación a alta velocidad a altas temperaturas bajo altas presiones requiere un mantenimiento difícil y complicado del separador centrífugo, que aumenta los costes de producción.

Se ha propuesto recientemente un método de separación de la suspensión en el primer medio de dispersión y el cristal y, a continuación, la resuspensión del cristal separado en un tipo diferente de un medio de dispersión mediante el uso de un único aparato. En este método, se utiliza un aparato de sustitución del medio de dispersión que utiliza una sedimentación por gravedad del cristal de ácido tereftálico. La suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico se introduce en el aparato desde su parte superior, mientras que el segundo medio de dispersión se introduce desde su parte inferior. La suspensión sustituida que está compuesta por el cristal de ácido tereftálico y el segundo medio de dispersión se descarga principalmente desde la parte inferior del aparato, y el primer medio de dispersión se retira principalmente de la parte superior del aparato.

El documento de patente 4 se refiere a un proceso para la sustitución de un medio de dispersión a través del tratamiento de una solución que contiene partículas en un ciclón. En este proceso, una suspensión se alimenta a un ciclón de forma que la suspensión se mueve en torno al ciclón de una forma circunferencial. La suspensión no se descarga a partir del extremo inferior del ciclón. El documento de patente 5 proporciona la presencia de dos cuerpos separados que están dispuestos de una forma coaxial. No existe forma obvia alguna en la que pueda aplicarse este aspecto a la enseñanza del documento de patente 3 y pueda conducir a la materia objeto de la presente invención. El documento de patente 6 divulga un método para la separación de arena de un fluido.

Como el aparato para el método anterior, se han propuesto diversos aparatos tales como un aparato equipado con placas perforadas (los documentos de patente 1 y 2) y un aparato que no tiene estructura alguna de empaquetado en el mismo (el documento de patente 3).

No obstante, estos aparatos tienen comúnmente un problema de que el cristal de ácido tereftálico en la suspensión de partida es difícil de dispersar de manera uniforme en la dirección horizontal cuando se alimenta la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico en la parte superior de los aparatos. Si el cristal no se dispersa de manera uniforme en una dirección horizontal, no se puede prevenir la mezcla en la dirección vertical del aparato de sustitución. El desempeño del aparato de sustitución del medio de dispersión se rige por la prevención de que el primer medio de dispersión que se alimenta a la porción superior se mueva hacia la parte inferior. Por lo tanto, se ha de prevenir la mezcla en la dirección vertical.

Si el cristal de ácido tereftálico no se alimenta de manera uniforme a la placa de la etapa superior en el aparato equipado con las placas perforadas, se induce un flujo descendente a una etapa inferior en particular a través de las perforaciones en las que el cristal de ácido tereftálico se alimenta de manera concentrada. En cambio, se induce un flujo ascendente a través de las perforaciones en las que no se alimenta el cristal de ácido tereftálico. Por lo tanto, la mezcla entre los lados superior e inferior de la placa se ha mejorado para reducir la eficiencia de las placas.

Además, las perforaciones de las placas pueden ser obstruidas por la alimentación no uniforme del cristal de ácido tereftálico. Además, en el aparato que no tiene estructura alguna de empaquetado en el mismo, la alimentación no uniforme de la suspensión de partida da lugar a una mezcla intensa en la dirección vertical. Por lo tanto, se ha de disponer en el aparato un distribuidor para dispersar el cristal de ácido tereftálico de manera más uniforme. No obstante, el distribuidor conocido que tiene un número de poros adolece de obstrucción, no pudiendo por lo tanto operar de manera estable el aparato durante un período de tiempo prolongado.

[Documento de patente 1] GB 2014985

[Documento de patente 2] JP 57-53431B

[Documento de patente 3] JP 8-231465A (que se corresponde con el documento EP 0 719 576 A1)

[Documento de patente 4] US 4.212.995

[Documento de patente 5] US 2 794 832 A

[Documento de patente 6] WO 95/07325 A1

### Divulgación de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método de sustitución de un medio de dispersión con otro que es capaz de dispersar de manera uniforme un cristal de ácido tereftálico en una suspensión de partida que está compuesta por cristal de ácido tereftálico y un primer medio de dispersión en la dirección horizontal de un aparato, y además de operar de forma estable la operación de sustitución durante un período de tiempo prolongado.

Los inventores de la presente invención han observado en primer lugar que el distribuidor convencional que regula el flujo por estrangulación de los respectivos orificios de inyección no pudo dispersar el cristal de ácido tereftálico de manera uniforme en la dirección horizontal y no permitió una operación estable durante un período de tiempo prolongado. Como resultado de estudios intensivos para resolver estos problemas, los inventores de la presente

invención han llegado a la utilización de una fuerza centrífuga para mejorar la dispersión uniforme del cristal y encontraron 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 eficiencia de dispersión.

5 Por lo tanto, la presente invención se refiere a un método de sustitución de un medio de dispersión con otro en un depósito de sustitución (12), estando fabricado el depósito de sustitución (12) de acero inoxidable y teniendo un diámetro de 0,3 a 7 m y una altura de 1 a 20 m, estando equipado el depósito de sustitución (12) con un acceso de salida (19) en el fondo del depósito de sustitución (12), un acceso de alimentación (18) que está dispuesto en la proximidad del fondo del depósito de sustitución (12),  
10 una boquilla en forma de ciclón (16) que está dispuesta en la porción superior del depósito de sustitución (12), comprendiendo la boquilla en forma de ciclón una porción cilíndrica con un diámetro de 0,1 a 1 m y teniendo un eje que se extiende en sentido vertical y una abertura que está dispuesta en un extremo inferior en sentido vertical, y un acceso de descarga (20) que está dispuesto en la porción superior del depósito de sustitución (12), comprendiendo el método las etapas de:

15 alimentar una suspensión de partida que contiene cristales de ácido tereftálico a una concentración de un 10 a un 40 % en peso en un primer medio de dispersión a la boquilla en forma de ciclón (16) a través de una válvula de alimentación (14) y un acceso de alimentación (15), alimentándose la suspensión de partida en sentido tangencial a la porción cilíndrica de la boquilla en forma de ciclón (16) con el fin de permitir que la suspensión de partida se mueva de forma circular a lo largo de una pared interior de la porción cilíndrica,  
20 descargar la suspensión de partida que se está moviendo de forma circular a partir de la abertura de la boquilla en forma de ciclón (16),

25 poner en contacto la suspensión de partida que se descarga a partir de la boquilla en forma de ciclón (16) con un segundo medio de dispersión que se alimenta a partir del acceso de alimentación (18) que fluye hacia arriba a través del depósito de sustitución (12);

distribuir y dispersar de manera uniforme la suspensión de partida en el segundo medio de dispersión en una dirección horizontal al tiempo que se mantiene el movimiento circular, sedimentar por gravedad los cristales de ácido tereftálico dispersados por la totalidad de la fase rica en el segundo medio de dispersión, concentrar la suspensión sustituida que está compuesta por cristales de ácido tereftálico y principalmente el segundo medio de dispersión en la porción inferior del depósito de sustitución (12), y  
30 descargar la suspensión sustituida que comprende los cristales de ácido tereftálico y el segundo medio de dispersión a partir del acceso de salida 19 usando una bomba de descarga (13), y  
35 retirar el primer medio de dispersión del acceso de descarga (20), al tiempo que se mantiene la temperatura interior del depósito de sustitución (12) a de 80 a 180 °C.

#### Breve descripción de los dibujos

40 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 en 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 en la figura 2a.  
45 La figura 3 es una vista esquemática que muestra una forma de alimentación de forma distribuida en sentido tangencial de una suspensión a partir de un colector anular a las entradas de las 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 depósito en el ejemplo de referencia 1.  
50 La figura 7 es un gráfico que muestra la distribución de la concentración de la suspensión en un depósito 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.  
55 La figura 9 es un gráfico que muestra la distribución de la concentración de la suspensión en un depósito en el ejemplo 1.

#### Mejor modo de llevar a cabo la invención

60 El aparato de sustitución del medio de dispersión que se usa en la presente invención incluye una boquilla en forma de ciclón. Los ejemplos de la boquilla en forma de ciclón se muestran en las figuras 1 y 2. No obstante, la estructura, la forma, etc., de la boquilla en forma de ciclón, no están particularmente limitadas a las que se muestran en estas figuras, siempre que cumplan las siguientes condiciones.

65 La boquilla en forma de ciclón incluye una porción de alimentación para alimentar una suspensión de partida y una porción cilíndrica conectada a la porción de alimentación. La porción cilíndrica tiene un eje que se extiende en

sentido vertical (es decir, la porción cilíndrica se extiende en la dirección vertical). Una abertura está dispuesta en sentido vertical en los extremos superior e inferior, por lo menos en sentido vertical en el extremo inferior de la porción cilíndrica. La porción de alimentación está dispuesta de manera que permita que la suspensión de partida se alimente en sentido tangencial a la porción cilíndrica. La suspensión de partida se alimenta a la porción cilíndrica de manera que se mueva de forma circular a lo largo de una pared interior de la porción cilíndrica. La suspensión de partida que se mueve de forma circular se ve obligada a moverse hacia la pared interna de la porción cilíndrica por la acción de una fuerza centrífuga y la cercanía de la pared interior se llena con la suspensión de partida, que se mueve de forma circular. La suspensión de partida fluye hacia abajo mientras se mueve de forma circular y, a continuación, se descarga desde la abertura de la porción cilíndrica formada en el extremo inferior en sentido vertical, manteniendo el movimiento circular. La suspensión de partida descargada desde la porción cilíndrica está ampliamente distribuida y se dispersa en la dirección horizontal por la acción de la fuerza centrífuga. Debido a que el diámetro de la abertura se puede hacer suficientemente grande en comparación con el diámetro de los poros del distribuidor convencional, no se produce la obstrucción de la abertura incluso después de operar durante un período de tiempo prolongado.

Tal como se ha descrito en lo que antecede, es importante para la boquilla en forma de ciclón utilizada en la presente invención satisfacer las siguientes estructuras básicas (1) a (3):

(1) incluir una porción de alimentación para la alimentación de la suspensión de partida y una porción cilíndrica que tiene un eje que se extiende en sentido vertical que está conectado a la porción de alimentación de tal manera que la suspensión de partida se alimenta en sentido tangencial a la porción cilíndrica.

(2) proporcionar opcionalmente una abertura en un extremo superior en sentido vertical de la porción cilíndrica.

(3) proporcionar una abertura para descargar la suspensión de partida en un extremo inferior en sentido vertical de la porción cilíndrica.

La porción cilíndrica que tiene un eje que se extiende en sentido vertical permite que la suspensión de partida alimentada en el mismo se mueva de forma circular a lo largo de la pared interior de la porción cilíndrica. En la presente invención, es importante alimentar la suspensión desde la boquilla en el aparato de sustitución del medio de dispersión, manteniendo el movimiento circular de la suspensión de partida, distribuyendo y dispersando de manera uniforme, de este modo, la suspensión de partida 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 no ser que se inhiba el movimiento circular de la suspensión de partida. Con el fin de permitir que la suspensión de partida alimentada se mueva de forma circular a lo largo de la pared interior de la porción cilíndrica, la porción de alimentación y la porción cilíndrica están conectadas preferiblemente entre sí con el fin de alimentar la suspensión en sentido tangencial a la porción cilíndrica.

La abertura para permitir que la suspensión de partida que se mueve de forma circular entre en el aparato de sustitución del medio de dispersión está provista en un extremo inferior en sentido vertical de la boquilla en forma de ciclón. Por ejemplo, la abertura está formada por una pared cónica o una placa de disco hueca como se muestra en las figuras 1 y 2.

En el método de sustitución de un medio de dispersión con otro de acuerdo con la presente invención, la suspensión de partida que está compuesta por el primer medio de dispersión y el cristal de ácido tereftálico se alimenta a la boquilla en forma de ciclón dispuesta en una parte superior del aparato de sustitución del medio de dispersión. El segundo medio de dispersión se alimenta a partir de una porción inferior del aparato de sustitución del medio de dispersión. Desde la parte inferior del aparato de sustitución del medio de dispersión, se descarga principalmente la suspensión sustituida resultante compuesta por el cristal de ácido tereftálico y el segundo medio de dispersión, y el primer medio de dispersión se descarga principalmente de la porción superior.

Cuando una solución producto de la reacción de oxidación en fase líquida se utiliza como la suspensión de partida, el primer medio de dispersión es el licor madre de la reacción de oxidación que contiene ácido acético como un componente principal. La concentración de ácido tereftálico en dicha suspensión de partida es de un 10 a un 40 % en peso, y la concentración de ácido acético en el primer medio de dispersión es preferiblemente de un 70 a un 100 % en peso. La temperatura de la suspensión de partida a alimentar al aparato de sustitución del medio de dispersión es preferiblemente de 80 a 220 °C.

Cuando la suspensión de partida se purifica con ácido acético, el segundo medio de dispersión es o bien ácido acético que opcionalmente contiene agua pura o agua pura. La concentración de agua en el segundo medio de dispersión es preferiblemente de un 50 a un 100 % en peso. Además, cuando la suspensión de partida se vuelve a dispersar en agua, el segundo medio de dispersión es agua pura.

Cuando un ácido tereftálico en bruto se purifica mediante la dispersión en agua, el primer medio de dispersión en la suspensión de partida es agua que disuelve las impurezas durante la recristalización, y el segundo medio de dispersión es agua pura. La concentración de ácido tereftálico en la suspensión de partida es de un 10 a un 40 % en peso. La temperatura de la suspensión de partida a alimentar al aparato de sustitución del medio de dispersión es preferiblemente de 100 a 220 °C.

- El área de abertura de la salida para descargar la suspensión a partir de la boquilla en forma de ciclón, es decir, el área de la abertura dispuesta en el extremo inferior de la porción cilíndrica es preferiblemente de 0,03 a 0,8 m<sup>2</sup>. El número de las boquillas en forma de ciclón por área en sección del aparato de sustitución del medio de dispersión es preferiblemente de 0,3 a 2/m<sup>2</sup>. El número de las 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 la suspensión de partida descargada desde las boquillas en forma de ciclón. El área de dispersión efectiva de una boquilla en forma de ciclón es generalmente de 3 m<sup>2</sup> o menos. Por lo tanto, el número de las boquillas en forma de ciclón por una unidad de área en sección del aparato de sustitución del medio de dispersión se requiere que sea de ser 0,3/m<sup>2</sup> o más. El número de las boquillas en forma de ciclón por unidad de área en sección se puede hacer tan grande como sea posible. No obstante, si el número de las boquillas en forma de ciclón es excesivamente grande, la alimentación uniforme de la suspensión de partida a las respectivas boquillas en forma de ciclón se hace difícil. Por lo tanto, en vista del tamaño del aparato utilizado industrialmente y el desempeño de las boquillas en forma de ciclón, el número de las boquillas en forma de ciclón superior a 2/m<sup>2</sup> es desventajoso para la producción industrial.
- 15 La alimentación de la suspensión a partir de dos o más boquillas en forma de ciclón se hace por varios métodos. El método más adecuado para la alimentación uniforme es controlar la velocidad de flujo para cada boquilla en forma de ciclón, pero este método es costoso.
- En otro método, la alimentación concentrada de la suspensión de partida a alguna boquilla en forma de ciclón se evita mediante el control de la velocidad de flujo por orificios o válvulas sobre la base de la diferencia de presión entre cada par de boquillas en forma de ciclón, que se sumará técnicamente según el diseño de la boquilla en forma de ciclón. Este método puede ser suficiente en un cierto tamaño de aparato. Tomando en cuenta la complejidad de la suspensión como un fluido y la precisión de la técnica de cálculo, es difícil alimentar de manera uniforme la suspensión a partir de un aparato a gran escala, es decir, un gran número de boquillas en forma de ciclón.
- En un aparato a gran escala de este tipo que tiene un gran número de boquillas en forma de ciclón, la suspensión de partida se puede alimentar de manera bastante uniforme en las boquillas en forma de ciclón mediante 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 están conectadas a un colector anular y la suspensión de partida que se alimenta al colector anular se distribuye a las respectivas boquillas en forma de ciclón. La suspensión de partida se alimenta preferiblemente a respectivas boquillas en forma de ciclones a lo largo de una dirección tangencial del colector anular. Si se alimenta de esta manera, la suspensión de partida se alimenta a respectivas boquillas en forma de ciclón, manteniendo el movimiento circular en el colector anular. La suspensión de partida que se alimenta a 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 de forma circular. Con tal estructura fractal de los flujos de vórtice, el primer medio de dispersión en la suspensión de partida se sustituye eficazmente con el segundo medio de dispersión. Mediante el uso del colector anular, la suspensión de partida se alimenta de manera uniforme a las respectivas boquillas en forma de ciclón incluso cuando la tasa de flujo de la suspensión de partida que se alimenta al colector anular varía. Este efecto no puede lograrse mediante el método de regulación de la velocidad de flujo por orificios o válvulas.
- Un ejemplo del aparato de sustitución del medio de dispersión se muestra en la figura 8. La suspensión de partida (cristal de ácido tereftálico/primer medio de dispersión) se alimenta a una boquilla en forma de ciclón 16 que está dispuesta en una parte superior de un depósito de sustitución 12 hecho de acero inoxidable, etc. a través de una válvula de alimentación 14 y un acceso de alimentación 15. En la operación industrial, el depósito de sustitución 12 tiene un diámetro de 0,3 a 7 m y una altura de 1 a 20 m. El diámetro de la porción cilíndrica de la boquilla en forma de ciclón 16 es de 0,1 a 1 m. La velocidad de alimentación de la suspensión de partida para la alimentación de la boquilla en forma de ciclón 16 no está particularmente limitada, siempre y cuando la suspensión de partida se descargue desde la boquilla en forma de ciclón 16, manteniendo el movimiento circular. Cuando el depósito de sustitución 12 y la boquilla en forma de ciclón 16 tienen los tamaños que se han mencionado en lo que antecede, la velocidad de alimentación es preferiblemente de 0,5 a 50 t/h.
- El segundo medio de dispersión se alimenta a partir de un acceso de alimentación 18 que está dispuesto en la proximidad de un fondo del depósito de sustitución 12 a través de una válvula 17 preferiblemente a una velocidad de alimentación de 0,3 a 40 t/h. El segundo medio de dispersión alimentado fluye hacia arriba en el depósito de sustitución 12. La suspensión de partida descargada desde la boquilla en forma de ciclón 16 se pone en contacto con el flujo hacia arriba del segundo medio de dispersión, y se distribuye y se dispersa de manera uniforme en el segundo medio de dispersión en una dirección horizontal, manteniendo el movimiento circular. El cristal de ácido tereftálico dispersado se sedimenta por gravedad por la totalidad de la fase rica en el segundo medio de dispersión, y la suspensión sustituida que está compuesta por el cristal de ácido tereftálico y principalmente del segundo medio de dispersión se concentra en la parte inferior del depósito de sustitución 12. La suspensión sustituida se descarga desde un acceso de salida 19 usando una bomba de descarga 13. La temperatura interna del depósito de sustitución 12 se mantiene a de 80 a 180 °C.
- El primer medio de dispersión es forzado hacia arriba por el segundo medio de dispersión ascendente y se descarga fuera del aparato a partir de un acceso de descarga 20.

## Ejemplos

La presente invención se describe con más detalle en lo sucesivo al hacer referencia a los siguientes ejemplos. No obstante, estos ejemplos son solo ilustrativos y no tienen por objeto limitar la invención a los mismos.

5

### Ejemplo de referencia 1

10 Utilizando un aparato experimental como se muestra en la figura 4, se observó el estado de dispersión en un depósito 1 (diámetro: 4 m y altura: 2 m). Una suspensión en agua de arena que tiene un tamaño de partícula regulado (tamaño medio de partícula: 95  $\mu\text{m}$ ; concentración de la arena: un 35 % en peso) se utilizó como una suspensión de partida. La suspensión de partida se cargó en el depósito 1 y se distribuyó a un acceso 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 previene que la arena se deposite en el fondo del depósito.

15 La suspensión de partida distribuida se alimenta a la boquilla en forma de ciclón 6 y, a continuación, se descarga y se dispersa en el depósito 1, manteniendo el movimiento circular. La estructura de la boquilla en forma de ciclón 6 se muestra en la figura 5. Una porción de alimentación 11 para la alimentación de la suspensión de partida se conecta a una porción cilíndrica 10 con el fin de alimentar en sentido tangencial la suspensión de partida. En los extremos superior e inferior en sentido vertical de la porción cilíndrica 10 (diámetro interno: 0,70 m), fueron proporcionadas una abertura 8 (diámetro de la abertura: 0,58 m) y una abertura 9 (diámetro de la abertura: 0,43 m), respectivamente.

25 Se tomaron muestras de la suspensión a través de una boquilla de muestreo 7 (dispuesta a una altura de 1,50 m desde el fondo del depósito 1) que era móvil en sentido radial dentro del depósito 1, y se midió la concentración de la suspensión (concentración de arena en la suspensión). Los resultados se muestran en el gráfico de la figura 6. Como se ve en la figura 6, la arena se dispersó de manera uniforme en la dirección horizontal.

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

30

### Ejemplo comparativo 1

35 El mismo método que en el ejemplo de referencia 1 se repitió excepto por que se usó una boquilla de alimentación hecha 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 de la concentración de la suspensión dentro del depósito 1. Los resultados se muestran en la figura 7. Como se ve en la figura 7, la arena se dispersó de manera no uniforme en la dirección horizontal.

### Ejemplo comparativo 2

40 La suspensión de partida se distribuyó de la misma manera que en el ejemplo comparativo 1, excepto por la fijación de un dispersador de cable flexible a la boquilla de alimentación en forma de L usada en el ejemplo comparativo 1. Después de 10 minutos con respecto al inicio de la circulación, se obstruyó la boquilla de alimentación.

### Ejemplo 1

45

El uso de un aparato que tiene la misma estructura que se muestra en la figura 8, se llevó a cabo la sustitución del medio de dispersión a otro. Como el depósito de sustitución, se utilizó un recipiente cerrado de acero inoxidable con un diámetro interno de 30 cm y una altura de 100 cm.

50 El recipiente cerrado se llenó con agua mantenida a 100 °C. Una suspensión de partida que está compuesta por un 30 % en peso de ácido tereftálico y agua como primer medio de dispersión se alimentó a una velocidad de 770 kg/h a la misma boquilla en forma de ciclón, como se usa en el ejemplo 1. El agua como un segundo medio de dispersión se alimentó a una tasa de 560 kg/h desde una porción inferior del depósito de sustitución. Desde la parte inferior del depósito de sustitución, la suspensión sustituida que está compuesta por un cristal de ácido tereftálico y el segundo medio de dispersión fue descargada principalmente. Desde la parte superior del depósito de sustitución, el primer medio de dispersión se extrajo principalmente. La sustitución del medio de dispersión por otro se realiza de forma continua durante una semana, durante la cual no se han producido problemas tales como la obstrucción.

60 La suspensión en el depósito de sustitución se muestreo utilizando una boquilla de muestreo 21 en posiciones horizontalmente diferentes (a una altura de 40 m desde el fondo del depósito de sustitución), para medir la concentración de la suspensión (concentración del cristal de ácido tereftálico en la suspensión). Como se muestra en el gráfico de la figura 9, el cristal de ácido tereftálico se dispersó de manera uniforme en la dirección horizontal.

### Aplicabilidad industrial

65

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 de partida que está compuesta por un primer medio de dispersión y un cristal de ácido tereftálico a través de una boquilla de este tipo en forma de ciclón, el cristal de ácido tereftálico se dispersa de manera uniforme en la dirección horizontal, y la operación de sustitución se lleva a cabo de manera estable durante un período de tiempo prolongado.

5



REIVINDICACIONES

1. Un método de sustitución de un medio de dispersión con otro en un depósito de sustitución (12), estando fabricado el depósito de sustitución (12) de acero inoxidable y teniendo un diámetro de 0,3 a 7 m y una altura de 1 a 20 m, estando equipado el depósito de sustitución (12) con
- un acceso de salida (19) en el fondo del depósito de sustitución (12),  
 un acceso de alimentación (18) que está dispuesto en la proximidad del fondo del depósito de sustitución (12),  
 una boquilla en forma de ciclón (16) que está dispuesta en la porción superior del depósito de sustitución (12), comprendiendo la boquilla en forma de ciclón una porción cilíndrica con un diámetro de 0,1 a 1 m y teniendo un eje que se extiende en sentido vertical y una abertura que está dispuesta en un extremo inferior en sentido vertical, y  
 un acceso de descarga (20) que está dispuesto en la porción superior del depósito de sustitución (12), comprendiendo el método las etapas de:
- alimentar una suspensión de partida que contiene cristales de ácido tereftálico a una concentración de un 10 a un 40 % en peso en un primer medio de dispersión a la boquilla en forma de ciclón (16) a través de una válvula de alimentación (14) y un acceso de alimentación (15), alimentándose la suspensión de partida en sentido tangencial a la porción cilíndrica de la boquilla en forma de ciclón (16) con el fin de permitir que la suspensión de partida se mueva de forma circular a lo largo de una pared interior de la porción cilíndrica, descargar la suspensión de partida que se está moviendo de forma circular a partir de la abertura de la boquilla en forma de ciclón (16), poner en contacto la suspensión de partida que se descarga a partir de la boquilla en forma de ciclón (16) con un segundo medio de dispersión que se alimenta a partir del acceso de alimentación (18) que fluye hacia arriba a través del depósito de sustitución (12); distribuir y dispersar de manera uniforme la suspensión de partida en el segundo medio de dispersión en una dirección horizontal al tiempo que se mantiene el movimiento circular,
- sedimentar por gravedad los cristales de ácido tereftálico dispersados por la totalidad de la fase rica en el segundo medio de dispersión,  
 concentrar la suspensión sustituida que está compuesta por cristales de ácido tereftálico y principalmente el segundo medio de dispersión en la porción inferior del depósito de sustitución (12), y  
 descargar la suspensión sustituida que comprende los cristales de ácido tereftálico y el segundo medio de dispersión a partir del acceso de salida (19) usando una bomba de descarga (13), y retirar el primer medio de dispersión del acceso de descarga (20), al tiempo que se mantiene la temperatura interior del depósito de sustitución (12) a de 80 a 180 °C.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el área de la abertura que está dispuesta en el extremo inferior de la porción cilíndrica es de 0,03 a 0,8 m<sup>2</sup>.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el número de las boquillas en forma de ciclón por área en sección del depósito de sustitución es de 0,3 a 2/m<sup>2</sup>.
4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la suspensión de partida se alimenta a dos o más boquillas en forma de ciclón que están conectadas a un colector anular.

FIG. 1a

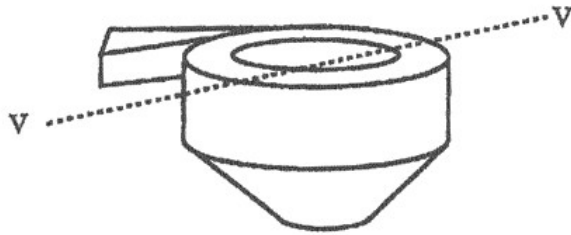


FIG. 1b

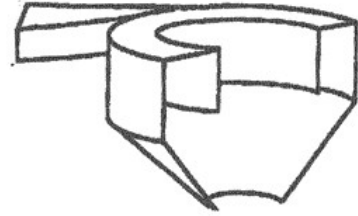


FIG. 2a



FIG. 2b

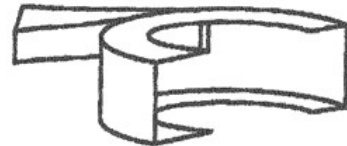


FIG. 3

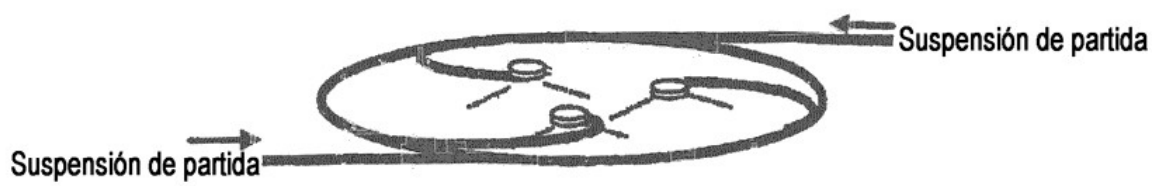


FIG. 4

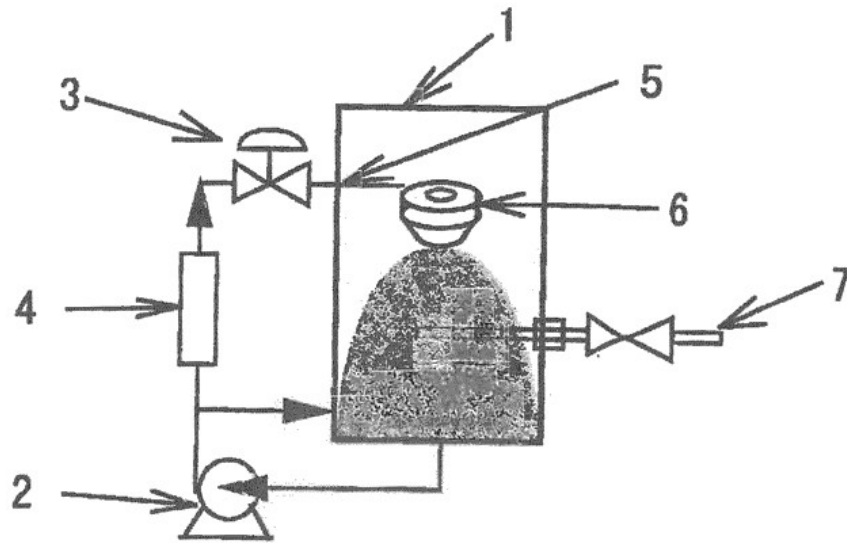


FIG. 5

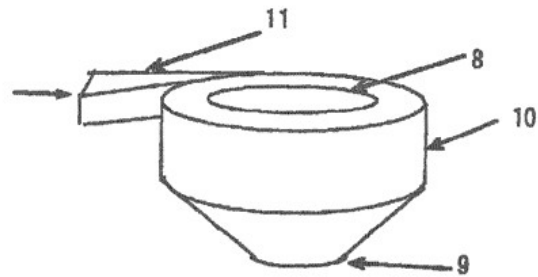


FIG. 6

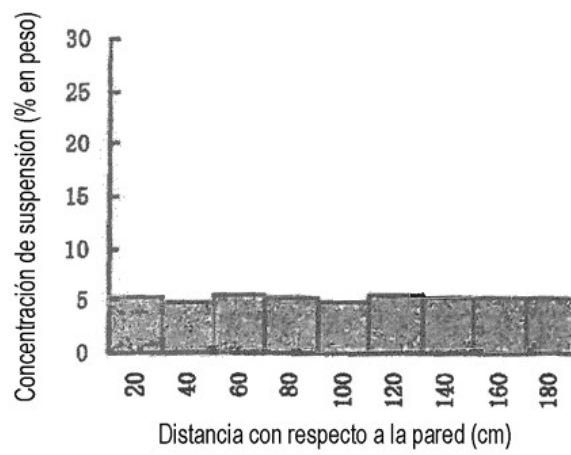


FIG. 7

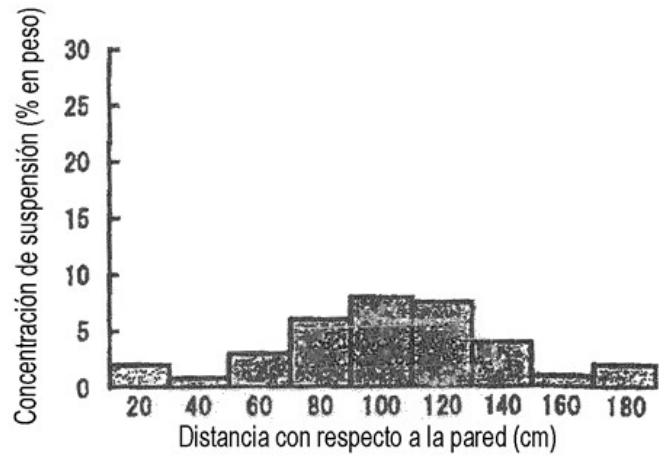


FIG. 8

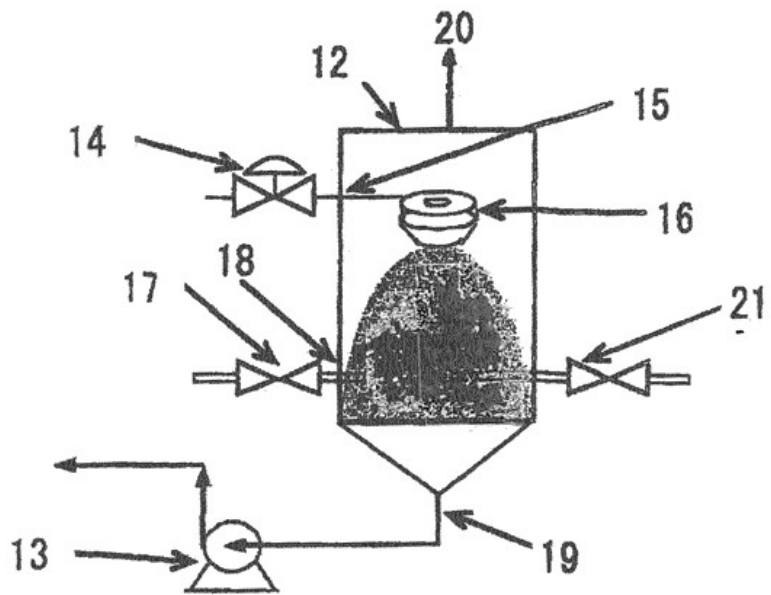


FIG. 9

