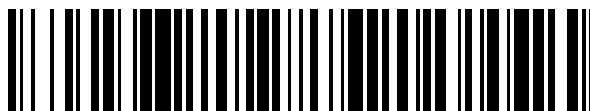


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 627 072**

51 Int. Cl.:

C07C 51/48 (2006.01)

C07C 51/47 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.01.2005 E 12000677 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.05.2017 EP 2450342**

54 Título: **Procedimiento para la producción de una torta de ácido carboxílico seca adecuada para su uso en la producción de poliéster**

30 Prioridad:

15.01.2004 US 758676

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

26.07.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 627 072 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 producción de una torta de ácido carboxílico seca adecuada para su uso en la producción de poliéster

5

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se relaciona con un proceso mediante el cual se obtiene una torta de ácido carboxílico seca a partir de un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta a través del uso de al menos un lavado a contracorriente. Más específicamente, la presente invención se refiere a un proceso mediante el cual se obtiene una torta de ácido tereftálico seca adecuada como un material de partida para la producción de poliéster o co-poliéster a partir de un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta a través del uso de al menos un lavado a contracorriente.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

De conformidad con el objetivo de fabricar tereftalato de polietileno (PET) y otros poliésteres o copoliésteres, una gran cantidad de bibliografía de patentes está dedicada a la descripción de los procesos para la preparación de una torta de ácido carboxílico seca adecuada como material de partida. En general, estas invenciones describen esquemas de mezcla específicos con un sólido de ácido tereftálico purificado y etilenglicol líquido. Adicionalmente, existen numerosos textos en la bibliografía dedicada a producir un ácido tereftálico purificado en forma de polvo que sea adecuado para su uso en la producción de PET y otros poliésteres o copoliésteres.

El objetivo de esta invención es describir un proceso por el cual se obtiene una torta de ácido carboxílico seca adecuada como material de partida para la producción de poliéster o co-poliéster a partir de un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta a través del uso de una zona de lavado con disolvente a contracorriente. Más específicamente, el objetivo de esta invención es describir un proceso por el cual se obtiene una torta de ácido carboxílico seca adecuada como material de partida para la producción de poliéster o co-poliéster a partir de un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta a través del uso de una zona de lavado con disolvente a contracorriente para reducir la cantidad de disolvente fresco usado en el proceso.

Normalmente, el sólido de ácido tereftálico purificado se produce en un proceso multietapa donde se produce un ácido tereftálico en bruto. La oxidación en fase líquida de p-xileno produce ácido tereftálico en bruto. El ácido tereftálico en bruto no tiene suficiente calidad para su uso directo como material de partida en el PET comercial. En cambio, el ácido tereftálico en bruto se refina normalmente en un sólido de ácido tereftálico purificado.

Normalmente en los procesos de purificación de ácido tereftálico, el ácido tereftálico en bruto se disuelve en agua y se hidrogena con el fin de convertir 4-carboxibenzaldehído en ácido p-toluico, que es un derivado más soluble en agua, y con el fin de convertir los compuestos característicamente de color amarillo en derivados incoloros. El 4-carboxibenzaldehído o ácido p-toluico significativo en el producto de ácido tereftálico purificado final es particularmente perjudicial para los procesos de polimerización ya que cada uno puede actuar como un terminador de cadena durante la reacción de condensación entre ácido tereftálico y etilenglicol en la producción de PET. El ácido tereftálico purificado típico contiene en base al peso menos de 25 partes por millón (ppm) de 4-carboxibenzaldehído y menos de 150 ppm de ácido p-toluico.

Se han desarrollado otros procesos donde un ácido tereftálico es adecuado como material de partida para la producción comercial de PET sin el uso de hidrogenación. Típicamente, los procesos de producción tereftálica implican la oxidación catalizada de p-xileno en un disolvente de ácido acético seguido de filtración y secado del ácido tereftálico.

50

Típicamente, el ácido tereftálico (TPA) producido a través de la oxidación catalizada de p-xileno en un disolvente de ácido acético produce un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta que contiene catalizador residual (por ejemplo, compuestos de cobalto, manganeso y bromo). En un método común de producción de un sólido de TPA sustancialmente seco de un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta, el producto de ácido tereftálico en suspensión o torta se filtra para separar una cantidad sustancial del líquido de ácido acético de los sólidos de TPA. El catalizador residual se separa normalmente del producto de ácido tereftálico en suspensión o torta lavando (aclarando) la torta húmeda con ácido acético sin catalizador, agua u otro disolvente. El sólido de TPA se aísla por secado.

El documento US 5 200 557 y el documento WO 92/18453 se relacionan con un proceso para el desplazamiento

60

positivo a contracorriente de un ácido carboxílico alifático de 1 a 5 átomos de carbono de una torta de filtración de un ácido policarboxílico aromático que contiene el ácido carboxílico alifático, donde el agua madre retenida por el ácido policarboxílico aromático tiene una concentración del ácido carboxílico alifático de 5000 ppmw, o menos, basado en el peso del ácido policarboxílico aromático presente. Este método es útil para la fabricación de ácido tereftálico en bruto que se usa después de la purificación para la preparación de poliésteres usados para la fabricación de telas, fibras y botellas de plástico.

El documento US 4 201 871 se relaciona con un proceso para recuperar cristales de ácido tereftálico altamente puro a partir de una suspensión que contiene producto de ácido tereftálico obtenido mediante la oxidación en fase líquida de compuestos aromáticos para-sustituídos en presencia de un catalizador oxidante. El proceso comprende poner dicha suspensión en contacto continuo a contracorriente con agua que contiene ácido acético caliente ascendente en una sola torre en las condiciones de temperatura especificada, velocidad de ascenso especificada del agua que contiene ácido acético y tiempo de residencia especificado de la suspensión, para reemplazar el agua madre de la suspensión con dicho ácido acético, y recuperar el agua madre como un desbordamiento, mientras se recupera el ácido tereftálico como un flujo inferior en forma de suspensión de cristales altamente purificados y, si es necesario, dejar que la suspensión permanezca en un tanque de agitación.

El documento EP 0 502 628 se relaciona con una suspensión de ácido tereftálico en ácido acético la cual se produce por oxidación de p-xileno en ácido acético, eliminación del agua por evaporación de una corriente de agua y ácido acético y retorno del ácido acético a la etapa de oxidación. El ácido tereftálico se separa del medio de reacción en una primera zona para dejar un depósito sobre una banda, el depósito se lava con un primer medio acuoso en una segunda zona, se elimina de la banda en una tercera zona y se mezcla con un segundo medio acuoso. El medio de reacción se hace pasar de la primera zona a la etapa de oxidación y se recupera el ácido tereftálico, preferiblemente después de una purificación adicional.

El documento GB 1 152 577 se relaciona con la purificación de ácidos policarboxílicos aromáticos. Un ácido policarboxílico aromático que contiene aldehído indeseable y otras impurezas se purifica mediante un proceso que comprende poner en contacto una solución del ácido impuro en agua desmineralizada en la fase líquida a una temperatura y presión elevadas y en presencia de H₂ con un catalizador que contiene Pd bajo condiciones de hidrogenación moderadas y recuperar el ácido purificado. El ácido policarboxílico aromático puede obtenerse mediante oxidación catalítica en fase líquida de hidrocarburos polialquilaromáticos. Los ácidos policarboxílicos especificados que pueden purificarse son los ácidos tereftálico, isoftálico, trimésico, trimelítico, melítico y naftaleno dicarboxílico. La hidrogenación se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 450-600 F en un disolvente polar inerte ya sea como un proceso por lotes en condiciones estáticas o como un proceso continuo que mantiene un flujo concurrente o contracorriente de H₂ a través de la cámara del catalizador. Se puede mantener una presión suficiente en un reactor mediante el uso de una mezcla de H₂ y un gas inerte, por ejemplo N₂. El producto puede obtenerse a partir de la mezcla de reacción por filtración y cristalización a partir del filtrado.

El documento US 4 334 086 se relaciona con un proceso para la producción continua de ácido tereftálico a partir de p-xileno, que comprende las etapas de oxidar p-xileno en una primera zona de oxidación en presencia de no más de aproximadamente 10% en peso de agua y un catalizador de cobalto/manganeso hasta una conversión de aproximadamente 15% de ácido tereftálico; oxidar los compuestos parcialmente oxidados en una segunda zona de oxidación en presencia de una cantidad adicional de agua hasta aproximadamente 20 a 70 % en peso y en presencia de una cantidad adicional del catalizador hasta una conversión de aproximadamente 50 % en peso de ácido tereftálico; separar los vapores de p-xileno de la segunda zona de oxidación; separar los cristales de ácido tereftálico en bruto del efluente de la segunda zona de oxidación de los componentes solubles del efluente; lavar con agua fresca a contracorriente los cristales separados para producir una suspensión; reciclar una parte de los componentes solubles en la segunda zona de oxidación, y otra parte de la primera zona de oxidación para proporcionar a esta última un catalizador de metal pesado; y recuperar el ácido tereftálico purificado mediante la recristalización de los cristales contenidos en la suspensión.

El documento GB 1 388 289 se relaciona con la producción y recuperación de ácido tereftálico, donde el proceso para la preparación de ácido tereftálico a partir de una solución acuosa de tereftalato de dipotasio comprende (i) hacer reaccionar el tereftalato de dipotasio en dicha solución con ácido benzoico para producir una suspensión acuosa que contiene benzoato de potasio disuelto y ácido benzoico no disuelto, tereftalato de hidrógeno de potasio y ácido tereftálico; (ii) poner dicha suspensión en contacto a contracorriente en una zona alargada con una corriente de agua, la temperatura en dicha zona adyacente al extremo inicial debe mantenerse a una temperatura en el intervalo de 38-66 °C y adyacente al extremo aguas abajo a una temperatura inferior, tal temperatura inferior debe estar en el intervalo de 10-38 °C; (iii) recuperar de dicho extremo aguas arriba una solución acuosa de benzoato de

potasio y de dicho extremo aguas abajo una suspensión acuosa de ácido benzoico, hidrógeno tereftalato de potasio y ácido tereftálico; (iv) poner en contacto a contracorriente la suspensión recuperada en la etapa (iii) en una segunda zona de contacto alargada con una segunda corriente de agua, manteniéndose la temperatura en dicha segunda zona adyacente al extremo aguas arriba a una temperatura en el intervalo de 66 - 121 °C, y adyacente al extremo

5 aguas abajo a una temperatura más baja, tal temperatura inferior está en el intervalo de 24-66 °C; (v) recuperar del extremo aguas arriba de la corriente de dicha segunda zona una segunda solución acuosa de benzoato de potasio y del extremo aguas abajo una suspensión acuosa de ácido tereftálico; y (vi) separar el ácido tereftálico de la suspensión recuperada en la etapa (v).

10 El documento GB 1 260 755 se relaciona con la producción de ácidos carboxílicos aromáticos, donde un proceso para la producción de un ácido carboxílico aromático mediante la hidrólisis de un nitrilo aromático comprende (a) mantener una suspensión acuosa del nitrilo en contacto con un catalizador el cual es un hidróxido de metal alcalino o metal alcalinotérreo, carbonato o sal de un ácido carboxílico aromático o una sal de amonio de un ácido carboxílico aromático a una temperatura en el intervalo de 300-600 °F durante un período suficiente para hidrolizar una porción

15 sustancial del nitrilo, (B) separar el amoniaco del hidrolizado por contacto a contracorriente del hidrolizado con vapor y (c) enfriar el hidrolizado separado a una temperatura a la cual se separe el ácido carboxílico aromático. En los ejemplos, el ácido tereftálico se prepara a partir de tereftalonitrilo.

El documento US 4 357 475 se relaciona con un proceso donde una mezcla de reacción obtenida por oxidación de

20 p-xileno en presencia de agua como diluyente, a una temperatura comprendida entre 140 °C y 220 °C y que consiste en cristales de ácido tereftálico en suspensión en una solución acuosa que comprende p-xileno sin reaccionar, productos de oxidación intermedios de los mismos, catalizador de metales pesados y agua se introduce en la parte superior de una columna de sedimentación en donde el ácido se separa por gravedad y se lava con una contracorriente de agua introducida cerca del fondo de dicha columna, siendo la temperatura de la zona de lavado

25 mayor que el valor mínimo T_w dado por la ecuación $T_w=144+0,225 TR$, donde TR es la temperatura de oxidación.

El documento US 4 939 297 se relaciona con un procedimiento para eliminar impurezas de un agua madre de síntesis oxidativa de ácido tereftálico que contiene ácido acético, agua, metales de corrosión, un catalizador metálico e impurezas orgánicas, que comprende las etapas de (a) retirar del agua madre por evaporación del 50-95 % del

30 ácido acético y el agua contenida en el mismo; (B) añadir una cantidad de agua al agua madre concentrada suficiente para disolver el catalizador metálico y formar una mezcla acuosa; (C) extraer la mezcla acuosa por extracción a contracorriente con un disolvente orgánico sustancialmente insoluble en agua, para producir una fase más ligera que contiene el disolvente orgánico, una cantidad menor de agua, ácido acético y las impurezas orgánicas y una fase más pesada que contiene una cantidad mayor de agua, los metales de corrosión y el

35 catalizador metálico y; (D) retirar los metales corrosivos de la fase más pesada por calentamiento y filtración y; (E) eliminar las impurezas orgánicas de la fase más ligera por destilación,

El documento DE 31 28 474 se relaciona con un proceso para el lavado a contracorriente de ácido tereftálico en

40 bruto finamente dividido usando un líquido de lavado de densidad sustancialmente diferente en una torre de lavado.

En la presente invención, se ha descubierto un proceso novedoso que da como resultado un menor uso de disolvente que en los procesos empleados actualmente. En el enfoque convencional hacia la producción de ácido tereftálico a través de la oxidación catalizada de p-xileno en un disolvente de ácido acético, un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta se filtra, se lava, y después se seca para producir un polvo de ácido tereftálico

45 adecuado para el material de partida para la producción de PET.

De acuerdo con la presente invención, el producto de ácido tereftálico en suspensión o torta se filtra para producir una torta de ácido tereftálico con disolvente y una corriente de aguas madre de disolvente de TPA. Después, la torta de ácido tereftálico con disolvente se lava (aclara) con agua para recuperar el material de catalizador de metal

50 residual y para producir una torta de ácido tereftálico húmeda por agua y un licor de subproducto de disolvente/agua de TPA. Después, la torta de ácido tereftálico húmeda por agua se seca para producir una torta de ácido tereftálico seca adecuada como material de partida en un proceso de PET comercial. En esta realización de la invención se utiliza al menos un lavado a contracorriente.

55 Específicamente, la presente invención se relaciona con un proceso para producir una torta de ácido carboxílico seca (170), dicho proceso comprende:

(a) eliminar, en una zona de separación sólido-líquido (40), las impurezas de una suspensión de ácido carboxílico (30) para formar un producto en suspensión o torta (70) y una corriente de agua madre (60), donde dicha suspensión de ácido carboxílico (30) se produce oxidando, en una zona de oxidación, una materia prima

60 aromática; y donde dicha zona de separación sólido-líquido (40) comprende al menos un separador líquido-

sólido que funciona a temperaturas entre 50 °C y 200 °C;

(b) añadir disolvente a dicha suspensión o torta (70) en una zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) para producir una torta de ácido carboxílico con disolvente (110) y una corriente de agua madre de disolvente (100); donde el disolvente comprende un ácido monocarboxílico alifático que contiene de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico y mezclas de estos compuestos con agua; y donde la zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 °C a 155 °C;

(c) opcionalmente, añadir agua en una zona de lavado con agua a contracorriente (120) a dicha torta carboxílica con disolvente (110) para producir una torta de ácido carboxílico húmeda por agua (150) y una corriente de licor de subproducto disolvente/agua (140); donde dicha zona de lavado a contracorriente comprende un dispositivo de separación sólido-líquido que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 a 155 °C;

(d) secar dicha torta de ácido tereftálico húmeda por agua (150) o dicha torta de ácido carboxílico con disolvente (110) en una zona de secado (160) para formar dicha torta de ácido tereftálico seca (170).

15 Al usar una zona de lavado con disolvente a contracorriente, la cantidad de disolvente usada puede reducirse sustancialmente en comparación con un proceso sin lavado a contracorriente. Además, al usar al menos un lavado a contracorriente puede producirse una reducción del tamaño del equipo y de la energía en comparación con un proceso de producción de TPA sin un lavado a contracorriente.

20 RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se relaciona con un proceso mediante el cual se obtiene una torta de ácido carboxílico seca a partir de un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta. Más específicamente, la presente invención se relaciona con un proceso para la producción de una torta de ácido tereftálico seca adecuada como materia prima para la producción comercial de PET. El proceso resultante utiliza menos disolvente que los procedimientos actualmente empleados que no utilizan una zona de lavado con disolvente a contracorriente.

Un objetivo de esta invención es proporcionar un proceso para producir una torta de ácido carboxílico seca a partir de un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta a través del uso de al menos un lavado a contracorriente.

Otro objetivo de esta invención es proporcionar un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca a partir de un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta.

Otro objetivo de esta invención es proporcionar un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca a partir de una suspensión o torta de disolvente de ácido tereftálico mediante el uso de una zona de lavado con disolvente a contracorriente.

La presente invención proporciona un proceso para producir una torta de ácido carboxílico seca, el proceso comprende:

(a) eliminar, en una zona de separación sólido-líquido (40), las impurezas de una suspensión de ácido carboxílico (30) para formar un producto en suspensión o torta (70) y una corriente de agua madre (60), donde dicha suspensión de ácido carboxílico (30) se produce oxidando, en una zona de oxidación, una materia prima aromática; y donde dicha zona de separación sólido-líquido (40) comprende al menos un separador líquido-sólido que funciona a temperaturas entre 50 °C y 200 °C;

(b) añadir disolvente a dicha suspensión o torta (70) en una zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) para producir una torta de ácido carboxílico con disolvente (110) y una corriente de agua madre de disolvente (100); donde el disolvente comprende un ácido monocarboxílico alifático que contiene de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico y mezclas de estos compuestos con agua; y donde la zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 °C a 155 °C;

(c) opcionalmente, añadir agua en una zona de lavado con agua a contracorriente (120) a dicha torta carboxílica con disolvente (110) para producir una torta de ácido carboxílico húmeda por agua (150) y una corriente de licor de subproducto disolvente/agua (140); donde dicha zona de lavado a contracorriente comprende un dispositivo de separación sólido-líquido que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 a 155 °C;

(d) secar dicha torta de ácido tereftálico húmeda por agua (150) o dicha torta de ácido carboxílico con disolvente (110) en una zona de secado (160) para formar dicha torta de ácido tereftálico seca (170).

En una realización de esta invención, se proporciona un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca, el proceso comprende:

(a) eliminar en una zona de separación sólido-líquido las impurezas de una suspensión de ácido tereftálico para

formar un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta y una corriente de agua madre;

(b) añadir disolvente en una zona de lavado con disolvente a contracorriente a un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta para formar una torta de ácido tereftálico con disolvente y una corriente de agua madre de disolvente;

5 (c) opcionalmente, añadir agua en una zona de lavado con agua a contracorriente a la torta de ácido tereftálico con disolvente para producir una torta de ácido tereftálico húmeda por agua y una corriente de licor de subproducto disolvente/agua;

(d) secar la torta de ácido carboxílico húmeda por agua en una zona de secado para formar la torta de ácido tereftálico seca.

10

Estos objetivos, y otros objetivos, resultarán más evidentes para otros con experiencia ordinaria en la técnica después de leer esta descripción.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

15

La figura 1 ilustra una realización de esta invención, un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca.

La figura 2 ilustra otra realización de esta invención, un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca utilizando una zona de intercambio de licor.

La figura 3 ilustra otra realización de esta invención, un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca utilizando una zona de intercambio de licor de disolvente-agua a contracorriente.

20

La figura 4 ilustra otra realización de esta invención, un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca utilizando una zona de intercambio de licor de disolvente.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN:

25

En una realización de esta invención mostrada en la figura 1, se proporciona un proceso para producir una torta de ácido tereftálico seca 170. El proceso comprende:

La etapa (a) comprende eliminar impurezas de una suspensión de ácido carboxílico 30 en una zona de desplazamiento sólido-líquido 40 para formar un producto de ácido carboxílico en suspensión o

30

torta 70 y una corriente de agua madre 60;

Una suspensión de ácido carboxílico comprende al menos un ácido carboxílico, catalizador, al menos un disolvente, y las impurezas se introducen a través de líneas no mostradas. Las impurezas típicamente comprenden al menos uno o más de los siguientes compuestos: 4-carboxibenzaldehído(4-CBA), ácido trimelítico (TMA) y 2,6-dicarboxifluorenona(2,6-DCF). Los disolventes adecuados incluyen, pero no están limitados a, ácidos monocarboxílicos alifáticos, que contengan preferiblemente de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico y mezclas de los mismos, y mezclas de estos compuestos con agua. Preferiblemente, el disolvente es ácido acético mezclado con agua, en una relación de 5:1 a 99:1, preferiblemente entre 8:1 y 49:1, a través de la memoria descriptiva el ácido acético será mencionado como el disolvente. Sin embargo, debe apreciarse que pueden utilizarse también otros disolventes adecuados, tales como los descritos anteriormente. El disolvente comprende típicamente ácido acético, pero puede ser cualquier disolvente mencionado anteriormente.

35

40

La suspensión de ácido tereftálico puede producirse mediante oxidación en una zona de oxidación una materia prima aromática. En una realización, la materia prima aromática comprende paraxileno. La zona de oxidación comprende al menos un reactor de oxidación y la suspensión de ácido carboxílico comprende al menos un ácido carboxílico. El reactor de oxidación puede funcionar a temperaturas entre 120 °C y 250 °C. Preferiblemente de 140 °C a 170 °C. Típicamente, la materia prima aromática comprende paraxileno y el ácido carboxílico comprende ácido tereftálico. En una realización de la invención, la zona de oxidación comprende una columna de burbujas.

45

50

Por lo tanto, por ejemplo, cuando se utiliza ácido tereftálico, la suspensión de ácido carboxílico 30 se denominará suspensión de ácido tereftálico y la torta de ácido carboxílico seca 170 se denominará torta de ácido tereftálico seca.

Los ácidos carboxílicos incluyen cualquier ácido carboxílico producido por oxidación controlada de un compuesto precursor orgánico. Por ejemplo, los ácidos carboxílicos incluyen ácidos dicarboxílicos aromáticos que tienen preferiblemente 8 a 14 átomos de carbono, ácidos dicarboxílicos alifáticos que tienen preferiblemente 4 a 12 átomos de carbono, o ácidos dicarboxílicos cicloalifáticos que tienen preferiblemente 8 a 12 átomos de carbono. Otros ejemplos de ácidos carboxílicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, ácido tereftálico, benzoico, p-tónico, ácido isoftálico, ácido trimelítico, ácido naftaleno dicarboxílico, ácido ciclohexanodicarboxílico, ácido ciclohexanodiacético, ácido difenil-4,4'-dicarboxílico, ácido difenil-3,4'-dicarboxílico. Ácido 2,2, dimetil-1,3-propandiol dicarboxílico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebáico y mezclas de los mismos.

55

60

La suspensión de ácido tereftálico se sintetiza convencionalmente a través de la oxidación en fase líquida de paraxileno en presencia de un catalizador de oxidación adecuado. Los catalizadores adecuados incluyendo, pero sin limitación, compuestos de cobalto, manganeso y bromo, que son solubles en el disolvente seleccionado. En una
 5 realización de la invención, el catalizador comprende cobalto, bromo y manganeso. El cobalto y el manganeso combinados pueden estar en concentraciones de 100 ppm a 2700 ppm en peso en el licor. El bromo puede estar en concentraciones de 1000 ppm a 2500 ppm en peso en el licor.

La suspensión de ácido tereftálico se suministra a una zona de desplazamiento sólido-líquido 40 capaz de eliminar
 10 una porción del líquido contenido en la suspensión de ácido tereftálico 30 para producir un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta en el conducto 70. La eliminación de una porción del líquido para producir un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta en el conducto 70 puede realizarse por cualquier medio conocido en la materia. Una porción significa que se elimina al menos el 5 % en peso del líquido. Típicamente, la zona de desplazamiento de sólido-líquido 40 comprende un separador sólido-líquido que se selecciona del grupo que
 15 consiste en una decantador centrífugo, una centrífuga de disco giratorio, un filtro de cinta, un filtro de vacío giratorio.

De acuerdo con la presente invención, la suspensión de ácido tereftálico en el conducto 30 se suministra a la zona de desplazamiento de sólido-líquido 40 que comprende al menos un separador sólido-líquido. De acuerdo con la presente invención, el separador o separadores sólido-líquido pueden funcionar a temperaturas entre 50 °C a 200
 20 °C, preferiblemente de 140 °C a 170 °C. El separador o separadores sólido-líquido pueden funcionar a presiones entre 0 Pa (0 psig) a 1400000 Pa (200 psig). El separador sólido-líquido en la zona de desplazamiento de sólido-líquido 40 puede funcionar en modo continuo o por lotes, aunque se apreciará que, para fines comerciales, se prefiere el modo continuo.

Las impurezas se desplazan de la zona de desplazamiento de sólido-líquido 40 en una corriente de agua madre y se extraen a través de la línea 60. En una realización de la invención, se suministra más cantidad de disolvente a la zona de desplazamiento de sólido-líquido 40 a través de la línea 50 para resuspender la suspensión de ácido tereftálico 30 y formar un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta 70. Cuando se utiliza una suspensión de ácido tereftálico en la zona de separación sólido-líquido 40, se produce un producto de ácido tereftálico en
 30 suspensión o torta que comprende típicamente ácido tereftálico y ácido acético. El agua madre 60 se retira de la zona de desplazamiento sólido-líquido 40 por la tubería 60 y comprende un disolvente, típicamente ácido acético, catalizador y compuestos de bromo. Las aguas madre en la línea 60 pueden enviarse a un proceso para separar las impurezas del disolvente de oxidación a través de unas líneas no mostradas o reciclarse en el sistema de catalizador a través de las líneas no mostradas. Una técnica para la eliminación de impurezas de las aguas madre 60 usada
 35 comúnmente en la industria del procesamiento químico es extraer o "purgar" parte de la corriente de reciclaje. 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 componentes valiosos. Los Ejemplos de procesos de eliminación de impurezas incluyen la patente de Estados Unidos 4,939,297 y la patente de Estados Unidos 4,3513,319,

40 La etapa (b) comprende eliminar, en una zona de lavado con disolvente a contracorriente 80, las impurezas residuales de un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta 70 para formar una torta de ácido carboxílico con disolvente 110 y una corriente de agua madre de disolvente 100.

El conducto 70 contiene un producto de ácido carboxílico en suspensión o torta 70 que comprende un ácido carboxílico, impurezas residuales y un disolvente. Las impurezas residuales comprenden un catalizador residual (típicamente, pero sin limitación, cobalto, manganeso o bromo). Los disolventes adecuados incluyen, pero no están limitados a, ácidos monocarboxílicos alifáticos, que contengan preferiblemente de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico y mezclas de los mismos, y mezclas de estos compuestos con agua. Preferiblemente, el disolvente está compuesto principalmente por ácido acético y/o algo de agua. La relación de ácido acético con respecto al agua
 50 puede variar de 50:50 a 99:1 de ácido acético con respecto al agua en masa, más preferiblemente en el intervalo de 85:15 a 98,2 y mucho más preferiblemente en el intervalo de 90:10 a 97:3. Los ácidos carboxílicos adecuados incluyen pero no están limitados a ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftaleno dicarboxílico, ácido trimelítico y mezclas de los mismos.

El producto de ácido carboxílico en suspensión o torta 70 está en el intervalo de 10-90 % en peso de ácido carboxílico. Preferiblemente, el producto de ácido carboxílico en suspensión o torta 70 está en el intervalo de 25-40 % en peso de ácido carboxílico para una suspensión y en el intervalo de 70-90 % en peso para el producto en torta. Mucho más preferiblemente, el producto de ácido carboxílico en suspensión o torta 70 está en el intervalo de 30-40 % en peso de ácido carboxílico. Después, el producto de ácido carboxílico en suspensión o torta en el conducto 70
 60 se introduce en una zona de lavado con disolvente a contracorriente 80, donde una porción sustancial de disolvente

se recupera en la corriente de agua madre de disolvente en el conducto 100. El agua madre de disolvente 102 comprende una porción sustancial del disolvente. Puede añadirse disolvente adicional a través del conducto 90 a contracorriente al producto de ácido carboxílico en suspensión o torta 70 en la zona de lavado con disolvente a contracorriente 80. La cantidad de etapas de lavado a contracorriente puede ser cualquier cantidad de etapas 5 necesarias para producir el ácido carboxílico con disolvente hasta la pureza deseada. Típicamente, la cantidad de etapas en el lavado a contracorriente puede ser de 1 a 8, preferiblemente de 2 a 6, mucho más preferiblemente de 2 a 4. Para un lavado con más de una etapa, se prefiere el flujo a contracorriente.

La zona de lavado con disolvente a contracorriente 80 comprende al menos un dispositivo de separación sólido- 10 líquido capaz de separar eficientemente sólidos y líquidos. El dispositivo de separación sólido-líquido puede comprender típicamente, pero no se limita a, los siguientes tipos de dispositivos: centrífugas, ciclones, filtros de tambor rotativo, filtros de cinta, filtros prensa, etcétera. De acuerdo con la presente invención, la zona de lavado a contracorriente con disolvente 80 comprende al menos un dispositivo o dispositivos de separación de sólido-líquido 110 que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 °C a 155 °C. Preferiblemente, el (los) dispositivo (s) 15 de separación sólido-líquido (110) puede funcionar dentro de un intervalo de temperaturas de 80 °C a 150 °C. Mucho más preferiblemente, el o los dispositivos de separación sólido-líquido 110 funcionan dentro de un intervalo de temperatura de 90 °C a 150 °C. Se produce una torta de ácido carboxílico con disolvente 110, donde la composición de humedad de la torta de ácido carboxílico con el disolvente 110 puede estar en el intervalo de 0,5-30 % de humedad en peso, preferiblemente en el intervalo de 1-20 % de humedad, mucho más preferiblemente en el 20 intervalo 1-10 % de humedad. Opcionalmente, el disolvente residual puede eliminarse mediante una etapa de desplazamiento de gas para minimizar la contaminación del disolvente con el lavado. Cuando el ácido carboxílico es ácido teraftálico y el disolvente es ácido acético, se produce una torta de ácido tereftálico con ácido acético.

La etapa (c) comprende opcionalmente eliminar una porción sustancial del disolvente en una zona de lavado con agua a contracorriente 120 de la torta de ácido carboxílico con disolvente 110 para formar 25 una torta de ácido carboxílico húmeda por agua 100 y una corriente de licor de subproducto disolvente/agua 140.

La torta de ácido carboxílico con disolvente 110 se somete después a un lavado o "enjuague" con agua, o sustancialmente agua con cantidades residuales de disolvente en la zona de lavado con agua a contracorriente 120, 30 donde una porción sustancial del disolvente se reemplaza con agua para formar una torta de ácido carboxílico húmeda por agua 150. La torta de ácido carboxílico húmeda por agua 150, está preferiblemente en el intervalo de 0,5 % a 30 % de humedad, más preferiblemente en el intervalo de 1 a 20 % de humedad, y mucho más preferiblemente en el intervalo de 1 % a 10 % de humedad. La humedad residual de la torta de ácido carboxílico húmeda por agua 150, debería contener menos de 2 % de disolvente en base a masa. Adicionalmente, la torta de 35 ácido carboxílico húmeda por agua 150 debería contener menos de 1 % de cualquier metal, preferiblemente menos de 100 ppm en peso, mucho más preferiblemente menos de 10 ppm en peso, típicamente usados como catalizadores en la oxidación de p-xileno. En el producto de ácido carboxílico en suspensión o torta en el conducto 70, deberían permanecer en la torta de ácido carboxílico húmeda por agua 150. Los ejemplos de metales incluye, 40 pero sin limitación, cobalto y manganeso.

El agua de lavado se introduce en la zona de lavado con agua a contracorriente **120** a través del conducto **130**. El agua de lavado debería comprender, en una base continua, una tasa de alimentación en masa en relación con los sólidos en la torta carboxílica con el disolvente 110 en el intervalo de 0,1:1 a 1,5:1, preferiblemente en el intervalo de 0,1:1 a 0,6:1, mucho más preferiblemente en el intervalo de 0,2:1 a 0,4:1. No hay limitaciones en la temperatura o 45 presión del agua de lavado, incluyendo el uso de agua vaporizada, vapor, o una combinación de agua y vapor, como lavado. En una realización de la invención, el agua de lavado se introduce a contracorriente a la torta de ácido carboxílico con disolvente.

Puede añadirse más agua de lavado a través del conducto 130 a contracorriente con respecto al flujo de la torta de 50 ácido carboxílico con disolvente 110 en la zona de lavado con agua a contracorriente 120. La cantidad de etapas de lavado a contracorriente puede ser cualquier cantidad de etapas necesarias para producir la torta de ácido carboxílico humedecida por agua a la pureza deseada. Típicamente, la cantidad de fases en el lavado a contracorriente puede ser de 1 a 8, preferiblemente de 2 a 6, mucho más preferiblemente de 2 a 4.

La zona de lavado con agua a contracorriente comprende un dispositivo de separación sólido-líquido 120 que puede estar típicamente comprendido de, pero no estar limitado a, los siguientes tipos de dispositivos: centrífuga, ciclones, 55 filtros de tambor giratorio, filtros de correas, filtros de prensa. El dispositivo de separación sólido-líquido puede funcionar dentro de un intervalo de temperatura de 40 °C a 155 °C. Preferiblemente, el segundo dispositivo de separación sólido-líquido puede operar dentro de un intervalo de temperaturas de 80 °C a 150 °C. Mucho más 60 preferiblemente, el segundo dispositivo de separación sólido-líquido puede funcionar dentro de un intervalo de

temperatura de 90 °C a 150 °C.

Opcionalmente, el licor de subproducto de disolvente/agua de la zona de lavado con agua a contracorriente **120**, se segrega de la corriente de aguas madre de disolvente producida por la zona de lavado con disolvente a contracorriente **80**.

La etapa (d) comprende secar la torta de ácido carboxílico húmeda por agua 150 en una zona de secado 160 para producir un producto de ácido carboxílico seco 170.

La torta de ácido carboxílico húmeda por agua 150 se extrae de la zona de lavado con agua a contracorriente 120 o la zona de lavado con disolvente a contracorriente 80 y se suministra a la zona de secado 160. Una porción del disolvente o agua y el catalizador y las impurezas restante se separa, y la torta de ácido tereftálico seca se extrae a través de la línea 170.

La zona de secado 160 comprende un filtro adecuado para recuperar el ácido carboxílico sólido y una secadora. La filtración puede realizarse por cualquier medio adecuado conocido en la técnica. Por ejemplo, se puede usar para la filtración un filtro giratorio de vacío para producir una torta de filtración. La torta de filtración pasa por una etapa inicial de eliminación del disolvente, luego se enjuaga con lavado ácido para eliminar el catalizador residual y se puede eliminar el disolvente de nuevo antes de enviarlo a las secadoras. El secado de la torta de filtro puede realizarse por cualquier medio conocido en la materia que sea capaz de evaporar al menos el 10 % de los volátiles restantes en la torta de filtro para producir el producto de ácido carboxílico. Por ejemplo, puede usarse una secadora procesadora Single Shaft Porcupine®.

En otras realizaciones de esta invención, la etapa (a), la etapa (b) y la etapa (c) pueden combinarse en una zona conocida como la zona de intercambio de licor 250 como se muestra en la figura 2. La zona de intercambio de licor 250 comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido capaz de realizar la función combinada de la zona de separación sólido-líquido 40, la zona de lavado con disolvente a contracorriente 80 y la zona de lavado con agua a contracorriente 120 como se ha descrito anteriormente. La etapa (b) y la etapa (c) también pueden combinarse en una zona conocida como la zona de intercambio de licor de disolvente-agua a contracorriente **260** como se muestra en la figura 3. Finalmente, la etapa (a) y la etapa (b) pueden combinarse en una zona conocida como la zona de intercambio de licor de disolvente **270** como se muestra en la figura 4. Cada una de las realizaciones anteriores comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido capaz de realizar las funciones de las zonas combinadas como se ha descrito previamente. Los ejemplos de dispositivos que pueden usarse en la zona de intercambio de licor **250**, o la zona de intercambio de licor de disolvente-agua **260**, o la zona de intercambio de licor de disolvente **270** incluían, pero sin limitación, el siguiente tipo de dispositivos: centrifugas, ciclones, filtros, o una combinación de los mismos.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir una torta de ácido carboxílico seca (170), dicho proceso comprende:
- (a) eliminar, en una zona de separación sólido-líquido (40), las impurezas de una suspensión de ácido carboxílico (30) para formar un producto en suspensión o torta (70) y una corriente de agua madre (60), donde dicha suspensión de ácido carboxílico (30) se produce oxidando, en una zona de oxidación, una materia prima aromática; y donde dicha zona de separación sólido-líquido (40) comprende al menos un separador sólido-líquido que funciona a temperaturas entre 50 °C y 200 °C;
- (b) añadir disolvente a dicho producto en suspensión o torta (70) en una zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) para producir una torta de ácido carboxílico con disolvente (110) y una corriente de agua madre de disolvente (100); donde el disolvente comprende un ácido monocarboxílico alifático que contiene de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico, y mezclas de estos compuestos con agua; y donde la zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 °C a 155 °C;
- (c) opcionalmente, añadir agua en una zona de lavado con agua a contracorriente (120) a dicha torta carboxílica con disolvente (110) para producir una torta de ácido carboxílico húmeda en agua (150) y una corriente de licor de subproducto disolvente/agua (140); donde dicha zona de lavado a contracorriente comprende un dispositivo de separación sólido-líquido que funciona dentro de un intervalo de temperatura de 40 a 155 °C;
- (d) secar dicha torta de ácido tereftálico húmeda por agua (150) o dicha torta de ácido carboxílico con disolvente (110) en una zona de secado (160) para formar dicha torta de ácido tereftálico seca (170).
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho ácido carboxílico es seleccionado de entre un grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftaleno dicarboxílico, ácido trimelítico y mezclas de los mismos.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho ácido carboxílico es ácido tereftálico.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3, donde dicha suspensión de ácido carboxílico en bruto (30) que comprende además ácido tereftálico, catalizador, ácido acético, e impurezas, se extrae a una temperatura entre 110 °C y 200 °C de una zona de oxidación.
5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 para producir una torta de ácido tereftálico seca, dicho proceso comprende:
- (a) eliminar en una zona de separación sólido-líquido (40) las impurezas de una suspensión de ácido tereftálico (30) para formar un producto de ácido tereftálico en suspensión o torta (70) y una corriente de aguas madre (60);
- (b) añadir disolvente en una zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) a dicho producto de ácido tereftálico en suspensión o torta (70) para producir una torta con disolvente (110) y una corriente de agua madre de disolvente (100);
- (c) opcionalmente, añadir agua en una zona de lavado con agua a contracorriente (120) a dicha torta de ácido tereftálico con disolvente (110) para producir una torta de ácido tereftálico húmeda por agua (150) y una corriente de licor de subproducto de disolvente/agua (140);
- (d) secar dicha torta de ácido tereftálico húmeda por agua (150) o dicha torta de ácido tereftálico con disolvente (110) en una zona de secado (160) para formar dicha torta de ácido tereftálico seca (170).
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde dicha suspensión de ácido carboxílico en bruto (30) que comprende además ácido tereftálico, catalizador, ácido acético, e impurezas, se extrae a una temperatura entre 110 °C y 200 °C de una zona de oxidación.
7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde dicha zona de lavado con agua a contracorriente (80) comprende de 2 a 4 etapas de lavado con agua a contracorriente.
8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde dicha zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) comprende de 2 a 4 etapas de lavados con disolvente a contracorriente.
9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 7, donde dicha zona de lavado con disolvente a contracorriente (80) comprende de 2 a 4 etapas de lavados con disolvente a contracorriente.

