

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 483**

51 Int. Cl.:

C07C 51/265 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

B01J 8/22 (2006.01)

B01J 10/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.12.2010 PCT/US2010/059626**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.08.2011 WO11093948**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2010 E 10793112 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.09.2017 EP 2528886**

54 Título: **Sistema de oxidación con reactor secundario de extracción lateral**

30 Prioridad:

**01.12.2010 US 957730
29.01.2010 US 299453 P
29.01.2010 US 299455 P
29.01.2010 US 299450 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.11.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHAIKH, ASHFAQ;
WONDERS, ALAN, GEORGE y
LANGE, DAVID**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 640 483 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

Sistema de oxidación con reactor secundario de extracción lateral

5 REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUDES RELACIONADAS

Esta solicitud reivindica prioridad de las siguientes tres: solicitud provisional de EE.UU. de número de serie: 61/299.450, presentada el 29 de enero de 2010, titulada "SISTEMA DE OXIDACIÓN CON REACTOR SECUNDARIO DE EXTRACCIÓN LATERAL", solicitud provisional de EE.UU. nº de serie 61/299.453, presentada el 10 29 de enero de 2010, titulada "SISTEMA DE OXIDACIÓN CON REACTOR SECUNDARIO DE EXTRACCIÓN LATERAL" y solicitud provisional de EE.UU. nº de serie 61/299.453, presentada el 29 de enero de 2010, titulada "SISTEMA DE OXIDACIÓN CON REACTOR SECUNDARIO DE EXTRACCIÓN LATERAL".

ANTECEDENTES

15

1. Campo de la invención

Esta invención se refiere en general a un proceso para la producción de una composición de ácido tereftálico. Un aspecto de la invención atañe a la oxidación parcial de para-xileno para producir ácido tereftálico bruto, que puede 20 someterse después de ello a purificación y separación. Otro aspecto de la invención atañe a un sistema reactor mejorado que proporciona un proceso de oxidación más efectivo y económico.

2. Descripción de la técnica relacionada

25 Las reacciones de oxidación en fase líquida se emplean en una variedad de procesos comerciales existentes. Por ejemplo, actualmente se usa la oxidación en fase líquida para la oxidación de aldehídos a ácidos (p.ej., propionaldehído a ácido propiónico), la oxidación de ciclohexano a ácido adípico y la oxidación de productos alquilaromáticos a alcoholes, ácidos o diácidos. Es un proceso de oxidación comercial particularmente significativo de la última categoría (oxidación de productos alquilaromáticos) la oxidación parcial catalítica en fase líquida de 30 para-xileno a ácido tereftálico. El ácido tereftálico es un compuesto importante con una variedad de aplicaciones. El uso primario del ácido tereftálico es como materia prima en la producción de poli(terefalato de etileno) ("PET"). El PET es un plástico bien conocido usado en grandes cantidades en todo el mundo para elaborar productos tales como botellas, fibras y envases.

35 En un proceso de oxidación en fase líquida típico, incluyendo la oxidación parcial de para-xileno a ácido tereftálico, se introducen una corriente de alimentación en fase líquida y una corriente de oxidante en fase gaseosa en un reactor y forman un medio de reacción multifásico en el reactor. La corriente de alimentación en fase líquida introducida en el reactor contiene al menos un compuesto orgánico oxidable (p.ej., para-xileno), mientras que la corriente de oxidante en fase gaseosa contiene oxígeno molecular. Al menos una porción del oxígeno molecular 40 introducido en el reactor en forma de gas se disuelve en la fase líquida del medio de reacción, proporcionando disponibilidad de oxígeno para la reacción en fase líquida. Si la fase líquida del medio de reacción multifásico contiene una concentración insuficiente de oxígeno molecular (es decir, si ciertas porciones del medio de reacción están "privadas de oxígeno"), reacciones secundarias indeseables pueden generar impurezas y/o las reacciones pretendidas pueden retardar su tasa. Si la fase líquida del medio de reacción contiene demasiado poco compuesto 45 oxidable, la tasa de reacción puede ser indeseablemente lenta. Además, si la fase líquida de medio de reacción contiene una concentración en exceso del compuesto oxidable, las reacciones secundarias indeseables adicionales pueden generar impurezas.

Los reactores de oxidación en fase líquida convencionales están equipados con medios de agitación para mezclar el 50 medio de reacción multifásico contenido en los mismos. La agitación de medio de reacción se suministra en un esfuerzo por promover la disolución del oxígeno molecular en la fase líquida del medio de reacción, mantener concentraciones relativamente uniformes de oxígeno disuelto en la fase líquida del medio de reacción y mantener concentraciones relativamente uniformes de compuesto orgánico oxidable en la fase líquida del medio de reacción.

55 La agitación del medio de reacción que experimenta oxidación en fase líquida se proporciona frecuentemente por medios de agitación mecánica en recipientes tales como, por ejemplo, reactores continuos de tanque agitado ("CSTR"). Aunque los CSTR pueden proporcionar un mezclado exhaustivo del medio de reacción, los CSTR tienen una serie de inconvenientes. Por ejemplo, los CSTR tienen un coste de capital relativamente alto debido a su requisito de motores caros, soportes y ejes de transmisión sellados para fluidos y/o mecanismos de agitación 60 complejos. Además, los componentes mecánicos rotativos y/u oscilantes de los CSTR convencionales requieren un

mantenimiento regular. El tiempo de trabajo y de apagado asociado a dicho mantenimiento añade coste operativo a los CSTR. Sin embargo, incluso con un mantenimiento regular, los sistemas de agitación mecánica empleados en los CSTR tienden al fallo mecánico y pueden requerir el reemplazo en periodos relativamente cortos de tiempo.

5 Los reactores de columna de burbujas proporcionan una alternativa atractiva a los CSTR y otros reactores de oxidación agitados mecánicamente. Los reactores de columna de burbujas proporcionan la agitación del medio de reacción sin requerir un equipo mecánico caro y poco fiable. Los reactores de columna de burbujas incluyen típicamente una zona de reacción vertical alargada en la que está contenido el medio de reacción. La agitación del medio de reacción en la zona de reacción se proporciona principalmente por la flotabilidad natural de las burbujas de gas que se elevan a través de la fase líquida del medio de reacción. Esta agitación por flotabilidad natural proporcionada en los reactores de columna de burbujas reduce los costes de capital y mantenimiento respecto a los reactores agitados mecánicamente. Además, la ausencia sustancial de partes mecánicas móviles asociadas a los reactores de columna de burbujas proporciona un sistema de oxidación que tiende menos al fallo mecánico que los reactores agitados mecánicamente.

15 Cuando se lleva a cabo la oxidación parcial en fase líquida de para-xileno en un reactor de oxidación convencional (CSTR o columna de burbujas), el producto extraído del reactor es típicamente una suspensión que comprende ácido tereftálico bruto ("CTA") y una solución madre. El CTA contiene niveles relativamente altos de impurezas (p.ej., 4-carboxibenzaldehído, ácido para-toluico, fluorenonas y otros cuerpos coloreados) que lo vuelven inadecuado como materia prima para la producción de PET. Por tanto, el CTA producido en reactores de oxidación convencionales se somete típicamente a un proceso de purificación que convierte el CTA en ácido tereftálico purificado ("PTA") adecuado para elaborar PET.

20 El documento WO 2007/081507 (y de forma similar el WO 2007106289) da a conocer procesos y aparatos para llevar a cabo la oxidación en fase líquida de un compuesto oxidable. Dicha oxidación en fase líquida se lleva a cabo en un reactor de columna de burbujas que proporciona una reacción eficiente a temperaturas relativamente bajas. Cuando el compuesto oxidado es para-xileno y el producto de la reacción de oxidación es ácido tereftálico (CTA), dicho producto de CTA puede purificarse y separarse mediante técnicas más económicas que las que podrían emplearse si el CTA se formara mediante un proceso de oxidación a alta temperatura convencional.

30 Aunque se han hecho avances en la técnica de las reacciones de oxidación en fase sólida, siguen necesitándose mejoras.

RESUMEN DE LA INVENCION

35 Una realización de la presente invención atañe a un sistema para producir ácido tereftálico poniendo en contacto una suspensión con un oxidante en fase gaseosa, de acuerdo con la reivindicación 1. El sistema de esta realización comprende un reactor de oxidación primario que comprende una primera salida de suspensión y un segundo reactor de oxidación secundario que comprende una entrada de suspensión, una segunda salida de suspensión, una entrada de oxidante normalmente inferior y una entrada de oxidante normalmente superior. En esta realización, la entrada de suspensión está en comunicación de flujo fluido posterior con la primera salida de suspensión; el reactor de oxidación secundario define en el mismo una zona de reacción secundaria que tiene una longitud máxima L_s y un diámetro máximo D_s , la entrada de oxidante normalmente inferior está espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria menos de $0,5L_s$, la entrada de oxidante normalmente superior está espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria al menos $0,5L_s$ y la entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$, además de acuerdo con la reivindicación 1.

50 Otra realización de la presente invención atañe a un sistema para producir ácido tereftálico poniendo en contacto una suspensión producida mediante oxidación con un oxidante en fase gaseosa. El sistema de esta realización comprende un reactor de oxidación primario que comprende una primera salida de suspensión y un reactor de oxidación secundario que comprende una entrada de suspensión, una segunda salida de suspensión y una entrada de oxidante normalmente superior. En esta realización, la entrada de suspensión está en comunicación de flujo fluido posterior con la primera salida de suspensión; el reactor de oxidación secundario define en el mismo una zona de reacción secundaria que tiene una longitud máxima L_s y un diámetro máximo D_s , la entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$ y la entrada de oxidante normalmente superior está espaciada por encima de la entrada de suspensión menos de $0,4 L_s$ de acuerdo con la reivindicación 4.

60 Todavía otra realización de la presente invención atañe a un procedimiento para elaborar una composición de ácido

tereftálico de acuerdo con la reivindicación 11. El procedimiento de esta realización comprende (a) someter un primer medio de reacción multifásico que comprende un compuesto oxidable a oxidación en una zona de reacción primaria definida en un reactor de oxidación primario para producir así una primera suspensión; y (b) poner en contacto al menos una porción de la primera suspensión con un oxidante en fase gaseosa en una zona de reacción secundaria definida en un reactor de oxidación secundario para producir así una segunda suspensión. En esta realización, la zona de reacción secundaria tiene una longitud máxima L_s y un diámetro máximo D_s , se introduce una primera porción del oxidante en fase gaseosa en la zona de reacción secundaria en una primera región de entrada de oxidante espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria al menos $0,5 L_s$, donde la primera porción del oxidante en fase gaseosa constituye en el intervalo de 5 a 49 % en peso del volumen total del oxidante en fase gaseosa introducido en la zona de reacción secundaria, y donde se introduce al menos una porción de la primera suspensión en la zona de reacción secundaria en una región de entrada de suspensión espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$, además de acuerdo con la reivindicación 11.

15 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Las realizaciones de la invención se describen con detalle a continuación con referencia a las figuras dibujadas adjuntas, donde:

20 la FIG. 1 es una vista lateral de un reactor de oxidación construido de acuerdo con una realización de la presente invención, que ilustra particularmente la introducción de corrientes de alimentación, oxidante y reflujo al reactor, la presencia de un medio de reacción multifásico en el reactor y la extracción de un gas y una suspensión de la parte superior e inferior del reactor, respectivamente;

25 la FIG. 2 es una vista lateral de un reactor de columna de burbujas equipado con un reactor de oxidación secundario externo que recibe una suspensión de una extracción lateral en el reactor de oxidación primario;

30 la FIG. 3 es una vista en sección inferior ampliada del reactor de extracción lateral tomada a lo largo de la línea 3-3 de la FIG. 2, que ilustra particularmente la localización y configuración de un rociador de oxidante superior usado para introducir al menos una porción de una corriente de oxidante en el reactor;

35 la FIG. 4 es una vista lateral de un reactor de columna de burbujas que contiene un medio de reacción multifásico, que ilustra particularmente el medio de reacción que se reparte teóricamente en 30 cortes horizontales de igual volumen para cuantificar ciertos gradientes en el medio de reacción:

40 la FIG. 5 es una vista lateral de un reactor de columna de burbujas que contiene un medio de reacción multifásico, que ilustra particularmente el primer y segundo volúmenes continuos del 20 % discretos del medio de reacción que tienen concentraciones de oxígeno y/o tasas de consumo de oxígeno sustancialmente diferentes; y

45 la FIG. 6 es un diagrama de flujo de proceso simplificado de un proceso para elaborar PTA de acuerdo con una realización de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

45 Diversas realizaciones de la presente invención atañen a la oxidación parcial en fase líquida de un compuesto oxidable. Dicha oxidación puede llevarse a cabo en la fase líquida de un medio de reacción multifásico contenido en uno o más reactores agitados. Los reactores agitados adecuados son reactores agitados de burbujas, en particular reactores de columna de burbujas de acuerdo con la presente invención, la oxidación en fase líquida se lleva a cabo usando al menos un reactor de columna de burbujas.

50 Como se usa en la presente memoria, el término "reactor de columna de burbujas" denotará un reactor para facilitar reacciones químicas en un medio de reacción multifásico, donde la agitación del medio de reacción se proporciona principalmente por el movimiento ascendente de las burbujas de gas a través del medio de reacción. Como se usa en la presente memoria, el término "agitación" denotará el trabajo disipado en el medio de reacción que causa flujo y/o mezclado del fluido. Como se usan en la presente memoria, los términos "mayoría", "principalmente" y "predominantemente" significarán más de un 50 %. Como se usa en la presente memoria, el término "agitación mecánica" denotará agitación del medio de reacción causada por el movimiento físico de un elemento o elementos rígidos o flexibles contra o dentro del medio de reacción. Por ejemplo, la agitación mecánica puede proporcionarse por rotación, oscilación y/o vibración de agitadores internos, paletas, vibradores o diafragmas acústicos localizados en el medio de reacción. Como se usa en la presente memoria, el término "agitación de flujo" denotará agitación del

medio de reacción causada por inyección a alta velocidad y/o recirculación de uno o más fluidos en el medio de reacción. Por ejemplo, la agitación de flujo puede proporcionarse por toberas, eyectores y/o educutores.

5 En diversas realizaciones, la porción de agitación del medio de reacción en el reactor de columna de burbujas durante la oxidación proporcionada por la agitación mecánica y/o de flujo puede ser menor del 40 %, menor del 20 % o menor del 5 %. Adicionalmente, la cantidad de agitación mecánica y/o de flujo conferida al medio de reacción multifásico durante la oxidación puede ser menor de 3 kilowatios por metro cúbico del medio de reacción, menor de 2 kilowatios por metro cúbico o menor de 1 kilowatio por metro cúbico.

10 Haciendo referencia ahora a la FIG. 1, se ilustra un reactor de columna de burbujas (20) que comprende una carcasa de recipiente (22) que tiene una sección de reacción (24) y una sección de desprendimiento (26). La sección de reacción (24) define una zona de reacción (28), mientras que la sección de desprendimiento (26) define una zona de desprendimiento (30). Puede introducirse en la zona de reacción (28) una corriente de alimentación predominantemente en fase líquida a través de las entradas de alimentación (32a,b,c,d). Puede introducirse en la
15 zona de reacción (28) una corriente de oxidante en fase predominantemente gaseosa a través de un rociador de oxidante (34) localizado en la porción inferior de la zona de reacción (28). La corriente de alimentación en fase líquida y la corriente de oxidante en fase gaseosa forman cooperativamente un medio de reacción multifásico (36) en la zona de reacción (28). En diversas realizaciones, el medio de reacción multifásico (36) comprende una fase líquida y una fase gaseosa. En otras diversas realizaciones, el medio de reacción multifásico (36) puede comprender un medio trifásico que tiene componentes de fase sólida, fase líquida y fase gaseosa. El componente de fase sólida del medio de reacción (36) puede precipitar en la zona de reacción (28) como resultado de la reacción de oxidación llevada a cabo en la fase líquida del medio de reacción (36). El reactor de columna de burbujas (20) incluye una salida de suspensión (38) localizada cerca de la parte inferior de la zona de reacción (28) y una salida de gas (40) localizada cerca de la parte superior de la zona de desprendimiento (30). Puede extraerse un efluente de suspensión
20 que comprende componentes de fase líquida y de fase sólida del medio de reacción (36) de la zona de reacción (28) a través de la salida de suspensión (38), mientras que se puede extraerse un efluente predominantemente gaseoso de la zona de desprendimiento (30) a través de la salida de gases (40).

La corriente de alimentación en fase líquida introducida en el reactor de columna de burbujas (20) a través de las
30 entradas de alimentación (32a,b,c,d) puede comprender un compuesto oxidable, un disolvente y un sistema catalizador.

El compuesto oxidable presente en la corriente en fase líquida comprende para-xileno. En una o más realizaciones, el compuesto oxidable es para-xileno.

35 Un "grupo hidrocarbilo", como se define en la presente memoria, es al menos un átomo de carbono que está unido solo a átomos de hidrógeno u otros átomos de carbono. Un "grupo hidrocarbilo sustituido", como se define en la presente memoria, es al menos un átomo de carbono unido a al menos un heteroátomo y a al menos un átomo de hidrógeno. "Heteroátomos", como se define en la presente memoria, son todos los átomos distintos de átomos de carbono e hidrógeno. Los compuestos aromáticos, como se definen en la presente memoria, comprenden un anillo aromático. Dichos compuestos aromáticos pueden tener al menos 6 átomos de carbono y, en diversas realizaciones, pueden tener solo átomos de carbono como parte del anillo. Los ejemplos adecuados de dichos anillos aromáticos incluyen, pero sin limitación, benceno, bifenilo, terfenilo, naftaleno y otros anillos aromáticos fusionados basados en carbono.

45 Si un compuesto oxidable presente en la corriente de alimentación en fase líquida es un compuesto normalmente sólido (es decir, es un sólido a temperatura y presión estándares), dicho compuesto oxidable puede disolverse sustancialmente en el disolvente cuando se introduce en la zona de reacción (28). El punto de ebullición de un compuesto oxidable a presión atmosférica puede ser de al menos aproximadamente 50 °C, en el intervalo de 80 a
50 400 °C, o en el intervalo de 125 a 155 °C. La cantidad de compuesto oxidable presente en la alimentación en fase líquida puede estar en el intervalo de 2 a 40 % en peso, en el intervalo de 4 a 20 % en peso o en el intervalo de 6 a 15 % en peso.

Se señala ahora que el compuesto oxidable presente en la alimentación en fase líquida puede comprender una
55 combinación de dos o más compuestos químicos oxidables diferentes. Estos dos o más materiales químicos diferentes pueden alimentarse entremezclados en la corriente de alimentación en fase líquida o pueden alimentarse separadamente en múltiples corrientes de alimentación. Por ejemplo, puede alimentarse al reactor un compuesto oxidable que comprende para-xileno, meta-xileno, para-tolualdehído, ácido para-toluico y acetaldehído a través de una sola entrada o múltiples entradas separadas.

60

El disolvente presente en la corriente de alimentación en fase líquida puede comprender un componente ácido y un componente acuoso. El disolvente puede estar presente en la corriente de alimentación en fase líquida a una concentración en el intervalo de aproximadamente 60 a aproximadamente 98 % en peso, en el intervalo de aproximadamente 80 a aproximadamente 96 % en peso o en el intervalo de 85 a 94 % en peso. El componente ácido del disolvente es preferiblemente principalmente un ácido monocarboxílico orgánico de bajo peso molecular que tiene 1-6 átomos de carbono o 2 átomos de carbono. En diversas realizaciones, el componente ácido del disolvente puede ser principalmente ácido acético. El componente ácido puede constituir al menos aproximadamente un 75 % en peso del disolvente, al menos aproximadamente un 80 % en peso del disolvente o en el intervalo de 85 a 98 % en peso del disolvente, siendo el resto agua o principalmente agua. El disolvente introducido en el reactor de columna de burbujas (20) puede incluir pequeñas cantidades de impurezas tales como, por ejemplo, para-tolualdehído, tereftaldehído, 4-carboxibenzaldehído ("4-CBA"), ácido benzoico, ácido para-toluico, aldehído para-toluico, ácido alfa-bromo-para-toluico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido trimelítico, compuestos poliaromáticos y/o partículas suspendidas. En diversas realizaciones, la cantidad total de impurezas en el disolvente introducido en el reactor de columna de burbujas (20) es menor de aproximadamente un 3 % en peso.

El sistema catalizador presente en la corriente de alimentación en fase líquida puede ser un sistema catalizador en fase líquida homogéneo capaz de promover la oxidación (incluyendo la oxidación parcial) del compuesto oxidable. En diversas realizaciones, el sistema catalizador puede comprender al menos un metal de transición multivalente. En una o más realizaciones, el metal de transición multivalente puede comprender cobalto. Adicionalmente, el sistema catalizador puede comprender cobalto y bromo. Además, el sistema catalizador puede comprender cobalto, bromo y manganeso.

Cuando está presente cobalto en el sistema catalizador, la cantidad de cobalto presente en la corriente de alimentación en fase líquida puede ser tal que la concentración de cobalto en la fase líquida del medio de reacción (36) se mantenga en el intervalo de aproximadamente 300 a 6.000 partes por millón en peso (ppmp), en el intervalo de aproximadamente 700 a aproximadamente 4.200 ppmp o el intervalo de 1.200 a 3.000 ppmp. Cuando está presente bromo en el sistema catalizador, la cantidad de bromo presente en la corriente de alimentación en fase líquida puede ser tal que la concentración de bromo en la fase líquida del medio de reacción (36) se mantenga en el intervalo de aproximadamente 300 a aproximadamente 5.000 ppmp, en el intervalo de aproximadamente 600 a aproximadamente 4.000 ppmp o en el intervalo de 900 a 3.000 ppmp. Cuando está presente manganeso en el sistema catalizador, la cantidad de manganeso presente en la corriente de alimentación en fase líquida puede ser tal que la concentración de manganeso en la fase líquida del medio de reacción (36) se mantenga en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 1.000 ppmp, en el intervalo de aproximadamente 40 a aproximadamente 500 ppmp o en el intervalo de 50 a 200 ppmp.

Las concentraciones de cobalto, bromo y/o manganeso en la fase líquida del medio de reacción (36) proporcionado anteriormente se expresan con una base promediada en tiempo y promediada en volumen. Como se usa en la presente memoria, el término "promediado en tiempo" denotará una media de al menos 10 medidas tomadas igualmente durante un periodo continuo de al menos 100 segundos. Como se usa en la presente memoria, el término "promediado en volumen" denotará una media de al menos 10 medidas tomadas a espaciados tridimensionales uniformes a lo largo de un cierto volumen.

La relación en peso de cobalto a bromo (Co:Br) en el sistema catalizador introducido en la zona de reacción (28) puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,25:1 a aproximadamente 4:1, en el intervalo de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 3:1 o en el intervalo de 0,75:1 a 2:1. La relación en peso de cobalto a manganeso (Co:Mn) en el sistema catalizador introducido en la zona de reacción (28) puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,3:1 a aproximadamente 40:1, en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 30:1 o en el intervalo de 10:1 a 25:1.

La corriente de alimentación en fase líquida introducida en el reactor de columna de burbujas (20) puede incluir pequeñas cantidades de impurezas tales como, por ejemplo, tolueno, etilbenceno, para-tolualdehído, tereftaldehído, 4-CBA, ácido benzoico, ácido para-toluico, aldehído para-toluico, ácido alfa-bromo-para-toluico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido trimelítico, compuestos poliaromáticos y/o partículas suspendidas. Como se emplea el reactor de columna de burbujas (20) para la producción de ácido tereftálico, meta-xileno y orto-xileno se consideran también impurezas. En diversas realizaciones, la cantidad total de impurezas en la corriente de alimentación en fase líquida introducida al reactor de columna de burbujas (20) puede ser menor de un 3 % en peso.

Aunque la FIG. 1 ilustra una realización donde el compuesto oxidable, el disolvente y el sistema catalizador se mezclan conjuntamente y se introducen en el reactor de columna de burbujas (20) como una sola corriente de alimentación, en una realización alternativa, el compuesto oxidable, el disolvente y el catalizador pueden introducirse

separadamente en el reactor de columna de burbujas (20). Por ejemplo, es posible alimentar una corriente de para-xileno puro al reactor de columna de burbujas (20) a través de una entrada separada de la entrada o entradas de disolvente y catalizador.

- 5 La corriente de oxidante en fase predominantemente gaseosa introducida en el reactor de columna de burbujas (20) a través del rociador de oxidante (34) comprende oxígeno molecular (O_2). En diversas realizaciones, la corriente de oxidante comprende en el intervalo de 5 a 40 % en moles de oxígeno molecular, en el intervalo de 15 a 30 % en moles de oxígeno molecular o en el intervalo de 18 a 24 % en moles de oxígeno molecular. El resto de la corriente de oxidante puede estar comprendido principalmente por un gas o gases, tales como nitrógeno, que sean inertes a la oxidación. En una o más realizaciones, la corriente de oxidante puede consistir esencialmente en oxígeno molecular y nitrógeno. En diversas realizaciones, la corriente de oxidante puede ser aire seco que comprende un 21 % en moles de oxígeno molecular y aproximadamente un 78 a aproximadamente un 81 % en moles de nitrógeno. En otras realizaciones, el oxidante en fase gaseosa puede ser aire enriquecido y puede comprender un 25 % en moles, un 30 % en moles, un 35 % en moles, un 40 % en moles, un 50 % en moles, un 55 % en moles, un 60 % en moles, un 70 % en moles o un 80 % en moles de oxígeno molecular. En todavía otras realizaciones, la corriente de oxidante puede comprender oxígeno sustancialmente puro.

Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, el reactor de columna de burbujas (20) puede estar equipado con un distribuidor de reflujo (42) colocado sobre una superficie superior (44) del medio de reacción (36). El distribuidor de reflujo (42) es operativo para introducir gotitas de una corriente de reflujo en fase predominantemente líquida en la zona de desprendimiento (30) mediante cualquier medio de formación de gotitas conocido en la materia. En diversas realizaciones, el distribuidor de reflujo (42) puede producir una pulverización de gotitas dirigidas descendentemente hacia la superficie superior (44) del medio de reacción (36). Esta pulverización descendente de gotitas puede afectar (es decir, compromete e influye en) al menos aproximadamente un 50 %, al menos aproximadamente un 75 % o al menos un 90 % del área de sección transversal horizontal máxima de la zona de desprendimiento (30). Esta pulverización de reflujo líquido descendente puede ayudar a prevenir la formación de espuma en o por encima de la superficie superior (44) del medio de reacción (36) y puede ayudar también al desprendimiento de cualquier gotita de líquido o suspensión atrapada en el gas de movimiento ascendente que fluye hacia la salida de gas (40). Además, el reflujo líquido puede servir para reducir la cantidad de partículas y compuestos potencialmente precipitantes (p.ej., ácido benzoico, ácido para-toluico, 4-CBA, ácido tereftálico y sales metálicas catalíticas disueltas) que salen en el efluente gaseoso extraído de la zona de desprendimiento (30) a través de la salida de gases (40). Además, la introducción de gotitas de reflujo en la zona de desprendimiento (30) puede usarse, mediante una acción de destilación, para ajustar la composición del efluente gaseoso extraído a través de la salida de gases (40).

- 35 La corriente de reflujo líquida introducida en el reactor de columna de burbujas (20) a través del distribuidor de reflujo (42) puede tener la misma o aproximadamente la misma composición que el componente disolvente de la corriente de alimentación en fase líquida introducida en el reactor de columna de burbujas (20) a través de las entradas de alimentación (32a,b,c,d). Por tanto, la corriente de reflujo líquida puede comprender un componente ácido y agua. El componente ácido de la corriente de reflujo puede ser un ácido monocarboxílico orgánico de bajo peso molecular que tiene 1-6 átomos de carbono o 2 átomos de carbono. En diversas realizaciones, el componente ácido de la corriente de reflujo puede ser ácido acético. Además, el componente ácido puede constituir al menos aproximadamente un 75 % en peso de la corriente de reflujo, al menos aproximadamente un 80 % en peso de la corriente de reflujo o en el intervalo de 85 a 98 % en peso de la corriente de reflujo, siendo el resto agua o principalmente agua. Debido a que la corriente de reflujo puede tener típicamente la misma o sustancialmente la misma composición que el disolvente en la corriente de alimentación en fase líquida, cuando esta descripción hace referencia al "disolvente total" introducido en el reactor, dicho "disolvente total" incluirá tanto la corriente de reflujo como la porción de disolvente de la corriente de alimentación.

50 Durante la oxidación en fase líquida en el reactor de columna de burbujas (20), pueden introducirse de forma sustancialmente continua las corrientes de alimentación, oxidante y reflujo en la zona de reacción (28), mientras que las corrientes efluentes de gas y suspensión se extraen de forma sustancialmente continua de la zona de reacción (28). Como se usa en la presente memoria, el término "de forma sustancialmente continua" significará durante un periodo de al menos 10 horas interrumpido por menos de 10 minutos. Durante la oxidación, puede introducirse de forma sustancialmente continua el compuesto oxidable (para-xileno) en la zona de reacción (28) a una tasa de al menos aproximadamente 8.000 kilogramos por hora, a una tasa en el intervalo de aproximadamente 15.000 a aproximadamente 200.000 kilogramos por hora, en el intervalo de aproximadamente 22.000 a 150.000 kilogramos por hora o en el intervalo de 30.000 a 100.000 kilogramos por hora. Aunque los caudales de las corrientes de alimentación, oxidante y reflujo entrantes pueden ser sustancialmente estacionarios, se señala ahora que una realización contempla aplicar por pulsos la corriente de alimentación, oxidante y/o reflujo entrante para mejorar el mezclado y la transferencia de masa. Cuando la corriente de alimentación, oxidante y/o reflujo entrante se introduce

en forma de pulsos, sus caudales pueden variar dentro de aproximadamente 0 a aproximadamente 500 % de los caudales de estado estacionario indicados en la presente memoria, dentro de aproximadamente 30 y aproximadamente 200 % de los caudales en estado estacionario indicados en la presente memoria o dentro de 80 y 120 % de los caudales en estado estacionario indicados en la presente memoria.

5

La tasa de reacción espaciotemporal media ("STR") en el reactor de columna de burbujas (20) se define como la masa de compuesto oxidable alimentada por unidad de volumen de medio de reacción (36) por unidad de tiempo (p.ej., kilogramos de para-xileno alimentados por metro cúbico por hora). En el uso convencional, la cantidad de compuesto oxidable no convertido en producto se restaría típicamente de la cantidad de compuesto oxidable en la corriente de alimentación antes de calcular la STR. Sin embargo, las conversiones y rendimientos son típicamente altos para muchos de los compuestos oxidables a los que se hace referencia en la presente memoria (p.ej., para-xileno) y es conveniente definir el término en la presente memoria como se afirma anteriormente. Por razones de costes de capital e inventario operativo, entre otras, la reacción puede realizarse con una alta STR. Sin embargo, realizar la reacción a una STR cada vez mayor puede afectar a la calidad o el rendimiento de la oxidación parcial. El reactor de columna de burbujas (20) puede ser particularmente útil cuando la STR del compuesto oxidable (p.ej., para-xileno) está en el intervalo de aproximadamente 25 kilogramos por metro cúbico por hora ("kg/m³/h") a aproximadamente 400 kg/m³/h, en el intervalo de aproximadamente 30 kg/m³/h a aproximadamente 250 kg/m³/h, en el intervalo de aproximadamente 35 kg/m³/h a aproximadamente 150 kg/m³/h o en el intervalo de 40 kg/m³/h a 100 kg/m³/h.

20

La STR de oxígeno en el reactor de columna de burbujas (20) se define como el peso de oxígeno molecular consumido por unidad de volumen del medio de reacción (36) por unidad de tiempo (p.ej., kilogramos de oxígeno molecular consumidos por metro cúbico por hora). Por razones de costes de capital y consumo oxidativo de disolvente, entre otras, la reacción puede realizarse con una alta STR de oxígeno. Sin embargo, realizar la reacción a una STR de oxígeno cada vez más alta reduce eventualmente la calidad o rendimiento de la oxidación parcial. Sin ligarse a teoría alguna, parece que esto se relaciona posiblemente con la tasa de transferencia de oxígeno molecular desde la fase gaseosa al líquido del área superficial interfásica y por ello al grueso del líquido. Una STR de oxígeno demasiado alta conduce posiblemente a un contenido de oxígeno disuelto demasiado bajo en el grueso de la fase líquida del medio de reacción.

30

La STR de oxígeno media global se define en la presente memoria con el peso de todo el oxígeno consumido en todo el volumen de medio de reacción (36) por unidad de tiempo (p.ej., kilogramos de oxígeno molecular consumido por metro cúbico por hora). El reactor de columna de burbujas (20) puede ser particularmente útil cuando la STR de oxígeno media global está en el intervalo de aproximadamente 25 kg/m³/h a aproximadamente 400 kg/m³/h, en el intervalo de aproximadamente 30 kg/m³/h a aproximadamente 250 kg/m³/h, en el intervalo de aproximadamente 35 kg/m³/h a aproximadamente 150 kg/m³/h o en el intervalo de 40 kg/m³/h a 100 kg/m³/h.

35

Durante la oxidación en el reactor de columna de burbujas (20), la relación de caudal de masa de disolvente total (tanto de las corrientes de alimentación como de reflujo) a caudal de masa de compuesto oxidable que entra en la zona de reacción (28) puede mantenerse en el intervalo de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 50:1, en el intervalo de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 40:1 o en el intervalo de 7,5:1 a 25:1. En diversas realizaciones, la relación de caudal de masa de disolvente introducido como parte de la corriente de alimentación a caudal de masa de disolvente introducido como parte de la corriente de reflujo puede mantenerse en el intervalo de aproximadamente 0,5:1 a nada de flujo de corriente de reflujo en absoluto, en el intervalo de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 4:1, en el intervalo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 2:1 o en el intervalo de 1,25:1 a 1,5:1.

45

Durante la oxidación en fase líquida en el reactor de columna de burbujas (20), puede introducirse la corriente de oxidante en el reactor de columna de burbujas (20) en una cantidad que proporcione oxígeno molecular algo por encima de la demanda estequiométrica de oxígeno. La cantidad de oxígeno molecular en exceso requerida para los mejores resultados con un compuesto oxidable particular afecta a la economía global de la oxidación en fase líquida. Durante la oxidación en fase líquida en el reactor de columna de burbujas (20), la relación de caudal de masa de corriente de oxidante a caudal de masa de compuesto orgánico (p.ej., para-xileno) que entra en el reactor (20) puede mantenerse en el intervalo de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 20:1, en el intervalo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 10:1 o en el intervalo de 2:1 a 6:1.

50

55

Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, las corrientes de alimentación, oxidante y reflujo introducidas en el reactor de columna de burbujas (20) pueden formar cooperativamente al menos una porción del medio de reacción multifásico (36). El medio de reacción (36) puede ser un medio trifásico que comprende una fase sólida, una fase líquida y una fase gaseosa. Como se menciona anteriormente, la oxidación del compuesto oxidable (para-xileno)

60

puede tener lugar predominantemente en la fase líquida del medio de reacción (36). Por tanto, la fase líquida del medio de reacción (36) puede comprender oxígeno disuelto y el compuesto oxidable. La naturaleza exotérmica de la reacción de oxidación que tiene lugar en el reactor de columna de burbujas (20) puede causar que se evapore/vaporice una porción del disolvente (p.ej., ácido acético y agua) introducido a través de las entradas de alimentación (32a,b,c,d). Por tanto, la fase gaseosa del medio de reacción (36) en el reactor (20) puede estar formada principalmente por disolvente vaporizado y una porción no reaccionada no disuelta de la corriente de oxidante.

Ciertos reactores de oxidación de la técnica anterior emplean tubos/aletas de intercambio de calor para calentar o enfriar el medio de reacción. Sin embargo, dichas estructuras de intercambio de calor pueden ser indeseables en el reactor y proceso de la invención descritos en la presente memoria. Por tanto, en diversas realizaciones el reactor de columna de burbujas (20) puede diseñarse para no incluir sustancialmente superficies que entren en contacto con el medio de reacción (36) y que exhiban un flujo térmico promediado en tiempo mayor de 30.000 vatios por metro cuadrado. Además, en diversas realizaciones, se va a retirar menos de aproximadamente un 50 %, menos de aproximadamente un 30 % o menos de un 10 % del calor de reacción promediado en tiempo del medio de reacción (36) por superficies de intercambio de calor.

La concentración de oxígeno disuelto en la fase líquida del medio de reacción (36) es un equilibrio dinámico entre la tasa de transferencia de masa de la fase gaseosa y la tasa de consumo de reactivo en la fase líquida (es decir, no se fija simplemente por la presión parcial de oxígeno molecular en la fase gaseosa de suministro, aunque este es un factor en la tasa de suministro de oxígeno disuelto y afecta a la concentración superior limitante de oxígeno disuelto). La cantidad de oxígeno disuelto varía localmente, siendo mayor cerca de las interfases de burbujas. Globalmente, la cantidad de oxígeno disuelto depende del equilibrio de factores de suministro y demanda en diferentes regiones del medio de reacción (36). Temporalmente, la cantidad de oxígeno disuelto depende de la uniformidad del mezclado de gas y líquido respecto a las tasas de consumo químico. En el diseño para hacer coincidir apropiadamente el suministro y la demanda de oxígeno disuelto en la fase líquida del medio de reacción (36), puede mantenerse la concentración de oxígeno promediada en tiempo y promediada en volumen en la fase líquida del medio de reacción (36) por encima de aproximadamente 1 ppm molar, en el intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 1.000 ppm molar, en el intervalo de aproximadamente 8 a aproximadamente 500 ppm molar o en el intervalo de 12 a 120 ppm molar.

La reacción de oxidación en fase líquida llevada a cabo en el reactor de columna de burbujas (20) puede ser una reacción de precipitación que genera sólidos. En diversas realizaciones, la oxidación en fase líquida llevada a cabo en el reactor de columna de burbujas (20) puede causar que al menos aproximadamente un 10 % en peso, al menos aproximadamente un 50 % en peso o al menos aproximadamente un 90 % en peso del compuesto oxidable (para-xileno) introducido en la zona de reacción (28) forme un compuesto sólido (partículas de ácido tereftálico bruto) en el medio de reacción (36). En una o más realizaciones, la cantidad total de sólidos en el medio de reacción (36) puede ser mayor de aproximadamente un 3 % en peso, en el intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 40 % en peso, en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 35 % en peso o en el intervalo de 15 a 30 % en peso, en una base promediada en tiempo y promediada en volumen. En diversas realizaciones, puede estar presente en el medio de reacción (36) una porción sustancial del producto de oxidación (p.ej., ácido tereftálico) producido en el reactor de columna de burbujas (20) en forma de sólidos, en contraposición al resto disuelto en la fase líquida del medio de reacción (36). La cantidad de producto de oxidación en fase sólida presente en el medio de reacción (36) puede ser de al menos aproximadamente un 25 % en peso del producto de oxidación total (fases sólida y líquida) en el medio de reacción (36), al menos aproximadamente un 75 % en peso del producto de oxidación total en el medio de reacción (36) o al menos un 95 % en peso del producto de oxidación total en el medio de reacción (36). Los intervalos numéricos proporcionados anteriormente para la cantidad de sólidos en el medio de reacción (36) se aplican a la operación en estado sustancialmente estacionario de la columna de burbujas (20) durante un periodo sustancialmente continuo de tiempo, no a la operación de arranque, apagado o subóptima del reactor de columna de burbujas (20). La cantidad de sólidos en el medio de reacción (36) se determina mediante un procedimiento gravimétrico. En este procedimiento gravimétrico, se extrae una porción representativa de suspensión del medio de reacción y se pesa. En condiciones que mantienen efectivamente el reparto sólido-líquido global presente en el medio de reacción, se retira el líquido libre de la porción de sólidos por sedimentación o filtración, efectivamente sin pérdida de sólidos precipitados y con menos de aproximadamente un 10 % de la masa líquida inicial restante en la porción de sólidos. El líquido restante en los sólidos se evapora hasta sequedad, efectivamente sin sublimación de sólidos. Se pesa la porción restante de los sólidos. La relación en peso de la porción de sólidos a peso de la porción original de suspensión es la fracción de sólidos, expresada típicamente como un porcentaje.

La reacción de precipitación llevada a cabo en el reactor de columna de burbujas (20) puede causar incrustación (es decir, acumulación de sólidos) sobre la superficie de ciertas estructuras rígidas que entran en contacto con el medio

de reacción (36). Por tanto, en una realización, puede diseñarse el reactor de columna de burbujas (20) para no incluir sustancialmente ninguna estructura interna de intercambio de calor, agitación o deflexión en la zona de reacción (28), porque dichas estructuras tendrían tendencia a la incrustación. Si están presentes estructuras internas en la zona de reacción (28) es deseable evitar estructuras internas que tengan superficies externas que incluyan una cantidad significativa de área superficial plana orientada hacia arriba, porque dichas superficies planas orientadas hacia arriba tendrían una alta tendencia a la incrustación. Por tanto, si está presente cualquier estructura interna en la zona de reacción (28), menos de aproximadamente un 20 % del área superficial externa expuesta orientada hacia arriba de dichas estructuras internas debería estar formada por superficies sustancialmente planas inclinadas menos de aproximadamente 15 ° de la horizontal. Se hace referencia a las estructuras internas con este tipo de configuración en la presente memoria como que tienen una configuración de "no incrustación".

Haciendo referencia de nuevo a la FIG. 1, la configuración física del reactor de columna de burbujas (20) ayuda a proporcionar una oxidación optimizada del compuesto oxidable (para-xileno) con una generación mínima de impurezas. En diversas realizaciones, la sección de reacción alargada (24) de la carcasa de recipiente (22) puede incluir un cuerpo principal sustancialmente cilíndrico (46) y una cabeza inferior (48). El extremo superior de la zona de reacción (28) se define por un plano horizontal (50) que se extiende a través de la parte superior del cuerpo principal cilíndrico (46). El extremo inferior (52) de la zona de reacción (28) se define por la menor superficie interna de la cabeza inferior (48). Típicamente, el extremo inferior (52) de la zona de reacción (28) está localizado próximo a la abertura de la salida de suspensión (38). Por tanto, la zona de reacción alargada (28) definida en el reactor de columna de burbujas (20) tiene una longitud máxima " L_p " medida desde el extremo superior (50) al extremo inferior (52) de la zona de reacción (28) a lo largo del eje de alargamiento del cuerpo principal cilíndrico (46). La longitud " L_p " de la zona de reacción (28) puede estar en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 100 metros, en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 75 metros o en el intervalo de 25 a 50 metros. La zona de reacción (28) tiene un diámetro máximo (anchura) " D_p " que es típicamente igual al diámetro interno máximo del cuerpo principal cilíndrico (46). El diámetro máximo D_p de la zona de reacción (28) puede estar en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 12 metros, en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 10 metros, en el intervalo de aproximadamente 3,1 a aproximadamente 9 metros o en el intervalo de 4 a 8 metros. En una o más realizaciones, la zona de reacción (28) puede tener una relación de longitud a diámetro " $L_p:D_p$ " en el intervalo de aproximadamente 6:1 a aproximadamente 30:1, en el intervalo de aproximadamente 8:1 a aproximadamente 20:1 o en el intervalo de 9:1 a 15:1.

Como se discute anteriormente, la zona de reacción (28) del reactor de columna de burbujas (20) recibe un medio de reacción multifásico (36). El medio de reacción (36) tiene un extremo inferior coincidente con el extremo inferior (52) de la zona de reacción (28) y un extremo superior localizado en la superficie superior (44). La superficie superior (44) del medio de reacción (36) se define a lo largo de un plano horizontal que corta la zona de reacción (28) en una localización vertical donde los contenidos de la zona de reacción (28) pasan de un estado continuo en fase gaseosa a un estado continuo en fase líquida. La superficie superior (44) puede estar colocada en la localización vertical donde la retención de gas promediada en tiempo local de un corte horizontal fino de los contenidos de la zona de reacción (28) es de 0,9.

El medio de reacción (36) tiene una altura máxima " H_p " medida entre sus extremos superior e inferior. La anchura máxima " W_p " del medio de reacción (36) es típicamente igual al diámetro máximo " D_p " del cuerpo principal cilíndrico (46). Durante la oxidación en fase líquida en el reactor de columna de burbujas (20), la H_p puede mantenerse de aproximadamente un 60 a aproximadamente un 120 % de L_p , de aproximadamente un 80 a aproximadamente un 110 % de L_p o de 85 a 100 % de L_p . En diversas realizaciones, el medio de reacción (36) puede tener una relación de altura a anchura " $H_p:W_p$ " mayor de aproximadamente 3:1, en el intervalo de aproximadamente 7:1 a 25:1, en el intervalo de aproximadamente 8:1 a aproximadamente 20:1 o en el intervalo de 9:1 a 15:1. En una realización de la invención, $L_p=H_p$ y $D_p=W_p$, de modo que las diversas dimensiones o relaciones proporcionadas en la presente memoria para L_p y D_p se aplican también a H_p y W_p , y viceversa.

Las relaciones de $L_p:D_p$ y $H_p:W_p$ relativamente altas proporcionadas de acuerdo con una realización de la invención pueden contribuir a varias ventajas importantes del sistema de la invención. Como se discute con más detalle a continuación, se ha descubierto que las relaciones altas de $L_p:D_p$ y $H_p:W_p$, así como ciertos otros rasgos discutidos a continuación, pueden promover gradientes verticales beneficiosos en las concentraciones de oxígeno molecular y/o compuesto oxidable (para-xileno) en el medio de reacción (36). Al contrario que los conocimientos convencionales, que favorecerían un medio de reacción bien mezclado con concentraciones relativamente uniformes a lo largo, se ha descubierto que el escalonamiento vertical de las concentraciones de oxígeno y/o compuesto oxidable facilita una reacción de oxidación más efectiva y económica. Minimizar las concentraciones de oxígeno y compuesto oxidable cerca de la parte superior del medio de reacción (36) puede ayudar a evitar la pérdida de oxígeno no reaccionado y compuesto oxidable no reaccionado a través de la salida de gas superior (40). Sin

embargo, si las concentraciones de compuesto oxidable y oxígeno no reaccionado son bajas a lo largo del medio de reacción (36), entonces la tasa y/o selectividad de la oxidación se reducen. Por tanto, en diversas realizaciones, las concentraciones de oxígeno molecular y/o compuesto oxidable pueden ser significativamente mayores cerca de la parte inferior del medio de reacción (36) que cerca de la parte superior del medio de reacción (36).

5

Además, las altas relaciones de $L_p:D_p$ y $H_p:W_p$ pueden causar que la presión en la parte inferior del medio de reacción (36) sea sustancialmente mayor que la presión en la parte superior del medio de reacción (36). Este gradiente de presión vertical es el resultado de la altura y densidad del medio de reacción (36). Es una ventaja de este gradiente de presión vertical que la presión elevada en la parte inferior del recipiente impulsa más solubilidad de oxígeno y transferencia de masa que las conseguibles de otro modo a temperaturas y presiones de cabeza comparables en reactores superficiales. Por tanto, la reacción de oxidación puede llevarse a cabo a menores temperaturas que las que se requerirían en un recipiente más superficial. Cuando se usa el reactor de columna de burbujas (20) para la oxidación parcial de para-xileno hasta ácido tereftálico bruto (CTA), la capacidad de funcionar a menores temperaturas de reacción con las mismas o mejores tasas de transferencia de masa de oxígeno tiene una serie de ventajas. Por ejemplo, la oxidación a baja temperatura de para-xileno reduce la cantidad de disolvente quemado durante la reacción. Como se discute con más detalle a continuación, la oxidación a baja temperatura favorece también la formación de partículas de CTA pequeñas, de alta área superficial, unidas débilmente y fácilmente disueltas, que pueden someterse a técnicas de purificación más económicas que las partículas de CTA grandes y densas de baja área superficial producidas por procesos de oxidación a alta temperatura convencionales.

10

Durante la oxidación en el reactor (20), la temperatura del medio de reacción (36) promediada en tiempo y promediada en volumen puede mantenerse en el intervalo de aproximadamente 125 a aproximadamente 200 °C, en el intervalo de aproximadamente 140 a aproximadamente 180 °C o en el intervalo de 150 a 170 °C. La presión de cabeza por encima del medio de reacción (36) puede mantenerse en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 bares manométricos ("barg"), en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 12 barg o en el intervalo de 4 a 8 barg. La diferencia de presión entre la parte superior del medio de reacción (36) y la parte inferior del medio de reacción (36) puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 5 bar, en el intervalo de aproximadamente 0,7 a aproximadamente 3 bar o en el intervalo de 1 a 2 bar. Aunque la presión de cabeza por encima del medio de reacción (36) puede mantenerse generalmente a un valor relativamente constante, una realización contempla aplicar pulsos de presión de cabeza para facilitar un mezclado y/o transferencia de masa mejorados en el medio de reacción (36). Cuando se aplican pulsos de presión de cabeza, los pulsos de presión pueden oscilar entre aproximadamente 60 a aproximadamente 140 %, entre aproximadamente 85 y aproximadamente 115 % o entre 95 y 105 % de la presión de cabeza del estado estacionario indicada en la presente memoria.

15

Es una ventaja adicional de la alta relación de $L_p:D_p$ de la zona de reacción (28) que puede contribuir a un aumento de la velocidad superficial media del medio de reacción (36). El término "velocidad superficial" y "velocidad superficial de gas", como se usa en la presente memoria con referencia al medio de reacción (36), denotará el caudal volumétrico de la fase gaseosa del medio de reacción (36) a una elevación en el reactor dividido entre el área de sección transversal horizontal del reactor a esa elevación. La velocidad superficial aumentada proporcionada por la alta relación de $L_p:D_p$ de la zona de reacción (28) puede promover el mezclado local y aumentar la retención de gas del medio de reacción (36). Las velocidades superficiales promediadas en tiempo del medio de reacción (36) a un cuarto de altura, media altura y/o tres cuartos de altura del medio de reacción (36) pueden ser mayores de aproximadamente 0,3 metros por segundo, en el intervalo de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 5 metros por segundo, en el intervalo de aproximadamente 0,9 a aproximadamente 4 metros por segundo o en el intervalo de 1 a 3 metros por segundo.

20

Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, la sección de desprendimiento (26) del reactor de columna de burbujas (20) puede ser simplemente una porción ampliada de la carcasa de recipiente (22) localizada inmediatamente por encima de la sección de reacción (24). La sección de desprendimiento (26) reduce la velocidad de la fase gaseosa de flujo ascendente en el reactor de columna de burbujas (20) a medida que la fase gaseosa se eleva por encima de la superficie superior (44) del medio de reacción (36) y se acerca a la salida de gases (40). Esta reducción de la velocidad ascendente de la fase gaseosa ayuda a facilitar la retirada de líquidos y/o sólidos atrapados en la fase gaseosa de flujo ascendente y reduce así la pérdida indeseable de ciertos componentes presentes en la fase líquida del medio de reacción (36).

25

La sección de desprendimiento (26) puede incluir una pared de transición generalmente frustocónica (54), una pared lateral ancha generalmente cilíndrica (56) y una cabeza superior (58). El extremo inferior estrecho de la pared de transición (54) está acoplado con la parte superior del cuerpo principal cilíndrico (46) de la sección de reacción (24). El extremo superior ancho de la pared de transición (54) está acoplado con la parte inferior de la pared lateral ancha

30

- (56). La pared de transición (54) puede extenderse hacia arriba y hacia afuera desde su extremo inferior estrecho a un ángulo en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 70 grados de la vertical, en el intervalo de aproximadamente 15 a aproximadamente 50 grados de la vertical o el intervalo de 15 a 45 grados de la vertical. La pared lateral ancha (56) tiene un diámetro máximo "X" que es generalmente mayor que el diámetro máximo "D_p" de la sección de reacción (24), aunque cuando la porción superior de la sección de reacción (24) tiene un diámetro menor que el diámetro máximo global de la sección de reacción (24), entonces X puede ser realmente menor que D_p. En diversas realizaciones, la relación de diámetro de la pared lateral ancha (56) a diámetro máximo de la sección de reacción (24) "X:D_p" puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,8:1 a aproximadamente 4:1, o en el intervalo de 1,1:1 a 2:1. La cabeza superior (58) está acoplada con la parte superior de la pared lateral ancha (56).
- 10 La cabeza superior (58) puede ser un miembro de cabeza generalmente elíptico que define una abertura central que permite escapar al gas de la zona de desprendimiento (30) a través de la salida de gases (40). Como alternativa, la cabeza superior (58) puede ser de cualquier forma, incluyendo cónica. La zona de desprendimiento (30) tiene una altura máxima "Y" medida desde la parte superior (50) de la zona de reacción (28) a la porción más alta de la zona de desprendimiento (30). La relación de longitud de la zona de reacción (28) a altura de la zona de desprendimiento (30) "L_p:Y" puede estar en el intervalo de 2:1 a 24:1, en el intervalo de aproximadamente 3:1 a 20:1 o en el intervalo de 4:1 a 16:1.

- Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, durante la operación puede introducirse un oxidante en fase gaseosa (p.ej. aire) en la zona de reacción (28) a través de las entradas de oxidante (66a,b) y el rociador de oxidante (34).
- 20 rociador de oxidante (34) puede tener cualquier forma o configuración que permita el paso del oxidante en fase gaseosa a la zona de reacción (28). Por ejemplo, el rociador de oxidante (34) puede comprender un miembro de anillo circular o poligonal (p.ej., octogonal) que define una pluralidad de aberturas de descarga de oxidante. En diversas realizaciones, algunas o todas de las aberturas de descarga de oxidante pueden configurarse para descargar el oxidante en fase gaseosa en una dirección generalmente descendente. Independientemente de la configuración específica del rociador de oxidante (34), el rociador de oxidante puede configurarse físicamente y funcionar de manera que minimice la caída de presión asociada a la descarga de la corriente de oxidante a través de la aberturas de descarga de oxidante y a la zona de reacción. Dicha caída de presión se calcula como la presión estática promediada en tiempo de la corriente de oxidante dentro del conducto de flujo en las entradas de oxidante (66a,b) del rociador de oxidante menos la presión estática promediada en tiempo en la zona de reacción a la elevación donde se introduce la mitad de la corriente de oxidante por encima de esa localización vertical y se introduce la mitad de la corriente oxidante por debajo de esta localización vertical. En diversas realizaciones, la caída de presión promediada en tiempo asociada a la descarga de la corriente de oxidante del rociador de oxidante (34) puede ser menor de aproximadamente 0,3 megapascuales ("MPa"), menor de aproximadamente 0,2 MPa, menor de aproximadamente 0,1 MPa, o menor de 0,05 MPa.

- 35 Opcionalmente, puede proporcionarse un aclarado continuo o intermitente al rociador de oxidante (34) con un líquido (p.ej., ácido acético, agua y/o para-xileno) para prevenir la incrustación del rociador de oxidante con sólidos. Cuando se emplea dicho aclarado líquido, puede pasarse una cantidad efectiva del líquido (es decir, no solo la cantidad mínima de gotitas de líquido que podrían estar naturalmente presentes en la corriente de oxidante) a través del rociador de oxidante y fuera de las aberturas de oxidante durante al menos un periodo de más de un minuto cada día. Cuando se descarga continua o periódicamente un líquido del rociador de oxidante (34), la relación promediada en tiempo de caudal de masa del líquido a través del rociador de oxidante a caudal de masa del oxígeno molecular a través del rociador de oxidante puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,05:1 a aproximadamente 30:1, en el intervalo de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 2:1 o en el intervalo de 0,2:1 a 1:1.

- 45 En muchos reactores de columna de burbujas convencionales que contienen un medio de reacción multifásico, sustancialmente todo el medio de reacción localizado por debajo del rociador de oxidante (u otros mecanismos para introducir la corriente de oxidante en la zona de reacción) tiene un valor muy bajo de retención de gas. Como es conocido en la materia, "retención de gas" es simplemente la fracción de volumen de un medio multifásico que está en estado gaseoso. Puede hacerse referencia también a las zonas de baja retención de gas en un medio como zonas "no aireadas". En muchos reactores de columna de burbujas de suspensión convencionales, se localiza una porción significativa del volumen total del medio de reacción por debajo del rociador de oxidante (u otro mecanismo para introducir la corriente de oxidante en la zona de reacción). Por tanto, una porción significativa del medio de reacción presente en la parte inferior de los reactores de columna de burbujas convencionales está no aireada.

- 55 Se ha descubierto que minimizar la cantidad de zonas no aireadas en un medio de reacción sometido a oxidación en un reactor de columna de burbujas puede minimizar la generación de ciertos tipos de impurezas indeseables. Las zonas no aireadas de un medio de reacción contienen relativamente pocas burbujas oxidantes. Este bajo volumen de burbujas oxidantes reduce la cantidad de oxígeno molecular disponible para disolución en la fase líquida del medio de reacción. Por tanto, la fase líquida en una zona no aireada del medio de reacción tiene una concentración

60

relativamente baja de oxígeno molecular. Estas zonas no aireadas privadas de oxígeno del medio de reacción tienen tendencia a promover reacciones secundarias indeseables, en lugar de la reacción de oxidación deseada. Por ejemplo, cuando se oxida parcialmente para-xileno para formar ácido tereftálico, una disponibilidad de oxígeno insuficiente en la fase líquida del medio de reacción puede causar la formación de cantidades indeseablemente altas de ácido benzoico y anillos aromáticos acoplados, en particular incluyendo moléculas coloreadas altamente indeseables tales como fluorenonas y antraquinonas.

De acuerdo con una o más realizaciones, se puede llevar a cabo la oxidación en fase líquida en un reactor de columna de burbujas configurado y operativo de tal manera que se minimice la fracción de volumen del medio de reacción con bajos valores de retención de gas. Esta minimización de las zonas no aireadas puede cuantificarse repartiendo teóricamente todo el volumen del medio de reacción en 2.000 cortes horizontales discretos de volumen uniforme. Con la excepción de los cortes horizontales más alto y más bajo, cada corte horizontal es un volumen discreto limitado por sus lados por la pared lateral del reactor y limitado por su parte superior e inferior por planos horizontales imaginarios. El corte horizontal más alto está limitado en su parte inferior por un plano horizontal imaginario y en su parte superior por la superficie superior del medio de reacción. El corte horizontal más bajo está limitado en su parte superior por un plano horizontal imaginario y en su parte inferior por el extremo inferior del recipiente. Una vez se ha repartido teóricamente el medio de reacción en 2.000 cortes horizontales discretos de igual volumen, puede determinarse la retención de gas promediada en tiempo y promediada en volumen de cada corte horizontal. Cuando se emplea este procedimiento de cuantificación de la cantidad de zonas no aireadas, el número de cortes horizontales que tienen una retención de gas promediada en tiempo y promediada en volumen menor de 0,1 puede ser menor de 30, menor de 15, menor de 6, menor de 4 o menor de 2. Además, el número de cortes horizontales que tienen una retención de gas menor de 0,2 puede ser menor de 80, menor de 40, menor de 20, menor de 12 o menor de 5. También, el número de cortes horizontales que tienen una retención de gas menor de 0,3 puede ser menor de 120, menor de 80, menor de 40, menor de 20 o menor de 15.

Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, se ha descubierto que colocar el rociador de oxidante (34) más abajo en la zona de reacción (28) proporciona varias ventajas, incluyendo la reducción de la cantidad de zonas no aireadas en el medio de reacción (36). Dada una altura " H_p " del medio de reacción (36), una longitud " L_p " de la zona de reacción (28) y un diámetro máximo " D_p " de la zona de reacción (28), puede introducirse la mayoría de la corriente de oxidante en la zona de reacción (28) dentro de aproximadamente $0,025H_p$, $0,022L_p$ y/o $0,25D_p$ del extremo inferior (52) de la zona de reacción (28), dentro de aproximadamente $0,02H_p$, $0,018L_p$ y/o $0,2D_p$ del extremo inferior (52) de la zona de reacción (28) o dentro de $0,015H_p$, $0,013L_p$ y/o $0,15D_p$ del extremo inferior (52) de la zona de reacción (28).

Además de las ventajas proporcionadas por la minimización de las zonas no aireadas (es decir, zonas con baja retención de gas) en el medio de reacción (36), se ha descubierto que la oxidación puede mejorarse maximizando la retención de gas de todo el medio de reacción (36). El medio de reacción (36) puede tener una retención de gas promediada en tiempo y promediada en volumen de al menos aproximadamente 0,4, en el intervalo de aproximadamente 0,6 a aproximadamente 0,9 o en el intervalo de 0,65 a 0,85. Varios atributos físicos y operativos del reactor de columna de burbujas (20) contribuyen a la alta retención de gas discutida anteriormente. Por ejemplo, para un tamaño de reactor y flujo de corriente de oxidante dados, la alta relación de $L_p:D_p$ de la zona de reacción (28) procura un menor diámetro que aumenta la velocidad superficial en el medio de reacción (36), lo que a su vez aumenta la retención de gas. Adicionalmente, el diámetro real de una columna de burbujas y la relación de $L_p:D_p$ son conocidos por influir en la retención de gas media incluso para una velocidad superficial constante dada. Además, la minimización de las zonas no aireadas, particularmente en la parte inferior de la zona de reacción (28), contribuye a un valor de retención de gas aumentado. Además, la presión de cabeza y configuración mecánica del reactor de columna de burbujas puede afectar a la estabilidad operativa a las altas velocidades superficiales y valores de retención de gas divulgados en la presente memoria.

Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, se ha descubierto que puede proporcionarse una distribución mejorada del compuesto oxidable (para-xileno) en el medio de reacción (36) introduciendo la corriente de alimentación en fase líquida en la zona de reacción (28) en múltiples localizaciones espaciadas verticalmente. En diversas realizaciones, la corriente de alimentación en fase líquida puede introducirse en la zona de reacción (28) a través de al menos 3 aberturas de alimentación, o al menos 4 aberturas de alimentación. Como se usa en la presente memoria, el término "aberturas de alimentación" denotará aberturas donde la corriente de alimentación en fase líquida se descarga en la zona de reacción (28) para mezclarse con el medio de reacción (36). En una o más realizaciones, al menos 2 de las aberturas de alimentación pueden estar espaciadas verticalmente entre sí al menos aproximadamente $0,5D_p$, al menos aproximadamente $1,5D_p$ o al menos $3D_p$. Sin embargo, la abertura de alimentación más alta puede estar espaciada verticalmente de la abertura de oxidante más baja no más de aproximadamente $0,75H_p$, $0,65L_p$ y/o $8D_p$; no más de aproximadamente $0,5H_p$, $0,4L_p$ y/o $5D_p$ o no más de $0,4H_p$, $0,35L_p$ y/o $4D_p$.

Aunque es deseable introducir la corriente de alimentación en fase líquida en múltiples localizaciones verticales, se ha descubierto también que se proporciona una distribución mejorada del compuesto oxidable en el medio de reacción (36) si se introduce la mayoría de la corriente de alimentación en fase líquida en la mitad inferior del medio de reacción (36) y/o la zona de reacción (28). En diversas realizaciones, pueden introducirse al menos aproximadamente un 75 % en peso o al menos un 90 % en peso de la corriente de alimentación en fase líquida en la mitad inferior del medio de reacción (36) y/o la zona de reacción (28). Además, se puede introducir al menos aproximadamente un 30 % en peso de la corriente de alimentación en fase líquida en la zona de reacción (28) dentro de aproximadamente $1,5D_p$ de la localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28). Esta localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28) está típicamente en la parte inferior del rociador de oxidante (34); sin embargo, se contemplan una variedad de configuraciones alternativas para introducir la corriente de oxidante en la zona de reacción (28) por diversas realizaciones. En una o más realizaciones, se introduce al menos aproximadamente un 50 % en peso de la alimentación en fase líquida dentro de aproximadamente $2,5D_p$ de la localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28). En otras realizaciones, se introduce al menos aproximadamente un 75 % en peso de la corriente de alimentación en fase líquida dentro de aproximadamente $5D_p$ de la localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28).

Cada abertura de alimentación define un área abierta a través de la cual se descarga la alimentación. En diversas realizaciones, al menos aproximadamente un 30 % del área abierta acumulada de todas las entradas de alimentación puede estar localizada dentro de aproximadamente $1,5D_p$ de la localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28). En otras realizaciones, al menos aproximadamente un 50 % del área abierta acumulada de todas las entradas de alimentación puede estar localizada dentro de aproximadamente $2,5D_p$ de la localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28). En todavía otras realizaciones, al menos aproximadamente un 75 % del área abierta acumulada de todas las entradas de alimentación puede estar localizada dentro de aproximadamente $5D_p$ de la localización vertical más baja donde se introduce la corriente de oxidante en la zona de reacción (28).

Haciendo referencia todavía a la FIG. 1, en una o más realizaciones, las entradas de alimentación (32a,b,c,d) pueden ser simplemente una serie de aberturas alineadas verticalmente a lo largo de un lado de la carcasa de recipiente (22). Estas aberturas de alimentación pueden tener diámetros sustancialmente similares de menos de aproximadamente 7 centímetros, en el intervalo de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 5 centímetros o en el intervalo de 0,4 a 2 centímetros. El reactor de columna de burbujas (20) puede estar equipado con un sistema para controlar el caudal de la corriente de alimentación en fase líquida fuera de cada abertura de alimentación. Dicho sistema de control de flujo puede incluir una válvula de control de flujo individual (74a,b,c,d) para cada entrada de alimentación respectiva (32a,b,c,d). Además, el reactor de columna de burbujas (20) puede estar equipado con un sistema de control de flujo que deje introducir al menos una porción de la corriente de alimentación en fase líquida en la zona de reacción (28) a una velocidad superficial de entrada elevada de al menos aproximadamente 2 metros por segundo, al menos aproximadamente 5 metros por segundo, al menos aproximadamente 6 metros por segundo o en el intervalo de 8 a 20 metros por segundo. Como se usa en la presente memoria, el término "velocidad superficial de entrada" denota el caudal volumétrico promediado en tiempo de la corriente de alimentación fuera de la abertura de alimentación dividido entre el área de la abertura de alimentación. En diversas realizaciones, puede introducirse al menos aproximadamente un 50 % en peso de la corriente de alimentación en la zona de reacción (28) a una velocidad superficial de entrada elevada. En una o más realizaciones, se introduce sustancialmente toda la corriente de alimentación en la zona de reacción (28) a una velocidad superficial de entrada elevada.

Haciendo referencia ahora a la FIG. 2, se ilustra un sistema reactor (100) que comprende un reactor de oxidación primario (102) y un reactor de oxidación secundario (104) de acuerdo con la presente invención. El reactor de oxidación primario (102) puede configurarse y funcionar sustancialmente de la misma manera que el reactor de columna de burbujas (20) descrito anteriormente con referencia a la FIG. 1.

De acuerdo con la presente invención, el reactor de oxidación primario (102) y el reactor de oxidación secundario (104) son reactores de columna de burbujas. El reactor de oxidación primario (102) puede incluir un recipiente de reacción primario (106) y un rociador de oxidante primario (108), mientras que el reactor de oxidación secundario (104) puede incluir un recipiente de reacción secundario (110) y un rociador de oxidante inferior (112). Como se discute con más detalle a continuación, el reactor de oxidación secundario (104) puede comprender opcionalmente uno o más rociadores de oxidante superiores también. En una o más realizaciones, los recipientes de reacción primario y secundario (106) y (110) pueden incluir cada uno una pared lateral vertical respectiva que tiene una configuración generalmente cilíndrica. La relación de altura máxima de la pared lateral vertical del recipiente de reacción secundario (110) a altura máxima de la pared lateral vertical del recipiente de reacción primario (106) puede

estar en el intervalo de 0,1:1 a 0,9:1, en el intervalo de 0,2:1 a 0,8:1, o en el intervalo de 0,3:1 a 0,7:1.

El recipiente de reacción primario (106) define en el mismo una zona de reacción primaria (116), mientras que el recipiente de reacción secundario (110) define en el mismo una zona de reacción secundaria (118). En diversas realizaciones, la relación de área de sección transversal horizontal máxima de la zona de reacción secundaria (118) a la zona de reacción primaria (116) puede estar en el intervalo de 0,01:1 a 0,75:1, en el intervalo de 0,02:1 a 0,5:1, o en el intervalo de 0,04:1 a 0,3:1. Adicionalmente, la relación en volumen de la zona de reacción primaria (116) a la zona de reacción secundaria (118) puede estar en el intervalo de 1:1 a 100:1, en el intervalo de 4:1 a 50:1, o en el intervalo de 8:1 a 30:1. Además, la zona de reacción primaria (116) puede tener una relación de altura vertical máxima a diámetro horizontal máximo en el intervalo de 3:1 a 30:1, en el intervalo de 6:1 a 20:1 o en el intervalo de 9:1 a 15:1.

Como se muestra en la FIG. 2, la zona de reacción secundaria (118) tiene una longitud vertical máxima L_s y un diámetro horizontal máximo D_s . En una o más realizaciones, la zona de reacción secundaria (118) puede tener una relación de longitud vertical máxima a diámetro horizontal máximo " $L_s:D_s$ " en el intervalo de 14:1 a 28:1, en el intervalo de 16:1 a 26:1, en el intervalo de 18:1 a 24:1, en el intervalo de 20:1 a 23:1 o en el intervalo de 21:1 a 22:1. En diversas realizaciones, el D_s de la zona de reacción secundaria (118) puede estar en el intervalo de 0,1 a 5 metros, en el intervalo de 0,3 a 4 metros o en el intervalo de 1 a 3 metros. Además, la L_s de la zona de reacción secundaria (118) puede estar en el intervalo de 1 a 100 metros, en el intervalo de 3 a 50 metros o en el intervalo de 10 a 40 metros.

Como con el reactor de columna de burbujas (20) descrito anteriormente con respecto a la FIG. 1, la zona de reacción primaria (116) tiene una longitud vertical máxima L_p y un diámetro horizontal máximo D_p . En diversas realizaciones, la relación de diámetro horizontal máximo de la zona de reacción secundaria (118) a diámetro horizontal máximo de la zona de reacción primaria (116) " $D_s:D_p$ " puede estar en el intervalo de 0,05:1 a 0,8:1, en el intervalo de 0,1:1 a 0,6:1 o en el intervalo de 0,2:1 a 0,5:1. Además, la relación de longitud vertical máxima de la zona de reacción secundaria (118) a longitud vertical máxima de la zona de reacción primaria (116) " $L_s:L_p$ " puede estar en el intervalo de 0,03:1 a 1:1, en el intervalo de 0,1:1 a 0,9:1 o en el intervalo de 0,3:1 a 0,8:1.

En diversas realizaciones, el reactor de oxidación secundario (104) puede estar localizado al lado del reactor de oxidación primario (102) (es decir, al menos una porción de los reactores de oxidación primario y secundario (102) y (104) comparten una elevación común). Como se señala anteriormente, la zona de reacción primaria (116) del reactor de oxidación primario (102) tiene un diámetro máximo D_p . En una o más realizaciones, el centroide volumétrico de la zona de reacción secundaria (118) puede estar espaciado horizontalmente del centroide volumétrico de la zona de reacción primaria (116) al menos $0,5D_p$, $0,75D_p$ o $1,0D_p$ y menos de $30D_p$, $10D_p$ o $3D_p$.

Cualquier parámetro (p.ej., altura, anchura, área, volumen, colocación horizontal relativa y colocación vertical relativa) especificado en la presente memoria para el recipiente de reacción primario (106) y accesorios se considera que se aplica a la zona de reacción primaria (116) definida por el recipiente de reacción primario (106), y viceversa. Además, cualquier parámetro especificado en la presente memoria para el recipiente de reacción secundario (110) y accesorios se considera también que se aplica a la zona de reacción secundaria (118) definida por el recipiente de reacción secundario (110), y viceversa.

Durante el funcionamiento normal del sistema reactor (100), el medio de reacción (120) puede experimentar en primer lugar oxidación en la zona de reacción primaria (116) del reactor de oxidación primario (102). El medio de reacción (120a) puede extraerse entonces de la zona de reacción primaria (116) y transferirse a la zona de reacción secundaria (118) a través del conducto (105). En la zona de reacción secundaria (118), las fases líquida y/o sólida del medio de reacción (120b) pueden someterse a oxidación adicional. En diversas realizaciones, al menos aproximadamente un 50, 75, 95 o 99 % en peso de las fase líquida y/o sólida extraídas de la zona de reacción primaria (116) puede procesarse en la zona de reacción secundaria (118). Los gases de cabeza pueden salir por una salida de gases superior del reactor de oxidación secundario (104) y pueden transferirse de nuevo a la reactor de oxidación primario (102) a través del conducto (107). Una fase en suspensión del medio de reacción (120b) puede salir por una salida de suspensión inferior (122) del reactor de oxidación secundario (104) y después de ello puede someterse a un procesamiento posterior adicional.

El conducto de entrada (105) puede ligarse al reactor de oxidación primario (102) a cualquier altura. Aunque no se muestra en la FIG. 2, el medio de reacción (120) puede bombearse mecánicamente a la zona de reacción secundaria (118) si se desea. Sin embargo, puede usarse también la el potencial de elevación (gravedad) para transferir el medio de reacción (120) desde la zona de reacción primaria (116) a través del conducto de entrada (105) y hasta la zona de reacción secundaria (118). Por consiguiente, el conducto de entrada (105) puede estar conectado

por un extremo con el 50, 30, 20 o 10 % superior de la altura y/o volumen total de la zona de reacción primaria (116). En otras realizaciones diversas, la salida de suspensión (no representada) a través de la cual el medio de reacción (120a) puede salir del reactor de oxidación primario (102) hasta el conducto de entrada (105) puede estar espaciado al menos $0,1L_p$, al menos $0,2L_p$ o al menos $0,3L_p$ de cada uno de los extremos normalmente superior y
5 normalmente inferior de la zona de reacción primaria (116).

En diversas realizaciones, el otro extremo del conducto de entrada (105) puede estar ligado en comunicación de flujo fluido con una entrada de suspensión (no representada) localizada en el 30, 20, 10 o 5 % superior de la altura y/o volumen total de la zona de reacción secundaria (118). La entrada de suspensión en el reactor de oxidación
10 secundario (104) es una entrada de suspensión a nivel medio espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria (118) una distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$, preferiblemente en el intervalo de $0,4L_s$ a $0,8L_s$, en el intervalo de $0,5L_s$ a $0,8L_s$ o en el intervalo de $0,55L_s$ a $0,6L_s$. Adicionalmente, la entrada de suspensión en el reactor de oxidación secundario (104) puede estar espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $9D_s$ a $15D_s$, preferiblemente en el intervalo de $10D_s$ a $14D_s$, o en el intervalo de
15 $11D_s$ a $13D_s$. En funcionamiento, puede introducirse al menos una porción del medio de reacción (120a) en la zona de reacción secundaria (118) a través de la entrada de suspensión a nivel medio. En diversas realizaciones, puede introducirse a través de la entrada de suspensión a nivel medio al menos un 5 % en volumen, al menos un 10 % en volumen, al menos un 20 % en volumen, al menos un 30 % en volumen, al menos un 50 % en volumen, al menos un 75 % en volumen o un 100 % en volumen de la cantidad total de medio de reacción (120a) introducido en la zona de
20 reacción secundaria (118).

En diversas realizaciones, el conducto de entrada (105) puede ser horizontal, sustancialmente horizontal y/o inclinado descendentemente desde el reactor de oxidación primario (102) hacia el reactor de oxidación secundario (104). En una o más realizaciones, el conducto de entrada (105) es horizontal o sustancialmente horizontal y puede
25 ser recto o sustancialmente recto. Por consiguiente, en una o más realizaciones, la salida de suspensión (no representada) del reactor de oxidación primario (102) puede estar a la misma o sustancialmente la misma elevación vertical que la entrada de suspensión (no representada) en el reactor de oxidación secundario (104).

En diversas realizaciones, el conducto de salida (107) puede ligarse a cualquier elevación del reactor de oxidación secundario (104). En diversas realizaciones, el conducto de salida (107) puede estar conectado con el reactor de oxidación secundario (104) por encima de la elevación de ligamiento del conducto de entrada (105). Además, el conducto de salida (107) puede ligarse a la parte superior del reactor de oxidación secundario (104). El conducto de salida (107) puede ligarse al reactor de oxidación primario (102) por encima de la elevación de ligamiento del conducto de entrada (105). En diversas realizaciones, el conducto de salida (107) se liga al 30, 20, 10 o 5 % superior
35 de la altura y/o volumen total de la zona de reacción primaria (116). El conducto de salida (107) puede ser horizontal y/o inclinado ascendentemente desde el reactor de oxidación secundario (104) hacia el reactor de oxidación primario (102). Aunque no se muestra en la FIG. 2, el conducto de salida (107) puede ligarse también directamente al conducto de salida de gas que extrae el efluente gaseoso de la parte superior del reactor de oxidación primario (102).
40

La extensión superior de la zona de reacción secundaria (116) puede estar por encima o por debajo de la extensión superior de la zona de reacción primaria (118). En diversas realizaciones, la extensión superior de la zona de reacción primaria (116) puede estar dentro de 10 metros por encima a 50 metros por debajo, de 2 metros por debajo a 40 metros por debajo o de 5 metros por debajo a 30 metros por debajo de la extensión superior de la zona de
45 reacción secundaria (118). La extensión inferior de la zona de reacción secundaria (118) puede estar elevada por encima o por debajo de la extensión inferior de la zona de reacción primaria (116). En diversas realizaciones, la extensión inferior de la zona de reacción primaria (116) puede estar elevada dentro de aproximadamente 40, 20, 5 o 2 metros por encima o por debajo de la extensión inferior de la zona de reacción secundaria (118).

La salida de suspensión inferior (122) puede salir a cualquier elevación del reactor de oxidación secundario (104). En diversas realizaciones, la salida de suspensión inferior (122) puede estar conectada con el reactor de oxidación secundario (104) por debajo de la elevación de ligamiento del conducto de entrada (105). En diversas realizaciones, la salida de suspensión inferior (122) se liga a la parte inferior del reactor de oxidación secundario (104) como se muestra en la FIG. 2.
50

El reactor de oxidación secundario (104) puede comprender al menos una entrada de oxidante que permite descargar oxígeno molecular adicional en la zona de reacción secundaria (118). En una o más realizaciones, el reactor de oxidación secundario (104) puede comprender al menos una entrada de oxidante normalmente inferior y al menos una entrada de oxidante normalmente superior. De acuerdo con la presente invención, la entrada de
60 oxidante normalmente inferior está espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria (118) menos de

0,5L_s, preferiblemente menos de 0,4L_s, menos de 0,3L_s o menos de 0,2L_s. Adicionalmente, la entrada de oxidante normalmente superior puede estar espaciada de la parte inferior de la zona de reacción secundaria (118) al menos 0,5L_s, preferiblemente al menos 0,6L_s, al menos 0,7L_s, al menos 0,8L_s o al menos 0,9L_s. En una o más realizaciones, el reactor de oxidación secundario (104) comprende al menos dos entradas de oxidante normalmente superiores, espaciadas cada una de la parte inferior de la zona de reacción secundaria (118) al menos 0,5L_s, preferiblemente al menos 0,55L_s, al menos 0,6L_s, al menos 0,7L_s, al menos 0,8L_s o al menos 0,9L_s. Adicionalmente, como se señala anteriormente, el reactor de oxidación secundario (104) puede comprender una entrada de suspensión que está en comunicación de flujo fluido con el conducto de entrada (105). En diversas realizaciones, la entrada de oxidante normalmente superior puede estar espaciada menos de 0,4L_s, menos de 0,3L_s, menos de 0,2L_s, o menos de 0,1L_s de la entrada de suspensión en el reactor de oxidación secundario (104). En otras realizaciones, la entrada de oxidante normalmente superior puede estar espaciada por encima de la entrada de suspensión menos de 0,4L_s, menos de 0,3L_s, menos de 0,2L_s o menos de 0,1L_s.

Durante el funcionamiento, puede introducirse una primera porción del oxidante en fase gaseosa introducido en la zona de reacción secundaria (118) a través de la entrada de oxidante normalmente superior, mientras que puede introducirse una segunda porción del oxidante en fase gaseosa a través de la entrada de oxidante normalmente inferior. En diversas realizaciones, la primera porción de oxidante en fase gaseosa introducido a través de la entrada de oxidante normalmente superior puede constituir en el intervalo de 5 a 49 %, preferiblemente en el intervalo de 5 a 35 %, en el intervalo de 10 a 20 % o en el intervalo de 10 a 15 % del volumen total de oxidante en fase gaseosa introducido en la zona de reacción secundaria (118). Por consiguiente, la entrada de oxidante normalmente superior y la entrada de oxidante normalmente inferior pueden definir entre ellas un área abierta total para introducir el oxidante en fase gaseosa en la zona de reacción secundaria (118). En una o más realizaciones, la entrada de oxidante normalmente superior puede definir en el intervalo de 5 a 49 % del área abierta total, preferiblemente en el intervalo de 5 a 35 % del área abierta total, en el intervalo de 10 a 20 % del área abierta total, o en el intervalo de 10 a 15 % del área abierta total.

Como se muestra en la FIG. 2, la entrada de oxidante inferior anteriormente mencionada puede comprender un rociador de oxidante inferior (112). Adicionalmente, la entrada o entrada de oxidante superior anteriormente mencionadas pueden comprender uno o más rociadores de oxidante superiores (114a,b,c). Haciendo referencia ahora a la FIG. 3, se muestra una sección transversal del reactor de oxidación secundario (104) a lo largo de la línea 3-3, que ilustra particularmente el rociador de oxidante superior (114a). Como se ve en la FIG. 3, el rociador de oxidante superior (114a) puede comprender una pluralidad de aberturas de descarga de oxidante (124) para introducir el oxidante en fase gaseosa en la zona de reacción secundaria (118). Aunque no se muestra, cada uno de los rociadores de oxidante superiores (114b) y (114c) puede comprender también una pluralidad de aberturas de descarga de oxidante. De forma similar, el rociador de oxidante inferior (112) puede comprender también una pluralidad de aberturas de descarga de oxidante. En una o más realizaciones, al menos un 50 %, al menos un 60 %, al menos un 70 %, al menos un 80 %, al menos un 90 %, al menos un 95 % o al menos un 99 % de las aberturas de descarga de oxidante (124) definidas por los rociadores de oxidante superiores (114a,b,c) pueden orientarse a descargar un oxidante en fase gaseosa en dirección normalmente descendente. Como se usa en la presente memoria, el término "descendente" denotará cualquier dirección que se extienda por debajo del lado normalmente inferior de los rociadores de oxidante superiores (114a,b,c) dentro de 15 ° de la vertical. En diversas realizaciones, al menos un 50 %, al menos un 60 %, al menos un 70 %, al menos un 80 %, al menos un 90 %, al menos un 95 % o al menos un 99 % de las aberturas de descarga de oxidante localizadas en el rociador de oxidante inferior (112) pueden orientarse para descargar oxidante en fase gaseosa en dirección normalmente descendente y/o a un ángulo de 45 ° o a un ángulo de aproximadamente 45 ° del descenso vertical.

Como se señala anteriormente, pueden combinarse al menos una porción del oxidante en fase gaseosa y el medio de reacción (120a) introducido en la zona de reacción secundaria (118) formando el medio de reacción (120b). En una o más realizaciones, puede ser deseable que el medio de reacción (120b) tenga las zonas mínimas de baja concentración de oxígeno. Esta minimización de las zonas de bajo contenidos de oxígeno puede cuantificarse repartiendo teóricamente todo el volumen del medio de reacción (120b) en 20 cortes horizontales discretos de volumen uniforme. Con la excepción de los cortes horizontales más alto y más bajo, cada corte horizontal es un volumen discreto limitado por sus lados por la pared lateral del reactor y limitado por su parte superior e inferior por planos horizontales imaginarios. El corte horizontal más alto está limitado en su parte inferior por un plano horizontal imaginario y en su parte superior por la superficie superior del medio de reacción o, en el caso de una columna llena de líquido, por el extremo superior del recipiente. El corte horizontal más bajo está limitado en su parte superior por un plano horizontal imaginario y en su parte inferior por el extremo inferior del recipiente. En diversas realizaciones, cuando se reparte teóricamente todo el volumen del medio de reacción (120b) en 20 cortes horizontales discretos de igual volumen, dos cortes horizontales adyacentes no tienen un contenido de oxígeno promediado en tiempo y promediado en volumen de menos de 7, menos de 8, menos de 9 o menos de 10 ppm. En otras realizaciones,

ninguno de los 20 cortes horizontales tiene un contenido de oxígeno promediado en tiempo y promediado en volumen de menos de 7, menos de 8, menos de 9 o menos de 10 ppmp.

Haciendo referencia de nuevo a la FIG. 2, en general, la manera en que las corrientes de alimentación, oxidante y reflujo se introducen en el reactor de oxidación primario (102) y la manera en que funciona el reactor de oxidación primario (102) son sustancialmente las mismas que las descritas anteriormente con referencia al reactor de columna de burbujas (20) de la FIG. 1. Sin embargo, es una diferencia entre el reactor de oxidación primario 102 (FIG. 2) y el reactor de columna de burbujas (20) (FIG. 1) que el reactor de oxidación primario (102) no incluye una salida que permita descargar directamente la fase en suspensión del medio de reacción (120a) desde el recipiente de reacción primario (106) para procesamiento posterior. En lugar de ello, el reactor de oxidación (102) requiere pasar primero la fase en suspensión del medio de reacción (120a) a través de un reactor de oxidación secundario (104) antes de descargarse del sistema reactor (100). Como se menciona anteriormente, en la zona de reacción secundaria (118) del reactor de oxidación secundario (104), se somete el medio de reacción (120b) a oxidación adicional para ayudar a purificar las fases líquida y/o sólida del medio de reacción (120b).

Como se alimenta para-xileno a la zona de reacción (116), la fase líquida del medio de reacción (120a) que sale de la zona de reacción primaria (116) y entra en la zona de reacción secundaria (118) contiene típicamente al menos algo de ácido para-toluico. En diversas realizaciones, puede oxidarse en la zona de reacción secundaria (118) una porción sustancial del ácido para-toluico que entra en la zona de reacción secundaria (118). Por tanto, la concentración promediada en tiempo de ácido para-toluico en la fase líquida del medio de reacción (120b) que sale de la segunda zona de reacción (118) puede ser menor que la concentración promediada en tiempo de ácido para-toluico en la fase líquida del medio de reacción (120a/b) que entra en la zona de reacción secundaria (118). En diversas realizaciones, la concentración promediada en tiempo de ácido para-toluico en la fase líquida del medio de reacción (120b) que sale de la zona de reacción secundaria (118) puede ser menor de un 50, un 10, o un 5 % de la concentración promediada en tiempo de ácido para-toluico en la fase líquida del medio de reacción (120a/b) que entra en la zona de reacción secundaria (118). La concentración promediada en tiempo de ácido para-toluico en la fase líquida del medio de reacción (120a/b) que entra en la segunda zona de reacción (118) puede ser de al menos 250 ppmp, en el intervalo de 500 a 6.000 ppmp o en el intervalo de 1.000 a 4.000 ppmp. En comparación, la concentración promediada en tiempo de ácido para-toluico en la fase líquida del medio de reacción (120b) que sale de la zona de reacción secundaria (118) puede ser menor de 1.000, 250 o 50 ppmp.

Como se procesa el medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) del reactor de oxidación secundario (104), puede disminuir la retención de gas del medio de reacción (120b), ya que la fase en suspensión del medio de reacción (120b) fluye descendentemente a través de la zona de reacción secundaria (118). En diversas realizaciones, la relación de retención de gas promediada en tiempo del medio de reacción (120a/b) que entra en la zona de reacción secundaria (118) a medio de reacción (120b) que sale de la zona de reacción secundaria (118) puede ser de al menos 2:1, 10:1 o 25:1. Adicionalmente, la retención de gas promediada en tiempo del medio de reacción (120a/b) que entra en la zona de reacción secundaria (118) puede estar en el intervalo de 0,4 a 0,9, en el intervalo de 0,5 a 0,8 o en el intervalo de 0,55 a 0,7. Además, la retención de gas promediada en tiempo del medio de reacción (120b) que sale de la zona de reacción secundaria (118) puede ser menor de 0,1, 0,05 o 0,02. En una o más realizaciones, la relación de retención de gas promediada en tiempo del medio de reacción (120a) en la zona de reacción primaria (116) a medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede ser mayor de 1:1, en el intervalo de 1,25:1 a 5:1 o en el intervalo de 1,5:1 a 4:1, donde los valores de retención de gas se miden a cualquier altura de las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118), a cualquier altura correspondiente de las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118), a $\frac{1}{4}$ de altura de las zonas de reacción primaria y/o secundaria (116) y (118), a media altura de las zonas de reacción primaria y/o secundaria (116) y (118), a $\frac{3}{4}$ de altura de las zonas de reacción primaria y/o secundaria (116) y (118) y/o son valores medios de las alturas completas de las zonas de reacción primaria y/o secundaria (116) y (118). En diversas realizaciones, la retención de gas promediada en tiempo de la porción del medio de reacción (120a) en la zona de reacción primaria 116 puede estar en el intervalo de 0,4 a 0,9, en el intervalo de 0,5 a 0,8 o en el intervalo de 0,55 a 0,70, donde la retención de gas se mide a cualquier altura de la zona de reacción primaria (116), a $\frac{1}{4}$ de altura de la zona de reacción primaria (116), a $\frac{1}{2}$ de altura de la zona de reacción primaria (116), a $\frac{3}{4}$ de altura de la zona de reacción primaria (116) y/o es una media de la altura completa de la zona de reacción primaria (116). Adicionalmente, la retención de gas promediada en tiempo de la porción del medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede estar en el intervalo de 0,01 a 0,6, en el intervalo de 0,03 a 0,3, o en el intervalo de 0,08 a 0,2, donde la retención de gas se mide a cualquier altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{1}{4}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{1}{2}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{3}{4}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118) y/o es una media de la altura completa de la zona de reacción secundaria (118).

La temperatura del medio de reacción (120) puede ser aproximadamente la misma en las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118). En diversas realizaciones, dicha temperatura puede estar en el intervalo de aproximadamente 125 a aproximadamente 200 °C, en el intervalo de aproximadamente 140 a aproximadamente 180 °C o en el intervalo de 150 a 170 °C. Sin embargo, pueden formarse diferencias de temperatura dentro de la zona de reacción primaria (116), tales como aquellas descritas con más detalle a continuación con referencia a la FIG. 4. En diversas realizaciones, pueden existir también diferencias de temperatura de la misma magnitud dentro de la zona de reacción secundaria (118) y también entre la zona de reacción primaria (116) y la zona de reacción secundaria (118). Estos gradientes de temperatura adicionales se refieren a la reacción química que ocurre en la zona de reacción secundaria (118), la introducción de oxidante adicional a la zona de reacción secundaria (118) y las presiones estáticas vigentes en la zona de reacción secundaria (118) en comparación con aquellas de la zona de reacción primaria (116). Como se divulga anteriormente, en diversas realizaciones la retención de burbujas puede ser mayor en la zona de reacción primaria (116) que en la zona de reacción secundaria (118). Por tanto, la presión estática en la zona de reacción primaria (116) puede ser mayor que en la zona de reacción secundaria (118). La magnitud de esta diferencia de presión depende de la magnitud de la densidad de líquido o suspensión y de la diferencia en la retención de burbujas entre las dos zonas de reacción. La magnitud de esta diferencia de presión aumenta a elevaciones muy por debajo del límite superior de la zona de reacción secundaria (118).

Como se ve en la FIG. 2, se introduce una porción del oxígeno molecular total alimentado al sistema reactor (100) en la zona de reacción secundaria (118) del reactor de oxidación secundario (104) a través del rociador de oxidante inferior (112), y opcionalmente a través de uno o más rociadores de oxidante superiores (114a,b,c). En diversas realizaciones, la mayoría del oxígeno molecular total alimentado al sistema reactor (100) puede introducirse en la zona de reacción primaria (116), introduciéndose el resto en la zona de reacción secundaria (118). En una o más realizaciones, puede introducirse al menos un 70, 90, 95 o 98 % en moles del oxígeno molecular total alimentado al sistema reactor (100) en la zona de reacción primaria (116). Además, la relación molar de la cantidad de oxígeno molecular introducido en la zona de reacción secundaria (118) puede ser de al menos aproximadamente 2:1, en el intervalo de aproximadamente 4:1 a aproximadamente 200:1, o en el intervalo de 10:1 a 100:1. Aunque es posible alimentar directamente parte del disolvente y/o compuesto oxidable (p.ej., para-xileno) a la zona de reacción secundaria (118), en diversas realizaciones, se alimenta directamente a la zona de reacción secundaria (118) menos de aproximadamente un 10, 5 o 1 % en peso de la cantidad total de disolvente y/o compuesto oxidable alimentada al sistema reactor (100).

El volumen, tiempo de residencia y tasa espaciotemporal del medio de reacción (120a) en la zona de reacción primaria (116) del recipiente de reacción primario (106) puede ser, en diversas realizaciones, sustancialmente mayor que el volumen, tiempo de residencia y tasa espaciotemporal del medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) del recipiente de reacción secundario (110). Por lo tanto, la mayoría del compuesto oxidable (para-xileno) alimentado al sistema reactor (100) puede oxidarse en la zona de reacción primaria (116). En diversas realizaciones, puede oxidarse en la zona de reacción primaria (116) al menos aproximadamente un 80, 90 o 95 % en peso de todo el compuesto oxidable.

En una o más realizaciones, la velocidad de gas superficial promediada en tiempo del medio de reacción (120a) en la zona de reacción primaria (116) puede ser de al menos aproximadamente 0,2, 0,4, 0,8 o 1 metro por segundo, donde la velocidad de gas superficial se mide a cualquier altura de la zona de reacción primaria (116), a $\frac{1}{4}$ de altura de la zona de reacción primaria (116), a media altura de la zona de reacción primaria (116), a $\frac{3}{4}$ de altura de la zona de reacción primaria (116) y/o es una media de la altura completa de la zona de reacción primaria (116). Aunque el medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede tener la misma velocidad de gas superficial que el medio de reacción (120a) en la zona de reacción primaria (116), en diversas realizaciones la velocidad de gas superficial promediada en tiempo del medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede ser menor que la velocidad de gas superficial promediada en tiempo del medio de reacción (120a) en la zona de reacción primaria (116). Esta velocidad de gas superficial reducida en la zona de reacción secundaria (118) se hace posible, por ejemplo, por la demanda reducida de oxígeno molecular en la zona de reacción secundaria (118) en comparación con la zona de reacción primaria (116). La relación de velocidad de gas superficial promediada en tiempo del medio de reacción (120a) en una zona de reacción primaria (116) a medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede ser de al menos aproximadamente 1,25:1, 2:1 o 5:1, donde las velocidades de gas superficial se miden a cualquier altura en las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118), a cualquier correspondiente altura de las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118), a $\frac{1}{4}$ de altura de las zonas de reacción primaria y/o secundaria (116) y (118), a media altura de las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118), a $\frac{3}{4}$ de altura de las zonas de reacción primaria y secundaria (116) y (118) y/o son valores medios de las alturas completas de las zonas de reacción primaria y/o secundaria (116) y (118). En diversas realizaciones, la velocidad de gas superficial promediada en tiempo y promediada en volumen del medio de reacción (120b) en la

zona de reacción secundaria (118) puede ser menor de aproximadamente 0,2, 0,1 o 0,06 metros por segundo, donde la velocidad de gas superficial se mide a cualquier altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{1}{4}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118), a media altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{3}{4}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118) y/o son valores medios de las alturas completas de la zona de reacción secundaria (118). Con estas velocidades de gas superficial menores, el flujo descendente de la fase en suspensión del medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede hacerse desplazarse direccionalmente hacia el flujo de pistón. Por ejemplo, durante la oxidación de para-xileno para formar TPA, el gradiente vertical relativo de concentración en fase líquida de ácido para-toluico puede ser mucho mayor en la zona de reacción secundaria (118) que en la zona de reacción primaria (116). Esto es a pesar de que la zona de reacción secundaria (118) es una columna de burbujas que tiene un mezclado axial de composiciones líquidas y de suspensión. La velocidad superficial promediada en tiempo de la fase en suspensión (sólido + líquido) y la fase líquida del medio de reacción (120b) en la zona de reacción secundaria (118) puede ser menor de aproximadamente 0,2, 0,1 o 0,06 metros por segundo donde la velocidad superficial se mide a cualquier altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{1}{4}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118), a media altura de la zona de reacción secundaria (118), a $\frac{3}{4}$ de altura de la zona de reacción secundaria (118) y/o es una media de la altura completa de la zona de reacción secundaria (118).

En diversas realizaciones, la fase líquida del medio de reacción (120b) localizada en la zona de reacción secundaria (118) puede tener un tiempo de residencia promediado en masa en la zona de reacción secundaria (118) de al menos aproximadamente 1 minuto, en el intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 60 minutos o en el intervalo de 5 a 30 minutos.

Como se menciona anteriormente, ciertos rasgos físicos y operativos de los reactores de columna de burbujas, descritos anteriormente con referencia a la FIG. 1, proporcionan gradientes verticales de presión, temperatura y concentraciones de reactante (es decir, oxígeno y compuesto oxidable) del medio de reacción procesado. Como se discute anteriormente, estos gradientes verticales pueden proporcionar un proceso de oxidación más efectivo y económico en comparación con los procesos de oxidaciones convencionales, que favorecen un medio de reacción bien mezclado de presión, temperatura y concentración de reactante relativamente uniformes en conjunto. Los gradientes verticales de oxígeno, compuesto oxidable (para-xileno) y temperatura posibilitados por emplear un sistema de oxidación de acuerdo con una realización de la presente invención se discutirán ahora con más detalle.

Haciendo referencia ahora a la FIG. 4, para cuantificar los gradientes de concentración de reactante existentes en el medio de reacción durante la oxidación en el reactor de columna de burbujas, puede repartirse teóricamente todo el volumen del medio de reacción en 30 cortes horizontales discretos de igual volumen. La FIG. 4 ilustra el concepto de dividir el medio de reacción en 30 cortes horizontales discretos de igual volumen. Con la excepción de los cortes horizontales más alto y más bajo, cada corte horizontal es un volumen discreto limitado en su parte superior e inferior por planos horizontales imaginarios y limitado en sus lados por la pared del reactor. El corte horizontal más alto está limitado en su parte inferior por un plano horizontal imaginario y en su parte superior por la superficie superior del medio de reacción. El corte horizontal más bajo está limitado en su parte superior por un plano horizontal imaginario y en su parte inferior por la parte inferior de la carcasa de recipiente. Una vez se ha repartido teóricamente el medio de reacción en 30 cortes horizontales discretos de igual volumen, puede determinarse entonces la concentración promediada en tiempo y promediada en volumen de cada corte horizontal. El corte horizontal individual que tiene la concentración máxima de los 30 cortes horizontales puede identificarse como el "corte horizontal de C-máx". El corte horizontal individual localizado por encima del corte horizontal de C-máx y que tiene la concentración mínima de todos los cortes horizontales localizados por encima del corte horizontal de C-máx puede identificarse como el "corte horizontal de C-mín". Puede calcularse entonces el gradiente de concentración vertical como la relación de concentración en el corte horizontal de C-máx a concentración en el corte horizontal de C-mín.

Con respecto a la cuantificación del gradiente de concentración de oxígeno, cuando se reparte teóricamente el medio de reacción en 30 cortes horizontales discretos de igual volumen, se identifica un corte horizontal de O₂-máx que tiene la concentración de oxígeno máxima de todos los 30 cortes horizontales y se identifica un corte horizontal de O₂-mín que tiene la concentración de oxígeno mínima de los cortes horizontales localizados por encima del corte horizontal de O₂-máx. Se miden las concentraciones de oxígeno de los cortes horizontales en la fase gaseosa del medio de reacción en base húmeda molar promediada en tiempo y promediada en volumen. En diversas realizaciones, la relación de concentración de oxígeno del corte horizontal de O₂-máx a concentración de oxígeno del corte horizontal de O₂-mín puede estar en el intervalo de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 25:1, en el intervalo de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 15:1 o en el intervalo de 4:1 a 10:1.

Típicamente, el corte horizontal de O₂-máx estará localizado cerca de la parte inferior del medio de reacción,

mientras que el corte horizontal de O_2 -mín estará localizado cerca de la parte superior del medio de reacción. En una o más realizaciones, el corte horizontal de O_2 -mín puede ser uno de los 5 cortes horizontales superiores de los 30 cortes horizontales discretos. Adicionalmente, el corte horizontal de O_2 -mín puede ser el superior de los 30 cortes horizontales discretos, como se ilustra en la FIG. 4. En diversas realizaciones, el corte horizontal de O_2 -máx puede ser uno de los 10 cortes horizontales inferiores de los 30 cortes horizontales discretos. Adicionalmente, el corte horizontal de O_2 -máx es uno de los 5 cortes horizontales inferiores de los 30 cortes horizontales discretos. Por ejemplo, la FIG. 4 ilustra el corte horizontal de O_2 -máx como el tercer corte horizontal desde la parte inferior del reactor. En una o más realizaciones, el espaciado vertical entre los cortes horizontales de O_2 -mín y O_2 -máx puede ser de al menos aproximadamente $2W_p$, al menos aproximadamente $4W_p$ o al menos $6W_p$. Adicionalmente, el espaciado vertical entre los cortes horizontales de O_2 -mín y O_2 -máx puede ser de al menos aproximadamente $0,2H_p$, al menos aproximadamente $0,4H_p$ o al menos $0,6H_p$.

La concentración de oxígeno promediada en tiempo y promediada en volumen, en base húmeda, del corte horizontal de O_2 -mín puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 3 % en moles, en el intervalo de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 2 % en moles o en el intervalo de 0,5 a 1,5 % en moles. La concentración de oxígeno promediada en tiempo y promediada en volumen, en base húmeda, del corte horizontal de O_2 -máx puede estar en el intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 20 % en moles, en el intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 15 % en moles o en el intervalo de 6 a 12 % en moles. La concentración de oxígeno promediada en tiempo, en base seca, en el efluente gaseoso descargado del reactor a través de la salida de gases puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 9 % en moles, en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 7 % en moles o en el intervalo de 1,5 a 5 % en moles.

Debido a que la concentración de oxígeno desciende tan marcadamente hacia la parte superior del medio de reacción, es deseable que la demanda de oxígeno pueda reducirse en la parte superior del medio de reacción. Esta demanda de oxígeno reducida cerca de la parte superior del medio de reacción puede lograrse creando un gradiente vertical de concentración del compuesto oxidable (p.ej., para-xileno), donde la concentración mínima de compuesto oxidable está localizada cerca de la parte superior del medio de reacción.

Con respecto a la cuantificación del gradiente de concentración de compuesto oxidable (para-xileno), cuando el medio de reacción se reparte teóricamente en 30 cortes horizontales discretos de igual volumen, se identifica un corte horizontal de OC-máx que tiene la concentración de compuesto oxidable máxima de los 30 cortes horizontales y se identifica un corte horizontal de OC-mín que tiene la concentración de compuesto oxidable mínima de los cortes horizontales localizados por encima del corte horizontal de OC-máx. Se miden las concentraciones de compuesto oxidable de los cortes horizontales en la fase líquida basándose en la fracción de masa promediada en tiempo y promediada en volumen. En diversas realizaciones, la relación de concentración de compuesto oxidable del corte horizontal de OC-máx a concentración de compuesto oxidable del corte horizontal de OC-mín puede ser mayor de aproximadamente 5:1, mayor de aproximadamente 10:1, mayor de aproximadamente 20:1 o en el intervalo de 40:1 a 1000:1.

Típicamente, el corte horizontal de OC-máx estará localizado cerca de la parte inferior del medio de reacción, mientras que el corte horizontal de OC-mín estará localizado cerca de la parte superior del medio de reacción. En una o más realizaciones, el corte horizontal de OC-mín puede ser uno de los 5 cortes horizontales superiores de los 30 cortes horizontales discretos. Adicionalmente, el corte horizontal de OC-mín puede ser el superior de los 30 cortes horizontales discretos, como se ilustra en la FIG. 4. En diversas realizaciones, el corte horizontal de OC-máx puede ser uno de los 10 cortes horizontales inferiores de los 30 cortes horizontales discretos. Adicionalmente, el corte horizontal de OC-máx puede ser uno de los 5 cortes horizontales inferiores de los 30 cortes horizontales discretos. Por ejemplo, la FIG. 4 ilustra el corte horizontal de OC-máx como el 5º corte horizontal desde la parte inferior del reactor. En diversas realizaciones, el espaciado vertical entre los cortes horizontales de OC-mín y OC-máx puede ser de al menos aproximadamente $2W_p$, (donde " W_p " es la anchura máxima del medio de reacción), al menos aproximadamente $4W_p$ o al menos $6W_p$. Dada una altura " H_p " del medio de reacción, el espaciado vertical entre los cortes horizontales de OC-mín y OC-máx puede ser de al menos aproximadamente $0,2H_p$, al menos aproximadamente $0,4H_p$ o al menos $0,6H_p$.

La concentración de compuesto oxidable promediada en tiempo y promediada en volumen (para-xileno) en la fase líquida del corte horizontal de OC-mín puede ser menor de aproximadamente 5.000 ppmp, menor de aproximadamente 2.000 ppmp, menor de aproximadamente 400 ppmp o en el intervalo de 1 ppmp a 100 ppmp. La concentración de compuesto oxidable promediada en tiempo y promediada en volumen en la fase líquida del corte horizontal de OC-máx puede estar en el intervalo de aproximadamente 100 ppmp a aproximadamente 10.000 ppmp, en el intervalo de aproximadamente 200 ppmp a aproximadamente 5.000 ppmp o en el intervalo de 500 ppmp a 3.000 ppmp.

Aunque el reactor de columna de burbujas puede proporcionar gradientes verticales de concentración de compuesto oxidable, puede minimizarse también el porcentaje en volumen del medio de reacción que tiene una concentración de compuesto oxidable en la fase líquida por encima de 1.000 ppmp. En diversas realizaciones, el porcentaje en volumen promediado en tiempo del medio de reacción que tiene una concentración de compuesto oxidable en la fase líquida superior a 1.000 ppmp puede ser menor de aproximadamente un 9 %, menor de aproximadamente un 6 % o menor de un 3 %. Adicionalmente, el porcentaje en volumen promediado en tiempo del medio de reacción que tiene una concentración de compuesto oxidable en la fase líquida superior a 2.500 ppmp puede ser menor de aproximadamente un 1,5 %, menor de aproximadamente un 1 % y menor de un 0,5 %. Además, el porcentaje en volumen promediado en tiempo del medio de reacción que tiene una concentración de compuesto oxidable en la fase líquida superior a 10.000 ppmp puede ser menor de aproximadamente un 0,3 %, menor de aproximadamente un 0,1 % o menor de un 0,03 %. También, el porcentaje en volumen promediado en tiempo del medio de reacción que tiene una concentración de compuesto oxidable en la fase líquida superior a 25.000 ppmp puede ser menor de aproximadamente un 0,03 %, menor de aproximadamente un 0,015 % o menor de aproximadamente un 0,007 %.

Los inventores señalan que el volumen del medio de reacción que tiene niveles elevados de compuesto oxidable no tiene que encontrarse en un solo volumen contiguo. Muchas veces, los patrones de flujo caótico en un recipiente de reacción de columna de burbujas producen simultáneamente dos o más porciones continuas pero segregadas de medio de reacción que tienen niveles elevados de compuesto oxidable. En cada momento usado en el promedio temporal, se suman conjuntamente todos dichos volúmenes continuos pero segregados mayores del 0,0001 % en volumen del medio de reacción total para determinar el volumen total que tiene niveles elevados de concentración de compuesto oxidable en la fase líquida.

Además de los gradientes de concentración de oxígeno y compuesto oxidable discutidos anteriormente, puede existir un gradiente de temperatura en el medio de reacción. Haciendo referencia de nuevo a la FIG. 4, este gradiente de temperatura puede cuantificarse de manera similar a los gradientes de concentración repartiendo teóricamente el medio de reacción en 30 cortes horizontales discretos de igual volumen y midiendo la temperatura promediada en tiempo y promediada en volumen de cada corte. El corte horizontal con la menor temperatura de los 15 cortes horizontales inferiores puede identificarse entonces como el corte horizontal de T-mín, y el corte horizontal localizado por encima del corte horizontal de T-mín y que tiene la temperatura máxima de todos los cortes por encima del corte horizontal de T-mín puede identificarse entonces como el "corte horizontal de T-máx". En diversas realizaciones, la temperatura del corte horizontal de T-máx puede ser al menos aproximadamente 1 °C mayor que la temperatura del corte horizontal de T-mín, en el intervalo de aproximadamente 1,25 a aproximadamente 12 °C mayor que la temperatura del corte horizontal de T-mín o en el intervalo de 2 a 8 °C mayor que la temperatura del corte horizontal de T-mín. La temperatura del corte horizontal de T-máx puede estar en el intervalo de aproximadamente 125 a aproximadamente 200 °C, en el intervalo de aproximadamente 140 a aproximadamente 180 °C o en el intervalo de 150 a 170 °C.

Típicamente, el corte horizontal de T-máx estará localizado cerca del centro del medio de reacción, mientras que el corte horizontal de T-mín estará localizado cerca de la parte inferior del medio de reacción. En diversas realizaciones, el corte horizontal de T-mín puede ser uno de los 10 cortes horizontales inferiores de los 15 cortes horizontales inferiores, o uno de los 5 cortes horizontales inferiores de los 15 cortes horizontales inferiores. Por ejemplo, la FIG. 4 ilustra el corte horizontal de T-mín como el segundo corte horizontal desde la parte inferior del reactor. En diversas realizaciones, el corte horizontal de T-máx es uno de los 20 cortes horizontales medios de los 30 cortes horizontales discretos, o uno de los 14 cortes horizontales medios de los 30 cortes horizontales discretos. Por ejemplo, la FIG. 4 ilustra el corte horizontal de T-máx como el vigésimo corte horizontal desde la parte inferior del reactor (concretamente, uno de los 10 cortes horizontales medios). El espaciado vertical entre los cortes horizontales de T-mín y T-máx puede ser de al menos aproximadamente $2W_p$, al menos aproximadamente $4W_p$ o al menos $6W_p$. El espaciado vertical entre los cortes horizontales de T-mín y T-máx puede ser de al menos aproximadamente $0,2H_p$, al menos aproximadamente $0,4H_p$ o al menos $0,6H_p$.

Como se discute anteriormente, cuando existe un gradiente vertical de temperatura en el medio de reacción, puede ser ventajoso extraer el medio de reacción en una localización elevada donde la temperatura del medio de reacción sea máxima, especialmente cuando el producto extraído se somete a procesamiento adicional posterior a altas temperaturas. Por tanto, cuando se extrae el medio de reacción (120) de la zona de reacción a través de una o más salidas elevadas, como se ilustra en la FIG. 2, la salida o salidas elevadas pueden estar localizadas cerca del corte horizontal de T-máx. En diversas realizaciones, la salida elevada puede estar localizada dentro de 10 cortes horizontales del corte horizontal de T-máx, dentro de 5 cortes horizontales del corte horizontal de T-máx o dentro de 2 cortes horizontales del corte horizontal de T-máx.

Se señala ahora que muchos de los rasgos de la invención descritos en la presente memoria pueden emplearse en

sistemas de reactor de oxidación múltiple, no solo sistemas que emplean un solo reactor de oxidación. Además, ciertos rasgos de la invención descritos en la presente memoria pueden emplearse en reactores de oxidación agitados mecánicamente y/o agitados por flujo, no solo reactores agitados por burbujas (es decir, reactores de columna de burbujas). Por ejemplo, los inventores han descubierto ciertas ventajas asociadas a una concentración y/o tasa de consumo de oxígeno escalonada/variable a lo largo del medio de reacción. Las ventajas alcanzadas por el escalonamiento de la concentración/consumo de oxígeno en el medio de reacción pueden alcanzarse si el volumen total del medio de reacción está contenido en un solo recipiente o en múltiples recipientes. Además, las ventajas alcanzadas por el escalonamiento de la concentración/consumo de oxígeno en el medio de reacción pueden alcanzarse si el recipiente o recipientes de reacción son agitados mecánicamente, agitados por flujo y/o agitados por burbujas.

Es un modo de cuantificar el grado de escalonamiento de la concentración y/o tasa de consumo de oxígeno en un medio de reacción comparar dos o más volúmenes continuos del 20 % distintos del medio de reacción. Estos volúmenes continuos del 20 % no tienen que definirse por ninguna forma particular. Sin embargo, cada volumen continuo del 20 % debe estar formado por un volumen contiguo del medio de reacción (es decir, cada volumen es "continuo") y los volúmenes continuos del 20 % no deben superponerse entre sí (es decir, los volúmenes son "distintos"). Estos volúmenes continuos del 20 % distintos pueden localizarse en el mismo reactor o en múltiples reactores. Haciendo referencia ahora a la FIG. 5, se ilustra un reactor de columna de burbujas que contiene un medio de reacción que incluye un primer volumen continuo del 20 % distinto (37) y un segundo volumen continuo del 20 % distinto (39).

El escalonamiento de la disponibilidad de oxígeno en el medio de reacción primario puede cuantificarse haciendo referencia al volumen continuo del 20 % de medio de reacción que tiene la fracción molar de oxígeno más abundante en la fase gaseosa y haciendo referencia al volumen continuo del 20 % del medio de reacción que tiene la fracción molar de oxígeno más agotada en la fase gaseosa. En la fase gaseosa del volumen continuo del 20 % distinto del medio de reacción que contiene la máxima concentración de oxígeno en la fase gaseosa, la concentración de oxígeno promediada en tiempo y promediada en volumen, en base húmeda, puede estar en el intervalo de aproximadamente 3 a aproximadamente 18 % en moles, en el intervalo de aproximadamente 3,5 a aproximadamente 14 % o en el intervalo de 4 a 10 % en moles. En la fase gaseosa del volumen continuo del 20 % distinto del medio de reacción primario que contiene la concentración mínima de oxígeno en la fase gaseosa, la concentración de oxígeno promediada en tiempo y promediada en volumen, en base húmeda, puede estar en el intervalo de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 5 % en moles, en el intervalo de aproximadamente 0,6 a aproximadamente 4 % en moles o en el intervalo de 0,9 a 3 % en moles. Además, la relación de concentración de oxígeno promediada en tiempo y promediada en volumen, en fase húmeda, en el volumen continuo del 20 % de medio de reacción más abundante en comparación con el volumen continuo del 20 % de medio de reacción primario más agotado puede estar en el intervalo de aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 20:1, en el intervalo de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 12:1 o en el intervalo de 3:1 a 9:1.

El escalonamiento de la tasa de consumo de oxígeno en el medio de reacción puede cuantificarse en términos de STR de oxígeno, inicialmente descrita anteriormente. La STR de oxígeno se describió anteriormente en sentido global (es decir, desde la perspectiva de la STR de oxígeno promedio del medio de reacción completo); sin embargo, la STR de oxígeno puede considerarse también en sentido local (es decir, una porción del medio de reacción) para cuantificar el escalonamiento de la tasa de consumo de oxígeno a lo largo del medio de reacción.

Los inventores han descubierto que puede ser útil causar que varíe la STR de oxígeno a lo largo del medio de reacción en sintonía general con los gradientes deseables divulgados en la presente memoria respecto a la presión en el medio de reacción y a la fracción molar de oxígeno molecular en la fase gaseosa del medio de reacción. Por tanto, en diversas realizaciones, la relación de STR de oxígeno de un primer volumen continuo del 20 % distinto del medio de reacción en comparación con la STR de oxígeno de un segundo volumen continuo del 20 % distinto del medio de reacción puede estar en el intervalo de aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 20:1, en el intervalo de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 12:1 o en el intervalo de 3:1 a 9:1. En una realización, el "primer volumen continuo del 20 % distinto" puede estar localizado más cerca que el "segundo volumen continuo del 20 % distinto" de la localización donde se introduce inicialmente el oxígeno molecular en el medio de reacción. Estos grandes gradientes de STR de oxígeno son deseables si el medio de reacción de oxidación parcial está contenido en un reactor de oxidación de columna de burbujas o en cualquier otro tipo de recipiente de reacción en que se creen gradientes de presión y/o de fracción molar de oxígeno molecular en la fase gaseosa del medio de reacción (p.ej., en un recipiente agitado mecánicamente que tiene múltiples zonas de agitación dispuestas verticalmente conseguidas usando múltiples impulsores que tienen un fuerte flujo radial, posiblemente aumentado por ensamblajes de deflectores generalmente horizontales, elevándose generalmente un flujo de oxidante ascendentemente desde una alimentación cercana a la porción inferior del recipiente de reacción, a pesar de que puede aparecer una

considerable retromezcla de flujo de oxidante en cada zona de agitación dispuesta verticalmente y de que puede aparecer cierta retromezcla de flujo de oxidante entre las zonas de agitación dispuestas verticalmente adyacentes). Es decir, cuando existe un gradiente de presión y/o de fracción molar de oxígeno molecular en la fase gaseosa del medio de reacción, los inventores han descubierto que es deseable crear un gradiente similar en la demanda química de oxígeno disuelto.

Un modo de causar la variación del STR de oxígeno local es controlando las localizaciones de alimentación del compuesto oxidable y controlando el mezclado de la fase líquida del medio de reacción para controlar los gradientes de concentración de compuesto oxidable según las otras divulgaciones de la presente memoria. Otros medios útiles para causar que varíe la STR de oxígeno local incluyen causar la variación de la actividad de reacción causando la variación de la temperatura local y cambiando la mezcla local de catalizador y componentes de disolvente (p.ej., introduciendo un gas adicional para causar el enfriamiento evaporativo en una porción particular del medio de reacción y/o añadiendo una corriente de disolvente que contiene una mayor cantidad de agua para disminuir la actividad en una porción particular del medio de reacción).

Haciendo referencia ahora a la FIG. 6, se ilustra un proceso para producir ácido tereftálico purificado ("PTA") que emplea un sistema reactor de oxidación (200) que comprende un reactor de oxidación primario (200a) y un reactor de oxidación secundario (200b). En la configuración ilustrada en la FIG. 6, puede producirse una suspensión inicial a partir del reactor de oxidación primario (200a) y puede someterse después de ello a purificación en un sistema de purificación (202), del que el reactor de oxidación secundario (200b) es una parte. La suspensión inicial extraída del reactor de oxidación primario (200a) puede comprender partículas de ácido tereftálico bruto sólido ("CTA") y una solución madre líquida. Típicamente, la suspensión inicial puede contener en el intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 50 % en peso de partículas de CTA sólidas, siendo el resto solución madre líquida. Las partículas de CTA sólidas presentes en la suspensión inicial extraída del reactor de oxidación primario (200a) pueden contener al menos aproximadamente 400 ppmp de 4-carboxibenzaldehído ("4-CBA"), al menos aproximadamente 800 ppm de 4-CBA, o en el intervalo de 1.000 a 15.000 ppmp de 4-CBA.

El sistema de purificación (202) recibe la suspensión inicial extraída del reactor de oxidación primario (200a) y reduce la concentración de 4-CBA y otras impurezas presentes en el CTA. Puede producirse una suspensión más pura/purificada a partir del sistema de purificación (202) y puede someterse a separación y secado en un sistema de separación (204), produciendo así partículas de ácido tereftálico más puras que comprenden menos de aproximadamente 400 ppmp de 4-CBA, menos de aproximadamente 250 ppmp de 4-CBA o en el intervalo de 10 a 200 ppmp de 4-CBA.

El sistema de purificación (202) incluye el reactor de oxidación secundario (200b), un digestor (206) y un solo cristalizador (208). En el reactor de oxidación secundario (200b), se somete la suspensión inicial a oxidación en condiciones tales como las descritas anteriormente con referencia al reactor de oxidación (104) de la FIG. 2. Se introduce la suspensión que sale del reactor de oxidación secundario (200b) en el digestor (206). En el digestor (206), puede efectuarse una reacción de oxidación adicional a temperaturas ligeramente mayores que las usadas en el reactor de oxidación primario (200a).

La alta área superficial, pequeño tamaño de partícula y baja densidad de las partículas de CTA producidas en el reactor de oxidación primaria (200a) pueden causar que ciertas impurezas atrapadas en las partículas de CTA se vuelvan disponibles para oxidación en el digestor (206) sin requerir la disolución completa de las partículas de CTA en el digestor (206). Por tanto, la temperatura en el digestor (206) puede ser menor que en muchos procesos de la técnica anterior similares. La oxidación adicional llevada a cabo en el digestor (206) puede reducir la concentración de 4-CBA en el CTA en al menos 200 ppmp, al menos aproximadamente 400 ppmp o en el intervalo de 600 a 6.000 ppmp. La temperatura de digestión en el digestor (206) puede ser al menos aproximadamente 10 °C mayor que la temperatura de oxidación primaria en el reactor (200a), de aproximadamente 20 a aproximadamente 80 °C mayor que la temperatura de oxidación primaria en el reactor (200a), o de 30 a 50 °C mayor que la temperatura de oxidación primaria en el reactor (200a). La temperatura de digestión puede estar en el intervalo de aproximadamente 160 a aproximadamente 240 °C, en el intervalo de aproximadamente 180 a aproximadamente 220 °C o en el intervalo de 190 a 210 °C. En diversas realizaciones, el producto purificado del digestor (206) necesita solo una única etapa de cristalizador (208) antes de la separación en el sistema de separación (204). Se discuten las técnicas de oxidación secundaria/digestión adecuadas con más detalle en la patente de EE.UU. 7.132.566, cuya divulgación completa se incorpora a la presente memoria como referencia.

El ácido tereftálico (p.ej., PTA) producido por el sistema ilustrado en la FIG. 6 puede estar formado por partículas de PTA que tienen un tamaño de partícula de al menos aproximadamente 40 micrómetros (μm), en el intervalo de aproximadamente 50 a aproximadamente 2.000 μm o en el intervalo de 60 a 200 μm . Las partículas de PTA pueden

tener un área superficial BET menor de aproximadamente $0,25 \text{ m}^2/\text{g}$, en el intervalo de aproximadamente $0,005$ a aproximadamente $0,2 \text{ m}^2/\text{g}$ o en el intervalo de $0,01$ a $0,18 \text{ m}^2/\text{g}$. El PTA producido por el sistema ilustrado en la FIG. 6 es adecuado para uso como materia prima en la elaboración de PET. Típicamente, el PET se elabora mediante la esterificación de ácido tereftálico con etilenglicol, seguida de policondensación. En diversas realizaciones, se emplea el ácido tereftálico producido por una realización de la presente invención como alimentación al proceso de PET en reactor tubular descrito en la patente de EE.UU. 6.861.494.

Las partículas de CTA con la morfología preferida divulgadas en la presente memoria pueden ser particularmente útiles en el proceso de digestión oxidativa descrito anteriormente para la reducción del contenido de 4-CBA. Además, estas partículas de CTA preferidas pueden proporcionar ventajas en un amplio intervalo de otros procesos posteriores que implican la disolución y/o reacción química de las partículas. Estos procesos posteriores adicionales incluyen, pero sin limitación también, la reacción con al menos un compuesto que contiene hidroxilo formando compuestos de éster, especialmente la reacción de CTA con metanol formando tereftalato de dimetilo y ésteres impurezas; la reacción con al menos un diol formando compuestos de éster monoméricos y/o poliméricos, especialmente la reacción de CTA con etilenglicol formando poli(tereftalato de etileno) (PET) y la disolución total o parcial en disolventes incluyendo, pero sin limitación también, agua, ácido acético y N-metil-2-pirrolidona, que puede incluir procesamiento adicional incluyendo, pero sin limitación también, reprecipitación de un ácido tereftálico más puro y/o reducción química selectiva de grupos carbonilo distintos de los grupos ácido carboxílico. Está incluida en particular la disolución sustancial de CTA en un disolvente que comprende agua acoplada con la hidrogenación parcial que reduce la cantidad de aldehídos, especialmente 4-CBA, fluorenonas, fenonas y/o antraquinonas.

DEFINICIONES

Debería entenderse que la siguiente no pretende ser una lista exclusiva de términos definidos. Pueden proporcionarse otras definiciones en la descripción anterior tal como, por ejemplo, cuando se acompañan al uso de un término definido en contexto.

Como se usa en la presente memoria, los términos “un”, “una” y “el/la” significan uno o más.

Como se usa en la presente memoria, el término “y/o”, cuando se usa en una lista de dos o más miembros, significa que uno cualquiera de los miembros enumerados puede emplearse por sí mismo o que puede emplearse cualquier combinación de dos o más de los términos enumerados. Por ejemplo, si se describe que una composición contiene los componentes A, B y/o C, la composición puede contener A solo, B solo, C solo, A y B en combinación, A y C en combinación, B y C en combinación o A, B y C en combinación.

Como se usa en la presente memoria, los términos “comprendiendo”, “comprende” y “comprenden” son términos de transición de extremos abiertos usados para la transición desde un sujeto indicado antes que el término hasta uno o más elementos indicados después del término, donde el elemento o elementos enumerados después del término de transición no son necesariamente los únicos elementos que constituyen el sujeto.

Como se usa en la presente memoria, los términos “teniendo”, “tiene” y “tienen” tienen el mismo significado de extremos abiertos que “comprendiendo”, “comprende” y “comprenden” proporcionado anteriormente.

Como se usa en la presente memoria, los términos “incluyendo”, “incluye” e “incluyendo” tienen el mismo significado de extremos abiertos que “comprendiendo”, “comprende” y “comprenden” proporcionado anteriormente.

INTERVALOS NUMÉRICOS

La presente descripción usa intervalos numéricos para cuantificar ciertos parámetros relativos a la invención. Debería entenderse que, cuando se proporcionan intervalos numéricos, ha de considerarse que dichos intervalos proporcionan soporte literal para las limitaciones de reivindicación que indican solo el valor inferior del intervalo así como las limitaciones de reivindicación que indican solo el valor superior del intervalo. Por ejemplo, un intervalo numérico divulgado de 10 a 100 proporciona soporte literal para una reivindicación que indique “más de 10” (sin límites superiores) y una reivindicación que indique “menos de 100” (sin límites inferiores).

La presente descripción usa valores numéricos específicos para cuantificar ciertos parámetros relativos a la invención, donde los valores numéricos específicos no son expresamente parte de un intervalo numérico. Debería entenderse que cada valor numérico específico proporcionado en la presente memoria ha de considerarse que proporciona soporte literal para un intervalo amplio, intermedio y estrecho. El intervalo amplio asociado a cada valor numérico especificado es el valor numérico más y menos un 60 % del valor numérico, redondeando a dos dígitos

significativos. El intervalo intermedio asociado a cada valor numérico específico es el valor numérico más y menos un 30 % del valor numérico, redondeado a dos dígitos significativos. El intervalo estrecho asociado a cada valor numérico específico es el valor numérico más y menos un 15 % del valor numérico redondeado a dos dígitos significativos. Por ejemplo, si la memoria descriptiva describe una temperatura específica de 17 °C [62 °F], dicha descripción proporciona soporte literal para un intervalo numérico amplio de 4 a 37 °C (16 ± 3 °C) [25 a 99 °F (62 ± 37 °F)], un intervalo numérico intermedio de 6 a 27 °C (17 ± 12 °C) [43 a 81 °F (62 ± 19 °F)] y un intervalo numérico estrecho de 12 a 22 °C (16 ± 12 °C) [53 a 71 °F (62 ± 9 °F)]. Estos intervalos numéricos amplio, intermedio y estrecho deberían aplicarse no solo a los valores específicos, sino que deberían aplicarse también a las diferencias entre estos valores específicos. Por tanto, si la memoria descriptiva describe una primera presión de 758 kPa [110 psia] y una segunda presión de 330 kPa [48 psia] (una diferencia de 428 kPa [62 psia]), los intervalos amplio, intermedio y estrecho para la diferencia de presión entre las dos corrientes sería de 173 a 682 KPa, de 296 a 558 kPa y de 172 a 489 kPa [25 a 99 psi, 43 a 81 psi y 53 a 71 psi], respectivamente.

REIVINDICACIONES

1. Un sistema para producir un ácido tereftálico poniendo en contacto una suspensión que comprende para-xileno con un oxidante en fase gaseosa que comprende aire, comprendiendo dicho sistema:
- 5 un reactor de oxidación primario que comprende una primera salida de suspensión; y
un reactor de oxidación secundario que comprende una entrada de suspensión, una segunda salida de suspensión,
una entrada de oxidante normalmente inferior y una entrada de oxidante normalmente inferior,
donde dicha entrada de suspensión está en comunicación de flujo fluido posterior con dicha primera salida de
10 suspensión,
donde dicho reactor de oxidación secundario define en el mismo una zona de reacción secundaria que tiene una
longitud máxima L_s y un diámetro máximo D_s ,
donde dicha entrada de oxidante normalmente inferior está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción
secundaria menos de $0,5L_s$,
15 donde dicha entrada de oxidante normalmente superior está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción
secundaria menos de $0,5L_s$,
donde dicha entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una
distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$;
donde dicho reactor de oxidación primario es un reactor de columna de burbujas y donde dicho reactor de oxidación
20 secundario es un reactor de columna de burbujas.
2. El sistema de la reivindicación 1, donde dicha entrada de oxidante normalmente superior y dicha
entrada de oxidante normalmente inferior definen entre ellas un área abierta total para introducir dicho oxidante en
fase gaseosa en dicha zona de reacción secundaria, donde dicha entrada de oxidante normalmente superior define
25 en el intervalo de 5 a 49 % de dicha área abierta total y donde dicha entrada de oxidante normalmente superior está
espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria al menos $0,7L_s$.
3. El sistema de la reivindicación 1, en el que dicha entrada de oxidante normalmente superior
comprende un rociador, donde dicho rociador comprende una pluralidad de aberturas de descarga de oxidante y
30 donde la mayoría de dichas aberturas de descarga de oxidante están orientadas a descargar dicho oxidante en fase
gaseosa en dirección normalmente descendente.
4. El sistema de la reivindicación 1, donde dicha entrada de oxidante normalmente superior está
espaciada menos de $0,4L_s$ de dicha entrada de suspensión.
- 35 5. El sistema de la reivindicación 1, donde dicho reactor de oxidación secundario comprende al menos
dos entradas de oxidante normalmente superiores, cada una espaciada individualmente de la parte inferior de dicha
zona de reacción secundaria al menos $0,5L_s$.
- 40 6. El sistema de la reivindicación 1, donde dicha entrada de suspensión está espaciada de la parte
inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,5L_s$ a $0,8L_s$, donde dicha entrada de
suspensión está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de
 $9D_s$ a $15D_s$ y donde dicha zona de reacción tiene una relación de $L_s:D_s$ en el intervalo de 14:1 a 28:1.
- 45 7. El sistema de la reivindicación 1, donde dicho reactor de oxidación primario es un reactor de columna
de burbujas, donde dicho reactor de oxidación secundario es un reactor de columna de burbujas, donde dicho
reactor de oxidación primario define en el mismo una zona de reacción primaria y donde la relación en volumen de
dicha zona de reacción primaria a dicha zona de reacción secundaria está en el intervalo de 4:1 a 50:1.
- 50 8. Un sistema para producir un ácido tereftálico poniendo en contacto una suspensión producida
mediante la oxidación de para-xileno con un oxidante en fase gaseosa que comprende aire, comprendiendo dicho
sistema:
- un reactor de oxidación primario que comprende una primera salida de suspensión; y
55 un reactor de oxidación secundario que comprende una entrada de suspensión, una segunda salida de suspensión y
una entrada de oxidante normalmente superior,
donde dicha entrada de suspensión está en comunicación de flujo fluido posterior con dicha primera salida de
suspensión,
donde dicho reactor de oxidación secundario define en el mismo una zona de reacción secundaria que tiene una
60 longitud máxima L_s y un diámetro máximo D_s ,

donde dicha entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$,

donde dicha entrada de oxidante normalmente superior está espaciada por encima de dicha entrada de suspensión menos de $0,4L_s$;

- 5 donde dicho reactor de oxidación primario es un reactor de columna de burbujas y donde dicho reactor de oxidación secundario es un reactor de columna de burbujas; y
donde dicho reactor de oxidación secundario comprende una entrada de oxidante normalmente inferior.

9. El sistema de la reivindicación 8, estando dicha salida de oxidante normalmente inferior espaciada de
10 la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria menos de $0,3L_s$ y donde dicha entrada de oxidante normalmente superior está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria al menos $0,7L_s$.

10. El sistema de la reivindicación 8, donde (a) dicha entrada de oxidante normalmente superior comprende un rociador, donde dicho rociador comprende una pluralidad de aberturas de descarga de oxidante,
15 donde una mayoría de dichas aberturas de descarga de oxidante están orientadas a descargar dicho oxidante en fase gaseosa en dirección normalmente descendente, o

- donde (b) dicha entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,5L_s$ a $0,8L_s$, donde dicha entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $9D_s$ a $15D_s$, donde dicha zona de reacción tiene
20 una relación de $L_s:D_s$ en el intervalo de 14:1 a 28:1, o

donde (d) dicho reactor de oxidación primario define en el mismo una zona de reacción primaria y donde la relación en volumen de dicha zona de reacción primaria a dicha zona de reacción secundaria está en el intervalo de 4:1 a 50:1.

- 25 11. Un procedimiento para elaborar una composición de ácido tereftálico, comprendiendo dicho procedimiento:

- (a) someter un primer medio de reacción multifásico que comprende un compuesto oxidable a oxidación en una zona de reacción primaria definida en un reactor de oxidación primario para producir así una primera suspensión, donde el
30 compuesto oxidable comprende para-xileno; y

(b) poner en contacto al menos una porción de dicha primera suspensión con un oxidante en fase gaseosa en una zona de reacción secundaria definida en un reactor de oxidación secundario para producir así una segunda suspensión, donde el oxidante en fase gaseosa comprende aire,

- 35 donde dicha zona de reacción secundaria tiene una longitud máxima L_s y un diámetro máximo D_s ,
donde se introduce una primera porción de dicho oxidante en fase gaseosa en dicha zona de reacción secundaria en una primera región de entrada de oxidante espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria al menos $0,5L_s$,

donde dicha primera porción de dicho oxidante en fase gaseosa constituye en el intervalo de 5 a 49 % del volumen total de dicho oxidante en fase gaseosa introducido en dicha zona de reacción secundaria,

- 40 donde se introduce al menos una porción de dicha primera suspensión en dicha zona de reacción secundaria en una región de entrada de suspensión espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,3L_s$ a $0,9L_s$;

- 45 donde dicho reactor de oxidación primaria es un reactor de columna de burbujas y donde dicho reactor de oxidación secundario es un reactor de columna de burbujas; y
donde dicho reactor de oxidación secundario comprende una segunda región de entrada de oxidante.

12. El procedimiento de la reivindicación 11, donde dicha primera porción de dicho oxidante en fase gaseosa constituye en el intervalo de 5 a 35 % del volumen total de dicho oxidante en fase gaseosa introducido en
50 dicha zona de reacción secundaria, donde dicha primera región de entrada de oxidante está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria al menos $0,7L_s$,

donde se introduce una segunda porción de dicho oxidante en fase gaseosa en dicha zona de reacción secundaria en dicha segunda región de entrada de oxidante espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria menos de $0,3L_s$.

- 55 13. El procedimiento de la reivindicación 11, donde dicha primera región de entrada de oxidante está dentro de $0,4L_s$ de dicha región de entrada de suspensión.

14. El procedimiento de la reivindicación 11, donde (a) se combinan al menos una porción de dicho
60 oxidante en fase gaseosa y al menos una porción de dicha primera suspensión en dicha zona de reacción

secundaria formando un segundo medio de reacción multifásico, donde cuando se reparte teóricamente el volumen completo de dicho segundo medio de reacción multifásico en 20 cortes horizontales discretos de igual volumen, dos cortes horizontales adyacentes no tienen un contenido de oxígeno promediado en tiempo y promediado en volumen combinado de menos de 7 partes por millón en peso ("ppmp"), o

5 donde (b) se introduce al menos un 75 % en peso de dicha primera suspensión en dicha zona de reacción secundaria en dicha región de entrada de suspensión, donde dicha región de entrada de suspensión está espaciada de la parte inferior de dicha zona de reacción secundaria una distancia en el intervalo de $0,5L_s$ a $0,8L_s$.

15. El procedimiento de la reivindicación 11, donde dicha zona de reacción secundaria tiene una relación
10 de $L_s:D_s$ en el intervalo de 14:1 a 28:1.

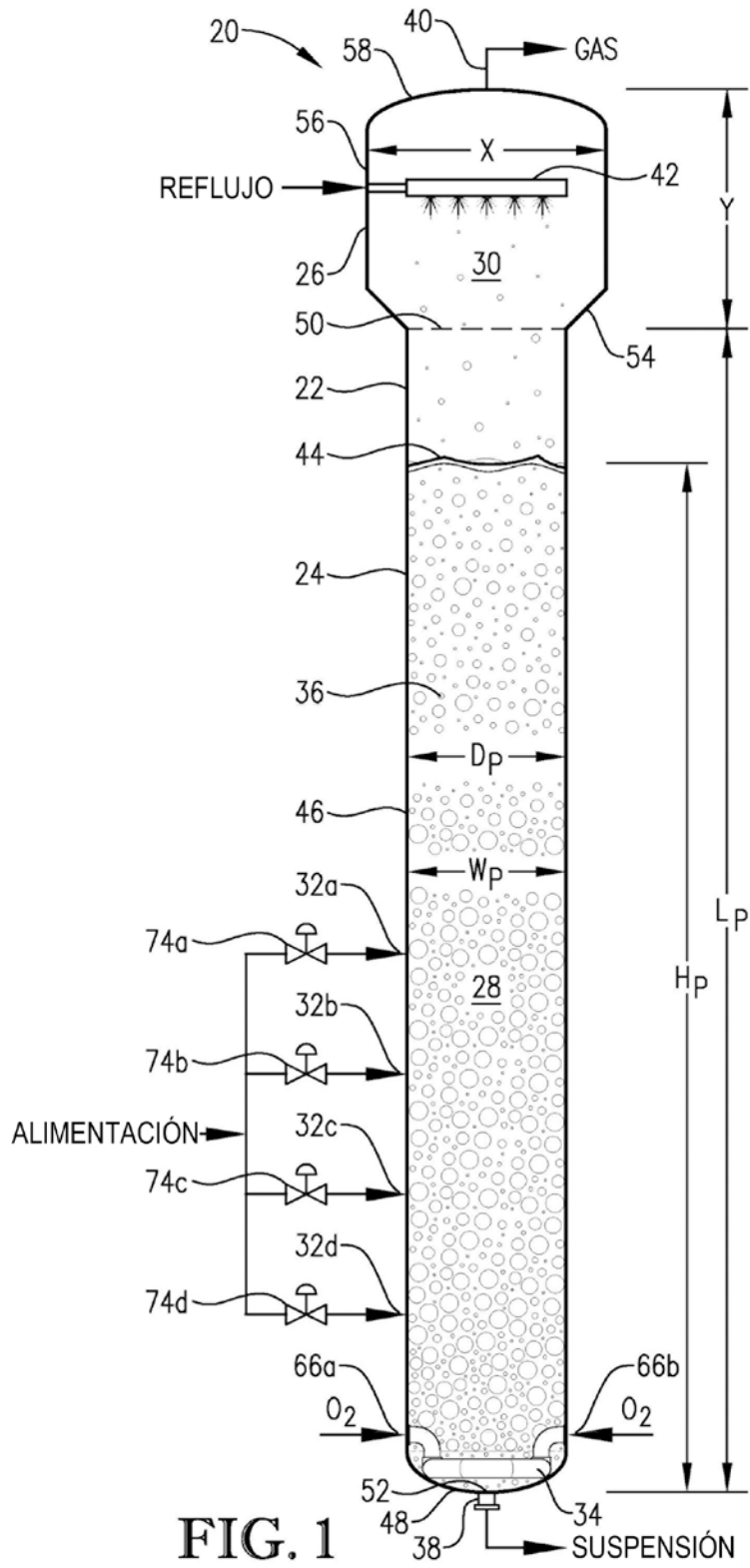
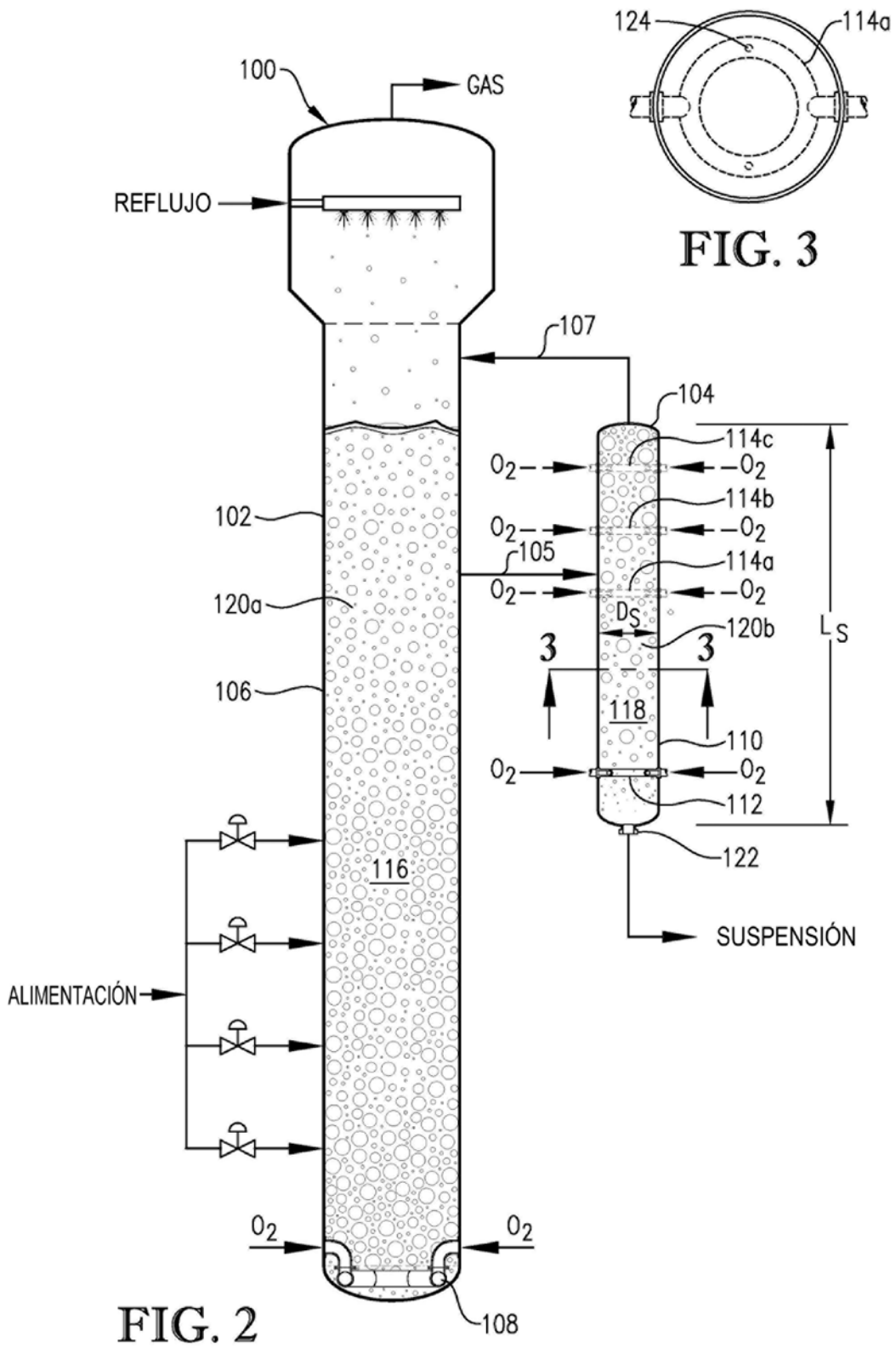


FIG. 1



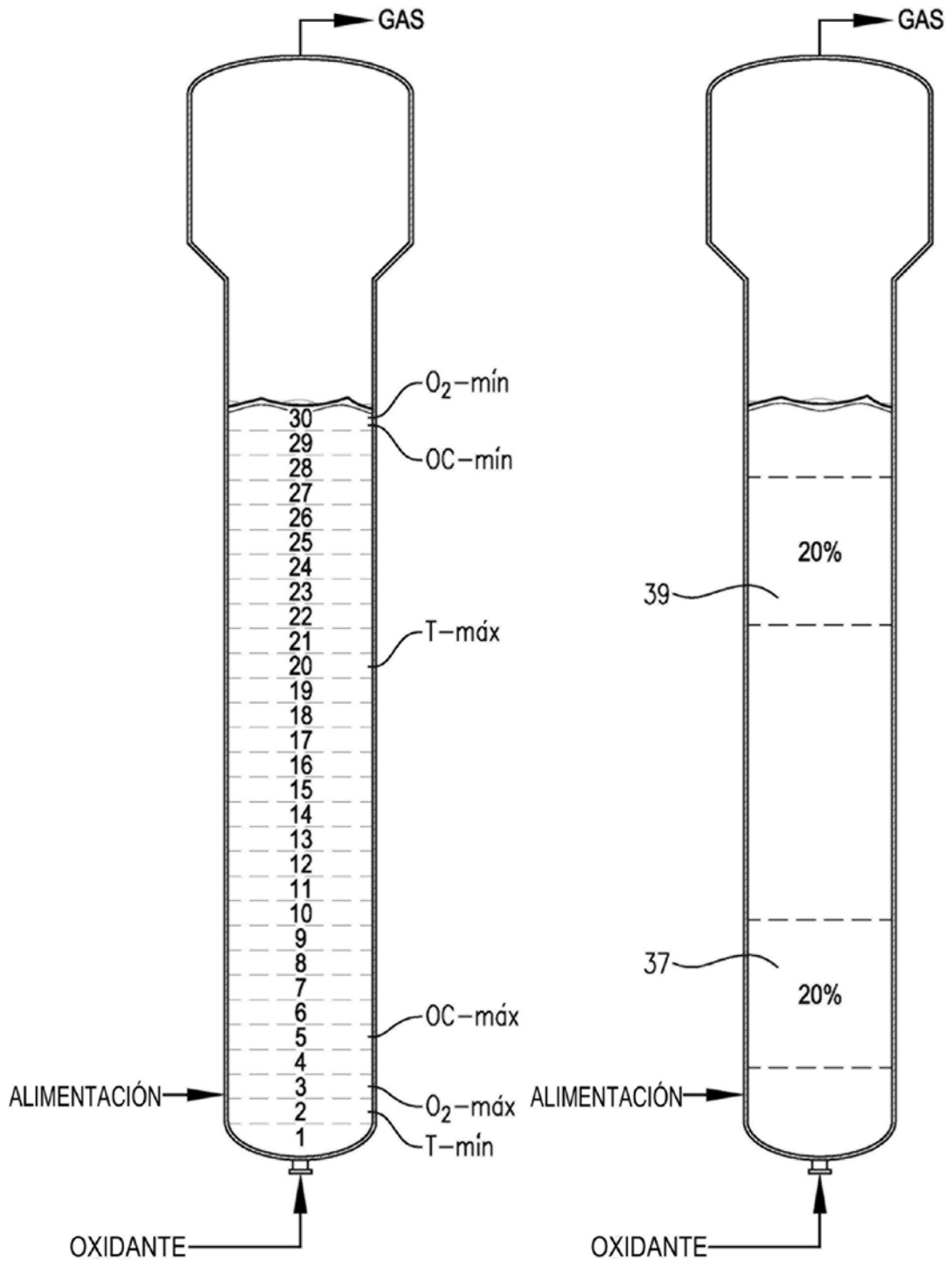


FIG. 4

FIG. 5

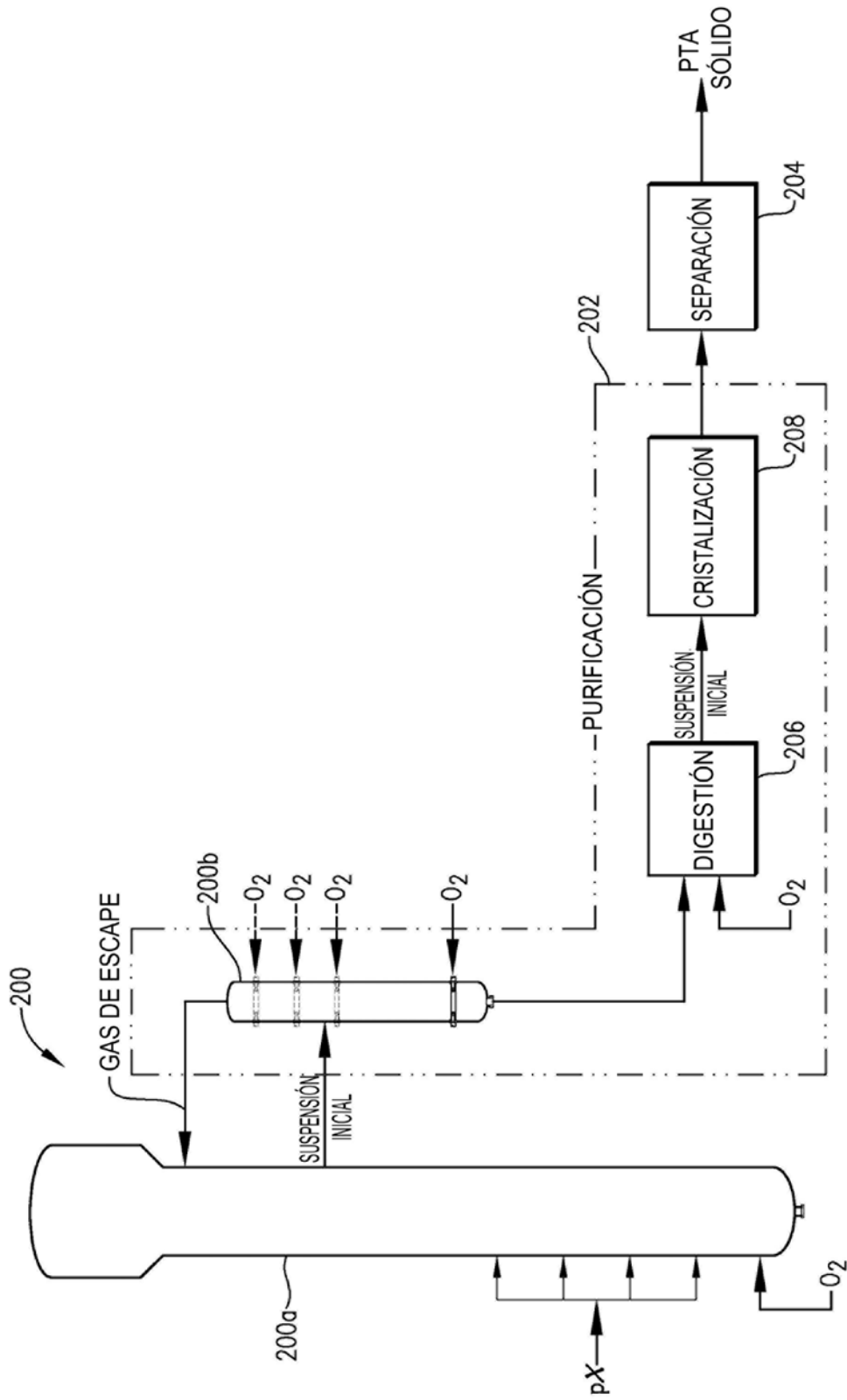


FIG. 6