

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 645 093**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/265** (2006.01)

**C07C 63/26** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.06.2002 E 10004225 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2017 EP 2223908**

54 Título: **Procedimiento de oxidación en dos etapas para la producción de ácido tereftálico**

30 Prioridad:

**04.06.2001 US 295618 P**

**28.05.2002 US 156312**

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

**04.12.2017**

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 García, Nuevo León 66265, MX**

72 Inventor/es:

**SHEPPARD, RONALD BUFORD;  
SUMNER, CHARLES EDWAN, JR. y  
TENNANT, BRENT ALAIN**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

**ES 2 645 093 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de oxidación en dos etapas para la producción de ácido tereftálico

### 5 CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la producción de ácido tereftálico mediante la oxidación de paraxileno. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento de oxidación donde el paraxileno se oxida en ácido tereftálico por medio de un procedimiento en dos etapas que usa determinadas condiciones para obtener ácido tereftálico que tiene una pureza mejorada.

### ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Los ácidos dicarboxílicos aromáticos son producidos por la oxidación de productos aromáticos dialquílicos. El ácido tereftálico (TPA) es producido comercialmente por la oxidación en fase líquida de p-xileno en presencia de un catalizador de oxidación tal como Co-Mn-Br y un disolvente tal como ácido acético. El ácido isoftálico es producido por la oxidación de m-xileno. Los dos procedimientos producen ácidos dicarboxílicos en bruto que contienen impurezas coloreadas y ácidos monocarboxílicos tales como carboxibenzaldehído, es decir, 4-carboxibenzaldehído (4-CBA) para ácido tereftálico y 3-carboxibenzaldehído (3-CBA) para ácido isoftálico, y ácido toluico, ácido p-toluico para ácido tereftálico y ácido m-toluico para ácido isoftálico. Para conseguir, por ejemplo, el ácido tereftálico purificado usado en la producción de fibras de poliéster, películas y resinas, el ácido tereftálico en bruto se trata adicionalmente para eliminar las impurezas presentes debido a la oxidación parcial o incompleta de p-xileno. Los procedimientos comerciales típicos eliminan las impurezas aislando un sólido de ácido tereftálico en crudo, disolviendo el sólido en agua a temperaturas y presiones elevadas, hidrogenando la solución resultante, enfriando y cristalizando el producto desde la solución y separando el producto sólido del líquido. Las impurezas coloreadas (de las familias del bencilo, la antraquinona y la fluorenona) son hidrogenadas en forma de productos incoloros que o bien están presentes en el producto de TPA o bien se eliminan en los flujos de aguas residuales. El 4-carboxibenzaldehído monofuncional es hidrogenado en ácido p-toluico, que es separado del producto comercializado en la sección de cristalización del procedimiento.

La patente de EE.UU. 4.158.738 describe un procedimiento para la producción de ácido tereftálico mediante la oxidación en dos etapas de p-xileno a temperaturas elevadas. Este procedimiento requiere una oxidación primaria a temperaturas superiores a 210°C. A esta temperatura se oxidan cantidades importantes de ácido acético, usado normalmente como disolvente en el procedimiento de oxidación, junto con el p-xileno. La oxidación produce acetato de metilo y metano, que deben desecharse, y dióxido de carbono. La oxidación secundaria del procedimiento descrito en el documento US-4.158.738 tiene lugar a una temperatura igual o inferior a la de la oxidación primaria. La oxidación primaria produce un producto de TPA en bruto cristalino que contiene impurezas coloreadas y 4-CBA contenido en los cristales de TPA donde es difícil oxidar más las impurezas de TPA. La temperatura de oxidación secundaria propuesta por el documento US-4.158.738 no permite una disolución adecuada de los cristales de TPA en bruto, y así no permite la conversión suficiente de las impurezas intermedias parcialmente oxidadas, por ejemplo, 4-CBA y ácido p-toluico, contenidas en la misma en TPA.

La patente de EE.UU. 4.772.748 describe un procedimiento para producir TPA por medio de cuatro etapas de oxidación, una de las cuales se realiza a una temperatura superior a la etapa de oxidación primaria. Esta etapa de oxidación a temperatura superior usa oxígeno molecular. Cada una de las etapas de la oxidación es realizada usando oxígeno en exceso controlando el flujo del aire u otro gas que contiene oxígeno en el oxidante. Sin embargo, al suministrar oxígeno en exceso se produce una oxidación (combustión) excesiva de ácido acético. Además, como el procedimiento usa cuatro etapas de oxidación para alcanzar el nivel de impurezas deseado, los costes operativos y de equipo son elevados.

El documento GB-1.015.093 describe un procedimiento de oxidación en dos etapas para preparar ácido tereftálico a partir de paraxileno. La temperatura en el segundo reactor de oxidación está controlada mediante la adición de ácido acético y la eliminación de los vapores de disolvente acuoso a una presión controlada predeterminada.

### 55 BREVE RESUMEN DE LA INVENCIÓN

Se ha desarrollado un procedimiento mejorado de oxidación en dos etapas para la producción de ácido tereftálico. El nuevo procedimiento de la presente invención proporciona un ácido tereftálico que contiene menos de 150 partes por millón en peso (ppmp), basándose en el peso del TPA, 4-CBA a la vez que se evita una oxidación significativa del disolvente de ácido acético. La presente invención proporciona un procedimiento para la producción de ácido

tereftálico que contiene menos de un total de 150 ppm de carboxibenzaldehído y ácido toluico que comprende las etapas de:

(1) la oxidación de paraxileno a una temperatura de 150 a 180°C y a una presión de 3,5 a 13 bara (50 a 189 psia) en un medio de reacción que contiene un gas que contiene oxígeno, y un catalizador de oxidación disuelto en un disolvente acuoso de ácido acético en un primer reactor de oxidación presurizado para producir una suspensión de producto de ácido tereftálico y ácidos monocarboxílicos;

(2) la eliminación continua de la suspensión de producto de ácido tereftálico y subproductos de ácidos monocarboxílicos en el disolvente del procedimiento acuoso de ácido acético a partir del primer reactor de oxidación presurizado y la alimentación de dicho producto de la etapa (1) en un segundo reactor de oxidación presurizado; y

(3) además la oxidación en fase líquida en presencia de un gas que contiene oxígeno en dicho segundo reactor de oxidación presurizado de dicho subproducto de ácidos monocarboxílicos en ácido tereftálico, donde la temperatura y la presión en el segundo reactor de oxidación presurizado son de 185°C a 230°C y de 4,5 a 18,3 bara (65 a 265 psia);

caracterizado porque la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno al segundo reactor de oxidación presurizado es del 0,001 al 3% en volumen de la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno al primer reactor de oxidación presurizado; y además caracterizado porque el calor requerido para el funcionamiento del segundo reactor de oxidación se proporciona suministrando un disolvente en fase de vapor al segundo reactor de oxidación y permitiendo la condensación del disolvente en fase de vapor.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 adjunta es un diagrama de flujo de procedimiento que ilustra un sistema que comprende los principios del procedimiento de la presente invención. Si bien la presente invención es susceptible de expresarse en diversas formas, en la Figura 1 adjunta y en la descripción mostrada a continuación se describe en detalle una realización preferida de la invención. La presente descripción debe considerarse una ilustración de la invención.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA

En referencia a la Figura 1 adjunta, la etapa (1) del nuevo procedimiento de la presente invención puede realizarse en una primera zona de oxidación que comprende el recipiente del reactor (12). Se suministra una mezcla de suministro que comprende paraxileno, ácido acético acuoso y un catalizador de oxidación adecuado al primer reactor de oxidación (12) por medio del conducto (10). El medio de reacción de ácido acético o la alimentación de disolvente contiene normalmente hasta el 15% en peso de agua. Si se desea, puede suministrarse paraxileno y/o disolvente de ácido acético que contiene componentes de catalizador al reactor (12) en una pluralidad de puntos a lo largo del lateral del reactor (12). Se introduce un gas molecular que contiene oxígeno a presión por medio del conducto (14) en el reactor (12) y se suministra de forma continua en o cerca de la base del recipiente de reacción en columna. El gas que contiene oxígeno, por ejemplo, oxígeno, aire enriquecido con oxígeno o, preferentemente, aire, se suministra normalmente en o cerca de la base del recipiente de reacción en columna. La velocidad de flujo del gas que contiene oxígeno en el reactor (12) se controla para que se mantenga entre 2 y 9, preferentemente del 2 al 5% en volumen de oxígeno (calculado en una base sin disolvente con sequedad) en el gas desprendido que sale del reactor por medio del conducto (16). Los reactivos en el reactor (12) se mantienen a una presión elevada suficiente para mantener el medio de reacción volatilizable contenido sustancialmente en el estado líquido a la temperatura de reacción. La temperatura y la presión dentro del reactor (12) son de 150 a 180°C y de 3,5 a 13 bara (aproximadamente 50 a 189 psia) preferentemente de 155 a 165°C y de 5,2 a 6,9 bara (aproximadamente de 75 a 100 psia).

El reactor (12) es normalmente un recipiente de reactor de oxidación presurizado en columna donde la oxidación exotérmica en fase líquida de paraxileno por medio del gas que contiene oxígeno tiene lugar en presencia del catalizador de oxidación. La primera zona de oxidación puede comprender un único reactor o una pluralidad de reactores dispuestos en paralelo. El medio de reacción contenido por el reactor (12) comprende así el gas que contiene oxígeno, compuesto de paraxileno que será oxidado en ácido tereftálico, el catalizador y el disolvente de ácido acético acuoso. La cantidad de agua presente no supera normalmente el 15% en peso, y es preferentemente del 4 al 6% en peso, basándose en el peso del agua y el ácido acético. Normalmente, el primer recipiente de oxidación generalmente cilíndrico tiene una relación entre altura y diámetro en el intervalo de 3 a 20.

Los sistemas de catalizador que pueden emplearse en el procedimiento de oxidación incluyen cualquier sistema de

catalizador usado convencionalmente para la oxidación en fase líquida de un hidrocarburo aromático de alquilo. Un sistema de catalizador adecuado comprende una mezcla de compuestos o complejos de cobalto, manganeso y bromo, solubles en ácido acético acuoso. La relación atómica de la combinación Co:Mn:Br de los elementos de catalizador está preferentemente en el intervalo de 5 a 40:1,0:4 a 40, más preferentemente una relación atómica de 5 Co:Mn:Br de 16 a 40:1,0:16 a 40.

10 Durante el transcurso de la reacción de oxidación, el calor de reacción exotérmico, generado por la oxidación de 2-paraxileno, es extraído del reactor (12) por vaporización de una parte del medio de reacción líquido. De acuerdo con la etapa (2) del presente procedimiento, el medio de reacción líquido vaporizado (gas desprendido), junto con el gas del procedimiento con agotamiento de oxígeno que contiene cantidades menores de productos de descomposición y compuestos que contienen bromo, pasa en sentido ascendente a través del reactor (12) y es introducido por medio del conducto (16) en un sistema condensador tal como una columna de agua (18). Los componentes condensables de los vapores recogidos en la columna (18) consisten principalmente en el disolvente de ácido acético que es devuelto al reactor (12) por medio de los conductos (30) y (32) y el cabezal de nebulización (34).

15 Tal como se muestra en la Figura 1, los vapores acuosos superiores salen de la parte superior de la columna de extracción de agua (18) a través del conducto (20) y son suministrados al condensador (22). La composición de los componentes condensables de los vapores acuosos recogidos en el condensador (22), conocidos como destilado, es mayor que el 99% en peso de agua. Una parte del destilado es devuelta como reflujo a la zona de fraccionamiento de la columna (18) por medio de los conductos (23) y (24). El resto del destilado es extraído para su eliminación por medio de los conductos (23) y (26). Los componentes no condensables se purgan por medio del conducto (20) desde el sistema de producción o pueden ser transportados a un dispositivo de control de contaminación para su tratamiento ulterior, si se desea.

20 El líquido inferior destilado que comprende disolvente de ácido acético parcialmente deshidratado, por ejemplo, ácido acético que contiene del 4 al 12% en peso de agua, sale por la parte inferior de la columna de extracción de agua (18) por medio del conducto (30). Una parte del disolvente parcialmente deshidratado es reciclada directamente al reactor (12) por medio del conducto (32). Esta cantidad está comprendida entre el 10 y el 100%. El disolvente parcialmente deshidratado es suministrado al reactor (12) mediante una o más boquillas de nebulización (34), que pueden estar situadas debajo del conducto de salida (16) y encima de la separación de fases del contenido de gas/líquido del reactor (12). Otra parte del disolvente parcialmente deshidratado es eliminada por medio del conducto (40). Parte o la totalidad del ácido acético condensado puede ser devuelta al reactor (12) por medio de la corriente de suministro (10).

35 En funcionamiento, el primer reactor de oxidación presurizado (12) produce ácido tereftálico que apenas es soluble en el disolvente del procedimiento y que se elimina a través de un orificio de salida inferior situado en o cerca de la base del reactor como una suspensión en el disolvente que contiene también componentes de catalizador disueltos. El procedimiento de oxidación en el reactor (12) produce también subproductos tales como ácidos monocarboxílicos como carboxibenzaldehído y ácido toluico. Al menos una parte de estos ácidos monocarboxílicos son sólidos que, tal como se menciona anteriormente, pueden estar contenidos dentro de los cristales de ácido tereftálico. Normalmente, estos ácidos monocarboxílicos están presentes en una concentración de 600 a 1.000 ppmp de carboxibenzaldehído y de 100 a 1.000 ppmp de ácido toluico. Estos compuestos monofuncionales son subproductos no deseables ya que actúan como terminadores de cadenas de polímeros y así pueden producir la formación de poliésteres de bajo peso molecular tales como poli(tereftalato de etileno) producido a partir de ácido tereftálico y etilenglicol.

40 La suspensión del producto de ácido tereftálico y los subproductos de ácidos monocarboxílicos se retira continuamente en forma de una suspensión en el disolvente del procedimiento acuoso de ácido acético, que contiene también catalizador disuelto, desde la parte inferior del reactor (12) y es transportada por medio del conducto (36) a una segunda zona de oxidación presurizada mostrada en la Figura 1 como reactor (42). La segunda zona de oxidación puede ser un único reactor agitado como se representa en la Figura 1 o bien pueden disponerse dos o más reactores agitados en serie o en paralelo. El disolvente acuoso de ácido acético contiene normalmente del 5 al 12% en peso de agua, basándose en el peso del agua y el ácido carboxílico alifático. Se suministra también un gas molecular que contiene oxígeno a un segundo reactor de oxidación (42) donde el carboxibenzaldehído y el subproducto de ácido toluico se oxidan adicionalmente en el ácido bencenodicarboxílico deseado. Como en el caso del suministro al primer reactor de oxidación, el gas que contiene oxígeno puede ser oxígeno, aire enriquecido con oxígeno o, preferentemente, aire. El gas que contiene oxígeno se suministra normalmente en o cerca de la base del segundo reactor de oxidación (42) debajo de la superficie del contenido líquido del reactor.

La velocidad de flujo del gas que contiene oxígeno en el reactor (42) puede controlarse de manera que se mantenga entre 0 y aproximadamente 5, preferentemente del 0 al 1% en volumen de oxígeno (calculado en base sin disolvente

seca) en el gas desprendido que sale del reactor por medio del conducto (50). La velocidad de flujo entre el gas que contiene oxígeno y el reactor (42) es del 0,001 al 3% en volumen, preferentemente del 0,001 al 2% en volumen, de la velocidad de flujo del gas que contiene oxígeno en el reactor (12). La pequeña cantidad de aire suministrado al segundo reactor de oxidación (42) limita la descomposición oxidativa del disolvente de ácido acético, y facilita la conversión del subproducto de ácidos monocarboxílicos en el ácido tereftálico deseado.

El primer reactor de oxidante descrito anteriormente se encarga sustancialmente de toda la oxidación mientras funciona a presión y temperatura moderadas. El obstáculo principal para conseguir una conversión suficiente de paraxileno en ácido tereftálico en el sistema de oxidante primario procede de las limitaciones de transferencia en masa asociadas con la difusión de oxígeno en los productos parcialmente oxidados integrados o contenidos en el ácido tereftálico, es decir, los subproductos parcialmente oxidados de ácidos monocarboxílicos pueden confinarse en los cristales del ácido tereftálico. Por tanto, resulta relativamente sencillo oxidar la mayoría del ácido tereftálico de paraxileno incluso en condiciones moderadas. Sin embargo, para conseguir una conversión suficientemente completa se requiere superar las limitaciones de la transferencia en masa. El funcionamiento de la primera zona de oxidación en condiciones moderadas de presión y temperatura puede ayudar a la formación de cristales pequeños o finos que pueden disolverse y recristalizar en la segunda zona de oxidación. Cuando los cristales pequeños o finos se disuelven en la segunda zona de oxidación, los subproductos cocrystalizados son accesibles para su oxidación ulterior.

Los materiales en el segundo reactor de oxidación (42) se mantienen a una presión elevada suficiente para mantener el medio de reacción volatilizable contenido sustancialmente en el estado líquido a la temperatura de reacción. La temperatura y la presión dentro del reactor (12) son de 185 a 230°C y de 4,5 a 18,3 bara (aproximadamente 65 a 265 psia), preferentemente de 205 a 215°C y de 13,4 a 17,2 bara (aproximadamente de 195 a 250 psia). El calor requerido para el funcionamiento de la segunda zona de oxidación se proporciona suministrando un disolvente en fase de vapor al segundo reactor de oxidación y permitiendo la condensación del disolvente en fase de vapor. El disolvente en fase de vapor estará normalmente a una presión suficiente para permitir el paso del vapor al segundo reactor de oxidación y para proporcionar suficiente calor al contenido del segundo reactor de oxidación. Por ejemplo, puede suministrarse ácido acético parcialmente deshidratado a partir de la columna de extracción de agua (18) al vaporizador de ácido (44) por medio de los conductos (30) y (40). El vaporizador de ácido (44) lleva el ácido acético parcialmente deshidratado a una temperatura y presión suficientes para mantener la temperatura deseada dentro del segundo reactor de oxidación (42). El diseño del vaporizador de ácido acético requiere normalmente la disponibilidad de un fluido de transferencia de calor tal como Dowtherm o vapor a alta presión que puede usarse para vaporizar el ácido acético. El vapor de ácido acético es transferido desde el vaporizador de ácido (44) al segundo reactor de oxidación (42) por medio del conducto (46).

Se extrae una corriente de gas desprendido que comprende medio de reacción de líquido vaporizado junto con el gas de procedimiento con agotamiento de oxígeno que contiene cantidades menores de productos de descomposición y compuestos que contienen bromo a partir de la sección superior o la parte superior del segundo reactor de oxidación (42) y es suministrada por medio de los conductos (50) y (16) a un sistema de condensador tal como una columna de agua (18). Los componentes condensables de la corriente de gas desprendido que consisten principalmente en disolvente de ácido acético pueden recuperarse tal como se describe anteriormente.

El producto de ácido tereftálico es extraído del segundo reactor de oxidación (42) como una suspensión en el disolvente del procedimiento acuoso de ácido acético, que contiene también componentes de catalizador disueltos por medio del conducto (52). La suspensión extraída del reactor (42) comprende normalmente del 20 al 40% en peso de sólidos y contiene menos de un total de 150 ppm, basándose en el peso de los sólidos presentes, de productos de oxidación incompleta, principalmente carboxibenzaldehído y ácido toluico. La concentración total de carboxibenzaldehído más ácido toluico está normalmente en el intervalo de 50 a 150 ppm.

El producto de la suspensión del segundo reactor de oxidación (42) puede enfriarse antes de ser introducido en una separación sólido/líquido y, opcionalmente, un sistema de secado de sólidos. Preferentemente, el producto de la suspensión del segundo reactor de oxidación (42) es suministrado a una zona de evaporación flash donde la temperatura y la presión del segundo producto oxidante se reducen mediante evaporación flash. La zona de evaporación flash puede comprender uno o, preferentemente, una pluralidad de recipientes flash donde el producto de la suspensión se enfría escalonadamente o por evaporación por reducción de presión en secuencia. Tal como se muestra en la Figura 1, para enfriar la suspensión, el conducto (52) lleva a un primer recipiente flash (54). Desde aquí, el conducto (58) lleva a un segundo recipiente flash (56). Los recipientes flash (54) y (56) primero y segundo proporcionan una reducción de presión escalonada desde el reactor (42). Esta reducción de presión escalonada o en secuencia obedece a dos propósitos. En primer lugar, elimina la necesidad de bombeo entre las unidades. En segundo lugar, el proceso flash adiabático a partir de la reducción de presión entre el reactor (42) y el primer

recipiente flash (54) permite que el primer recipiente flash (54) actúe como un cristizador de evaporación. El tamaño medio de los cristales de ácido tereftálico puede aumentar en el primer recipiente flash (54). El vapor de los dos recipientes flash (54) y (56) puede ser encaminado a un condensador (no mostrado). El primer recipiente flash (54) puede accionarse a una temperatura de 170 a 190°C y una presión de 2,4 a 5,2 bara (aproximadamente de 35 a 75 psia). La corriente de suspensión del primer recipiente flash (54) es suministrada al segundo recipiente flash (56), que es otro depósito flash adiabático a temperaturas de 60 a 100°C y a presión de 0,3 a 0,8 bara (aproximadamente de 5 a 12 psia). Aunque los dos recipientes flash se muestran en la Figura 1 para las funciones de enfriamiento y cristalización, pueden emplearse menos o más de dos o bien usarse otro procedimiento de enfriamiento.

10

La suspensión enfriada es transportada por medio del conducto (62) a la zona de separación sólido/líquido (60) donde el ácido tereftálico sólido es separado del disolvente acuoso de ácido acético/medio de reacción usando medios convencionales de separación líquido/sólido. Después de la separación, la torta de ácido tereftálico se lava, por ejemplo, con ácido acético enfriado a partir de la columna de extracción de agua (18). La torta de filtro húmeda puede secarse para evaporar el ácido acético residual de la torta. A partir del dispositivo de separación sólido/líquido (60) se obtiene un producto seco. La composición de este producto es esencialmente la misma que la composición de los sólidos presentes en el producto de la suspensión de la segunda zona de reacción (42).

15

### EJEMPLO

20

El procedimiento de la presente invención se ilustra adicionalmente mediante el ejemplo siguiente donde las partes de los materiales son partes en peso de p-xileno y se suministró ácido acético que tenía un sistema de catalizador de Co/Mn/Br disuelto en el mismo al lateral del primer reactor de oxidación (18) a través del conducto (10) mientras que se suministró aire a la base del reactor por medio del conducto (14). El ácido acético acuoso que contenía catalizador disuelto se suministró a una velocidad de 3,1 partes por minuto y el p-xileno se suministró a la velocidad de 0,45 partes por minuto por medio del conducto (10) en el reactor (12) que consistía en un recipiente a presión cilíndrico que tenía una relación altura:diámetro de 13,3. El aire se suministró por medio del conducto (14) a una velocidad de 2,0 partes por minuto. La mezcla de reacción de oxidación gas/líquido ocupó aproximadamente el 85% del volumen del reactor. La temperatura de la mezcla de reacción mezclada vigorosamente fue de 160°C y la presión se controló a 6,2 bar absolutos (90 psig). El producto oxidante que consistía en una suspensión del 30% en peso TPA en ácido acético acuoso que contenía catalizador disuelto se eliminó de la base del reactor por medio de la línea (36) a la velocidad de 2,4 partes por minuto. Una corriente de vapor que comprendía aire con agotamiento de oxígeno, ácido acético y agua se extrajo de manera continua a través de un orificio situado en la parte superior de la pared lateral del reactor y fue transportada por medio del conducto (16) a la columna de agua (18). Una parte del condensado se recicló directamente al reactor por medio de los conductos (30) y (32) y el cabezal de nebulización (34).

25

El producto oxidante que comprendía ácido tereftálico, p-carboxibenzaldehído y ácido p-toluico en ácido acético que contenía componente de catalizador disuelto se extrajo del primer reactor de oxidación (18) por medio del conducto (36) y se suministró a un segundo reactor de oxidación (42) agitado accionado a 209°C y 15,5 bara (225 psia). El aire se suministró al segundo reactor de oxidación (42) a una velocidad que era aproximadamente del 3% del flujo de aire suministrado al primer reactor (12). Se extrajo un gas desprendido que contenía el 0,5% en volumen de oxígeno del segundo reactor de oxidación (42). A continuación se enfrió el producto del digestor, se separó y se lavó usando un filtro de vacío giratorio. El producto de TPA obtenido contenía 110 ppm de 4-CBA y 8 ppm de ácido p-toluico, adecuado para producir productos de polímeros y copolímeros de PET.

30

35

40

45

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la producción de ácido tereftálico que comprende:
- 5 (1) la oxidación de paraxileno a una temperatura de 150 a 180°C y a una presión de 3,5 a 13 bara (50 a 189 psia) en un medio de reacción que contiene un gas que contiene oxígeno, y un catalizador de oxidación disuelto en un disolvente acuoso de ácido acético en un primer reactor de oxidación presurizado para producir una suspensión de producto de ácido tereftálico y ácidos monocarboxílicos;
- 10 (2) la eliminación continua de la suspensión de producto de ácido tereftálico y subproductos de ácidos monocarboxílicos en el disolvente del procedimiento acuoso de ácido acético a partir del primer reactor de oxidación presurizado y la alimentación de dicho producto de la etapa (1) en un segundo reactor de oxidación presurizado; y
- (3) además la oxidación en fase líquida en presencia de un gas que contiene oxígeno en dicho segundo reactor de oxidación presurizado de dicho subproducto de ácidos monocarboxílicos en ácido tereftálico, donde la temperatura y la presión en el segundo reactor de oxidación presurizado son de 185°C a 230°C y de 4,5 a 18,3 bara (65 a 265 psia);
- caracterizado porque** la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno en el segundo reactor de oxidación presurizado es del 0,001 al 3% en volumen de la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno en el primer reactor de oxidación presurizado; y además **caracterizado porque** el calor requerido para el funcionamiento del segundo reactor de oxidación se proporciona suministrando un disolvente en fase de vapor al segundo reactor de oxidación y permitiendo la condensación del disolvente en fase de vapor.
- 25 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno en el segundo reactor de oxidación presurizado es del 0,001 al 2% en volumen de la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno en el primer reactor de oxidación presurizado.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende:
- 30 (1) la oxidación de paraxileno a una temperatura de 155 a 165°C y a una presión de 5,2 a 6,9 bara (75 a 100 psia) en un medio de reacción que contiene un gas que contiene oxígeno, y un catalizador de oxidación disuelto en un disolvente acuoso de ácido acético en un primer reactor de oxidación presurizado para producir una suspensión de producto de ácido tereftálico y ácidos monocarboxílicos;
- 35 (2) la eliminación continua de la suspensión de producto de ácido tereftálico y subproductos de ácidos monocarboxílicos en el disolvente del procedimiento acuoso de ácido acético a partir del primer reactor de oxidación presurizado y la alimentación de dicho producto de la etapa (1) en un segundo reactor de oxidación presurizado; y
- 40 (3) además la oxidación en fase líquida en presencia de un gas que contiene oxígeno en dicho segundo reactor de oxidación presurizado de dicho subproducto de ácidos monocarboxílicos en ácido tereftálico, donde la temperatura y la presión en el segundo reactor de oxidación presurizado son de 205°C a 215°C y de 13,4 a 17,2 bara (195 a 250 psia);
- 45 **caracterizado porque** la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno al segundo reactor de oxidación presurizado es del 0,001 al 2% en volumen de la velocidad de flujo de gas que contiene oxígeno al primer reactor de oxidación presurizado.
4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde dicho disolvente en fase de vapor es suministrado a dicho segundo reactor de oxidación a una presión suficiente para permitir el paso del vapor en dicho segundo reactor de oxidación y para proporcionar suficiente calor al contenido del segundo reactor de oxidación.
5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el disolvente en fase de vapor es ácido acético parcialmente deshidratado.
- 55 6. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde los ácidos monocarboxílicos producidos en la etapa (1) son carboxibenzaldehído y ácido toluico.

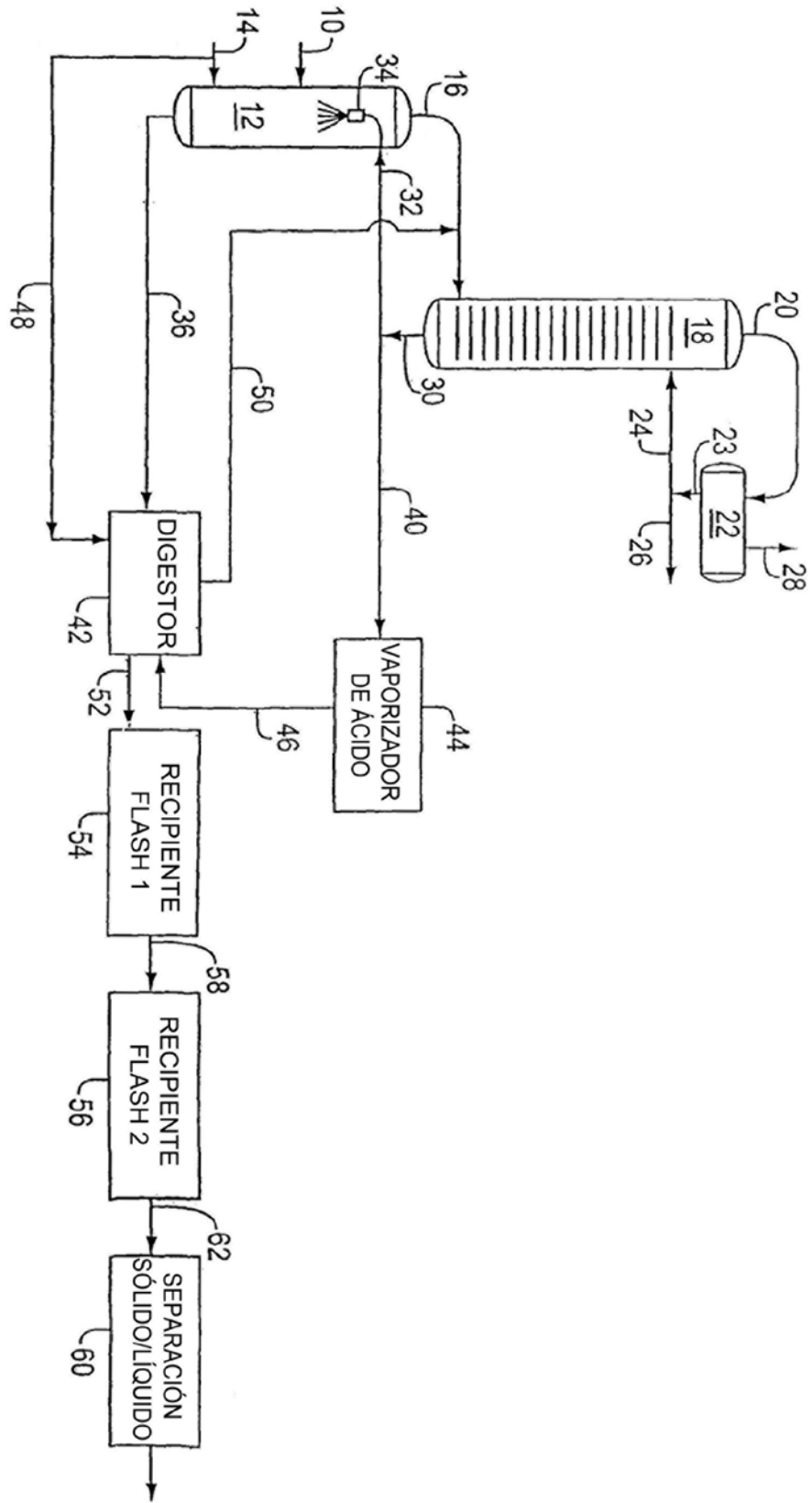


FIG. 1