

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 681 655**

51 Int. Cl.:

C22B 5/00 (2006.01)
C07C 51/42 (2006.01)
C07C 51/44 (2006.01)
C07C 51/47 (2006.01)
C07C 63/26 (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01)
B01J 31/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.08.2011 PCT/US2011/047500**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **23.02.2012 WO12024167**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.08.2011 E 11818589 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 2606156**

54 Título: **Mejora de la velocidad de filtración de la purga de ácido tereftálico mediante el control del porcentaje de agua en la suspensión de alimentación del filtro**

30 Prioridad:

20.08.2010 US 860135

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.09.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

PARKER, KENNY, RANDOLPH

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 681 655 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

Mejora de la velocidad de filtración de la purga de ácido tereftálico mediante el control del porcentaje de agua en la suspensión de alimentación del filtro

5

CAMPO DE LA INVENCION

Esta solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de Estados Unidos Número de Serie 12/860.135, presentada el 20 de agosto de 2010.

10

La invención se refiere a la mejora de la recuperación de un catalizador de metal a partir de una corriente de purga oxidante producida en la síntesis de ácido tereftálico. La recuperación mejorada del catalizador se realiza en un proceso de purga que comprende la concentración evaporativa de una alimentación de purga oxidante para generar una suspensión de purga superconcentrada, la adición de agua a la suspensión de purga superconcentrada para generar una suspensión de purga superconcentrada y rica en agua, la filtración de la suspensión de purga superconcentrada y rica en agua para generar un agua madre y una torta de filtro, y el direccionamiento del agua a una zona de extracción.

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

20

El ácido tereftálico se produce de forma comercial por la oxidación de paraxileno en presencia de un catalizador, tal como, por ejemplo, Co, Mn, Br, y un disolvente. El ácido tereftálico usado en la producción de fibras de poliéster, películas y resinas debe ser tratado adicionalmente para eliminar las impurezas formadas como resultado de la oxidación de paraxileno.

25

El ácido tereftálico (TPA) es un intermediario en la producción de poliésteres para aplicaciones de plásticos y fibras. Los procesos comerciales para la fabricación de TPA con frecuencia se basan en la oxidación de p-xileno catalizada por un metal pesado, generalmente con un promotor de bromuro en un disolvente de ácido acético. Debido a la limitada solubilidad del TPA en ácido acético en condiciones de oxidación viables, normalmente se forma en el reactor de oxidación una suspensión de cristales de TPA. Habitualmente, la suspensión oxidante de TPA se retira del reactor y los sólidos de TPA se separan del agua madre oxidante usando técnicas de separación sólido-líquido convencionales. El agua madre oxidante, que contiene la mayor parte del catalizador y promotor usados en el proceso, se recicla al reactor de oxidación. Además del catalizador y el promotor, la corriente de agua madre oxidante también contiene TPA disuelto y muchos subproductos e impurezas. Estos subproductos e impurezas surgen parcialmente a partir de impurezas secundarias presentes en la corriente de alimentación de p-xileno. Otras impurezas se generan debido a la oxidación incompleta del p-xileno, que produce productos parcialmente oxidados. Aún otros subproductos son resultado de reacciones secundarias competitivas formadas como resultado de la oxidación de p-xileno en ácido tereftálico. Las patentes que desvelan la producción de ácido tereftálico son las patentes de Estados Unidos n.º 4.158.738 y n.º 3.996.271.

30

35

40

Los sólidos de TPA experimentan una separación sólido-líquido donde se utiliza un nuevo disolvente para desplazar una porción principal del componente líquido del agua madre oxidante.

45

Muchas de las impurezas en la corriente de agua madre oxidante que se reciclan son relativamente inertes para una oxidación adicional. Dichas impurezas incluyen, por ejemplo, ácido isoftálico, ácido ftálico y ácido trimelítico. También están presentes impurezas, que pueden experimentar una oxidación adicional, tales como, por ejemplo, 4-carboxibenzaldehído, ácido p-toluico y p-tolualdehído. Las impurezas inertes de la oxidación tienden a acumularse en el agua madre oxidante tras el reciclado. La concentración de estas impurezas inertes aumentará en el agua madre oxidante hasta que se alcanza un equilibrio por el cual la velocidad de eliminación de cada impureza a través del producto TPA se equilibra con la velocidad de formación y la velocidad de adición al proceso de oxidación. El nivel normal de impurezas en el TPA en bruto comercial lo hace inadecuado para su uso directo en la mayoría de las aplicaciones de polímeros.

50

55

Convencionalmente, el TPA en bruto se ha purificado mediante la conversión de un éster dimetilico o mediante disolución en agua con hidrogenación posterior sobre catalizadores de hidrogenación convencionales. Más recientemente, se han usado tratamientos oxidativos secundarios para producir TPA de grado polimérico. Es deseable minimizar la concentración de impurezas en el agua madre y así facilitar la posterior purificación del TPA. En algunos casos, no es posible producir un TPA de grado polimérico purificado a menos que se utilicen medios para eliminar las impurezas de la corriente de agua madre oxidante.

60

Una técnica para eliminar impurezas de una corriente de reciclado utilizada comúnmente en la industria de procesamiento químico es extraer o "purgar" una parte de la corriente de reciclado del agua madre de oxidación. Habitualmente, la corriente de purga simplemente se desecha o, si existe justificación económica, se somete a diversos tratamientos para eliminar las impurezas no deseadas y recuperar los componentes valiosos. Un ejemplo es el documento U.S. N.º 4.939.297. La cantidad de purga requerida para controlar las impurezas depende del proceso; sin embargo, una cantidad de purga igual al 10-40 % de la corriente de agua madre oxidante total suele ser suficiente para producir el TPA adecuado como materia prima para la fabricación de polímeros comerciales. En la producción de TPA, el porcentaje de purga de la corriente de agua madre oxidante necesaria para mantener concentraciones de impurezas aceptables, junto con el valor económico del catalizador metálico y los componentes de disolvente en la corriente de purga del oxidante, hacen que la sencilla eliminación de la corriente de purga oxidante no sea económicamente atractiva. Por lo tanto, existe la necesidad de un proceso que recupere esencialmente todos los valiosos catalizadores metálicos y el ácido acético contenidos en la corriente de purga oxidante mientras se elimina una porción principal de las impurezas presentes en la corriente de purga oxidante. El catalizador metálico puede recuperarse en una forma activa adecuada para su reutilización por reciclado directo a la etapa de oxidación de p-xileno.

Varias patentes describen un proceso de ácido tereftálico que comprende un proceso de purga que comprende concentración, filtración, seguido de extracción.

El documento US 7 282 151 desvela la recuperación de un catalizador metálico de una corriente de purga oxidante producida en la síntesis de ácido carboxílico, típicamente tereftálico. Más particularmente, el proceso implica la recuperación de un catalizador metálico de una corriente de purga oxidante a través del uso de un filtro de presión, la combinación de agua con un agua madre para recuperar el catalizador metálico y luego someter una mezcla acuosa así formada a una extracción en una sola fase con un disolvente de extracción para producir una corriente de extracto que comprende impurezas orgánicas y una corriente de refinado que comprende el catalizador metálico.

El documento US 2002/193630 desvela un proceso para la producción de ácido tereftálico mediante una pluralidad de etapas de proceso que incluyen la oxidación del catalizador de un compuesto de dialquibenceno, una segunda oxidación, una hidrogenación del producto de la segunda oxidación, y la cristalización del ácido tereftálico de hidrogenación usando una pluralidad de cristalizadores conectados en serie.

En dichos procesos de purga, los subproductos de oxidación salen del proceso en dos ubicaciones. Los subproductos de oxidación que salen de la solución en la zona de concentración de purga debido a la pérdida de disolvente se aíslan y se lavan en una zona de filtración posterior para generar una torta húmeda rica en subproductos de oxidación que puede salir del proceso. Además, los subproductos de oxidación que permanecen en solución después de la zona de concentración pasan a través de la zona de filtración en el agua madre líquida y luego se dirigen a una zona de extracción y destilación donde los subproductos de oxidación se concentran en una corriente de lodo residual adecuada para salir del proceso. Es deseable minimizar el contenido de catalizador en la torta húmeda de subproducto de oxidación generada en la zona de filtración, así como la corriente de lodo de subproducto de oxidación generada en la zona de extracción y destilación. Cualquier catalizador presente en estas dos corrientes no se dirigirá de vuelta al reactor de oxidación de p-xileno y, por lo tanto, representará una pérdida de catalizador en el proceso de ácido tereftálico.

Se añade agua al agua madre del filtro de purga en una zona de mezcla justo antes de la extracción, generando una corriente que es una mezcla de agua madre y agua. El propósito de añadir agua al agua madre del filtro de purga justo antes de la zona de extracción es ajustar la relación agua:ácido para un rendimiento aceptable en la zona de extracción. Se ha descubierto que dividir esta corriente de agua y dirigir una porción de ésta a una zona de mezcla inmediatamente antes del filtro de purga donde el agua se mezcla con alimentación de filtro concentrada justo antes de la filtración tiene un impacto material sobre la disminución del contenido de cobalto en la torta húmeda del filtro de purga generada en la zona de filtración de purga. Debe observarse que dividir la corriente de agua normalmente añadida justo antes de la extracción y dirigir una porción de la corriente de agua a la alimentación del filtro justo antes de la filtración no afecta a la relación agua:ácido del agua madre del filtro de purga y la mezcla de agua dirigida a la extracción porque cualquier cantidad de agua añadida antes de la filtración simplemente pasa a través de la zona de filtración con el agua madre de filtración.

RESUMEN DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a la eliminación de impurezas y la recuperación de un catalizador metálico de una corriente de purga oxidante producida en la síntesis de ácidos carboxílicos, típicamente ácido tereftálico, comprendiendo el proceso:

- (a) someter una corriente de purga oxidante formada en un proceso de ácido tereftálico a evaporación en una 1ª zona de evaporador para producir una 1ª corriente de vapor y una corriente de purga concentrada; donde la corriente de purga oxidante comprende un ácido carboxílico, un catalizador de metal, impurezas, agua y un disolvente; donde el disolvente comprende ácido acético; y
- 5 (b) añadir agua a la corriente de purga concentrada en una 1ª zona de mezcla para producir una corriente de purga concentrada rica en agua;
- (c) someter la corriente de purga concentrada rica en agua a evaporación en una 2ª zona de evaporador para producir una 2ª corriente rica en vapor y una corriente de suspensión de purga superconcentrada; y
- 10 (d) añadir agua a una suspensión de purga superconcentrada en una 2ª zona de mezcla para producir una suspensión de purga superconcentrada rica en agua, y
- (e) filtrar la suspensión de purga superconcentrada en agua en una zona de separación sólido-líquido para formar una torta de filtro y agua madre;
- (f) lavar la torta de filtro con una alimentación de lavado en la zona de separación sólido-líquido para formar una torta de filtro lavada, y una solución de lavado;
- 15 (g) añadir agua al agua madre en una 3ª zona de mezcla para recuperar el catalizador metálico y después someter una mezcla acuosa formada de este modo a extracción con un disolvente de extracción para producir una corriente de extracto y una corriente de refinado que comprende un catalizador metálico,
- 20 donde la masa de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla (d) varía del 5 % en peso al 50 % en peso de la masa total de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla (d) y la 3ª etapa de la zona de mezcla (g) .

Estas realizaciones, y otras realizaciones, resultarán más evidentes para otros expertos en la técnica después de leer esta divulgación.

25

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 ilustra una realización de la invención de un método para eliminar impurezas de una corriente de purga oxidante formada en un proceso de ácido tereftálico que comprende ácido acético, agua, un catalizador metálico e impurezas de oxidación (a) evaporando una porción de una corriente de purga oxidante en una primera zona de evaporador para producir una corriente de purga concentrada y una 1ª corriente de vapor que comprende ácido acético y agua; (b) añadiendo agua de forma controlada a la corriente de purga concentrada en una 1ª zona de mezcla para producir una corriente de purga concentrada rica en agua; (c) evaporando una porción de corriente de purga concentrada rica en agua en una 2ª zona de evaporador para formar una corriente de suspensión de purga superconcentrada con un contenido de agua que varía del 5,8 % en peso al 24,4 % en peso y una 2ª corriente de vapor que comprende ácido acético y agua; (d) añadiendo agua a la corriente de suspensión de purga superconcentrada en una 2ª zona de mezcla para producir una corriente de suspensión de purga superconcentrada rica en agua; (e) separando sólidos de la corriente de suspensión de purga súper concentrada rica en agua y sometiendo los sólidos a una alimentación de lavado en una zona de separación sólido-líquido para formar una corriente de agua madre, una corriente de licor de lavado; y una corriente de torta de filtro lavada; (f) mezclando en una 3ª zona de mezcla agua con la corriente de agua madre y opcionalmente una porción de la corriente de licor de lavado para formar una mezcla acuosa; y (g) añadiendo un disolvente de extracción a la mezcla acuosa en una zona de extracción para formar una corriente de extracto y una corriente de refinado; y (h) alimentando la corriente de extracto a una columna de destilación para formar una corriente de reciclado de disolvente de extracción y una corriente de lodo.

30

35

40

45

La figura 2 ilustra cómo el cobalto en ppmw (partes por millón en peso) en la torta húmeda del filtro se ve afectado por la adición de agua a la suspensión de purga superconcentrada justo antes de la filtración.

La Figura 3 muestra una realización de la invención donde la velocidad de filtración de la alimentación al filtro se ve afectada por el % en peso de agua en la corriente de suspensión de purga superconcentrada.

50

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION:

En esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones que siguen, se hará referencia a una serie de términos que se definirán con los siguientes significados:

55

Como se usan en la memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares "un", "una" y "el/la" incluyen las referencias plurales, a menos que el contexto dicte claramente lo contrario. Por lo tanto, por ejemplo, la referencia a un reactor de tubería incluye uno o más reactores de tubería.

60 Además, se entenderá que los puntos finales de cada uno de los intervalos son significativos tanto en relación con el

otro punto final como independientemente del otro punto final.

“Opcional” u “opcionalmente” significan que el evento o circunstancia descritos a continuación puede ocurrir o no, y que la descripción incluye casos en los que el evento o circunstancia ocurre y casos en los que no. Por ejemplo, la expresión “opcionalmente calentado” significa que el material se puede calentar o no y que tal expresión incluye tanto procedimientos calentados como no calentados.

A pesar de que los intervalos numéricos y parámetros que exponen el alcance amplio de la invención son aproximaciones, los valores numéricos expuestos en los ejemplos específicos se reseñan lo más precisamente posible. Sin embargo, cualquier valor numérico contiene inherentemente ciertos errores necesariamente resultantes de la desviación estándar encontrada en sus medidas respectivas en el ensayo .

Como se usa en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, el uso de “porcentaje” o “%” se refiere a un porcentaje en peso.

En una realización de esta invención, se proporciona un proceso para eliminar las impurezas de subproductos de oxidación de una corriente de purga oxidante **101** como se muestra en la Figura 1. El proceso comprende las siguientes etapas.

La etapa (a) comprende someter una corriente de purga oxidante **101** a evaporación en una primera zona de evaporador **120** para producir una 1ª corriente de vapor **121** y una corriente de purga concentrada **122**.

La corriente de purga oxidante **101** se elimina de un proceso de síntesis oxidativa de ácido carboxílico que comprende ácido tereftálico. Un método para generar la corriente de purga oxidante **101** es filtrar la suspensión oxidante de ácido tereftálico y recoger una porción del agua madre que sale del filtro y dirigirla al proceso de purga.

Otro método más para generar la corriente de purga oxidante **101** es realizar un intercambio de disolvente sobre la suspensión de oxidación de ácido tereftálico que desplaza una porción del agua madre de oxidación y dirigirla al proceso de purga. El agua madre de oxidación obtenida de un proceso de ácido tereftálico se puede enfriar a una temperatura que varía de 90 °C a 45 °C y dirigirlo a un filtro de presión de clarificación, tal como un filtro de vela para eliminar los sólidos presentes antes de dirigirlo al 1^{er} evaporador en el proceso de purga

La corriente de purga oxidante **101** sirve como la corriente de alimentación para el presente proceso de purga de ácido tereftálico. La corriente de purga oxidante **101** comprende ácido carboxílico, agua, un disolvente, el catalizador metálico e impurezas. Las impurezas comprenden bromuros orgánicos, metales de corrosión, subproductos de oxidación de p-xileno e impurezas derivadas como resultado de un proceso de ácido tereftálico. Los bromuros orgánicos pueden usarse como promotores en la reacción de oxidación. Los ejemplos de metales de corrosión son compuestos de hierro y cromo, que inhiben, reducen o destruyen completamente la actividad del catalizador metálico. Además del catalizador y el promotor, la corriente de agua madre oxidante también contiene subproductos e impurezas. Estos subproductos e impurezas surgen parcialmente a partir de impurezas secundarias presentes en la corriente de alimentación de p-xileno. Otras impurezas se generan debido a la oxidación incompleta del p-xileno, que produce productos parcialmente oxidados. Aún otros subproductos son resultado de reacciones secundarias competitivas en la oxidación de p-xileno en ácido tereftálico.

Los ácidos carboxílicos incluyen ácidos carboxílicos aromáticos producido a través de la oxidación controlada de un sustrato orgánico. Dichos ácidos carboxílicos aromáticos incluyen compuestos con al menos un grupo ácido carboxílico unido a un átomo de carbono que es parte de un anillo aromático, que tiene preferiblemente 6 átomos de carbono, incluso más preferiblemente, solo átomos de carbono. Los ejemplos adecuados de dichos anillos aromáticos incluyen, pero sin limitación, benceno, bifenilo, terfenilo, naftaleno y otros anillos aromáticos fusionados a base de carbono. Los ejemplos de ácidos carboxílicos adecuados incluyen, pero sin limitación, ácido tereftálico, ácido benzoico, ácido p-toluico, ácido isoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalenodicarboxílico, ácido 2,5-difenil-tereftálico y mezclas de los mismos.

Los disolventes adecuados incluyen, pero sin limitación, ácidos monocarboxílicos alifáticos, que contienen preferiblemente de 2 a 6 átomos de carbono, o ácido benzoico, y mezclas de los mismos, y mezclas de estos compuestos con agua. Preferiblemente, el disolvente es ácido acético mezclado con agua, en una relación de 5:1 a 25:1, preferiblemente entre 8:1 y 20:1, y mucho más preferiblemente entre 11:1 y 20:1. A lo largo de la memoria descriptiva, se hará referencia a ácido acético como el disolvente. Sin embargo, debe apreciarse que pueden utilizarse también otros disolventes adecuados, tales como los desvelados previamente.

En la primera etapa del presente proceso, la corriente de purga oxidante **101** se concentra por medios convencionales en una 1ª zona de evaporador **120** que comprende un evaporador para producir una 1ª corriente de vapor **121** y una suspensión concentrada de purga **122**. El evaporador funciona en condiciones atmosféricas o

ligeramente superatmosféricas, generalmente de 101 kPa a 1.013 kPa (1 atmósfera a 10 atmósferas). La corriente de vapor **121** comprende la mayoría del agua y disolvente, y la corriente de purga concentrada **122** comprende el resto del agua y el disolvente no eliminados de la corriente de purga oxidante **101**. La evaporación elimina del 50 % en peso al 85 % en peso de la masa de disolvente presente en la corriente de purga oxidante **101**.

5

La etapa (b) somete la corriente de purga concentrada **122** y la corriente **131** que comprende agua a la zona de mezcla **130** para producir una corriente de purga concentrada rica en agua **132**. La corriente de purga concentrada rica en agua **132** se enriquece en agua ya que el % en peso de agua en la corriente de purga concentrada rica en agua **132** es mayor que la corriente de purga concentrada **122**. Se puede utilizar cualquier equipo conocido en la técnica para mezclar dos corrientes de líquido, incluida la mezcla de las dos corrientes en una tubería equipada con un mezclador estático interno. En una realización de la invención, la velocidad de alimentación (masa/tiempo) de la corriente **131** añadida en la zona de mezcla **130** se manipula para controlar el porcentaje en peso de agua contenida en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo **142** del 5,0 por ciento en peso (% en peso) de agua al 25 % en peso de agua. Otro intervalo para controlar el contenido de agua de la corriente **142** es del 8,0 % en peso de agua al 23,0 % en peso de agua. Todavía otro intervalo para controlar el contenido de agua de la corriente **142** es del 11,0 % en peso de agua al 21,0 % en peso de agua. Aún otro intervalo para controlar el contenido de agua de la corriente **142** es del 13,0 % en peso de agua al 19,0 % en peso de agua. El conducto entre el primer evaporador **120** y la zona de mezcla **130** debería mantenerse a una temperatura igual o superior a 90 °C para evitar que los sólidos salgan de la solución en el conducto.

20

La etapa (c) somete la corriente de purga concentrada rica en agua **132** a evaporación en una 2ª zona de evaporador **140** para producir una 2ª corriente de vapor **141** y una corriente de suspensión de purga superconcentrada **142**. El conducto entre la zona de mezcla **130** y el segundo evaporador **140** debería mantenerse a una temperatura a o por encima de 80 °C para minimizar la cantidad de sólidos que salen de la solución en el conducto. La segunda zona de evaporador **140** comprende al menos un evaporador que funciona en condiciones de vacío. La evaporación puede realizarse a una temperatura de 20 °C a 90 °C; otro intervalo es de 30 °C a 80 °C. La combinación de los evaporadores **120** y **140** se hace funcionar para concentrar la corriente de purga oxidante **101** hasta una condición donde del 75 % en peso al 97 % en peso de la masa de la corriente **101** se elimina por evaporación. Otro intervalo para el funcionamiento de la combinación de evaporadores **120** y **140** para concentrar la corriente de purga oxidante como se representa por la corriente **101** hasta una condición donde del 85 % en peso al 94 % en peso de la masa de la corriente **101** se elimina por evaporación. Aún otro intervalo para el funcionamiento de la combinación de evaporadores **120** y **140** para concentrar la corriente de purga oxidante como se representa por la corriente **101** hasta una condición donde del 87 % en peso al 93 % en peso de la masa de la corriente **101** se elimina por evaporación.

35

La etapa (d) somete la corriente de suspensión de purga superconcentrada **142** y una porción de la corriente **171** que comprende agua a la 2ª zona de mezcla **150** para producir una corriente de suspensión de purga superconcentrada rica en agua **152**. La corriente de suspensión de purga concentrada rica en agua **152** se enriquece en agua, ya que el % en peso de agua en la corriente de suspensión de purga concentrada rica en agua **152** es mayor que el % en peso de agua en la corriente de suspensión de purga superconcentrada **142**. Se puede utilizar cualquier equipo conocido en la técnica para mezclar dos corrientes de líquido, incluida la mezcla de las dos corrientes en una tubería equipada con un mezclador estático interno. La masa total de agua en la corriente **171** dirigida a las zonas de mezcla **150** y **170** se controla de tal forma que la relación de ácido acético:agua en la corriente **172** varía de 0,7:1 a 1,4:1, preferiblemente de 0,8:1 a 1,3:1, y mucho más preferiblemente de 0,9:1 a 1,2:1. La masa total de la corriente **171** se divide y se dirige a la zona de mezcla **150** y la zona de mezcla **170**. El porcentaje en peso de la corriente **171** dirigida a la zona de mezcla **150** puede ser de hasta el 25 % en peso. El porcentaje en peso de la corriente **171** dirigida a la zona de mezcla **150** puede ser de hasta el 50 % en peso. El porcentaje en peso de la corriente **171** dirigida a la zona de mezcla **150** puede ser de hasta el 75 % en peso.

50 La etapa (e) comprende filtrar una suspensión de purga superconcentrada rica en agua **152** en una zona de filtración **160** para formar una torta de filtro **164** y un agua madre **163**; y

la etapa (f) el lavado de la torta de filtro **164** con una alimentación de lavado **166** en una zona de lavado **161** para formar una torta lavada **165** y un licor de lavado **167**; y opcionalmente deshidratar la torta lavada **165** en una zona de deshidratación opcional **162** con una alimentación de gas **168** para formar una torta deshidratada **169**. En una realización de la presente invención, la corriente de lavado **166** comprende agua.

En una realización de la invención, la zona de filtración **160** comprende al menos un dispositivo de separación sólido-líquido. En otra realización de la invención, la zona de filtración y la zona de lavado pueden alcanzarse en un dispositivo de separación sólido-líquido en la zona **200**. Los ejemplos de dichos dispositivos incluyen, pero sin

60

limitación, filtros de presión continua, filtros de vacío continuo, filtros de presión por lotes, centrífugas y dispositivos similares. En otra realización de la invención, la zona de separación sólido-líquido y la zona de lavado y la zona de deshidratación opcional pueden realizarse en un dispositivo. Los ejemplos de dichos dispositivos incluyen, pero sin limitación, filtros de presión continua, filtros de vacío continuo, filtros de presión por lotes, centrífugas y dispositivos similares. Un filtro de presión adecuado que puede adaptarse a los requisitos del presente proceso de invención es un filtro de presión de tambor rotatorio BHS-FEST.TM, aunque pueden usarse otros filtros de presión que pueden realizar la operación requerida. Los ejemplos de otros dispositivos que pueden usarse en la zona de separación sólido-líquido **200** incluyen, pero sin limitación, filtros de banda de vacío, prensas de filtro, centrífugas, filtros de hoja de presión, filtros de tambor de presión y filtros de tambor de vacío. El filtro de presión puede hacerse funcionar a temperatura y presión suficientes para obtener al menos el 80 % en peso de recuperación del catalizador metálico del soluto del agua madre **163**. Preferiblemente, el filtro de presión puede funcionar a una temperatura de 25 °C a 80 °C, y una presión de 2 bar a 6 bar.

La etapa (g) comprende mezclar en la 3^a zona de mezcla **170** una porción de corriente de agua **171** con la corriente de agua madre **163** y opcionalmente una porción de la corriente de licor de lavado **167** para formar una mezcla acuosa **172**. En una realización de la invención, la zona de mezcla **170** comprende un mezclador convencional. En una realización de la invención, la corriente **171** que comprende agua se divide y se dirige tanto a la 2^a zona de mezcla **150** como la 3^a zona de mezcla **170**. La masa total de la corriente **171** dirigida a las zonas de mezcla **150** y **170** se controla de tal forma que la relación de ácido acético:agua en la corriente **172** varía de 0,7:1 a 1,4:1, preferiblemente de 0,8:1 a 1,3:1, y mucho más preferiblemente de 0,9:1 a 1,2:1. Es deseable mantener la mezcla acuosa **172** circulando con un circuito de circulación externo. Se puede añadir una pequeña cantidad de disolvente de extracción **181**, generalmente del 1 al 10 % en peso, preferiblemente menos del 5 % en peso, a la zona de mezcla **170** para mejorar la manipulación de la suspensión reduciendo la adherencia de sólidos al lateral de los recipientes. Esto se representa mediante la flecha de trazos de la corriente **181** en la Figura 1. Es deseable, pero no necesario, someter la mezcla acuosa **172**, antes de la extracción, a un tratamiento térmico de 60 °C a 95 °C, otro intervalo es de 80 °C a 90 °C durante 0,5 a 4 horas, preferiblemente de 1 a 2 horas. Mediante este tratamiento, los bromuros orgánicos se hacen reaccionar para producir bromuros inorgánicos que se retienen preferentemente en la corriente de refinado **183**. La cantidad de compuestos que contienen bromo purgados del sistema junto con las impurezas no deseadas se minimiza de este modo. El tratamiento térmico conserva bromuros y simplifica la eliminación de las impurezas orgánicas.

La etapa (h) comprende poner en contacto un disolvente de extracción **181** con la mezcla acuosa **172** en una zona de extracción **180** para formar una corriente de extracto **182** y la corriente de refinado **183**.

La mezcla acuosa **172** se alimenta a una zona de extracción **180** donde la mezcla acuosa **172** y el disolvente de extracción **181** se ponen en contacto en la zona de extracción **180**. La mezcla acuosa **172** y el disolvente de extracción **181** se mezclan para formar una corriente de extracto **182** que comprende disolvente, agua, impurezas orgánicas y disolvente de extracción que forma una fase más clara, y la corriente de refinado **183** que comprende un catalizador metálico, metales de corrosión y agua. La corriente de extracción **182** se retira como una corriente superior y la corriente de refinado **183** se extrae del fondo del extractor en la zona de extracción **180**. En esta invención, una realización de la zona de extracción **180** es un extractor de fase única.

El disolvente de extracción **181** usado en el extractor debería ser sustancialmente inmisible en agua para minimizar la cantidad de disolvente orgánico disuelta en la fracción acuosa. Adicionalmente, el disolvente de extracción **181** es preferiblemente un agente azeotrópico que sirve para ayudar a la recuperación de disolvente del extracto orgánico. Los disolventes que han demostrado ser particularmente útiles son acetatos de alquilo C1 a C6, particularmente acetato de n-propilo, acetato de isopropilo, acetato de isobutilo, acetato de sec-butilo, acetato de etilo y acetato de n-butilo, aunque también se pueden usar otros disolventes orgánicos sustancialmente inmiscibles en agua que tienen una densidad apropiada y un punto de ebullición suficientemente bajo, tal como p-xileno. Son particularmente preferidos acetato de N-propilo y acetato de isopropilo debido a su miscibilidad en agua relativamente baja y un comportamiento azeotrópico excelente.

La extracción puede realizarse usando relaciones de disolvente de 1-4 partes en peso de disolvente de extracción por parte de mezcla acuosa. Aunque la extracción puede hacerse funcionar a temperatura y presión ambiente, calentando el disolvente y el extractor a 30 °C a 70 °C, se puede usar otro intervalo de 40 °C a 60 °C. Aunque la corriente de extracto **182** comprende pequeñas cantidades del catalizador metálico y metales de corrosión, esencialmente todo el catalizador metálico y la mayoría de los metales de corrosión restantes están contenidos en la fase más pesada, la corriente de refinado **183**.

La etapa (i) comprende separar la corriente de extracto **182** en una zona de separación **190** para formar una

corriente de impurezas orgánicas de alto punto de ebullición **192** y una corriente de disolvente de extracción recuperada **191**.

La corriente de extracto **182** comprende un disolvente orgánico e impurezas orgánicas. La corriente de extracto **182** puede comprender además ácido acético y agua, a menudo en cantidades menores. La corriente de extracto **182** puede destilarse en una zona de separación **190** que comprende un equipo de destilación convencional. El equipo de destilación convencional incluye, por ejemplo, una columna de destilación.

La mayoría de las impurezas orgánicas se extraen mediante el disolvente orgánico en la zona de extracción, **180**. Esto ocurre porque las impurezas orgánicas muestran un alto grado de solubilidad para el disolvente orgánico y, en menor medida, para el ácido acético. Al destilar la fase más liviana del extractor, el disolvente orgánico se evapora permitiendo que las impurezas orgánicas se concentren en el flujo inferior de la columna.

La corriente de disolvente de extracción recuperada **191** se puede reciclar al extractor en la zona de extracción **180**. La corriente de impurezas orgánicas de alto punto de ebullición **192** se elimina como lodo de la base de la columna de destilación para su eliminación.

En una realización de la invención, las zonas de evaporador 120, 140, y 150 se hacen funcionar de manera continua en oposición a la operación por lotes. En una realización de la invención, todas las operaciones unitarias (zonas 120 a 190) se hacen funcionar de una manera continua en oposición a una operación por lotes.

Ejemplos:

Esta invención se puede ilustrar adicionalmente mediante los siguientes ejemplos de otras realizaciones de la misma.

Los datos para los Ejemplos 1 a 5 se resumen en la Tabla 1 y la Figura 2 se generó en un laboratorio. Un objetivo de estos ejemplos es ilustrar el beneficio de añadir agua a la corriente de suspensión de purga superconcentrada **142** antes de la filtración sobre la recuperación de cobalto en el filtro. La adición de agua a la corriente de suspensión de purga superconcentrada **142** da como resultado una disminución en la concentración de cobalto en la corriente de torta de filtro lavada **165** y se pierde menos cobalto en el proceso de purga. El cobalto presente en la corriente **165** no se recicla a la zona de oxidación del ácido tereftálico donde el cobalto funciona como catalizador.

Para cada experimento de laboratorio, se obtuvo la alimentación de purga oxidante **101** de una planta comercial que comprendía el 6 % de agua y el 94 % de ácido acético. El 75 % de la masa de la alimentación de purga oxidante se eliminó por evaporación a 120 °C en una 1ª zona de evaporador, dando como resultado una corriente de purga concentrada **122** que comprendía el 4,6 % de agua. La corriente de purga concentrada a 120 °C **122** se mezcló continuamente en una zona de mezcla con cantidades variables de agua a temperatura ambiente y luego se sometió a concentración evaporativa adicional a una temperatura final de 55 °C dando como resultado una corriente de purga superconcentrada **142** que comprendía agua que variaba del 8 por ciento en peso (% en peso) al 25 % en peso. El 92 % en peso de la masa original de la alimentación de purga oxidante se pierde durante la concentración evaporativa. Para cada uno de los 5 experimentos, la corriente de purga superconcentrada **142** se divide en dos partes. Una parte de la corriente **142** se filtra. La otra parte de la corriente **142** se mezcla con agua generando una corriente de purga superconcentrada rica en agua **152** y después se filtra. Es ilustrativo comparar la concentración de cobalto en las tortas de filtro lavadas generadas por filtración de la corriente de suspensión de purga concentrada **142** y la suspensión de purga concentrada rica en agua **152**. Las filtraciones se realizaron en un filtro de presión a escala de laboratorio operado con un manómetro de 3 bares con área de filtración de 20 cm², se lavaron con agua y se deshidrataron con N₂. En todos los experimentos, se usaron 10 gramos de lavado por gramo de sólidos secos en la torta húmeda.

Se pueden extraer al menos tres conclusiones de los datos experimentales en la Tabla 1.

Primero, resulta evidente que la concentración de cobalto en las tortas de filtro lavadas **165** generadas por filtración de la corriente de purga superconcentrada rica en agua **152** es mucho menor que la concentración de cobalto en las tortas de filtro lavadas **165** generadas por filtración de la corriente de purga superconcentrada **142** para cada experimento.

En segundo lugar, es evidente que la adición de la corriente de agua **131** a una corriente de purga concentrada **122** en una primera zona de mezcla **130** tiene un impacto material sobre la velocidad de filtración de la suspensión de purga superconcentrada aguas abajo **142** y la suspensión de purga superconcentrada rica en agua **152**. La cantidad de agua de la corriente **171** se añade en la 2ª zona de mezcla para minimizar la cantidad de cobalto en la torta

húmeda **165**. En otra realización de la invención, la cantidad de agua de la corriente **171** se agrega en la 2ª zona de mezcla de manera que la cantidad de cobalto en la torta de filtro lavada **165** es menor de 1500 ppm en peso (partes por millón en peso). En otra realización de la invención, la cantidad de agua de la corriente **171** se agrega en la 2ª zona de mezcla de manera que la cantidad de cobalto en la torta húmeda **165** es menor de 1000 ppm en peso (partes por millón en peso). En otra realización de la invención, la cantidad de agua de la corriente **171** se agrega en la 2ª zona de mezcla de manera que la cantidad de cobalto en la torta de filtro lavada **165** es menor de 600 ppm en peso (partes por millón en peso).

En tercer lugar, es evidente que la velocidad de filtración de las corrientes **142** y **152** para cada experimento no es materialmente diferente. Por lo tanto, aunque la adición de agua en la primera zona de mezcla **130** tiene un impacto material sobre la velocidad de filtración de las suspensiones aguas abajo, la adición de agua en la 2ª zona de mezcla **150** no tiene impacto material sobre la velocidad de filtración de la suspensión aguas abajo. La motivación para añadir agua en la 2ª zona de mezcla es generar una suspensión de purga superconcentrada rica en agua **152** que tras la filtración dará como resultado una torta de filtro con una concentración de cobalto más baja con respecto a su respectiva suspensión de purga superconcentrada aguas arriba **142**.

Tabla 1										
Datos de filtración experimental para la mezcla de purga superconcentrada con y sin adición de agua en la zona de mezcla 153										
	Zona 150	Zona 153		Zona 160				Zona 161		Corriente
	3er evaporador	2ª zona de mezcla		Zona de filtración				Zona de lavado		165
Exp. n.º	% en peso de agua en la corriente 152	Corriente 152	Corriente 171	Corriente 154	Tiempo de filtración	Corriente 163 Agua madre (g)	Flujo g líquido	Corriente 166	Corriente 167	Torta húmeda
	(SCPS)	Masa (g)	Masa (g)	Alimentación (g)	(s)		tiempo (g/sec)	Lavado (g)	Agua madre (g)	Cobalto (ppm)
1	7,7 %	401	0	401	16	306	25	76	133	5.371
	7,7 %	400	243	643	28	572	23	76	120	1.351
2	11 %	400	0	400	13	322	31	98	150	3.991
	11 %	400	226	626	19	583	32	98	107	743
3	18 %	400	0	400	8	313	50	140	201	1.484
	18 %	400	152	552	12	464	46	140	198	979
4	20 %	400	0	400	18	351	22	65	102	1.719
	20 %	400	255	655	23	623	29	65	67	567
5	25 %	400	0	400	27	324	15	117	168	2.787
	25 %	400	199	599	41	566	15	117	125	591

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de purga de ácido tereftálico que comprende:
- 5 (a) someter una corriente de purga oxidante formada en un proceso de ácido tereftálico a evaporación en una 1ª zona de evaporador para producir una 1ª corriente de vapor y una corriente de purga concentrada; donde dicha corriente de purga oxidante comprende un ácido carboxílico, un catalizador de metal, impurezas, agua y un disolvente; donde dicho disolvente comprende ácido acético; y
 (b) añadir agua a dicha corriente de purga concentrada en una 1ª zona de mezcla para producir una corriente de
 10 purga concentrada rica en agua;
 (c) someter dicha corriente de purga concentrada rica en agua a evaporación en una 2ª zona de evaporador para producir una 2ª corriente rica en vapor y una corriente de suspensión de purga superconcentrada; y
 (d) añadir agua a una suspensión de purga superconcentrada en una 2ª zona de mezcla para producir una suspensión de purga superconcentrada rica en agua, y
 15 (e) filtrar dicha suspensión de purga superconcentrada rica en agua en una zona de separación sólido-líquido para formar una torta de filtro y agua madre;
 (f) lavar dicha torta de filtro con una alimentación de lavado en dicha zona de separación sólido-líquido para formar una torta de filtro lavada, y una solución de lavado;
 (g) añadir agua a dicha agua madre en una 3ª zona de mezcla para recuperar el catalizador metálico y después
 20 someter una mezcla acuosa formada de este modo a extracción con un disolvente de extracción para producir una corriente de extracto y una corriente de refinado que comprende un catalizador metálico, donde la masa de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla (d) varía del 5 % en peso al 50 % en peso de la masa total de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla (d) y la 3ª etapa de la zona de mezcla (g).
- 25 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la masa de agua combinada en las etapas (d) y (g) da como resultado dicha mezcla acuosa en la etapa (g) con una relación en masa de ácido acético:agua que varía de 0,7:1 a 1,4:1, o:
 donde la masa de agua combinada en las etapas (d) y (g) da como resultado dicha mezcla acuosa en la etapa (g) con una relación en masa de ácido acético:agua que varía de 0,9:1 a 1,2:1.
- 30 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la masa de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla (d) varía del 5 % en peso al 25 % en peso de la masa total de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla (d) y la 3ª etapa de la zona de mezcla (g).
- 35 4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la masa de agua combinada en la 2ª etapa de la zona de mezcla es en cantidad suficiente de tal manera que la cantidad de cobalto en dicha torta húmeda sea menor de 1500 ppm.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 4, donde al menos el 80 % de dicho catalizador metálico de dicha suspensión de purga superconcentrada se recupera a través de dicha zona de separación en dicha agua madre y dicho licor de lavado se acumula, preferiblemente donde del 75 % al 95 % de dicha masa de corriente de purga oxidante se elimina por evaporación de dicha corriente de purga oxidante en las etapas (a) y (c) combinadas, más preferiblemente donde al menos una porción de la torta de filtro lavada se dirige al producto de ácido tereftálico
 45 aguas abajo de una zona de oxidación.
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua del 8 % en peso al 23 % en peso, o:
 donde dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua del 11% en peso al 21 % en peso.
- 50 7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicha suspensión de purga superconcentrada tiene un contenido de agua del 13 % en peso al 19 % en peso.
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, donde dicho dispositivo de separación de sólido-líquido
 55 es un dispositivo de filtración a presión que funciona a una temperatura entre 25 °C y 90 °C.
9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, donde dicho dispositivo de filtración a presión comprende al menos una celda de filtro y donde al menos una celda de filtro acumula al menos 0,64 cm (0,25 pulgadas) de profundidad de dicha torta de filtro.

60

10. El proceso de acuerdo con la reivindicación 9, donde al menos una porción del agua madre formada en la etapa (e) se dirige de vuelta a la zona de oxidación del proceso de ácido tereftálico.

11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, donde dicho dispositivo de filtración a presión es un 5 filtro de tambor de presión giratorio.

12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11, donde el tiempo de residencia en la segunda zona de evaporación varía de 30 minutos a 180 minutos.

10 13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la corriente de extracto se dirige a una columna de destilación para recuperar el disolvente de extracción y una corriente de lodo residual que comprende impurezas de subproducto de oxidación, preferiblemente en la que el disolvente es ácido acético mezclado con agua, en una relación de 8:1 y 20:1, y preferiblemente entre 11:1 y 20:1, más preferiblemente en la que la masa de agua añadida en la 1ª zona de mezcla se manipula para controlar el porcentaje en peso de agua contenida en la corriente de 15 suspensión de purga superconcentrada aguas abajo del 5 % en peso al 25 % en peso de agua.

14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1

20 en el que (i) la masa de agua añadida en la 1ª zona de mezcla se manipula para controlar el porcentaje en peso de agua contenida en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo del 10 % en peso al 20 % en peso de agua, o:

25 en el que (ii) la masa de agua añadida en la 1ª zona de mezcla se manipula para controlar el porcentaje en peso de agua contenida en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo del 13 % en peso al 18 % en peso de agua, o:

en el que (iii) la masa de agua añadida en la 1ª zona de mezcla se manipula para controlar el porcentaje en peso de agua contenida en la corriente de suspensión de purga superconcentrada aguas abajo del 8 % en peso al 23 % en peso de agua.

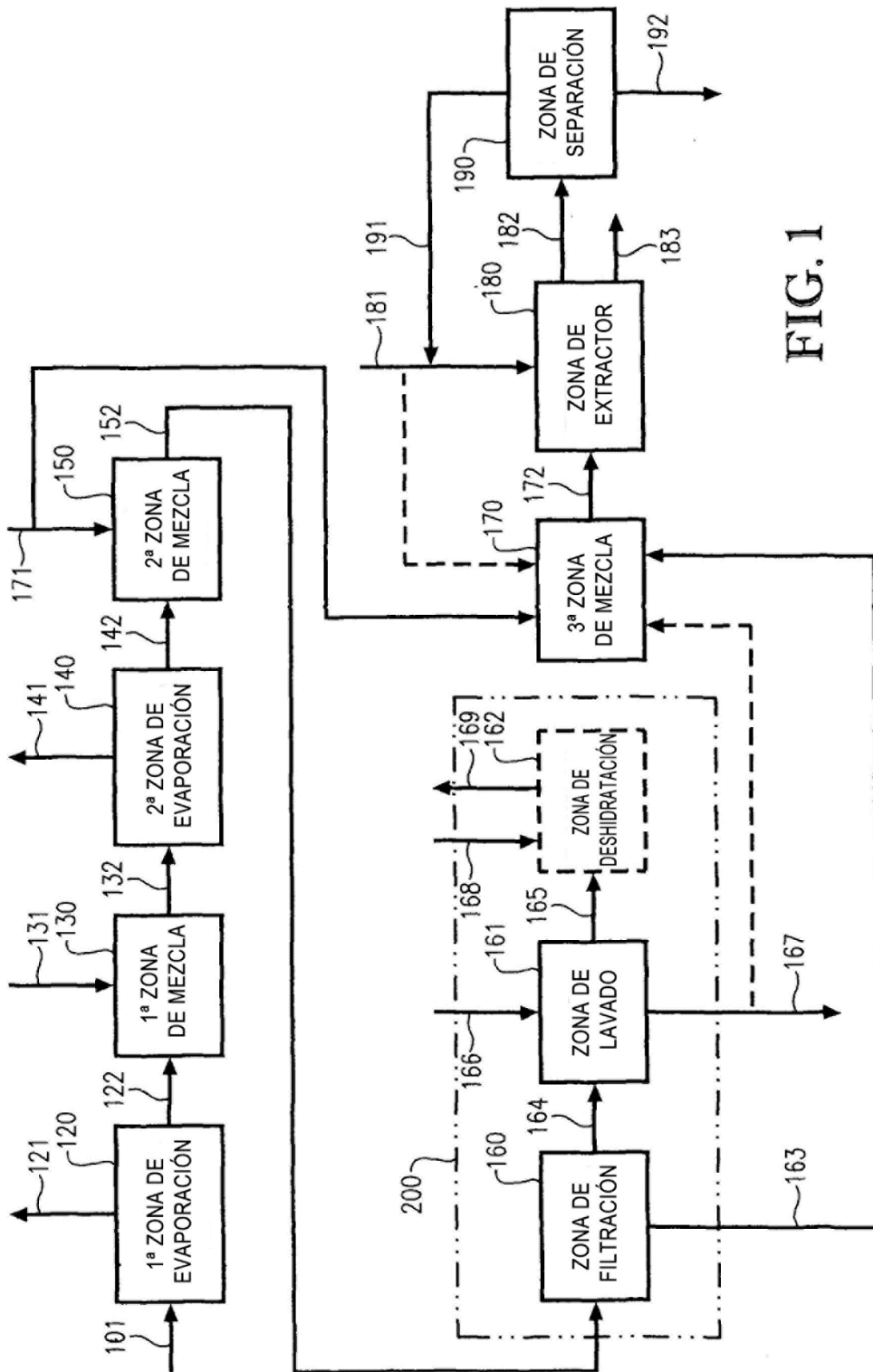


FIG. 1

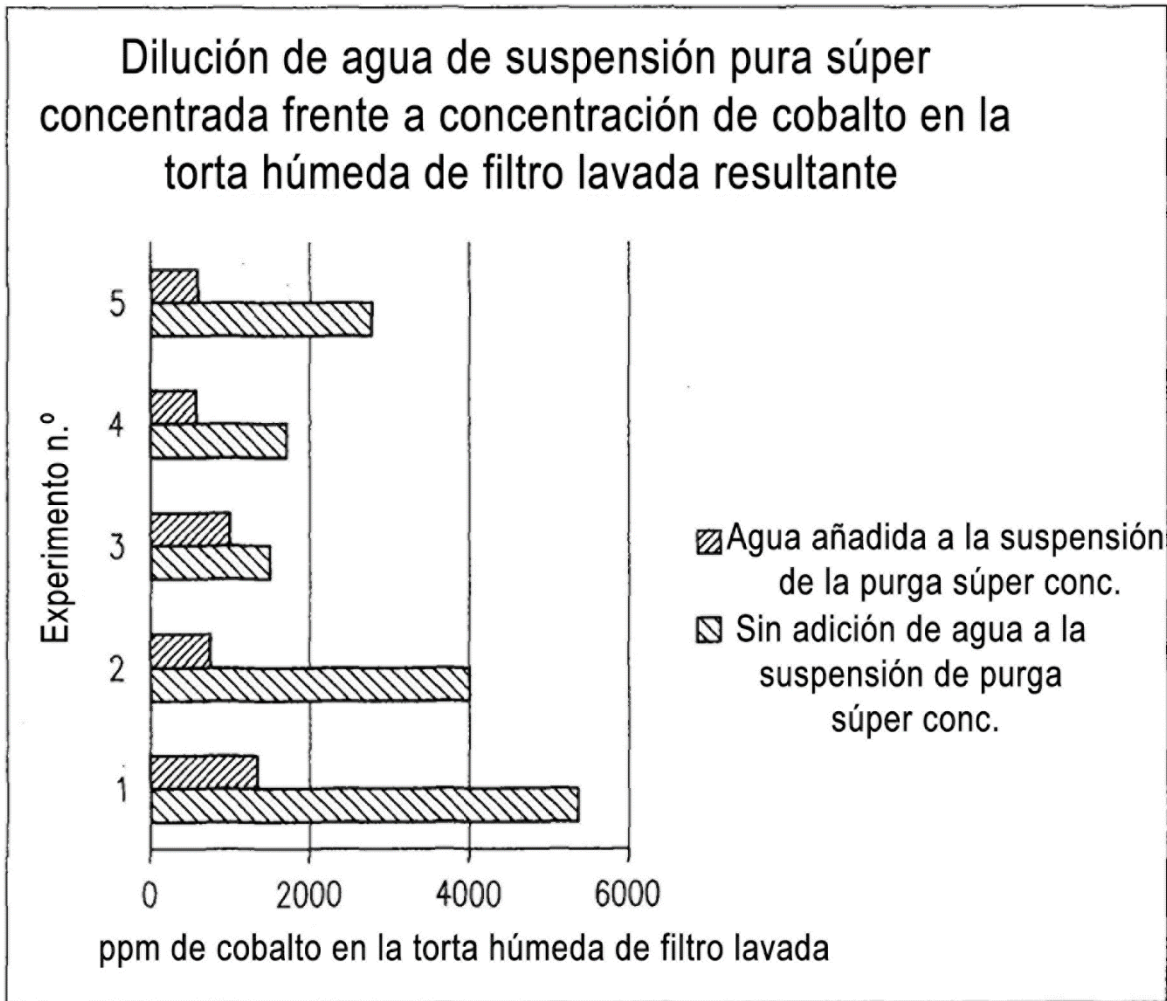


FIG. 2

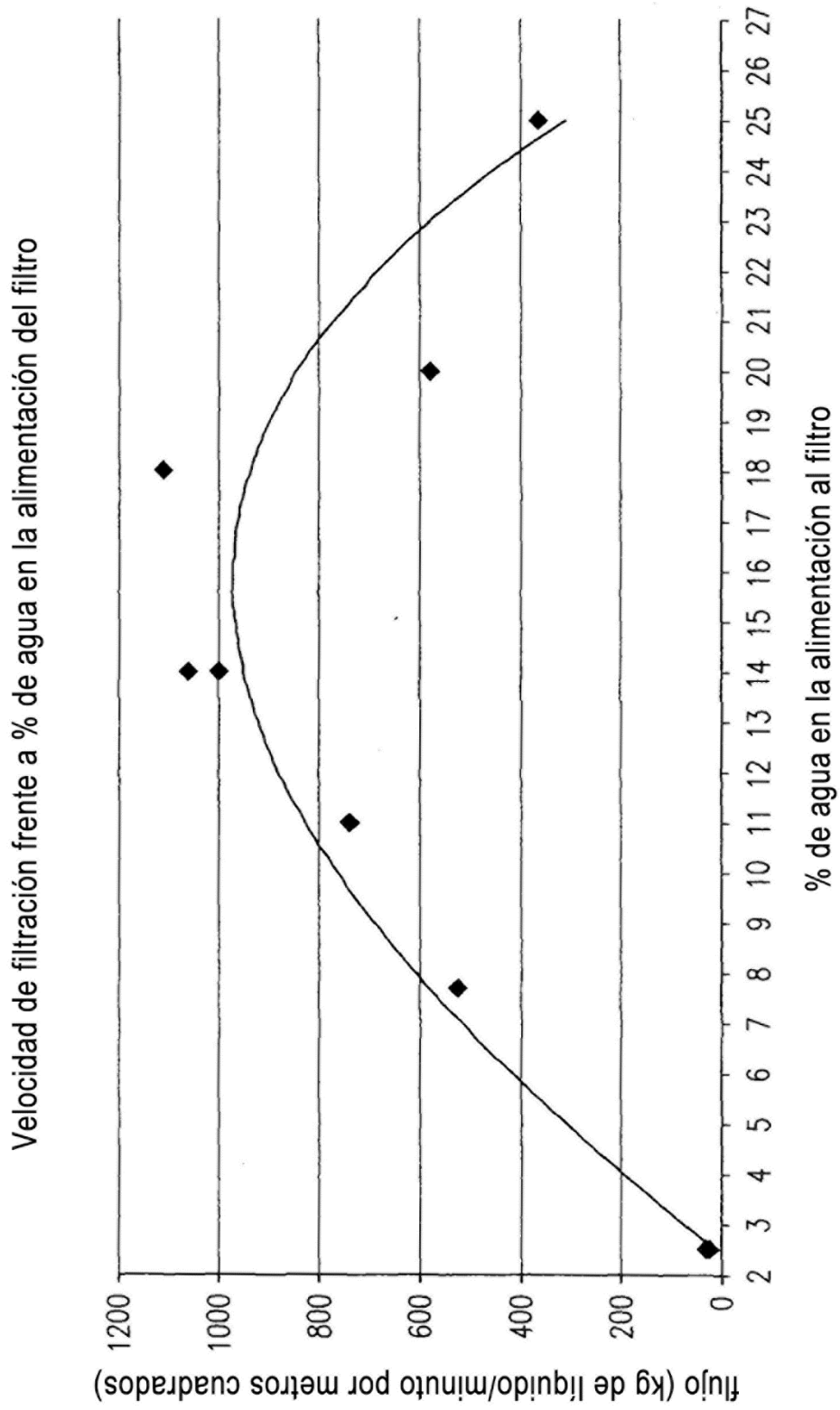


FIG. 3