

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 405**

51 Int. Cl.:

| | | | |
|-------------------|-----------|-------------------|-----------|
| C07C 51/43 | (2006.01) | C07C 63/24 | (2006.01) |
| B01D 29/25 | (2006.01) | | |
| B01D 29/37 | (2006.01) | | |
| B01D 35/22 | (2006.01) | | |
| B01D 37/04 | (2006.01) | | |
| B01D 61/14 | (2006.01) | | |
| B01D 61/22 | (2006.01) | | |
| B01D 65/02 | (2006.01) | | |
| B01D 65/06 | (2006.01) | | |
| B01D 71/02 | (2006.01) | | |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.10.2011 PCT/JP2011/074573**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2012 WO12057156**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.10.2011 E 11836289 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.02.2019 EP 2634169**

54 Título: **Método de operación de filtración de flujo cruzado utilizando un filtro cerámico**

30 Prioridad:

26.10.2010 JP 2010239666
26.10.2010 JP 2010239665

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.07.2019

73 Titular/es:

MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.
(100.0%)
5-2, Marunouchi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-8324 , JP

72 Inventor/es:

ZAIMA, FUMIYA

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 719 405 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método de operación de filtración de flujo cruzado utilizando un filtro cerámico

5 La presente invención se refiere a un método de operación de filtración con un filtro cerámico utilizado en la separación sólido-líquido, para eliminar cristales finos contenidos en un licor madre de la reacción por oxidación obtenido en un proceso para producir un ácido carboxílico aromático para obtener un filtrado claro.

Los ácidos carboxílicos aromáticos se producen mediante la reacción de oxidación en fase líquida de hidrocarburos aromáticos que contienen grupos alquilo. En esta reacción, un catalizador de metal pesado como cobalto y manganeso, o el catalizador al que se agrega adicionalmente un promotor, como un compuesto de bromo y un aldehído, generalmente se utilizan en presencia de un disolvente de ácido acético.

10 Una suspensión que contiene ácido carboxílico aromático obtenida de tal reacción de oxidación en fase líquida se somete generalmente a cristalización para reducir su temperatura, y luego se somete a separación sólido-líquido bajo una presión cercana a las presiones normales para así obtener una torta de un ácido carboxílico aromático.

15 Por otra parte, un licor madre de la reacción de oxidación obtenido en la separación sólido-líquido contiene componentes catalizadores útiles derivados del catalizador tales como iones de metales pesados e iones de bromuro. Cuando la reacción anterior se lleva a la práctica industrialmente, es necesario reciclar y reutilizar estos componentes catalizadores y reducir así los costos de producción.

20 El método de reciclaje más simple es un método en el que el licor madre de la reacción de oxidación se devuelve a un sistema de reacción y se reutiliza allí (reciclaje de licor madre), y este método se ha empleado ampliamente en los procesos de producción comercial. Sin embargo, el licor madre de la reacción de oxidación contiene diversas impurezas orgánicas producidas en la reacción de oxidación en fase líquida o impurezas inorgánicas producidas debido a la corrosión de un aparato utilizado. Si el licor madre de la reacción de oxidación se reutiliza en el sistema de reacción, la concentración de estas impurezas en el sistema de reacción tiende a aumentar gradualmente. Como resultado, se ha confirmado que cuando la concentración de las impurezas supera un nivel predeterminado, la reacción de oxidación en fase líquida tiende a ser afectada negativamente.

25 Por ejemplo, se ha informado que si el ácido carboxílico aromático es ácido isoftálico, la proporción del licor madre de la reacción de oxidación que se devuelve al sistema de reacción (tasa de reciclaje de licor madre) es generalmente de 60 a 90%. El resto del licor madre de la reacción de oxidación que no sirve para su reutilización en el sistema de reacción y está presente en una cantidad de 10 a 40% se alimenta a una etapa de recuperación de ácido acético como disolvente (el licor madre que no se devuelve al sistema de reacción se denomina "licor madre de purga"). Además, se ha informado que si el ácido carboxílico aromático es ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, la proporción del licor madre de la reacción de oxidación que se devuelve al sistema de reacción suele ser de 30 a 90%. El resto de licor madre de reacción de oxidación que no sirve para su reutilización en el sistema de reacción y está presente en una cantidad de 10 a 70% se alimenta a una etapa de recuperación de ácido acético como disolvente.

35 Como un método para recuperar los componentes catalizadores del licor madre de la reacción de oxidación alimentado a la etapa de recuperación de ácido acético y reutilizarlo, se ha propuesto el método que utiliza una resina de intercambio aniónico (documentos de patente 1 a 4) y el método que utiliza una resina de quelato que contiene un anillo de piridina (véanse los documentos de patente 5 y 6).

40 En el documento de patente 2 se describe que un licor madre de reacción de oxidación contiene cristales finos de ácido carboxílico aromático filtrados desde una suspensión de ácido carboxílico aromático después de la separación sólido-líquido de los mismos o precipitados por la caída de temperatura del licor madre de la reacción de oxidación y, por lo tanto, mientras se alimenta el licor madre de la reacción de oxidación a una columna de resina para ponerlo en contacto con una resina, es necesario eliminar los cristales finos utilizando un filtro, etc., para evitar la deposición de los cristales finos en una porción superior o una porción interior de una capa de resina. Sin embargo, el documento de patente 2 no describe un método específico para eliminar los cristales finos. En el documento de patente 3, se describe que los sólidos deben ser eliminados mediante la previa filtración del licor madre de la reacción de oxidación a una temperatura no mayor que la temperatura de la operación. Aunque el lugar de instalación de un filtro de alto grado para eliminar los cristales finos se especifica en un diagrama de flujo esquemático del proceso, no se describen los detalles del filtro en sí. En los documentos de patente 5 y 6 se describe que una suspensión de la reacción de oxidación se somete preferiblemente a una separación sólido-líquido, de modo que el contenido de cristales en el licor madre de la reacción de oxidación es del 0,1% o menos, pero no se describe un filtro para eliminar los cristales finos.

55 En el documento de patente 4, se describe que un flujo de purga de licor madre se filtra a través de un medio de filtro para recuperar y reciclar un ácido carboxílico aromático insoluble y los otros componentes insolubles. Como ejemplos del medio de filtro, se mencionan un medio de filtro de microfiltración, un medio de filtro de ultrafiltración, un medio de filtro de membrana, un medio de filtro de flujo cruzado, un medio de filtro hidrociclón, un medio de filtro cerámico de microfiltración y flujo cruzado, un medio de filtro de mangas, un medio de filtro cerámico de microfiltración y flujo cruzado de metal sinterizado, un medio de filtro de microfiltración de flujo cruzado o similar. También se describe que entre estos medios de filtro se prefiere la filtración de flujo cruzado que utiliza un filtro cerámico anticorrosivo y resistente a altas temperaturas porque el ácido carboxílico aromático como material de producto atrapado en el medio

de filtro puede eliminarse y recuperarse continuamente. Sin embargo, los detalles de la operación de filtración no se describen, y se indica meramente que se obtiene una turbulencia adecuada cuando el número de Reynolds de un fluido que ingresa en una trayectoria de flujo del filtro cerámico es mayor que aproximadamente 13000.

5 Cuando un licor madre de reacción de oxidación que contiene cristales finos se procesa mediante un método de filtración de flujo cruzado utilizando un filtro cerámico, los cristales finos depositados en una membrana filtrante del filtro cerámico se filtran mientras siempre se lava con un fluido circulante que fluye a través una trayectoria de flujo para obtener un filtrado claro. Sin embargo, dado que el rendimiento de la filtración se deteriora gradualmente debido a la deposición de los cristales finos, se requiere interrumpir la operación de filtración para limpiar el filtro cerámico.

10 Como método de limpieza, se puede utilizar un método en el cual la limpieza se realiza interrumpiendo la circulación del licor madre de la reacción de oxidación que fluye a través de la trayectoria de flujo del filtro cerámico, o un método que se realiza mientras continúa dicha circulación.

15 En el método en el que se interrumpe la circulación, para eliminar los cristales finos depositados, un disolvente de lavado capaz de disolver los cristales finos (específicamente, por ejemplo, un disolvente de ácido acético) fluye a través de la trayectoria de flujo del filtro cerámico para limpiar una superficie de la membrana filtrante, y el disolvente de lavado fluye desde el lado de la trayectoria de flujo hacia el lado de filtración para penetrar a través de la membrana filtrante (lavado normal con el disolvente de lavado). Además, se hace penetrar el disolvente de lavado efectivamente desde el lado de filtración hasta el lado de la trayectoria de flujo del filtro cerámico (lavado a contracorriente con el disolvente de lavado). Por lo tanto, al utilizar el método en el que se interrumpe la circulación, es posible limpiar completamente el filtro cerámico y restablecer completamente su rendimiento de filtración (véanse los documentos de patente 7 y 8). Sin embargo, el método en el que se interrumpe la circulación presenta varios problemas, tal como que es necesario usar una gran cantidad del disolvente de lavado, el procedimiento consume mucho tiempo, las operaciones de válvula son complicadas después de la alimentación y la interrupción del licor madre de la reacción de oxidación, así como después de la alimentación e interrupción del disolvente de lavado, se produce el tratamiento de una gran cantidad del disolvente de lavado usado, y así sucesivamente.

25 En el método de limpieza del filtro cerámico en el que no se interrumpe la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, se permite que un filtrado penetre desde el lado de filtración al lado de la trayectoria de flujo del filtro cerámico (lavado a contracorriente con el filtrado). Este método no requiere ningún disolvente de lavado nuevo (no produce un disolvente de lavado usado) y se puede realizar fácilmente solo interrumpiendo la operación de filtración, de modo que el rendimiento de filtración del filtro cerámico pueda restablecerse sustancialmente. Por lo tanto, el método anterior se ha empleado frecuentemente en operaciones de filtración mediante un filtro cerámico en un tipo de flujo cruzado general (véanse los documentos de patente 9 y 10).

35 En el documento de patente 9, se describe que mientras circula una solución madre, una presión más alta que la del lado de la solución madre se aplica instantáneamente sobre un filtrado en un contenedor de filtro mediante un pistón, y el filtrado se introduce en el filtro a una velocidad lineal mayor que la velocidad lineal de filtración para llevar a cabo la operación de lavado a contracorriente del filtro. Este método se caracteriza porque el tiempo de lavado es muy corto.

A partir del contenido de los ejemplos en este documento, se interpreta que la característica del método reside en que cuando la velocidad lineal de filtración se reduce debido a la obstrucción del filtro, la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realiza a una velocidad lineal mayor que dicha velocidad lineal de filtración tan baja.

40 Sin embargo, el método anterior ha planteado problemas tales como el uso de la instalación de pistón cuando se realiza industrialmente. Además, no se describe la presión diferencial aplicada en la operación de lavado a contracorriente.

45 En la reivindicación 7 del documento de patente 10, se describe que un filtrado fluye de manera inversa desde un lado de la periferia exterior a un lado de la trayectoria de flujo de un filtro para eliminar partículas fijadas en una superficie de una membrana filtrante. Además, en la memoria descriptiva, se describe que, al realizar la filtración de flujo cruzado, se realiza preferiblemente un lavado a contracorriente periódico para evitar la fijación de una capa de torta sobre la superficie de la membrana filtrante. Se menciona un mecanismo de lavado a contracorriente en donde se proporciona un sumidero para el lavado a contracorriente (colector de lavado a contracorriente) en un lado de recuperación del filtrado, y el filtrado se hace fluir de manera inversa hacia el lado de la trayectoria de flujo mediante un compresor de aire o una bomba. Además, en los Ejemplos, como se muestra en la Fig. 1, se ilustra una estructura que incluye el compresor de aire y el colector de lavado a contracorriente, que es capaz de hacer fluir el filtrado de manera inversa desde el lado de la periferia exterior del filtro hacia el lado de la trayectoria de flujo del mismo.

50 Sin embargo, cualquiera de estos documentos de patentes simplemente describe un lavado a contracorriente en general, pero no describe los requisitos para llevar a cabo la operación de lavado a contracorriente de manera eficiente. Además, a medida que se repite el lavado a contracorriente con el filtrado, la tasa de recuperación del rendimiento de filtración se reduce gradualmente de manera que el filtro finalmente no presenta un rendimiento de filtración deseado. En tal caso, después de que se interrumpe la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, el filtro cerámico debe limpiarse por lavado normal con el disolvente de lavado y/o mediante un lavado a contracorriente con el disolvente de lavado.

Documento de patente 1: JP 53-102290A

Documento de patente 2: JP 10-15390A

Documento de patente 3: JP 2002-12573A

Documento de patente 4: JP 2003-507160A

5 Documento de patente 5: WO 2008/072561A

Documento de patente 6: WO 2008/075572A

Documento de patente 7: JP 3-131312A

Documentos de patente 8: JP 5-317024A

Documento de patente 9: JP 63-51913A

10 Documento de patente 10: JP 2000-140842A

Por lo tanto, en la operación de filtración de cristales finos de ácido carboxílico aromático contenidos en un licor madre de la reacción de oxidación mediante una filtración de flujo cruzado, utilizando un filtro cerámico en un proceso de producción de ácido carboxílico aromático, persiste el problema de que todavía no se han encontrado los siguientes métodos de operación de filtración:

15 (1) un método de operación de filtración simple en el que la operación de filtración con el filtro cerámico se puede realizar por filtración de flujo cruzado durante un largo período sin obstrucciones; y

(2) un método de operación de filtración en el que no se requiere el uso de una gran cantidad de disolvente de lavado.

Como resultado de investigaciones exhaustivas para alcanzar el objetivo anterior, los presentes inventores han encontrado un método de operación de filtración estable y simple y han logrado la presente invención.

20 Es decir, la presente invención se refiere a los siguientes aspectos (1) a (6).

(1) Un método de operación de filtración para filtrar cristales finos contenidos en un licor madre de la reacción de oxidación obtenido en un proceso para producir un ácido carboxílico aromático a excepción del ácido tereftálico, mediante filtración de flujo cruzado utilizando un filtro cerámico mientras se realiza una operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación, comprendiendo dicho método:

25 realizar (I) una operación para filtrar los cristales finos;

realizar (II) una operación de lavado a contracorriente con un filtrado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación; y

realizar (III) una operación de lavado a contracorriente con un disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación;

30 (II) realizándose la operación de lavado a contracorriente con el filtrado en las siguientes condiciones:

(II-A) un tiempo de operación que está en el intervalo de 5 a 60 [s];

(II-B) una presión diferencial entre un lado de filtración y un lado de la trayectoria de flujo del filtro cerámico en el intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];

(II-C) una velocidad lineal de alimentación del filtrado que está en el intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y

35 (II-D) una temperatura del filtrado que está en el intervalo entre "una temperatura del licor madre de la reacción de oxidación" y "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación",

(III) realizándose en donde la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado en las siguientes condiciones:

(III-A) un tiempo de operación que está en el intervalo de 5 a 120 [s];

40 (III-B) una presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo en la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado que está en el intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];

(III-C) una velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado durante la operación de lavado a contracorriente que está en el intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y

(III-D) una temperatura del disolvente de lavado que está en el intervalo entre "la temperatura del licor madre de la reacción de oxidación" y "la temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación".

(2) El método de la operación de filtración como se describe en el aspecto (1) anterior, donde (I) la operación para filtrar los cristales finos se lleva a cabo en las siguientes condiciones:

5 (I-A) un tiempo de operación que está en el intervalo de 60 a 1800 [s];

(I-B) una presión diferencial entre el lado de la trayectoria de flujo y el lado de filtración que está en el intervalo de 0,05 a 0,5 [MPa];

(I-C) una velocidad lineal de circulación del licor madre de la reacción de oxidación en la trayectoria de flujo del filtro cerámico que está en el intervalo de 1000 a 10000 [m/h], medida en una entrada de la trayectoria de flujo; y

10 (I-D) una velocidad lineal de filtración del filtrado que está en el intervalo de 0,5 a 3,0 [m/h].

(3) El método de la operación de filtración como se describe en el aspecto (1) o (2) anterior, en donde se repite una operación que comprende (I) la operación de filtración de los cristales finos y (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, y

15 cuando el caudal de la operación de filtración no se restaura mediante (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, (III) se realiza la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado.

(4) El método de la operación de filtración como se describe en uno cualquiera de los aspectos anteriores (1) a (3), en donde el disolvente de lavado es ácido acético que tiene un contenido de agua de 0,1 a 30% en masa.

20 (5) El método de la operación de filtración como se describe en uno cualquiera de los aspectos anteriores (1) a (4), en donde, después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, se reduce la presión en el lado del conducto de salida de la circulación del filtro cerámico para producir una presión diferencial que de este modo alimentar el filtrado.

25 (6) El método de operación de filtración como se describe en uno cualquiera de los aspectos anteriores (1) a (5), en donde el ácido carboxílico aromático comprende al menos uno entre ácido benzoico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido m-toluico, ácido trimésico, ácido 3,5-dimetilbenzoico; ácido trimelítico, ácido piromelítico, ácido 1,5-naftalenodicarboxílico y ácido 2,6-naftalenodicarboxílico.

Se ha encontrado que cuando los cristales finos contenidos en un licor madre de reacción de oxidación en un proceso de producción de ácido carboxílico aromático se someten a la filtración de flujo cruzado utilizando un filtro cerámico, debido a la operación en condiciones limitadas, es posible lograr lo siguiente efectos:

30 (1) una operación de filtración se puede realizar simplemente durante un largo período de tiempo sin obstruir el filtro cerámico;

(2) no es necesario el uso de una gran cantidad de un disolvente de lavado; y

(3) se puede recuperar un ácido carboxílico aromático contenido en el disolvente de lavado que se ha desechado en la forma convencional junto con el disolvente de lavado después de la limpieza.

La FIG. 1 es un diagrama de tubería.

35 La FIG. 2 es un diagrama de tubería que muestra otra realización de la presente invención.

La FIG. 3 es una vista en corte de un filtro cerámico que se muestra en la FIG. 1 o la FIG. 2.

40 El ácido carboxílico aromático como se describe en la presente invención es un compuesto producido por oxidación en fase líquida de un hidrocarburo aromático que contiene un grupo alquilo. El hidrocarburo aromático que contiene el grupo alquilo puede ser un compuesto que tiene un anillo aromático al que está unido al menos un grupo sustituyente metilo, y el anillo aromático puede ser un anillo de hidrocarburo aromático o un anillo heterocíclico aromático. Los ejemplos específicos del hidrocarburo aromático que contienen un grupo alquilo incluyen tolueno, o-xileno, m-xileno, 1,3,5-trimetilbenceno, 1,2,4-trimetilbenceno, 1,2,4,5-tetrametilbenceno, 2,4-dimetilbenzaldehído, 3,4-dimetilbenzaldehído, 2,4,5-trimetilbenzaldehído, 1,5-dimetil naftaleno, 2,6-dimetilnaftaleno, y así sucesivamente.

45 Los ejemplos específicos del ácido carboxílico aromático obtenido por oxidación en fase líquida del hidrocarburo aromático que contiene un grupo alquilo incluyen ácido benzoico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido m-toluico, ácido trimésico, ácido 3,5-dimetilbenzoico, ácido trimelítico, ácido piromelítico, ácido 1,5-naftalenodicarboxílico y ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, y así sucesivamente. Sin embargo, el ácido tereftálico se excluye del ácido carboxílico aromático.

50 En la reacción de oxidación en fase líquida del hidrocarburo aromático que contiene un grupo alquilo, un compuesto de metal pesado y un compuesto de bromo se utilizan como catalizadores.

5 El compuesto de metal pesado como el catalizador de la reacción de oxidación en fase líquida contiene al menos uno de entre un compuesto de cobalto y un compuesto de manganeso, y si se requiere, adicionalmente se pueden agregar un compuesto de níquel, un compuesto de cerio, un compuesto de zirconio, etc. El compuesto de cobalto, el compuesto de manganeso y los otros compuestos de metales pesados pueden usarse respectivamente, por ejemplo, en forma de una sal de ácido orgánico, un hidróxido, un haluro, un carbonato o similares. Entre estos, se prefieren especialmente una sal de ácido acético y un bromuro.

10 La concentración del compuesto de metal pesado se define por una concentración del mismo en el licor madre de la reacción de oxidación, y no está particularmente limitada siempre que se encuentre dentro del intervalo capaz de acelerar la reacción de oxidación en fase líquida. Por ejemplo, la concentración de iones de cobalto es generalmente de 100 ppm o más y preferiblemente de 200 ppm o más, y el límite superior de los mismos es de 6000 ppm o menos y preferiblemente de 5000 ppm o menos. Además, la concentración de iones de manganeso es generalmente de 100 ppm o más y preferiblemente de 150 ppm o más, y el límite superior de los mismos es de 3000 ppm o menos y preferiblemente de 2500 ppm o menos.

15 El compuesto de bromo como el catalizador de la reacción de oxidación en fase líquida puede ser cualquier compuesto de bromo siempre que sea capaz de disolverse en el sistema de reacción y generar iones de bromuro. Los ejemplos incluyen compuestos de bromo inorgánicos tales como bromuro de hidrógeno, bromuro de sodio y bromuro de cobalto, y compuestos de bromo orgánicos tales como ácido bromoacético y tetrabromoetano. Es especialmente adecuado el bromuro de hidrógeno, bromuro de cobalto o bromuro de manganeso.

20 La concentración del compuesto de bromo empleado se define por una concentración del mismo en el licor madre de la reacción de oxidación, y no está particularmente limitada siempre que se encuentre dentro del intervalo capaz de acelerar la reacción de oxidación en fase líquida. Por ejemplo, la concentración de iones de bromuro es generalmente de 300 ppm o más y preferiblemente de 500 ppm o más, y su límite superior es de 7000 ppm o menos y preferiblemente de 6000 ppm o menos.

25 La temperatura de la reacción de oxidación en fase líquida está preferiblemente en el intervalo de 120 a 230 °C y más preferiblemente de 140 a 210 °C. Cuando la temperatura de reacción es excesivamente baja, una gran cantidad de productos de reacción intermedios tienden a permanecer en la suspensión resultante. Cuando la temperatura de reacción es excesivamente alta, el ácido acético que tiene un contenido de agua de 1 a 15% en masa como un disolvente tiende a exhibir una gran pérdida de combustión.

30 La presión en un reactor utilizado en la reacción de oxidación en fase líquida no está particularmente limitada siempre que el sistema de reacción sea capaz de mantener una fase líquida a la temperatura de reacción, y es generalmente de 0,1 a 3,0 [MPaG] y preferiblemente de 0,3 a 1,8 [MPaG].

Los ejemplos de un gas que contiene oxígeno molecular que se usa como un agente oxidante en la reacción de oxidación en fase líquida incluyen aire, oxígeno diluido en gas inerte y aire rico en oxígeno, pero, en vista de las instalaciones y los costos, generalmente se prefiere el uso de aire.

35 La suspensión de la reacción de oxidación que contiene cristales de ácido carboxílico aromático crudo que se producen en un reactor de oxidación utilizado en la reacción de oxidación en fase líquida se alimenta preferiblemente a un reactor de oxidación siguiente conectado al mismo en serie, y se somete además a la reacción de oxidación final con un gas que contiene oxígeno. Posteriormente, después de la caída de la presión y el enfriamiento a través de los recipientes de cristalización que tienen una o más etapas conectadas en serie si fuera necesario, la suspensión se alimenta a la siguiente etapa de separación sólido-líquido.

40 El siguiente es un ejemplo de la reacción de oxidación en fase líquida. Por ejemplo, al utilizar un aparato a escala comercial, m-xileno se somete a oxidación en fase líquida con aire (temperatura de reacción: 200 [°C]; presión de reacción: 1,6 [MPaG]) en presencia de acetato de cobalto, acetato de manganeso y ácido bromhídrico en ácido acético hidratado para obtener una suspensión de ácido isoftálico crudo (la concentración de ácido isoftálico : 33% en peso; la concentración de agua en el ácido acético hidratado que es un medio dispersante: 14% en peso) y la suspensión resultante luego se introduce en recipientes de cristalización conectados en serie para someter la suspensión a una caída de presión secuencial.

45 A continuación, la suspensión de reacción de oxidación se enfría para separar los cristales de ácido carboxílico aromático de la misma. En la etapa de separación sólido-líquido, la suspensión de ácido carboxílico aromático crudo producida en la reacción de oxidación en fase líquida se separa en cristales de ácido carboxílico aromático crudo y un licor madre de reacción de oxidación usando un separador sólido-líquido. La separación sólido-líquido generalmente se lleva a cabo bajo presión atmosférica y también se puede llevar a cabo bajo presión aplicada. La temperatura en la separación sólido-líquido no está particularmente limitada, y generalmente es una temperatura más baja que el punto de ebullición de un disolvente medido bajo presión atmosférica, por ejemplo, en el intervalo de 50 a 115 °C. El límite superior de la temperatura en la separación bajo presión aplicada es de 150 °C. Los ejemplos del separador sólido-líquido incluyen un separador centrífugo, un filtro centrífugo, un filtro al vacío, y así sucesivamente.

55 El licor madre de reacción de oxidación separado en la etapa de separación sólido-líquido contiene los cristales finos que contienen el ácido carboxílico aromático como componente principal y, por lo tanto, se somete a una filtración de

flujo cruzado utilizando un filtro cerámico para recuperar los cristales finos de ácido carboxílico aromático, mejorando así el nivel de salida del ácido carboxílico aromático. Además, el licor madre de la reacción de oxidación claro resultante puede someterse directamente a un proceso de recuperación del catalizador utilizando una resina.

5 Un filtro cerámico general, que puede ser un filtro que utiliza un cuerpo cerámico poroso, se utiliza, por ejemplo, para eliminar materias, bacterias, polvos, etc., suspendidos en un líquido o gas en una amplia gama de campos, tal como en el tratamiento de agua, el tratamiento de gas residual, y en los campos médicos y alimentarios porque es excelente en cuanto a resistencia física, durabilidad, resistencia a la corrosión o similares.

10 En el filtro cerámico, el propio cuerpo cerámico poroso se puede usar como material filtrante; sin embargo, en general, con el fin de mejorar tanto el rendimiento de la filtración como la tasa de penetración de fluido (es decir, la capacidad de procesamiento), el cuerpo cerámico poroso se usa como un sustrato (soporte), y una membrana filtrante de un material cerámico se forma en una superficie del sustrato.

15 Por ejemplo, mientras que la membrana filtrante está configurada para tener un diámetro de poro promedio tan pequeño como de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 1,0 μm para asegurar un rendimiento de filtración, el sustrato está configurado para tener un diámetro de poro promedio tan grande como de aproximadamente 1 μm hasta aproximadamente varios cientos de micrones para reducir la resistencia al flujo dentro del sustrato y mejorar la tasa de penetración del fluido (es decir, la capacidad de procesamiento).

El sustrato del filtro cerámico puede configurarse en varias formas según el objeto de la filtración. En general, el sustrato se puede usar con frecuencia en forma de un tubo que tiene una única trayectoria de flujo o en forma de un panal (que incluye un monolito) que tiene una serie de trayectorias de flujo que se extienden en paralelo entre sí.

20 El filtro en el que se forma la membrana filtrante sobre una superficie del sustrato tubular o en forma de panal de abeja, por ejemplo, en una superficie periférica interior de una trayectoria de flujo en el mismo, se monta en una carcasa de tal manera que un lado periférico exterior del sustrato está herméticamente aislado desde un lado de la superficie final del sustrato al que se abre la trayectoria de flujo, por una junta tórica, etc., proporcionando de este modo un filtro de flujo cruzado.

25 Es preferible que el filtro cerámico utilizado en la presente invención que comprende un cuerpo cerámico poroso como sustrato (un miembro de soporte) tenga la forma de un panal de abeja (incluido un monolito) que tenga un gran número de trayectorias de flujo que se extienden en paralelo entre sí en el sustrato, en donde la membrana filtrante compuesta de una cerámica se forma en una superficie periférica interna de las trayectorias de flujo. El diámetro promedio de los poros de la membrana filtrante es preferiblemente de 0,1 a 5 μm . Como filtro cerámico, se puede utilizar un filtro cerámico disponible en el mercado y los ejemplos incluyen un filtro de membrana cerámica de NGK Insulators, Ltd., un filtro cerámico de membrana de Pall Corp. y un filtro cerámico de membrana de TAMI Industries, Francia.

Además, pueden disponerse en paralelo entre sí una pluralidad de filtros cerámicos según la cantidad de rendimiento.

35 En el filtro de tipo flujo cruzado, un fluido a tratar, como el gas y el líquido, se alimenta desde un lado de la superficie del extremo del sustrato a las trayectorias de flujo, y luego el fluido filtrado que penetra a través de la membrana filtrante dispuesta en una superficie periférica interior de las trayectorias de flujo se recupera desde el lado de la superficie periférica exterior del sustrato. Por otra parte, el fluido a tratar que no se filtre puede recuperarse desde el otro lado de la superficie del extremo del sustrato.

En la filtración de flujo cruzado anterior, el tiempo de la operación para filtrar los cristales finos es de 60 a 1800 segundos y preferiblemente de 120 a 1200 segundos.

40 Cuando el tiempo de la operación de filtración es de 60 segundos o más, se puede impedir un cambio sobre el funcionamiento de las válvulas que se produce con frecuencia, de manera que se pueda mantener la vida útil de las válvulas. Cuando el tiempo de la operación de filtración es de 1800 segundos o menos, se puede mantener un caudal de filtración promedio suficiente sin reducir el caudal de filtración a 0,20 $[\text{m}^3/\text{h}]$ o menos en el momento en que termina la filtración. Además, el rendimiento de filtración se puede restablecer fácilmente mediante un lavado a contracorriente con el filtrado.

45 La velocidad lineal de circulación del licor madre de la reacción de oxidación en la trayectoria de flujo del filtro cerámico al realizar la operación para filtrar los cristales finos está preferiblemente en el intervalo de 1000 a 10000 $[\text{m}/\text{h}]$ en una entrada de la trayectoria de flujo. Cuando la velocidad lineal de circulación es 1000 $[\text{m}/\text{h}]$ o más, es posible lograr el efecto suficiente de eliminar los cristales finos depositados sobre una superficie de la membrana filtrante. Por otro lado, cuando la velocidad lineal de circulación es de 10000 $[\text{m}/\text{h}]$ o menos, se evita que la presión diferencial entre un lado de entrada y un lado de salida del filtro cerámico aumente excesivamente, de modo que no se requiere que una bomba para hacer circular el licor madre de reacción de oxidación tenga una capacidad excesiva (es decir, es posible suprimir mayores costos de inversión de la planta), y además no hay riesgo de daños al filtro cerámico o a la junta tórica. Por otra parte, cuando el filtro cerámico tiene una pluralidad de trayectorias de flujo o cuando se usan juntos una pluralidad de filtros cerámicos, la velocidad lineal de circulación en las trayectorias de flujo del (los) filtro(s) cerámico(s) se define por una velocidad lineal de circulación promedio calculada en base a un área total de sección de todas las trayectorias de flujo.

La velocidad lineal de filtración al realizar la operación para filtrar los cristales finos está preferiblemente en el intervalo de 0,5 a 3,0 [m/h]. Cuando la velocidad lineal de filtración es de 0,5 [m/h] o más, es posible lograr un rendimiento de filtración suficiente. Por otra parte, cuando la velocidad lineal de filtración es 3,0 [m/h] o menos, hay menor riesgo de dañar el filtro cerámico o la junta tórica.

- 5 La presión diferencial entre el lado de la trayectoria de flujo y el lado de filtración al realizar la operación para filtrar los cristales finos está preferiblemente en el intervalo de 0,05 a 0,5 [MPa].

Cuando la presión diferencial es de 0,05 [MPa] o más, es posible lograr un rendimiento de filtración suficiente. Por otro lado, cuando la presión diferencial es de 0,5 [MPa] o menos, hay menor riesgo de dañar el filtro cerámico o la junta tórica.

- 10 En la filtración anterior, los cristales finos se depositan gradualmente sobre una superficie de la membrana filtrante, de modo que el caudal de filtración a través de la misma disminuye. Por lo tanto, mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de filtración se cambia a un lavado a contracorriente con el filtrado. Esto significa una operación de alimentación del filtrado desde el lado de filtración al lado de la trayectoria de flujo, y tiene como objetivo eliminar física y químicamente los cristales finos depositados en la superficie de la membrana filtrante.
- 15

En el lavado a contracorriente con el filtrado, la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo está en el intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa] y más preferiblemente de 0,10 a 0,60 [MPa].

- 20 Cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo es inferior a 0,10 [MPa], puede ser difícil que el filtrado fluya uniformemente a través de una porción completa de la membrana filtrante del filtro cerámico, de modo que no se puede obtener un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, no es conveniente que la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo sea mayor que 1,0 [MPa], ya que tiende a producirse un cambio rápido en la presión y así aumenta la posibilidad de dañar el filtro cerámico o los miembros de sellado para el mismo.

- 25 La velocidad lineal de alimentación del filtrado está en el intervalo de 1,0 a 20 [m/h], preferiblemente de 1,0 a 15 [m/h], más preferiblemente de 1,0 a 10 [m/h] y aún más preferiblemente de 1,0 a 8 [m/h]

- 30 Cuando la velocidad lineal de alimentación del filtrado es inferior a 1,0 [m/h], puede ser difícil que el filtrado fluya uniformemente a través de toda la porción de la membrana filtrante del filtro cerámico, de modo que no se pueda obtener un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, no es conveniente que la velocidad lineal de alimentación del filtrado sea superior a 20 [m/h], ya que tiende a producirse un cambio rápido en la presión y así aumenta la posibilidad de dañar el filtro cerámico o los miembros de sellado para el mismo.

Después del lavado a contracorriente con el filtrado, es conveniente que la presión en el lado de la trayectoria de flujo se reduzca para producir la presión diferencial.

- 35 En el lado de la trayectoria de flujo, se hace circular el licor madre de la reacción de oxidación, y para regular el caudal de circulación del mismo, se utilizan válvulas de control dispuestas en sentido ascendente de un módulo de filtración (en un conducto en el lado de alimentación del licor madre de la reacción de oxidación al módulo de filtración) y en sentido descendente del mismo (en un conducto en el lado de alimentación del licor madre de la reacción de oxidación que pasa a través de las trayectorias de flujo del filtro cerámico de regreso a un recipiente de licor madre de la reacción de oxidación desde el módulo de filtración). Las válvulas de control en sentido ascendente y descendente controlan no solo el caudal circulante sino también una presión en el lado de la trayectoria de flujo. Al utilizar estas válvulas de control, es posible reducir la presión en el lado de la trayectoria de flujo. En particular, en el lavado a contracorriente con el filtrado, el filtrado utilizado en el lavado a contracorriente se fusiona con el licor madre de la reacción de oxidación que circula a través de la trayectoria de flujo, de modo que el caudal se incrementa en la corriente descendente del módulo de filtración; por lo tanto, se prefiere que se incremente el grado de apertura de la válvula de control en el sentido descendente, y se prefiere que al mismo tiempo se reduzca el grado de apertura de la válvula de control en el sentido ascendente para suprimir la variación del caudal de circulación en el sentido ascendente debido a la entrada del filtrado utilizado para la operación de lavado a contracorriente en la trayectoria de flujo. Como resultado de esto, es posible reducir la presión en las trayectorias de flujo en su totalidad.
- 40
- 45

- 50 Con el fin de eliminar los cristales finos depositados en la superficie de la membrana filtrante y los sólidos precipitados dentro de la membrana filtrante (principalmente el ácido carboxílico aromático), es ventajoso que el tiempo de alimentación del filtrado en el lavado a contracorriente sea más largo. Sin embargo, en vista de una pérdida del tiempo en la operación de filtración, se requiere que éste se encuentre dentro de un cierto intervalo. Por lo tanto, el tiempo de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado está en el intervalo de 5 a 60 [s] y preferiblemente de 10 a 40 [s].

- 55 El filtrado utilizado en el lavado a contracorriente se mezcla con el licor madre de la reacción de oxidación que circula a través de la trayectoria de flujo, y, por lo tanto, la temperatura del filtrado es preferiblemente igual o mayor que la temperatura del licor madre de la reacción de oxidación. Además, para disolver los cristales finos depositados en la superficie de la membrana filtrante y los sólidos precipitados dentro de la membrana filtrante (principalmente ácido carboxílico aromático) durante un corto tiempo, se prefiere que la temperatura del filtrado sea más alta que la del licor

madre de la reacción de oxidación. Por otro lado, existe la posibilidad de que el cambio excesivo de temperatura en el filtro cerámico cause un daño al filtro cerámico o a la junta tórica debido a la diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre el filtro cerámico y la carcasa del filtro. Por lo tanto, el límite superior de la temperatura del filtrado utilizado en el lavado a contracorriente es "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación, y es preferiblemente "una temperatura 25 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación".

En general, se repiten alternativamente (I) la operación para filtrar los cristales finos; y (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación.

A medida que se repite el lavado a contracorriente con el filtrado, la tasa de recuperación del rendimiento de filtración se reduce gradualmente, y finalmente no es posible alcanzar un rendimiento de filtración predeterminado. En la presente invención, en tal caso, el filtro cerámico se limpia mediante un lavado a contracorriente con un disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación.

En la presente invención, cuando se realiza la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación, se requiere que el disolvente de lavado utilizado en esta descripción tenga la capacidad de disolver los cristales finos que contienen el ácido carboxílico aromático como un componente principal, y el ácido acético, que se utiliza como disolvente en la reacción de oxidación en fase líquida, es adecuado como disolvente de lavado. El ácido acético tiene preferiblemente un contenido de agua de 0,1 a 30% en masa y más preferiblemente de 0,1 a 10% en masa.

Al alimentar el disolvente de lavado desde el lado de filtración al lado de la trayectoria de flujo (después del lavado a contracorriente con el disolvente de lavado), para eliminar física y químicamente los cristales finos depositados en la superficie de la membrana filtrante, la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo está en el intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa] y preferiblemente de 0,10 a 0,8 [MPa].

Cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo es de 0,10 [MPa] o más, es posible permitir que el disolvente de lavado fluya uniformemente a través de toda la porción de la membrana filtrante del filtro cerámico y, por lo tanto, logre un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo es de 1,0 [MPa] o menos, no se produce una rápida variación en la presión, y no hay posibilidad de dañar el filtro cerámico o los miembros de sellado para el mismo.

La velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado está en el intervalo de 1,0 a 20 [m/h] y preferiblemente de 1,0 a 15 [m/h].

Cuando la velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado es de 1,0 [m/h] o más, es posible permitir que el disolvente de lavado fluya uniformemente a través de toda la porción de la membrana filtrante del filtro cerámico y, por lo tanto, alcance un efecto de lavado suficiente. Por otra parte, cuando la velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado es de 20 [m/h] o menos, no hay posibilidad de dañar el filtro cerámico o los miembros de sellado del mismo por la rápida variación en la presión.

Con el fin de eliminar los cristales finos depositados en la superficie de la membrana filtrante y los sólidos precipitados dentro de la membrana filtrante (principalmente el ácido carboxílico aromático), es ventajoso que el tiempo de alimentación del disolvente de lavado sea más largo. Sin embargo, en vista de una pérdida del tiempo en la operación de filtración, así como la adición del disolvente de lavado usado al licor madre de la reacción de oxidación, se requiere que el tiempo de alimentación del disolvente de lavado se encuentre dentro de un cierto intervalo. Por lo tanto, el tiempo de la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado está en el intervalo de 5 a 120 [s] y preferiblemente de 5 a 90 [s].

El disolvente de lavado se mezcla con el licor madre de la reacción de oxidación que circula a través de la trayectoria de flujo y, por lo tanto, la temperatura del disolvente de lavado es igual o superior a la temperatura del licor madre de la reacción de oxidación. Además, para disolver los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana filtrante y los sólidos precipitados dentro de la membrana filtrante (principalmente el ácido carboxílico aromático) durante un corto tiempo, se prefiere que la temperatura del disolvente de lavado sea más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación. Por otro lado, existe la posibilidad de que el cambio excesivo de temperatura en el filtro cerámico cause daño al filtro cerámico o a la junta tórica, debido a la diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre el filtro cerámico y la carcasa del filtro. Por lo tanto, el límite superior de la temperatura del disolvente de lavado es "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación" y es preferiblemente "una temperatura 25 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación".

En el método de operación de filtración de acuerdo con la presente invención que se realiza mediante una filtración de flujo cruzado usando un filtro cerámico y que comprende: (I) la operación para filtrar los cristales finos; (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación; y (III) la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación, el orden de las operaciones anteriores (I), (II) y (III) no está particularmente limitado, y estas operaciones se pueden realizar en cualquier orden.

Sin embargo, en la presente invención, el método es preferiblemente una operación periódica que comprende las operaciones (I), (II) y (III) en las que se repiten las operaciones (I) y (II), y cuando el caudal de la filtración no puede ser restaurado por la operación (II), se lleva a cabo la operación (III).

Ejemplos

- 5 La presente invención se describirá con más detalle a continuación haciendo referencia a los siguientes ejemplos, etc. Debe tenerse en cuenta, sin embargo, que la presente invención no se limita a los ejemplos siguientes.

En ácido acético hidratado con un contenido de agua del 9% en masa, se sometió m-xileno a reacción de oxidación en fase líquida por aire (temperatura de reacción: 200

- 10 [°C]; presión de reacción: 1,6 [MPaG]), en presencia de 1000 ppm de iones de cobalto, 930 ppm de iones de manganeso y 950 ppm de iones de bromuro, para obtener de este modo una suspensión que contiene un ácido isoftálico crudo. Después de llevar a cabo la reacción posterior a la oxidación, la suspensión se introdujo en una etapa de cristalización y se sometió a liberación de presión, y se enfrió a 100 °C bajo una presión normal, y luego se sometió a separación sólido-líquido usando un filtro de vacío rotatorio para separar los cristales de ácido isoftálico crudo de la solución de reacción, preparando así un licor madre de reacción de oxidación requerido para una operación
- 15 de filtración realizada mediante filtración de flujo cruzado usando un filtro cerámico. Mientras tanto, el licor madre de la reacción de oxidación estaba a 80 °C. El licor madre de la reacción de oxidación era turbio debido a los cristales finos, y el contenido de los cristales finos allí era de 0,47% en masa.

- 20 Un filtro cerámico de NGK Insulators, Ltd., como un elemento, se montó en un módulo de filtración 7. Un filtro cerámico 8 estaba en forma de un monolito, una membrana filtrante del mismo tenía un diámetro de poro promedio de 0,5 μm, y el tamaño era de 30 mmφ x 1000 mmL. Las trayectorias de flujo 28 tenían un diámetro exterior de 4 [mm], y el número de aberturas de las mismas era de 19. El área de filtración del filtro cerámico fue de 0,2386 [m²], y el área de sección total de las trayectorias de flujo fue de 0,0002386 [m²].

Mientras tanto, la cantidad de ácido isoftálico desechado en los Ejemplos se calculó a partir de la cantidad de ácido isoftálico precipitado en el caudal de circulación (0,68 m³/h) del licor madre de la reacción de oxidación.

- 25 Se explicará el método de operación de filtración de flujo cruzado usando un filtro cerámico.

(Operación de filtración de cristales finos)

- 30 En la Fig. 1 a la Fig. 3, el licor madre de la reacción de oxidación mencionado anteriormente se almacena en un recipiente de licor de reacción de oxidación 1. El licor madre de la reacción de oxidación se alimenta a un lado de la superficie del extremo del sustrato superior 10 de un módulo de filtración 7 a través de un conducto de entrada de circulación 6 usando una bomba 2. En ese momento, el caudal del mismo es regulado por una válvula de control 4. El licor madre de la reacción de oxidación que se alimenta al módulo de filtración 7 pasa a través de las trayectorias de flujo 28 en un filtro cerámico 8, y luego pasa a través de un lado de la superficie del extremo del sustrato inferior 10 y un conducto de salida de circulación 11, y se alimenta de nuevo al recipiente de licor madre de la reacción de oxidación 1. En ese momento, su caudal es regulado por una válvula de control 13.

- 35 Una serie de los flujos anteriores se denomina una línea de circulación de licor madre de la reacción de oxidación. En la línea de circulación del licor madre, al controlar las válvulas de control 4 y 13, se regula el caudal de circulación del licor madre. Además, se controla una presión en el lado de la trayectoria de flujo 28 del filtro cerámico 8, es decir, una presión en un lado ascendente del filtro (presión primaria). La presión está determinada por los manómetros 5 y 12.

- 40 La operación de filtración del licor madre de la reacción de oxidación se realiza estableciendo la línea de circulación del licor madre y luego abriendo una válvula 18 (mientras se cierran las válvulas de control 24 y 25). En ese momento, el licor madre de la reacción de oxidación se filtra a través del filtro cerámico 8, y de este modo se descarga un licor madre de reacción de oxidación claro del que se eliminan los cristales finos a un lado de filtración 9, y luego pasa a través de un conducto de salida de filtrado 16 y se almacena en un recipiente de filtrado 19. La presión en un lado descendente del filtro (presión secundaria) durante la operación de filtración se determina mediante un manómetro 17.

- 45 El caudal de filtración se determina a partir de la presión diferencial de filtración entre la presión primaria y la presión secundaria, las propiedades del fluido a filtrar (como la viscosidad) y el rendimiento de filtración del filtro cerámico 8 (tal como, área de filtración, diámetro de poro promedio y grado de obstrucción).

La presión diferencial de filtración ΔP [MPa] se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\Delta P = (P1 + P2) / 2 - P3$$

- 50 en donde una presión en el manómetro 5 es P1 [MPaG]; una presión en el manómetro 12 es P2 [MPaG]; y una presión en el manómetro 17 es P3 [MPaG]

(Operación de lavado a contracorriente con filtrado)

En la Fig. 1 a la Fig. 3, cuando se reduce el caudal de filtración en la operación para filtrar los cristales finos, se realiza una operación de lavado a contracorriente con el filtrado. Primero, la válvula 18 está cerrada (mientras se mantienen las válvulas de control 24 y 25 en un estado cerrado) para terminar la operación de filtración (pero mientras se continuó la circulación del licor madre). A continuación, la válvula de control 24 se abre mientras se controla, y el filtrado en el recipiente de filtrado 19 se alimenta al lado de filtración 9 del módulo de filtración 7 a través de un conducto de lavado a contracorriente del filtrado 23 utilizando una bomba 20. En ese momento, si es necesario, la temperatura del filtrado se controla mediante un intercambiador de calor 22. La presión en el lado de la filtración 9 se aumenta para ser más alta que la presión en el lado de la trayectoria de flujo 28 (presión diferencial de lavado a contracorriente), de manera que el filtrado pasa del lado de filtración 9 al lado de la trayectoria de flujo 28 para realizar un lavado a contracorriente. La presión diferencial del lavado a contracorriente se define por $-\Delta P$.

Por otro lado, las válvulas de control 4 y 13 pueden controlarse de manera apropiada durante el lavado a contracorriente, de manera que la presión en el lado de la trayectoria de flujo 28 se reduce para ajustar la presión diferencial del lavado a contracorriente.

(Operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado)

En la Fig. 2, cuando la operación de lavado a contracorriente con el filtrado no logra restablecer completamente el caudal de filtración, se realiza una operación de lavado a contracorriente con un disolvente de lavado. Primero, la válvula 18 y la válvula de control 24 están cerradas (mientras se continúa la circulación del licor madre). A continuación, se abre la válvula de control 25 mientras se controla la alimentación del disolvente de lavado al lado de filtración 9 del módulo de filtración 7 a través de un conducto de lavado a contracorriente con disolvente de lavado 26. En ese momento, si es necesario, la temperatura del disolvente de lavado se controla mediante un intercambiador de calor 27. La presión en el lado de filtración 9 se aumenta más que la presión en el lado de la trayectoria de flujo 28, de modo que el disolvente de lavado pasa del lado de filtración 9 al lado de la trayectoria de flujo 28 para realizar el lavado a contracorriente. El disolvente de lavado que pasa se mezcla con el licor madre de la reacción de oxidación que circula a través del mismo.

Mientras tanto, las válvulas de control 4 y 13 pueden ser controladas de manera apropiada durante el lavado a contracorriente, de manera que la presión en el lado de la trayectoria de flujo 28 se reduce para ajustar la presión diferencial del lavado a contracorriente.

Además, un caudal de filtración promedio X_1 al realizar la operación para filtrar los cristales finos, una velocidad lineal de circulación LV_1 del licor madre de la reacción de oxidación en la trayectoria de flujo del filtro cerámico, y una velocidad lineal de filtración LV_2 del filtrado se determinan de acuerdo con las siguientes fórmulas. Al mismo tiempo, la LV_1 se determina como una velocidad lineal de circulación promedio.

Caudal circulante en una entrada del módulo de filtración 7: F [m^3/h]

Tiempo de la operación de filtración de cristales finos: T_1 [s]

Caudal de filtración al inicio de la operación de filtración de cristales finos: X_s [m^3/h]

Caudal de filtración al finalizar la operación de filtración de cristales finos: X_t [m^3/h]

Caudal de filtración promedio tras realizar la operación de filtración de cristales finos:

$$X_1[m^3/h] = (X_s + X_t)/2$$

Velocidad lineal de circulación del licor madre de la reacción de oxidación en la trayectoria de flujo del filtro cerámico: $LV_1 [m/h] = F/0,0002386$

Velocidad lineal de filtración del filtrado: $LV_2 [m/h] = X_s/0,2386$

Velocidad lineal de circulación del licor madre de la reacción de oxidación en la trayectoria de flujo del filtro cerámico:

$$LV_1[m/h] = F/0,0002386$$

Velocidad lineal de filtración del filtrado:

$LV_2 [m/h] = X_s/0,2386$

Además, un caudal de filtración promedio V_3 durante un ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, y una velocidad lineal de alimentación LV_3 del filtrado en la operación de lavado a contracorriente se determinan de acuerdo con lo siguiente.

ES 2 719 405 T3

Cantidad total de filtrado en la operación de filtración de cristales finos:

$$V_1[\text{m}^3] = T_1 \times X_1/3600$$

Tiempo de lavado a contracorriente con filtrado: T_2 [s]

Caudal de lavado a contracorriente en la operación de lavado a contracorriente con filtrado: X_2 [m^3/h]

5 Cantidad total de fluido de lavado a contracorriente después de la operación de lavado con filtrado:

$$V_2 [\text{m}^3] = T_2 \times X_2/3600$$

Caudal de filtración promedio durante un ciclo de la operación de filtración de cristales finos y la operación de lavado a contracorriente con filtrado:

$$V_3 [\text{m}^3/\text{h}] = (V_1 - V_2)/(T_1 + T_2) \times 3600$$

10 Velocidad lineal de alimentación en la operación de lavado a contracorriente con filtrado:

$$LV_3 [\text{m}/\text{h}] = X_2/0,2386$$

A medida que aumenta la cantidad utilizada del filtrado en la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, una cantidad neta del filtrado obtenido se vuelve más pequeña, y se reduce el caudal de filtración promedio V_3 durante un ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado.

15 Ejemplo de referencia 1

(Operación de filtración de cristales finos)

El licor madre de la reacción de oxidación mencionada anteriormente (80 °C) se introdujo en el módulo de filtración 7 a un caudal de entrada de circulación de 0,68 [m^3/h] ($P_1 = 0,10$ [MPaG]) (flujo descendente) para iniciar una filtración de flujo cruzado. El caudal de filtración X_s al inicio de la operación para filtrar los cristales finos fue de 0,32 [m^3/h] ($P_3 = 0,00$ [MPaG]), y el caudal de salida de circulación fue de 0,36 [m^3/h] ($P_2 = 0,09$ [MPaG]). La presión diferencial ΔP entre el lado de la trayectoria de flujo y el lado de filtración fue de 0,10 [MPa]. Además, la velocidad lineal de circulación en las trayectorias de flujo y la velocidad lineal de filtración del filtrado fueron 2848 (m/h) y 1,34 (m/h), respectivamente.

20

(Operación de lavado a contracorriente con filtrado)

Al continuar con la operación de filtración, el caudal de filtración se redujo a 0,20 [m^3/h] después de 500 segundos (el caudal de filtración X_i al finalizar la operación de filtración de cristales finos fue de 0,20 [m^3/h]). Por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se llevó a cabo durante 15 segundos (velocidad lineal de alimentación: 2,85 [m/h]; temperatura de filtrado: 80 °C). En ese momento, las presiones respectivas fueron $P_1 = 0,14$ [MPaG], $P_2 = 0,10$ [MPaG] y $P_3 = 0,31$ [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue 0,19 [MPa].

25

La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 1^{er} ciclo = X_s en el 2^o ciclo) fue de 0,32 [m^3/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado fue de 0,233 [m^3/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 2^o ciclo fue de 0,32 [m^3/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 2^o ciclo fue de 0,233 [m^3/h].

30

Los caudales de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y los caudales de filtración promedio V_3 en los ciclos 3^o a 5^o fueron respectivamente iguales a los del 2^o ciclo.

Además, la operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua. Como resultado, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento de filtración para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 6 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado no pudo restablecerse a 0,25 [m^3/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

40

Ejemplo de referencia 2

La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron alternativamente y de forma continua de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de 5,70 [m/h] durante 10 segundos como el tiempo de la operación de lavado a contracorriente. Al realizar la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron $P_1 = 0,16$ [MPaG], $P_2 = 0,11$ [MPaG] y $P_3 = 0,53$ [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P >$ sobre el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de

45

0,40 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 1^{er} ciclo) fue de 0,32 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo fue de 0,228 [m³/h].

- 5 Además, el caudal de filtración inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado en el 2^o ciclo fue de 0,32 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 2^o ciclo fue de 0,228 [m³/h]. Asimismo, los caudales de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y los caudales de filtración promedio V_3 en los ciclos 3^o a 5^o fueron respectivamente iguales a los del 2^o ciclo.

- 10 Además, la operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 10 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua. Como resultado, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 8 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado no pudo restablecerse a 0,25 [m³/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo de referencia 3

- 15 La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron alternativamente y de forma continua de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de 1,42 [m/h] con una temperatura de filtrado de 90 °C durante 30 segundos como el tiempo de la operación de lavado a contracorriente.

- 20 Al realizar la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron P1 = 0,12 [MPaG], P2 = 0,10 [MPaG] y P3 = 0,21 [MPaG], y la presión diferencial - ΔP en el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,10 [MPa].

- 25 La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 1^{er} ciclo) fue de 0-32 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1.^{er} ciclo fue de 0,226 [m³/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 2^o ciclo fue de 0,32 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 2^o ciclo fue de 0,226 [m³/h].

Los caudales de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y los caudales de filtración promedio V_3 en los ciclos 3^o a 5^o fueron respectivamente las mismas que las del 2^o ciclo.

- 30 Además, la operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 30 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua. Como resultado, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 6 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado no pudo restablecerse hasta 0,25 [m³/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo de referencia 4

- 35 La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron de forma nativa y continua de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que en la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, no se controlaron los grados de apertura de la válvula de control ascendente 4 y de la válvula de control descendente 13 para reducir la presión en el lado de la trayectoria de flujo. Al realizar el lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron P1 = 0,36 [MPaG], P2 = 0,31 [MPaG] y P3 = 0,51 [MPaG], y la presión diferencial - ΔP con el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,18 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 1^{er} ciclo) se restableció a solo 0,31 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo fue de 0,233 [m³/h].

- 45 El caudal de filtración inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado en el 2^o ciclo se restableció a 0,31 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 2^o ciclo fue de 0,228 [m³/h].

Los caudales de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y los caudales de filtración promedio V_3 en los ciclos 3^o a 5^o fueron respectivamente las mismas que las del 2^o ciclo.

- 50 Además, la operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua. Como resultado, el filtro cerámico fue capaz de mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta 3 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado no pudo restablecerse a 0,25 [m³/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

5 Por lo tanto, dado que no se controlaron los grados de apertura de la válvula de control ascendente 4 y la válvula de control descendente 13 para reducir la presión en el lado de la trayectoria de flujo, el filtrado que fluye hacia la trayectoria de flujo en el lavado a contracorriente con el filtrado causó una reducción en el caudal del licor madre de la reacción de oxidación que ingresaba al filtro cerámico desde el lado superior de la superficie del extremo del sustrato, lo que deterioró el efecto de eliminar físicamente los cristales finos depositados en la superficie de la membrana filtrante. Los resultados también se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

10 La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron alternativamente y de forma continua de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realizó durante 70 segundos. Al realizar la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron $P1 = 0,14$ [MPaG], $P2 = 0,10$ [MPaG] y $P3 = 0,31$ [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ con el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de $0,19$ [MPa].

15 La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 1^{er} ciclo) fue de $0,32$ [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo fue de $0,145$ m³/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado en el 2^o ciclo fue de $0,32$ [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 2^o ciclo fue de $0,145$ [m³/h].

Los caudales de filtración inmediatamente después del ciclo de lavado a contracorriente con el filtrado y los caudales de filtración promedio V_3 en los ciclos 3^o a 5^o fueron respectivamente iguales a las del 2^o ciclo.

20 Además, la operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 70 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua. Como resultado, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta 6 horas, cuando el caudal de filtración medido inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado no pudo restablecerse a $0,25$ [m³/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

25 Sin embargo, dado que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realizó durante un tiempo prolongado, el caudal de filtración promedio V_3 fue de $0,145$ [m³/h]. El caudal de filtración promedio bajo resultó en un mayor número de elementos de filtro necesarios, lo que produjo un aumento de los costos. Los resultados también se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 2

30 La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron alternativamente de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de $0,84$ [m/h]. Al realizar la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron $P1 = 0,11$ [MPaG], $P2 = 0,09$ [MPaG] y $P3 = 0,15$ [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ en el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y lado de la trayectoria de flujo fue de $0,05$ [MPa].

35 La operación de lavado a contracorriente con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración, pero el caudal de filtración al iniciar la operación de filtración de los cristales finos se restableció a solo $0,25$ [m³/h]. Además, el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado fue de $0,247$ [m³/h].

40 A continuación, se inició la operación de filtración del 2^o ciclo. Sin embargo, después de transcurridos 60 segundos, el caudal de filtración se redujo a $0,20$ [m³/h], de modo que el tiempo de la operación para filtrar los cristales finos que se ajustó a $T_1 = 500$ s no pudo mantenerse. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 3

45 La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron alternativamente en la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 1, excepto que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se llevó a cabo a una temperatura de filtrado de 70 °C. Al realizar la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron $P1 = 0,14$ [MPaG], $P2 = 0,10$ [MPaG] y $P3 = 0,34$ [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ en el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de $0,22$ [MPa].

50 La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración, pero el caudal de filtración al inicio de la operación de filtración de cristales finos se restableció a solo $0,24$ [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo fue de $0,233$ [m³/h].

A continuación, se inició la operación de filtración del 2^o ciclo. Sin embargo, después de transcurridos 60 segundos, el caudal de filtración se redujo a $0,20$ [m³/h], de modo que no se pudo mantener la configuración en la que el tiempo de la operación para filtrar los cristales finos T_1 fue de 500 segundos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

ES 2 719 405 T3

Esto fue debido a que, dado que la temperatura del filtrado después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado era tan baja como de 70 °C, no fue posible limpiar el filtro cerámico hasta un grado suficiente.

Ejemplo comparativo 4

5 La operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se repitieron alternativamente y de forma continua de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, excepto que la operación de lavado a contracorriente con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de 0,84 [m/h] con una temperatura de filtrado de 90 °C, y el tiempo de la operación de lavado a contracorriente fue de 300 segundos. Al realizar la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, las presiones respectivas fueron P1 = 0,11 [MPaG], P2 = 0,09 [MPaG] y P3 = 0,15 [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ en el lavado a contracorriente entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,05 [MPa].

15 La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el primer ciclo) fue de 0,32 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 1^{er} ciclo fue de 0,088 [m³/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado en el 2^o ciclo fue de 0,32 [m³/h], y el caudal de filtración promedio V_3 en el 2^o ciclo fue de 0,088 [m³/h].

Los caudales de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y los caudales de filtración promedio V_3 en los ciclos 3^o a 5^o fueron respectivamente los mismos que en el 2^o ciclo.

20 Además, la operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 300 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua. Como resultado, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta 1,5 h, cuando el caudal de filtración, medido inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, no pudo restablecerse hasta 0,25 [m³/h] o más.

25 Sin embargo, incluso en las condiciones en este ejemplo comparativo, el caudal de filtración promedio V_3 fue de 0,088 [m³/h]. El caudal de filtración promedio fue bajo, lo que resultó en un aumento en el número de elementos de filtro requeridos, lo que causó un incremento en los costos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1-1

| | Ejemplos de referencia | | | |
|---|------------------------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| (Condiciones de la operación) | | | | |
| Tiempo de la operación de filtración de cristales finos T_1 [s] | 500 | 500 | 500 | 500 |
| Tiempo de la operación de lavado a contracorriente con filtrado T_2 [s] | 15 | 10 | 30 | 15 |
| Velocidad lineal de alimentación de filtrado después de la operación de lavado a contracorriente [m/h] | 2,85 | 5,70 | 1,42 | 2,85 |
| Caudal del lavado a contracorriente de filtrado X_2 [m ³ /h] | 0,68 | 1,36 | 0,34 | 0,68 |
| Temperatura de filtrado [°C] | 80 | 80 | 90 | 80 |
| Presión diferencial después del lavado a contracorriente - ΔP [MPa] | 0,19 | 0,40 | 0,10 | 0,18 |
| Otras operaciones | - | - | - | *1 |
| (Resultados de las operaciones) | | | | |
| Caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente del 1 ^{er} ciclo con filtrado [m ³ /h] | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,31 |
| Caudal de filtración promedio V_3 en el 1 ^{er} ciclo [m ³ /h] | 0,233 | 0,228 | 0,226 | 0,233 |
| Caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente del 2 ^o ciclo con filtrado [m ³ /h] | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,31 |
| Caudal de filtración promedio V_3 en el 2 ^o ciclo [m ³ /h] | 0,233 | 0,228 | 0,226 | 0,228 |
| Resultados de las operaciones en los ciclos 3 ^o a 5 ^o . | *2 | *2 | *2 | *2 |
| Tiempo transcurrido hasta que no se pudo mantener el rendimiento para filtración de cristales finos [horas] | 6 | 8 | 6 | 3 |

Nota: *1: Operaciones de válvulas diferentes; *2: Iguales a los del 2^o ciclo.

Tabla 1-2

| | Ejemplos comparativos | | | |
|--|-----------------------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| (Condiciones de la operación) | | | | |
| Tiempo de la operación de filtración de cristales finos T_1 [s] | 500 | 500 | 500 | 500 |
| Tiempo de la operación de lavado a contracorriente con filtrado T_2 [s] | 70 | 15 | 15 | 300 |
| Velocidad lineal de alimentación de filtrado después de la operación de lavado a contracorriente [m/h] | 2,85 | 0,84 | 2,85 | 0,84 |
| Caudal del lavado a contracorriente de filtrado X_2 [m ³ /h] | 0,68 | 0,20 | 0,68 | 0,20 |
| Temperatura de filtrado [°C] | 80 | 80 | 70 | 90 |
| Presión diferencial después del lavado a contracorriente - ΔP [MPa] | 0,19 | 0,05 | 0,22 | 0,05 |
| (Resultados de las operaciones) | | | | |
| Caudal de filtración inmediatamente después del lavado a contracorriente del 1º ciclo con filtrado [m ³ /h] | 0,32 | 0,25 | 0,24 | 0,32 |
| Caudal de filtración promedio V_3 en el 1º ciclo [m ³ /h] | 0,145 | 0,247 | 0,233 | 0,088 |
| Caudal de filtración inmediatamente después de lavado a contracorriente del 2º ciclo con filtrado [m ³ /h] | 0,32 | - | - | 0,32 |
| Caudal de filtración promedio V_3 en el 2º ciclo [m ³ /h] | 0,145 | - | - | 0,088 |
| Resultados de las operaciones en los ciclos 3º a 5º | *2 | - | - | *2 |
| Tiempo transcurrido hasta que no se pudo mantener el rendimiento para filtración de cristales finos [horas] | 6 | - | - | 1,5 |
| Observaciones | | *3 | *3 | |

Nota:*2: Iguales a los del 2º ciclo; *3: T_1 no se pudo mantener en el 2º ciclo.

Ejemplo 5

(Operación de filtración de cristales finos)

- 5 El agua madre de la reacción de oxidación mencionada anteriormente (80 °C) se alimentó al módulo de filtración 7 a un caudal de entrada de circulación de 0,68 [m³/h] ($P_1 = 0,10$ [MPaG]) (flujo descendente) para iniciar una filtración de flujo cruzado. En ese momento, el caudal de filtración fue de 0,32 [m³/h] ($P_3 = 0,00$ [MPaG]), y el caudal de salida de circulación fue de 0,36 [m³/h] ($P_2 = 0,09$ [MPaG]). La presión diferencial ΔP entre el lado de la trayectoria de flujo y el lado de filtración fue de 0,10 [MPa]. Además, la velocidad lineal de circulación en las trayectorias de flujo y la velocidad lineal de filtración del filtrado fueron de 2848 (m/h) y 1,34 (m/h), respectivamente.

(Operación de lavado a contracorriente con filtrado)

- 15 Al continuar con la operación de filtración, el caudal de filtración se redujo a 0,20 [m³/h] después de 500 segundos, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de lavado a contracorriente con el filtrado durante 15 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). En ese momento, las presiones respectivas fueron $P_1 = 0,14$ [MPaG], $P_2 = 0,10$ [MPaG] y $P_3 = 0,31$ [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ entre el lado de filtración y el lado de trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el filtrado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración fue de 0,32 [m³/h].

(Operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado)

- 20 La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua y, después de 6 horas, el caudal de filtración no pudo restablecerse a 0,24 [m³/h] o más, aun inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado. Por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, durante 15 segundos se realizó la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7% en masa; 85 °C) como disolvente de lavado (caudal de lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 2,85 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron $P_1 = 0,13$ [MPaG],

P2 = 0,10 [MPaG] y P3 = 0,30 [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

5 La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,32 [m³/h]. A continuación, se repitieron
 10 alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado. El tiempo fue de 6 horas hasta que el caudal de filtración no pudo restablecerse a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, por lo que el siguiente lavado a contracorriente se realizó con el disolvente de lavado. Es decir, mientras se repetía alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se realizó cada seis horas, de modo que el filtro cerámico pudo mantener un buen rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 6

15 La operación de filtración (durante 500 s) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7, 7% en masa; 85 °C) se llevó a cabo durante 15 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 1,36 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 5,70 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,15 [MPaG],
 20 P2 = 0,11 [MPaG] y P3 = 0,51 [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,38 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió nuevamente a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,32 [m³/h].

25 El tiempo hasta realizar el siguiente lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 6 horas. Es decir, mientras se repite alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se llevó a cabo cada seis horas, para que el filtro cerámico pudiera mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 7

30 La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7 % en masa; 85 °C) se llevó a cabo durante 10 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 2,04 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 8,54 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,18 [MPaG], P2 = 0,12 [MPaG] y P3 = 0,69 [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,54 [MPa].
 35

40 La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,32 [m³/h]. El tiempo hasta que se realizó la siguiente operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 6 horas. Es decir, mientras se repitieron alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, el lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se realizó cada seis horas, de modo que el filtro cerámico pudo mantener un buen rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 8

45 La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no pudo restablecerse a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7% en masa; 85 °C) se llevó a cabo durante 60 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 0,34 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 1,42 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,11 [MPaG], P2 = 0,09 [MPaG] y P3 = 0,22 [MPaG], y la presión diferencial $-\Delta P$ entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,12 [MPa]
 50

55 La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció hasta 0,32 [m³/h]. El tiempo hasta la realización de la siguiente operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 4 horas. Además, el tiempo hasta la realización de la siguiente operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue también de 4

horas. Es decir, mientras se repitió alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se realizó cada cuatro horas, de modo que el filtro cerámico pudo mantener un buen rendimiento de filtración.

Los resultados se muestran en la Tabla 2.

5 Ejemplo 9

La operación de filtración (durante 120 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 8 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7 % en masa; 85 °C) se llevó a cabo durante 15 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 2,85 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,13 [MPaG], P2 = 0,10 [MPaG] y P3 = 0,30 [MPaG], y la presión diferencial -ΔP entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

15 La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció hasta 0,32 [m³/h]. El tiempo hasta la realización de la siguiente operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 8 horas. Es decir, mientras se repitieron alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se realizó cada ocho horas, de modo que el filtro cerámico pudo mantener un buen rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

20 Ejemplo 10

La operación de filtración (durante 900 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 3 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después del lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7% en masa; 85 °C) se llevó a cabo durante 15 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 2,85 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,13 [MPaG], P2 = 0,10 [MPaG] y P3 = 0,30 [MPaG], y la presión diferencial -ΔP entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,32 [m³/h]. El tiempo hasta la realización de la siguiente operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 3 horas. Es decir, mientras se repitieron alternativamente la operación de filtración y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se llevó a cabo cada tres horas, de modo que el filtro cerámico pudo mantener un buen rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo comparativo 5

La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, se terminó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación (es decir, se cerraron las válvulas de control 4 y 13, luego se abrió una válvula de drenaje 14), y después se realizó la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7% en masa; 85 °C) durante 180 segundos (caudal del lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 2,85 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,00 [MPaG], P2 = 0,00 [MPaG] y P3 = 0,19 [MPaG], y la presión diferencial -ΔP entre el lado de filtración y el lado de trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente que descargó el disolvente de lavado (ácido acético) del sistema se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, aunque el caudal de filtración se restableció hasta 0,32 [m³/h], la cantidad utilizada de ácido acético fue de 0,0340 [m³], es decir, de tanto como 12 veces la utilizada en el Ejemplo 5. Además, el 0,37 % en peso de ácido isoftálico contenido en el licor madre de la reacción de oxidación se descargó como un residuo fuera del sistema. Mientras tanto, el tiempo hasta la realización de la siguiente operación de lavado con el disolvente de lavado a contracorriente fue de 6 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo comparativo 6

55 La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el

Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, se terminó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación (es decir, se cerraron las válvulas de control 4 y 13, y luego se abrió la válvula de drenaje 14), y se llevó a cabo el lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7% en masa; 85 °C) durante 15 segundos (caudal del lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 2,85 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,00 [MPaG], P2 = 0,00 [MPaG] y P3 = 0,19 [MPaG], y la presión diferencial -ΔP entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente que descargó el disolvente de lavado (ácido acético) fuera del sistema se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. Aunque la cantidad de ácido acético que se utilizó allí fue de 0,0028 [m³], igual a la utilizada en el Ejemplo 5, fue difícil eliminar los cristales finos depositados en la superficie de filtración en el lado de la trayectoria de flujo debido a la falta de circulación del licor madre, por lo que el caudal de filtración se restableció a solo 0,26 [m³/h]. Por este motivo, el tiempo hasta la realización de la segunda o posterior operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue extremadamente reducido a 30 min. Es decir, el tiempo de la operación capaz de mantener un buen rendimiento de filtración del filtro cerámico se volvió extremadamente corto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Además, el 6,67% en peso de ácido isoftálico contenido en el licor madre de la reacción de oxidación se descargó como un residuo fuera del sistema. Los resultados también se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo de referencia 11

La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no pudo restablecerse a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7 % en masa; 85 °C) como disolvente de lavado se llevó a cabo durante 180 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 0,68 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 2,85 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,13 [MPaG], P2 = 0,10 [MPaG] y P3 = 0,30 [MPaG], y la presión diferencial -ΔP entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,19 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético hidratado se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, aunque el caudal de filtración se restableció a 0,32 [m³/h], la cantidad de ácido acético utilizado allí fue de 0,034 [m³], es decir, tanto como 12 veces la utilizada en el Ejemplo 5. El tiempo hasta la realización del siguiente lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 6 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo de referencia 12

La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no pudo restablecerse a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7% en masa; 85 °C) durante 15 segundos (caudal del lavado a contracorriente: 0,14 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 0,59 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,10 [MPaG], P2 = 0,09 [MPaG] y P3 = 0,18 [MPaG], y la presión diferencial -ΔP entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 0,09 [MPa].

La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. La cantidad utilizada de ácido acético allí fue tan pequeña como de 0,00058 [m³] (es decir, 0,21 veces la utilizada en el Ejemplo 5), y el caudal de filtración se restableció a solo 0,27 [m³/h]. Por este motivo, el tiempo hasta la realización de la segunda o posterior operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado se redujo extremadamente a 1 hora. Es decir, el período de la operación capaz de mantener un buen rendimiento de filtración del filtro cerámico se hizo extremadamente corto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo de referencia 13

La operación de filtración (durante 500 segundos) y la operación de lavado a contracorriente con el filtrado (durante 15 segundos) se repitieron alternativamente y de forma continua (durante 6 horas) de la misma manera que en el Ejemplo 5. Como resultado, el caudal de filtración no se pudo restablecer a 0,24 [m³/h] o más inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado y, por lo tanto, mientras se continuó la circulación del licor madre de la reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de lavado a contracorriente con ácido acético (contenido de agua: 7,7 % en masa; 85 °C) como disolvente de lavado durante 15 segundos (caudal de lavado a contracorriente: 5,10 [m³/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético fue de 21,4 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas fueron P1 = 0,40 [MPaG], P2 = 0,31 [MPaG] y P3 = 1,41 [MPaG], y la presión diferencial -

ES 2 719 405 T3

ΔP entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo fue de 1,06 [MPa] .

La operación de lavado a contracorriente con el ácido acético se terminó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, aunque el caudal de filtración fue restaurado a 0,32 [m³/h], la cantidad de ácido acético utilizada allí fue de 0,0213 [m³], es decir, tanto como 7,6 veces la utilizada en el Ejemplo 5. El tiempo hasta la realización del siguiente lavado a contracorriente con el disolvente de lavado fue de 6 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

5

Tabla 2-1

| | Ejemplos | | | | | |
|--|----------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| (Condiciones de operación en el 1 ^{er} ciclo) | | | | | | |
| Tiempo de operación de filtración de cristales finos [segundos] | 500 | 500 | 500 | 500 | 120 | 900 |
| Tiempo de operación de lavado a contracorriente con filtrado [segundos] | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| Tiempo de operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [segundos] | 15 | 15 | 10 | 60 | 15 | 15 |
| Circulación de licor madre de la reacción de oxidación con la operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado | Hecho | Hecho | Hecho | Hecho | Hecho | Hecho |
| Velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado [m/h] | 2,85 | 5,70 | 8,54 | 1,42 | 2,85 | 2,85 |
| Presión diferencial después de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [MPa] | 0,19 | 0,38 | 0,54 | 0,12 | 0,19 | 0,19 |
| (Resultados de las operaciones en el 1 ^{er} ciclo) | | | | | | |
| Período de operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [horas] | 6 | 6 | 6 | 6 | 8 | 3 |
| Caudal de filtración inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [m ³ /h] | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 |
| Cantidad de disolvente de lavado utilizado [m ³] | 0,0028 | 0,0057 | 0,0057 | 0,0057 | 0,0028 | 0,0028 |
| Cantidad de ácido isoftálico desechado [%] | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| (Resultados de las operaciones en el 2 ^o ciclo y subsiguientes) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Tabla 2-2

| | Ejemplos comparativos | | Ejemplos de referencia | | |
|---|-----------------------|----------|------------------------|-------|-------|
| | 5 | 6 | 11 | 12 | 13 |
| (Condiciones de operación en el 1 ^{er} ciclo) | | | | | |
| Tiempo de operación de filtración de cristales finos [segundos] | 500 | 500 | 500 | 500 | 500 |
| Tiempo de operación de lavado a contracorriente con filtrado [segundos] | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| Tiempo de operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [segundos] | 180 | 15 | 180 | 15 | 15 |
| Circulación de licor madre de la reacción de oxidación después de la operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado | No hecho | No hecho | Hecho | Hecho | Hecho |

| | | | | | |
|--|--------|--------|--------|---------|--------|
| Velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado [m/h] | 2,85 | 2,85 | 2,85 | 0,59 | 21,4 |
| Presión diferencial con lavado a contracorriente con disolvente de lavado [MPa] | 0,19 | 0,19 | 0,19 | 0,09 | 1,06 |
| (Resultados de las operaciones en el 1 ^{er} ciclo) | | | | | |
| Tiempo de operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [horas] | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Caudal de filtración inmediatamente después de la operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [m ³ /h] | 0,32 | 0,26 | 0,32 | 0,27 | 0,32 |
| Cantidad de disolvente de lavado utilizado [m ³] | 0,0340 | 0,0028 | 0,0340 | 0,00058 | 0,0213 |
| Cantidad de ácido isoftálico desechado [%] | 0,37 | 6,67 | 0 | 0 | 0 |
| (Resultados de las operaciones en el 2 ^o ciclo y subsiguientes) | | | | | |
| Tiempo de operación de lavado a contracorriente con disolvente de lavado [horas] | 6 | 0,5 | 6 | 1 | 6 |

- 5 En el método de la operación de filtración de acuerdo con la presente invención, se pueden lograr tales ventajas de manera que (1) una operación de filtración se puede realizar simplemente durante un largo tiempo sin obstruir un filtro cerámico; (2) no es necesario el uso de una gran cantidad de disolvente de lavado; y (3) puede recuperarse un ácido carboxílico aromático contenido en el disolvente de lavado que se ha desechado convencionalmente junto con el disolvente de lavado después de la limpieza. Por lo tanto, es posible simplificar las condiciones de operación y mejorar el nivel de salida de un ácido carboxílico aromático después de la producción del ácido carboxílico aromático.

Explicación de los números de referencia

Los números de referencia utilizados en las Fig. 1, Fig. 2 y Fig. 3 se explican a continuación.

- 10 1: Recipiente de licor madre de la reacción de oxidación; 2: Bomba; 3: Línea de flujo mínimo; 4: Válvula de control; 5: Manómetro (P1); 6: Conducto de entrada de circulación; 7: Módulo de filtración (carcasa); 8: Filtro cerámico; 9: Lado de filtración; 10: Lado de la superficie del extremo del sustrato; 11: Conducto de salida de circulación; 12: Manómetro (P2); 13: Válvula de control; 14: Válvula de drenaje; 15: Conducto de retorno de circulación; 16 : Conducto de salida del filtrado; 17: Manómetro (P3); 18: Válvula; 19: Recipiente de filtrado; 20: Bomba; 21: Línea de flujo mínimo; 22: Intercambiador de calor; 23: Conducto de lavado a contracorriente con filtrado; 24: Válvula de control; 25: Válvula de control; 26: Conducto de lavado a contracorriente con disolvente; 27: Intercambiador de calor; 28: Trayectoria de flujo.

REIVINDICACIONES

1. Un método de operación de filtración para filtrar cristales finos contenidos en un licor madre de reacción de oxidación obtenido en un proceso para producir un ácido carboxílico aromático a excepción del ácido tereftálico mediante filtración de flujo cruzado que utiliza un filtro cerámico mientras se realiza una operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación, comprendiendo el método:
- 5 realizar (I) una operación para filtrar los cristales finos;
- realizar (II) una operación de lavado a contracorriente con un filtrado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación; y
- 10 realizar (III) una operación de lavado a contracorriente con un disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación de flujo del licor madre de la reacción de oxidación,
- realizándose (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado en las siguientes condiciones:
- (II-A) un tiempo de operación de la misma que está en el intervalo de 5 a 60 [s];
- (II-B) una presión diferencial entre un lado de filtración y un lado de la trayectoria de flujo del filtro cerámico que está en el intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];
- 15 (II-C) una velocidad lineal de alimentación del filtrado que está en el intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y
- (II-D) una temperatura del filtrado que está en el intervalo entre "una temperatura del licor madre de la reacción de oxidación" y "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación",
- realizándose (III) la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado en las siguientes condiciones:
- (III-A) un tiempo de operación de la misma que está en el intervalo de 5 a 120 [s];
- 20 (III-B) una presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la trayectoria de flujo durante la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado que está en el intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];
- (III-C) una velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado en la operación de lavado a contracorriente que está en el intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y
- 25 (III-D) una temperatura del disolvente de lavado que está en el intervalo entre "la temperatura del licor madre de la reacción de oxidación" y "la temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de la reacción de oxidación".
2. El método de la operación de filtración según la reivindicación 1, en donde (I) la operación para filtrar los cristales finos se lleva a cabo en las siguientes condiciones:
- (I-A) un tiempo de operación de la misma que está en el intervalo de 60 a 1800 [s];
- 30 (I-B) una presión diferencial entre el lado de la trayectoria de flujo y el lado de filtración que está en el intervalo de 0,05 a 0,5 [MPa];
- (I-C) una velocidad lineal de circulación del licor madre de la reacción de oxidación en la trayectoria de flujo del filtro cerámico que está en el intervalo de 1000 a 10000 [m/h] según se mide en una entrada de la trayectoria de flujo; y
- (I-D) una velocidad lineal de filtración del filtrado que está en el intervalo de 0,5 a 3,0 [m/h].
3. El método de operación de filtración según la reivindicación 1 o 2, en donde se repite una operación que comprende (I) la operación para filtrar los cristales finos y (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, y
- 35 cuando un caudal de la operación de filtración no se restablece mediante (II) la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, (III) se lleva a cabo la operación de lavado a contracorriente con el disolvente de lavado.
4. El método de la operación de filtración según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el disolvente de lavado es ácido acético que tiene un contenido de agua de 0,1 a 30% en masa.
- 40 5. El método de operación de filtración según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde después de la operación de lavado a contracorriente con el filtrado, se reduce la presión en el lado del conducto de salida de circulación del filtro cerámico para producir una presión diferencial, de este modo se alimenta el filtrado.
6. El método de la operación de filtración según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el ácido carboxílico aromático comprende al menos uno de ácido benzoico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido m- toluico, ácido trimésico, ácido 3,5-dimetilbenzoico, ácido trimelítico, ácido piromelítico, ácido 1,5-naftalenodicarboxílico y ácido 2,6-naftalenodicarboxílico.
- 45

FIG. 1

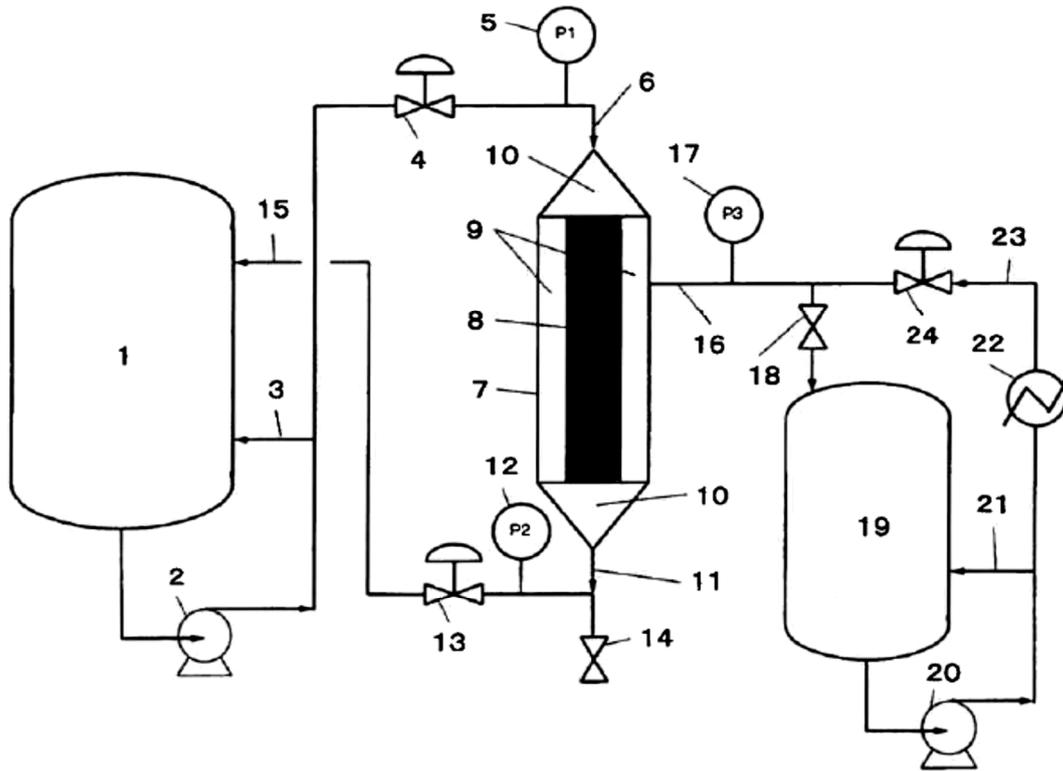


FIG. 2

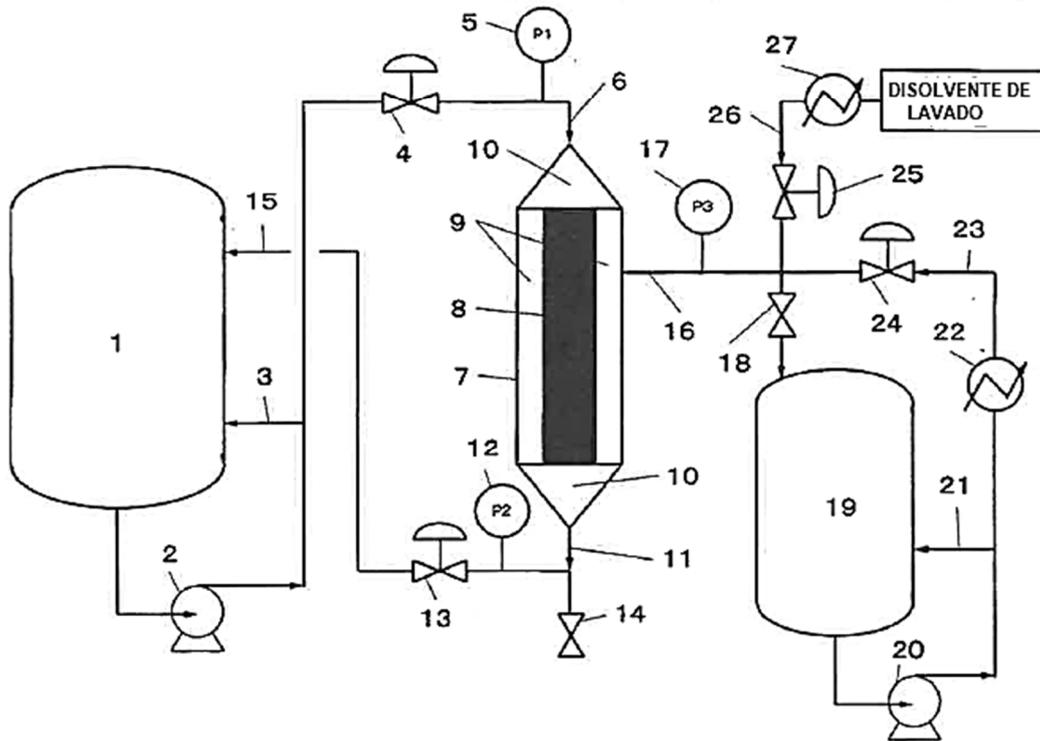


FIG. 3

