

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 769 630**

51 Int. Cl.:

<b>C07C 51/43</b>	(2006.01)	<b>C07C 63/26</b>	(2006.01)
<b>B01D 29/25</b>	(2006.01)	<b>C07C 51/245</b>	(2006.01)
<b>B01D 29/37</b>	(2006.01)	<b>C07C 51/47</b>	(2006.01)
<b>B01D 35/22</b>	(2006.01)		
<b>B01D 37/04</b>	(2006.01)		
<b>B01D 61/14</b>	(2006.01)		
<b>B01D 61/22</b>	(2006.01)		
<b>B01D 65/02</b>	(2006.01)		
<b>B01D 65/06</b>	(2006.01)		
<b>B01D 71/02</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.10.2011 PCT/JP2011/074572**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2012 WO12057155**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.10.2011 E 11836288 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.12.2019 EP 2634168**

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

30 Prioridad:

**26.10.2010 JP 2010239667**  
**26.10.2010 JP 2010239664**

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

**26.06.2020**

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;**  
**HOSHISHIMA, NIROU;**  
**UOZUMI, KAZUTOSHI y**  
**FUJITA, HIDEAKI**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 769 630 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 tipo flujo transversal utilizando un filtro cerámico

**Campo técnico**

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

**Antecedentes de la técnica**

10 El ácido tereftálico se produce mediante una reacción de oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno tal como p-dialquilbenceno, normalmente, p-xileno. En esta reacción se utiliza un catalizador de metales pesados como el cobalto y el manganeso, o el catalizador al que se le añade adicionalmente un promotor, tal como un compuesto de bromo y un aldehído, por lo general en presencia de un disolvente de ácido acético.

Por lo general, una suspensión que contiene ácido tereftálico obtenida a partir de dicha reacción de oxidación en fase líquida se somete a cristalización para reducir su temperatura y después se somete a separación sólido-líquido bajo una presión cercana a las presiones normales para obtener de este modo una torta de ácido tereftálico.

15 Por otro lado, un licor madre de 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 cabo industrialmente, es necesario reciclar y reutilizar estos componentes catalizadores y, de este modo, reducir los costes de producción.

20 El método de reciclaje más simple es un método en el que el propio licor madre de reacción de oxidación se suministra de vuelta a un sistema de reacción y se reutiliza en el mismo (reciclaje de licor madre), y este método ha sido muy utilizado en procesos de producción comerciales. Sin embargo, el licor madre de 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 propio licor madre de 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 de ello, se ha confirmado que cuando la concentración de las impurezas sobrepasa un nivel predeterminado, la reacción de oxidación en fase líquida tiende a resultar afectada negativamente.

25 Por ejemplo, se ha informado de que, en el caso del ácido tereftálico, la proporción del licor madre de reacción de oxidación suministrado de vuelta al sistema de reacción (tasa de reciclaje de licor madre) suele ser de un 70 a un 98%. El licor madre restante de la reacción de oxidación que no sirve para su reutilización en el sistema de reacción y que está presente en una cantidad de un 2 a un 30% se suministra a una etapa de recuperación de ácido acético como disolvente (el licor madre que no se suministra de vuelta al sistema de reacción se denomina "licor madre de purga").

30 Como método para recuperar los componentes catalizadores del licor madre de reacción de oxidación suministrado a la etapa de recuperación de ácido acético y reutilizar el mismo 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).

35 En el Documento de Patente 2 se describe que un licor madre de reacción de oxidación contiene cristales finos de ácido carboxílico aromático procedentes de una suspensión de ácido carboxílico aromático tras la separación sólido-líquido de la misma o precipitados por la caída de temperatura del licor madre de reacción de oxidación, y, por lo tanto, cuando el licor madre de reacción de oxidación se suministra de forma continua a una columna de resina para que entre en contacto con una resina, es necesario retirar los cristales finos utilizando un filtro, etc. para evitar la deposición de los cristales finos en una parte superior o una parte inferior de una capa de resina. Sin embargo, el Documento de Patente 2 no describe ningún método específico para retirar los cristales finos. En el Documento de Patente 3 se describe que los sólidos se han de retirar filtrando por adelantado el licor madre de reacción de oxidación a una temperatura no superior a una temperatura de la operación. Aunque el lugar de instalación de un filtro de alto grado para retirar los cristales finos se especifica en un diagrama de flujo esquemático del proceso, no se describen detalles del filtro en sí. En los Documentos de Patente 5 y 6 se describe que una suspensión de reacción de oxidación se somete preferiblemente a una separación sólido-líquido de tal modo que el contenido de cristales en el licor madre de reacción de oxidación es de un 0,1% o menos, pero no se describe ningún filtro para retirar los cristales finos.

40 En el Documento de Patente 4 se describe que un flujo de purga de licor madre se filtra a través de un medio filtrante para recuperar y reciclar un ácido carboxílico aromático insoluble y los otros componentes insolubles. Como ejemplos de medios filtrantes se mencionan un medio filtrante de microfiltración, un medio filtrante de ultrafiltración, un medio filtrante de membrana, un medio filtrante de flujo transversal, un medio filtrante de hidrociclón, un medio filtrante de microfiltración de cerámica de flujo transversal, un medio filtrante de manga, un medio filtrante de microfiltración cerámico de flujo transversal de metal sinterizado, un medio filtrante de microfiltración de flujo transversal o similares.

45 También se describe que entre estos medios filtrantes es preferible la filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico anticorrosivo y resistente a altas temperaturas, ya que el ácido carboxílico aromático como material de

50

55

producto atrapado en el medio filtrante se puede retirar y recuperar continuamente. Sin embargo los detalles de la operación de filtración no se dan a conocer y simplemente se describe que se obtiene una turbulencia adecuada cuando el número de Reynolds de un fluido que entra en una ruta de flujo del filtro cerámico es mayor de aproximadamente 13.000.

- 5 Cuando el licor madre de reacción de oxidación que contiene cristales finos se procesa en una filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico, los cristales finos depositados en una membrana de filtración del filtro cerámico se filtran mientras se lavan siempre con un fluido circulante que fluye a través de una ruta de flujo para obtener un filtrado claro. Sin embargo, dado que el rendimiento de filtración se deteriora gradualmente debido a la deposición de los cristales finos, es necesario interrumpir la operación de filtración para limpiar el filtro cerámico.
- 10 Como método de limpieza se puede utilizar un método en el que la limpieza se lleva a cabo interrumpiendo la circulación del licor madre de reacción de oxidación que fluye a través de la ruta de flujo del filtro cerámico, o un método en el que la limpieza se realiza mientras continúa la circulación del mismo.

En el método en el que se interrumpe la circulación, para retirar 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 ruta de flujo del filtro cerámico para limpiar una superficie de la membrana de filtración, y el disolvente de lavado fluye desde el lado de la ruta de flujo hacia el lado de filtración para penetrar a través de la membrana de filtración (lavado normal con el disolvente de lavado). Además, también se permite que el disolvente de lavado penetre desde el lado de filtración hacia el lado de la ruta de flujo del filtro cerámico (retrolavado con el disolvente de lavado). Por lo tanto, mediante el uso del método en el que se interrumpe la circulación es posible limpiar completamente el filtro cerámico y restablecer completamente el rendimiento de filtración del mismo (véanse los Documentos de Patente 7 y 8). Sin embargo, el método en el que se interrumpe la circulación tiene diversos problemas, como la necesidad de utilizar una gran cantidad del disolvente de lavado, el largo tiempo requerido para el procedimiento, las operaciones de válvula complicadas para el suministro y la interrupción del licor madre de reacción de oxidación y también para el suministro y la interrupción del disolvente de lavado, la existencia de un tratamiento de una gran cantidad del disolvente de lavado utilizado, etc.

15

20

25

En el método de limpieza del filtro cerámico en el que no se interrumpe la circulación del licor madre de reacción de oxidación se permite que un filtrado penetre desde el lado de filtración hacia el lado de la ruta de flujo del filtro cerámico (retrolavado con el filtrado). Este método no requiere disolvente de lavado nuevo (no produce disolvente de lavado usado) y se puede llevar a cabo con facilidad interrumpiendo únicamente la operación de filtración, de modo que el rendimiento de filtración del filtro cerámico se puede restablecer sustancialmente. Por lo tanto, el método arriba mencionado se ha empleado con frecuencia en operaciones de filtración mediante un filtro cerámico en un tipo de flujo transversal general (véanse los Documentos de Patente 9 y 10).

30

En el Documento de Patente 9 se describe que, mientras circula una solución madre, sobre un filtrado en un recipiente de filtro se aplica instantáneamente una presión más alta que la del lado de la solución madre mediante un émbolo, y el filtrado es forzado a entrar en el filtro a una velocidad lineal mayor que la velocidad lineal de filtración para realizar la operación de retrolavado del filtro. Este método se caracteriza porque el tiempo de retrolavado es muy corto.

35

A partir del contenido de los Ejemplos en este documento se interpreta que la característica del método radica en que, cuando la velocidad lineal de filtración se reduce debido a una obstrucción del filtro, la operación de retrolavado con el filtrado se lleva a cabo a una velocidad lineal mayor que dicha velocidad lineal de filtración reducida.

- 40 Sin embargo, el método arriba descrito ha planteado problemas tales como el uso de la instalación de émbolo cuando se aplica industrialmente. Además, no se describe la presión diferencial aplicada sobre la operación de retrolavado.

En la reivindicación 7 del Documento de Patente 10 se describe que un filtrado se hace fluir en sentido inverso desde un lado de la periferia exterior hasta un lado de la ruta de flujo de un filtro para retirar partículas fijadas sobre una superficie de una membrana de filtración. Además, en la memoria se describe que, al llevar a cabo la filtración de flujo transversal, preferiblemente se realiza un retrolavado periódico para evitar la fijación de una capa de torta sobre la superficie de la membrana de filtración. Se menciona un mecanismo de retrolavado tal que se proporciona un colector para retrolavado (recipiente de retrolavado) en un lado de recuperación del filtrado, y el filtrado se hace fluir en sentido inverso hacia el lado de la ruta de flujo mediante un compresor de aire o una bomba. Además, en el Ejemplo, tal como se muestra en la FIGURA 1, se ilustra una estructura que incluye el compresor de aire y el recipiente de retrolavado y que es capaz de hacer fluir el filtrado en sentido inverso desde el lado de la periferia exterior del filtro hacia el lado de la ruta de flujo del mismo.

45

50

Sin embargo, cualquiera de estos Documentos de Patente simplemente describe un retrolavado general, pero no describe los requisitos para llevar a cabo la operación de retrolavado de manera eficiente. Además, a medida que se repite el retrolavado con el filtrado, la tasa de recuperación de un rendimiento de filtración se reduce gradualmente, de modo que el filtro finalmente deja de presentar un rendimiento de filtración deseado. En este caso, después de la interrupción de la circulación del licor madre de reacción de oxidación, el filtro cerámico se ha de limpiar mediante lavado normal con el disolvente de lavado y/o mediante retrolavado con el disolvente de lavado. El documento

55

WO98/38150 describe un proceso de producción de ácido tereftálico mediante oxidación en fase líquida, en el que el licor madre se recicla a la mezcladora.

El documento WO98/41478 describe el tratamiento de efluentes de la producción de ácidos carboxílicos aromáticos utilizando etapas de filtración como filtración de flujo transversal y ósmosis inversa.

5 **Documento de la técnica anterior**

Documentos de Patente

Documento de Patente 1: JP 53-102290A

Documento de Patente 2: JP 10-15390A

Documento de Patente 3: JP 2002-12573A

10 Documento de Patente 4: JP 2003-507160A

Documento de Patente 5: WO 2008/072561A

Documento de Patente 6: WO 2008/075572A

Documento de Patente 7: JP 3-131312A

Documento de Patente 8: JP 5-317024A

15 Documento de Patente 9: JP 63-51913A

Documento de Patente 10: JP 2000-140842A

**Compendio de la invención**

Problema que ha de ser resuelto mediante la invención

20 Por lo tanto, en la operación para filtrar cristales finos de ácido tereftálico contenidos en un licor madre de reacción de oxidación mediante una filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico en un proceso de producción de ácido tereftálico, sigue existiendo el problema de no haber encontrado todavía los siguientes métodos de operación de filtración:

(1) un método de operación de filtración simple en el que la operación de filtración con el filtro cerámico se pueda realizar mediante filtración de flujo transversal durante un largo período de tiempo sin obstrucción; y

25 (2) un método de operación de filtración en el que no sea necesario utilizar una gran cantidad de un disolvente de lavado.

Medios para resolver el problema

30 Como resultado de extensas e intensas investigaciones para lograr el objeto arriba mencionado, los presentes inventores han encontrado un método de operación de filtración estable y simple y han llevado a cabo la presente invención.

Es decir, la presente invención se refiere a los siguientes aspectos (1) a (7).

35 (1) Un método de operación de filtración para filtrar cristales finos contenidos en un licor madre de reacción de oxidación obtenido enfriando una suspensión de reacción de oxidación producida en una reacción de oxidación en fase líquida y separando cristales de ácido tereftálico crudo en una separación sólido-líquido de la suspensión de reacción de oxidación en un proceso de producción de ácido tereftálico mediante una filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico mientras se lleva a cabo una operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación,

consistiendo el método en:

llevar a cabo (I) una operación para filtrar los cristales finos; y

40 llevar a cabo (II) una operación de retrolavado con un filtrado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación, (II) llevándose a cabo la operación de retrolavado con el filtrado bajo las siguientes condiciones:

(II-A) un tiempo de operación dentro del intervalo de 5 a 180 [s];

- (II-B) una presión diferencial entre un lado de filtración y un lado de ruta de flujo dentro del intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];
- (II-C) una velocidad lineal de alimentación del filtrado dentro del intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y
- 5 (II-D) una temperatura del filtrado dentro del intervalo de "una temperatura del licor madre de reacción de oxidación" a "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación".
- (2) El método de operación de filtración tal como se describe en el aspecto (1) arriba indicado, en el que (I) la operación para filtrar los cristales finos se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones:
- (I-A) un tiempo de operación dentro del intervalo de 60 a 1.800 [s];
- 10 (I-B) una presión diferencial entre el lado de la ruta de flujo y el lado de filtración dentro del intervalo de 0,05 a 0,5 [MPa];
- (I-C) una velocidad lineal de circulación del licor madre de reacción de oxidación en la ruta de flujo del filtro cerámico dentro del intervalo de 3.000 a 15.000 [m/h] medida en una entrada de la ruta de flujo; y
- (I-D) una velocidad lineal de filtración del filtrado dentro del intervalo de 1,0 a 4,0 [m/h].
- 15 (3) El método de operación de filtración tal como se describe en el aspecto (1) o (2) arriba indicado, que adicionalmente comprende: (III) una operación de retrolavado con un disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación.
- (4) El método de operación de filtración tal como se describe en el aspecto (3) arriba indicado, en el que (III) la operación de retrolavado con el disolvente de lavado se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones:
- (III-A) un tiempo de operación del mismo dentro del intervalo de 5 a 180 [s];
- 20 (III-B) una presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo en la operación de retrolavado con el disolvente de lavado dentro del intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];
- (III-C) una velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado en la operación de retrolavado dentro del intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y
- 25 (III-D) una temperatura del disolvente de lavado dentro del intervalo de "la temperatura del licor madre de reacción de oxidación" a "la temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación".
- (5) El método de operación de filtración tal como se describe en el aspecto (3) o (4) arriba indicado, en el que se repiten una operación que comprende (I) la operación para filtrar los cristales finos y (II) la operación de retrolavado con el filtrado, y
- 30 cuando un caudal de la operación de filtración no se restablece mediante (II) la operación de retrolavado con el filtrado, (III) se lleva a cabo la operación de retrolavado con el disolvente de lavado.
- (6) El método de operación de filtración tal como se describe en cualquiera de los aspectos (3) a (5) arriba indicados, en el que el disolvente de lavado es ácido acético que tiene un contenido de agua de un 0,1 a un 30% en masa.
- 35 (7) El método de operación de filtración tal como se describe en cualquiera de los aspectos (1) a (6) arriba indicados, en el que, en la operación de retrolavado con el filtrado, se reduce una presión en el lado del conducto de salida de circulación del filtro cerámico para producir una presión diferencial y de este modo suministrar el filtrado.

### Efecto de la invención

Se ha descubierto que cuando los cristales finos contenidos en un licor madre de reacción de oxidación en un proceso de producción de ácido tereftálico se someten a la filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico, debido a la operación en condiciones limitadas, es posible lograr los siguientes efectos:

- 40 (1) es posible realizar simplemente una operación de filtración durante un largo período de tiempo sin obstrucción del filtro cerámico;
- (2) no es necesario utilizar una gran cantidad de disolvente de lavado; y
- (3) el ácido tereftálico contenido en el disolvente de lavado que se ha desechado convencionalmente junto con el disolvente de lavado tras la limpieza puede ser recuperado.

**Breve descripción de los dibujos**

La figura 1 es un diagrama de tuberías que muestra una realización de la presente invención.

La figura 2 es un diagrama de tuberías que muestra otra realización de la presente invención.

La figura 3 es una vista en sección de un filtro cerámico mostrado en la figura 1 o en la figura 2.

**5 Realizaciones preferidas para llevar a cabo la invención**

El ácido tereftálico utilizado en la presente invención se produce mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno. Los ejemplos de compuestos de p-fenileno incluyen p-dialquilbencenos. Entre los p-dialquilbencenos, es preferible el p-xileno.

10 En la reacción de oxidación en fase líquida del compuesto de p-fenileno se utilizan un compuesto de metal pesado y un compuesto de bromo como catalizadores.

15 El compuesto de metal pesado como catalizador de reacción de oxidación en fase líquida contiene al menos un compuesto de cobalto o un compuesto de manganeso, o ambos, y en caso necesario también se puede añadir un compuesto de níquel, un compuesto de cerio, un compuesto de circonio, etc. El compuesto de cobalto, el compuesto de manganeso y los otros compuestos de metales pesados se pueden utilizar respectivamente, por ejemplo, en forma de una sal de ácido orgánico, un hidróxido, un haluro, un carbonato o similares. Entre estos, son especialmente preferibles una sal de ácido acético y un bromuro.

20 La concentración del compuesto de metal pesado está definida por una concentración del mismo en el licor madre de 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 la misma es de 1.000 ppm o menos y preferiblemente de 800 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 la misma es de 800 ppm o menos y preferiblemente de 600 ppm o menos.

25 El compuesto de bromo como catalizador de 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 de los mismos 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. En especial se utiliza adecuadamente bromuro de hidrógeno, bromuro de cobalto o bromuro de manganeso.

30 La concentración del compuesto de bromo está definida por una concentración del mismo en el licor madre de 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 en el licor madre de reacción de oxidación es generalmente de 300 ppm o más y preferiblemente de 500 ppm o más, y el límite superior de las mismas es de 1.500 ppm o menos y preferiblemente de 1.200 ppm o menos.

35 La temperatura de la reacción de oxidación en fase líquida está preferiblemente dentro del intervalo de 120 a 230 °C, más preferiblemente de 140 a 220 °C, aún más preferiblemente de 140 a 210 °C y todavía más preferiblemente de 160 a 210 °C. Cuando la temperatura de reacción es excesivamente baja, una gran cantidad de productos de reacción intermedios tiende a permanecer en la suspensión resultante. Cuando la temperatura de reacción es excesivamente alta, el ácido acético que tiene un contenido de agua de un 1 a un 15% en masa como disolvente tiende a mostrar una gran pérdida de combustión.

40 La presión en un reactor utilizado en la reacción de oxidación en fase líquida no está particularmente limitada siempre que el sistema de reacción pueda mantener una fase líquida a la temperatura de reacción, y generalmente es de 0,1 a 3,0 [MPaG], preferiblemente de 0,3 a 3,0 [MPaG], más preferiblemente de 0,3 a 1,8 [MPaG] y aún más preferiblemente de 0,6 a 1,8 [MPaG].

45 Los ejemplos de un gas que contiene oxígeno molecular utilizado como 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 costes, generalmente es preferible utilizar aire.

50 La suspensión de reacción de oxidación que contiene cristales de ácido tereftálico crudo y que se produce en un reactor de oxidación utilizado en la reacción de oxidación en fase líquida se suministra preferiblemente a un siguiente reactor de oxidación conectado en serie con el mismo, y dentro de éste se somete adicionalmente a una reacción de oxidación final con un gas que contiene oxígeno. Después de eso, tras reducir la presión y enfriar a través de recipientes de cristalización que tienen una o más etapas que están conectadas en serie en caso necesario, la suspensión se suministra a la siguiente etapa de separación sólido-líquido.

A continuación se describe un ejemplo de la reacción de oxidación en fase líquida. Por ejemplo, utilizando un aparato con una escala comercial, el p-xileno se somete a oxidación en fase líquida por aire (temperatura de reacción: 200

- 5      [°C]; presión de reacción: 1,5 [MPaG]) en presencia de acetato de cobalto, acetato de manganeso y ácido bromhídrico en ácido acético acuoso para obtener una suspensión de ácido tereftálico crudo (concentración de ácido tereftálico: 34% en peso; concentración de agua en el ácido acético acuoso que es un medio dispersante: 11% en peso), y la suspensión resultante se introduce después en recipientes de cristalización conectados en serie para someter la suspensión a caída de presión secuencial.
- 10     A continuación, la suspensión de reacción de oxidación se enfría para separar los cristales de ácido tereftálico de la misma. En la etapa de separación sólido-líquido, la suspensión de ácido tereftálico crudo producida en la reacción de oxidación en fase líquida se separa en cristales de ácido tereftálico crudo y un licor madre de reacción de oxidación utilizando un separador sólido-líquido. Por regla general, la separación sólido-líquido 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 inferior a un punto de ebullición de un disolvente medido bajo presión atmosférica, por ejemplo, dentro del intervalo de 50 a 115 °C. El límite superior de la temperatura en la separación bajo presión aplicada es de 160 °C, y preferiblemente de 150 °C. Los ejemplos de separadores sólido-líquido incluyen un separador centrífugo, un filtro centrífugo, un filtro de vacío, etc.
- 15     El licor madre de reacción de oxidación separado en la etapa de separación sólido-líquido contiene cristales finos de ácido tereftálico crudo que contienen ácido tereftálico como componente principal y, por lo tanto, se somete a una filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico para recuperar los cristales finos de ácido tereftálico crudo, mejorando así el nivel de producción de ácido tereftálico. Además, el licor madre de reacción de oxidación claro resultante se puede someter directamente a un proceso de recuperación de catalizador utilizando una resina.
- 20     Se utiliza un filtro cerámico general, que puede ser un filtro que emplea un cuerpo poroso cerámico, por ejemplo, para retirar materias suspendidas, bacterias, polvos, etc., en un líquido o gas en una amplia gama de campos, como el tratamiento de aguas, tratamiento de gases residuales y campos médicos y alimentarios, por su excelente resistencia física, durabilidad, resistencia a la corrosión o similares.
- 25     En el filtro cerámico, el propio cuerpo poroso cerámico puede ser utilizado como material filtrante; sin embargo, en general, para mejorar tanto el rendimiento de filtración como la velocidad de penetración del fluido (es decir, la capacidad de procesamiento), el cuerpo poroso cerámico se utiliza como un sustrato (soporte), y sobre una superficie del sustrato se forma una membrana de filtración de un material cerámico.
- 30     Por ejemplo, mientras que la membrana de filtración está configurada para que tenga un diámetro de poro medio tan pequeño como de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 1,0 µm con el fin de asegurar un rendimiento de filtración, el sustrato está configurado para que tenga un diámetro de poro medio tan grande como de aproximadamente 1 µm a aproximadamente varios cientos de micras con el fin de reducir la resistencia al flujo dentro del sustrato y mejorar la velocidad de penetración del fluido (es decir, la capacidad de procesamiento).
- 35     El sustrato del filtro cerámico se puede configurar con diversas formas de acuerdo con el objeto de la filtración. En general, el sustrato se puede utilizar con frecuencia en forma de un tubo que tiene una única ruta de flujo o en forma de panal (incluyendo un monolito) que tiene una serie de rutas de flujo que se extienden paralelas entre sí.
- 40     El filtro en el que se forma la membrana de filtración sobre una superficie del sustrato tubular o en forma de panal, por ejemplo, sobre una superficie periférica interna de una ruta de flujo dentro del mismo, está montado en un alojamiento de tal modo que un lado periférico exterior del sustrato está aislado herméticamente con respecto a un lado de superficie final del sustrato al que se abre la ruta de flujo, mediante una junta tórica, etc., proporcionando así un filtro de flujo transversal.
- 45     Es preferible que el filtro cerámico utilizado en la presente invención, que comprende un cuerpo poroso cerámico como sustrato (un elemento de soporte), tenga forma de panal (incluyendo un monolito) con una gran cantidad de rutas de flujo que se extienden paralelas entre sí en el sustrato, estando formada la membrana de filtración compuesta de una cerámica sobre una superficie periférica interna de las rutas de flujo. El diámetro de poro medio de la membrana de filtración es preferiblemente de 0,1 a 5 µm. Como filtro cerámico se puede utilizar un filtro cerámico disponible comercialmente, y los ejemplos incluyen un filtro de membrana cerámica disponible de NGK Insulators, Ltd., un filtro de membrana cerámica disponible de Pall Corp., y un filtro de membrana de cerámica disponible de TAMI Industries, Francia.
- 50     Además se pueden disponer múltiples filtros cerámicos paralelos entre sí de acuerdo con la cantidad de producción.
- 55     En el filtro de tipo flujo transversal, un fluido que ha de ser tratado, como gas y líquido, se introduce en las rutas de flujo desde un lado de superficie final del sustrato y, después, el fluido filtrado que penetra a través de la membrana de filtración dispuesta sobre una superficie periférica interior de las rutas de flujo se recupera desde el lado de superficie periférica exterior del sustrato. Por otro lado, el fluido que ha de ser tratado que no está filtrado se puede recuperar desde el otro lado de superficie final del sustrato.
- 55     En la filtración de flujo transversal arriba indicada, el tiempo de la operación para filtrar los cristales finos es de 60 a 1.800 segundos, y preferiblemente de 120 a 1.200 segundos.

## ES 2 769 630 T3

- 5 Cuando el tiempo de operación para la filtración es de 60 segundos o más, se puede evitar que tenga lugar con frecuencia una operación de cambio de válvulas, de modo que se puede mantener una vida útil de las válvulas. Cuando el tiempo de operación para la filtración es de 1.800 segundos o menos, se puede mantener un caudal de filtración medio suficiente sin reducir el caudal de filtración a 0,47 [m<sup>3</sup>/h] o menos en el momento de la finalización de la filtración. Además, el rendimiento de filtración se puede restablecer fácilmente mediante un retrolavado con el filtrado.
- 10 La velocidad lineal de circulación del licor madre de reacción de oxidación en la ruta de flujo del filtro cerámico al realizar la operación para filtrar los cristales finos está preferiblemente dentro del intervalo de 3.000 a 15.000 [m/h] en una entrada de la ruta de flujo. Cuando la velocidad lineal de circulación es de 3.000 [m/h] o más, es posible lograr un efecto suficiente de retirada de los cristales finos depositados sobre una superficie de la membrana de filtración. Por otro lado, cuando la velocidad lineal de circulación es de 15.000 [m/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 es necesario que una bomba para hacer circular el licor madre de reacción de oxidación madre tenga una capacidad excesivamente grande (es decir, es posible suprimir un aumento de los costes de inversión de la planta), además, no hay riesgo de dañar el filtro cerámico o la junta tórica. En cambio, cuando el filtro cerámico tiene múltiples rutas de flujo o cuando se utilizan múltiples filtros cerámicos juntos, la velocidad lineal de circulación en las rutas de flujo del filtro cerámico o de los filtros cerámicos está definida por una velocidad lineal de circulación media calculada sobre la base de un área de sección total de las rutas de flujo completas.
- 15
- 20 La velocidad lineal de filtración del filtrado al realizar la operación para filtrar los cristales finos está preferiblemente dentro del intervalo de 1,0 a 4,0 [m/h]. Cuando la velocidad lineal de filtración es de 1,0 [m/h] o más, es posible lograr un rendimiento de filtración suficiente. Por otro lado, cuando la velocidad lineal de filtración del filtrado es de 4,0 [m/h] o menos, se evita que la presión diferencial entre el lado de la ruta de flujo y el lado de filtración aumente excesivamente, con lo que se puede reducir la posibilidad de dañar el filtro cerámico o la junta tórica.
- 25 La presión diferencial entre el lado de la ruta de flujo y el lado de filtración al realizar la operación para filtrar los cristales finos está preferiblemente dentro del intervalo de 0,05 a 0,5 [MPa].
- 30 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 menos riesgo de dañar el filtro cerámico o la junta tórica.
- 35 En la filtración arriba indicada, los cristales finos se depositan gradualmente sobre una superficie de la membrana de filtración, de modo que se reduce el caudal de filtración a través de la misma. Por lo tanto, mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación, la operación de filtración se cambia a un retrolavado con el filtrado. Esto significa una operación de suministro del filtrado desde el lado de filtración hacia el lado de la ruta de flujo, y tiene como objetivo retirar física y químicamente los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración.
- 40 En el retrolavado con el filtrado, la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo está dentro del intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa] y preferiblemente de 0,10 a 0,80 [MPa].
- 45 Cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo es inferior a 0,10 [MPa], puede ser difícil que el filtrado fluya uniformemente a través de una parte completa de la membrana de filtración del filtro cerámico, de modo que puede no lograrse un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo es superior a 1,0 [MPa], esto no es deseable, ya que tiende a producirse un cambio rápido de presión, con lo que aumentan las posibilidades de dañar el filtro cerámico o los elementos de selladura.
- 50 La velocidad lineal de alimentación del filtrado está dentro del intervalo de 1,0 a 20 [m/h] y preferiblemente de 2 a 15 [m/h].
- 55 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 una parte completa de la membrana de filtración del filtro cerámico, de modo que puede no lograrse un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, cuando la velocidad lineal de alimentación del filtrado es superior a 20 [m/h], esto no es deseable, ya que tiende a producirse un cambio rápido de presión, con lo que aumentan las posibilidades de dañar el filtro cerámico o los elementos de selladura.
- Tras el retrolavado con el filtrado, es adecuado que la presión en el lado de la ruta de flujo se reduzca para producir la presión diferencial.
- El licor madre de reacción de oxidación circula en el lado de la ruta de flujo y, para regular el caudal de circulación del mismo, se utilizan válvulas de control dispuestas aguas arriba de un módulo de filtración (en un conducto en el lado de alimentación del licor madre de reacción de oxidación hacia el módulo de filtración) y aguas abajo del mismo (en un conducto en el lado de alimentación del licor madre de reacción de oxidación que atraviesa las rutas de flujo del filtro cerámico de vuelta a un recipiente de licor madre de reacción de oxidación desde el módulo de filtración). Las válvulas de control aguas arriba y aguas abajo no solo controlan el caudal de circulación, sino también la presión en el lado de la ruta de flujo. Mediante el uso de estas válvulas de control es posible reducir la presión en el lado de la



ruta de flujo. En particular, tras el retrolavado con el filtrado, el filtrado utilizado en el retrolavado se combina con el licor madre de reacción de oxidación que circula a través de la ruta de flujo, de modo que el caudal aumenta aguas abajo del módulo de filtración; por lo tanto, es preferible aumentar un grado de apertura de la válvula de control aguas abajo, y al mismo tiempo es preferible disminuir un grado de apertura de la válvula de control aguas arriba para suprimir la variación en el caudal de circulación aguas arriba debido a la entrada del filtrado utilizado para la operación de retrolavado en la ruta de flujo. A causa de ello, es posible reducir la presión en las rutas de flujo en su conjunto.

Para retirar los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración y los sólidos precipitados dentro de la membrana de filtración (principalmente ácido tereftálico), resulta ventajoso que el tiempo de alimentación del filtrado en el retrolavado sea más largo. Sin embargo, en vista de una pérdida de tiempo de operación de filtración, es necesario que se encuentre dentro de un intervalo determinado. Por lo tanto, el tiempo de la operación de retrolavado con el filtrado está preferiblemente dentro del intervalo de 5 a 180 [s] y más preferiblemente de 10 a 150 [s].

El filtrado utilizado en el retrolavado se mezcla con el licor madre de reacción de oxidación que circula a través de la ruta de flujo y, por lo tanto, la temperatura del filtrado es preferiblemente igual o mayor que la temperatura del licor madre de reacción de oxidación. Además, para disolver los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración y los sólidos precipitados dentro de la membrana de filtración (principalmente ácido tereftálico) durante un corto período de tiempo, es preferible que la temperatura del filtrado sea más alta que la del licor madre de reacción de oxidación. Por otro lado, existe la posibilidad de que el cambio excesivamente grande de la temperatura en el filtro cerámico provoque daños en el filtro cerámico o en la junta tórica debido a la diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre el filtro cerámico y el alojamiento del filtro. Por lo tanto, el límite superior de la temperatura del filtrado utilizado en el retrolavado es preferiblemente "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación" y más preferiblemente "una temperatura 25 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación".

En la presente invención, (I) la operación para filtrar los cristales finos y (II) la operación de retrolavado con el filtrado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación se repiten alternativamente.

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

En la presente invención, cuando se realiza la operación de retrolavado con el disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación, es necesario que el disolvente de lavado utilizado en la misma tenga la capacidad de disolver los cristales finos que contienen ácido tereftálico como 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 un 0,1 a un 30% en masa y más preferiblemente de un 0,1 a un 10% en masa.

Cuando se suministra el disolvente de lavado desde el lado de filtración hacia el lado de la ruta de flujo (después del retrolavado con el disolvente de lavado), para retirar física y químicamente los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración, la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo está preferiblemente dentro del intervalo de 0,10 a 1,2 [MPa] y más preferiblemente de 0,10 a 1,0 [MPa].

Cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo es de 0,10 [MPa] o más, es posible permitir que el disolvente de lavado fluya uniformemente a través de una parte completa de la membrana de filtración del filtro cerámico y, por lo tanto, lograr un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, cuando la presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo es de 1,2 [MPa] o menos, no se produce una variación rápida de la presión y no hay posibilidad de dañar el filtro cerámico o los elementos de selladura para el mismo.

La velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado está preferiblemente dentro del intervalo de 1,0 a 20 [m/h] y más 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 una parte completa de la membrana de filtración del filtro cerámico y, por lo tanto, lograr un efecto de lavado suficiente. Por otro lado, 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 elementos de selladura debido a una rápida variación de la presión.

Para retirar los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración y los sólidos precipitados dentro de la membrana de filtración (principalmente ácido tereftálico), resulta ventajoso que el tiempo de alimentación del disolvente de lavado sea más largo. Sin embargo, en vista de una pérdida de tiempo de operación de filtración, así como de la adición del disolvente de lavado utilizado al licor madre de reacción de oxidación, es necesario que se encuentre dentro de un intervalo determinado. Por lo tanto, el tiempo de la operación de retrolavado con el disolvente de lavado está preferiblemente dentro del intervalo de 5 a 180 [s] y más preferiblemente de 5 a 120 [s].

El disolvente de lavado se mezcla con el licor madre de reacción de oxidación que circula a través de la ruta de flujo y, por lo tanto, la temperatura del disolvente de lavado es preferiblemente igual o mayor que la temperatura del licor madre de reacción de oxidación. Además, para disolver los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración y los sólidos precipitados dentro de la membrana de filtración (principalmente ácido tereftálico) durante un corto período de tiempo, es preferible que la temperatura del disolvente de lavado sea mayor que la del licor madre de reacción de oxidación. Por otro lado, existe la posibilidad de que el cambio excesivamente grande de la temperatura en el filtro cerámico provoque daños en el filtro cerámico o en la junta tórica debido a la diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre el filtro cerámico y el alojamiento del filtro. Por lo tanto, el límite superior de la temperatura del disolvente de lavado es preferiblemente "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación" y más preferiblemente "una temperatura 25 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación".

En el método de operación de filtración de acuerdo con la presente invención, que se lleva a cabo mediante filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico y que comprende: (I) la operación para filtrar los cristales finos; (II) la operación de retrolavado con el filtrado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación; y (III) la operación de retrolavado con el disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación, el orden de estas operaciones (I), (II) y (III) no está particularmente limitado, y estas operaciones se puede llevar a cabo en cualquier orden.

No obstante, en la presente invención, el método consiste preferible en una operación periódica que comprende las operaciones (I), (II) y (III), en la que las operaciones (I) y (II) se repiten y, cuando el caudal de filtración no puede ser restablecido mediante la operación (II), se lleva a cabo la operación (III).

### Ejemplos

La presente invención se describirá más abajo de forma más detallada con a los siguientes Ejemplos, etc. No obstante se ha de señalar que la presente invención no está limitada por los siguientes Ejemplos.

En un ácido acético acuoso con un contenido de agua de un 9% en masa, el p-xileno se sometió a una reacción de oxidación en fase líquida por aire (temperatura de reacción: 200 [°C]; presión de reacción: 1,5 [MPaG]) en presencia de 500 ppm de iones de cobalto, 300 ppm de iones de manganeso y 700 ppm de iones de bromuro para obtener de este modo una suspensión que contenía un ácido tereftálico crudo. Después de llevar a cabo la reacción de oxidación posterior, la suspensión se introdujo en una etapa de cristalización y se sometió a liberación de presión y se enfrió a 100 °C bajo presión normal, y luego se sometió a separación sólido-líquido utilizando un filtro de vacío rotativo para separar los cristales crudos de ácido tereftálico, preparando así un licor madre de reacción de oxidación requerido para una operación de filtración realizada mediante una filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico. Mientras tanto, el licor madre de reacción de oxidación estaba a 70 °C. El licor madre de reacción de oxidación estaba turbio debido a cristales finos, y el contenido de cristales finos dentro del mismo era de un 0,21% en masa.

Una parte del licor madre de reacción de oxidación se retiró de un recipiente de licor madre de reacción de oxidación (60 [m<sup>3</sup>]) y se sometió a filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico. El licor madre en circulación se llevó de vuelta al recipiente de licor madre de reacción de oxidación, mientras que el filtrado se suministró a un recipiente de filtrado (2 [m<sup>3</sup>]).

Un filtro cerámico disponible de NGK Insulators, Ltd. se montó como elemento en un módulo 7 de filtración. Un filtro cerámico 8 estaba en forma de un monolito, la membrana de filtración del mismo tenía un diámetro de poro medio de 1,0 μm, y el tamaño era de 30 mmφ x 1.000 mml. Las rutas 28 de flujo tenían un diámetro externo de 4 [mm], y el número de aberturas de las mismas era 19. El área de filtración del filtro cerámico era de 0,2386 [m<sup>2</sup>], y un área de sección total de las rutas de flujo era de 0,0002386 [m<sup>2</sup>].

Por otro lado, la cantidad de ácido tereftálico desechado en los Ejemplos se calculó a partir de la cantidad de ácido tereftálico precipitado en el caudal de circulación (1,84 m<sup>3</sup>/h) del licor madre de reacción de oxidación.

A continuación se explicará el método de operación de filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico.

#### Operación para filtrar cristales finos

En la FIGURA 1 a la FIGURA 3, el licor madre de reacción de oxidación arriba mencionado se almacena en un recipiente 1 de licor madre de reacción de oxidación. El licor madre de reacción de oxidación se suministra a un lado 10 de superficie final de sustrato superior de un módulo 7 de filtración a través de un conducto 6 de entrada de circulación utilizando una bomba 2. En este momento, el caudal del mismo está regulado por una válvula 4 de control. El licor madre de reacción de oxidación suministrado al módulo 7 de filtración pasa a través de rutas 28 de flujo en un filtro cerámico 8, y después pasa a través de un lado 10 de superficie final de sustrato inferior y un conducto 11 de salida de circulación, y se lleva de vuelta al recipiente 1 de licor madre de reacción de oxidación. En este momento, un caudal del mismo está regulado por una válvula 13 de control.

Una serie de los flujos arriba indicados se denomina una línea de circulación de licor madre de reacción de oxidación. En la línea de circulación del licor madre, el caudal de circulación del licor madre se regula controlando las válvulas 4

y 13 de control. Además se controla una presión en el lado de la ruta 28 de flujo del filtro cerámico 8, en concreto una presión en un lado aguas arriba del filtro (presión primaria). La presión se determina mediante los manómetros 5 y 12.

5 La operación de filtración del licor madre de reacción de oxidación se lleva a cabo estableciendo la línea de circulación de licor madre y abriendo después una válvula 18 (mientras se cierran las válvulas 24 y 25 de control). En este momento, el licor madre de reacción de oxidación se filtra a través del filtro cerámico 8 y, de ese modo, un licor madre de reacción de oxidación claro, del que se han retirado los cristales finos, se descarga al lado 9 de filtración, y después pasa a través de un conducto 16 de salida de filtrado y se almacena en un recipiente 19 de filtrado. Un manómetro 17 determina una presión en un lado aguas abajo del filtro (presión secundaria) durante la operación para la filtración.

10 El caudal de filtración se determina a partir de una presión diferencial de filtración entre la presión primaria y la presión secundaria, las propiedades del fluido que ha de ser filtrado (como la viscosidad) y el rendimiento de filtración del filtro cerámico 8 (como el área de filtración, el diámetro de poro medio y el grado de obstrucción).

La presión diferencial de filtración  $\Delta P$  [MPa] se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

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

15 en la que 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 retrolavado con filtrado

20 En la FIGURA 1 a la FIGURA 3, cuando se reduce el caudal de filtración en la operación para filtrar los cristales finos, se lleva a cabo una operación de retrolavado con el filtrado. En primer lugar, la válvula 18 se cierra (mientras las válvulas 24 y 25 de control se mantienen en un estado cerrado) para terminar la operación de filtración (pero mientras continúa la circulación del licor madre). A continuación, la válvula 24 de control se abre durante el control, y el filtrado en el recipiente 19 de filtrado se suministra al lado 9 de filtración del módulo 7 de filtración a través de un conducto 23 de retrolavado con filtrado utilizando una bomba 20. En este momento, si es necesario, una temperatura del filtrado se controla mediante un intercambiador 22 de calor. Se hace que la presión en el lado 9 de filtración sea mayor que la presión en el lado 28 de la ruta de flujo (presión diferencial de retrolavado), de modo que el filtrado pasa desde el lado 9 de filtración al lado 28 de la ruta de flujo para realizar un retrolavado. La presión diferencial de retrolavado está definida por  $-\Delta P$ .

Por otro lado, las válvulas 4 y 13 de control se pueden controlar adecuadamente en el retrolavado de modo que la presión en el lado 28 de la ruta de flujo se reduzca para ajustar la presión diferencial de retrolavado.

Operación de retrolavado con disolvente de lavado

30 En la FIGURA 2, cuando la operación de retrolavado con el filtrado no restablece completamente el caudal de filtración, se realiza un retrolavado con un disolvente de lavado. En primer lugar, la válvula 18 y la válvula 24 de control se cierran (mientras continúa la circulación del licor madre). A continuación, la válvula 25 de control se abre mientras se controla para suministrar el disolvente de lavado al lado 9 de filtración del módulo 7 de filtración a través de un conducto 26 de retrolavado con disolvente de lavado. En este momento, si es necesario, la temperatura del disolvente de lavado se controla mediante un intercambiador 27 de calor. Se hace que la presión en el lado 9 de filtración sea más alta que la presión en el lado 28 de la ruta de flujo, de modo que el disolvente de lavado pasa del lado 9 de filtración al lado 28 de la ruta de flujo para realizar el retrolavado. El disolvente de lavado que pasa se mezcla con el licor madre de reacción de oxidación que circula a través del mismo.

40 Por otro lado, las válvulas 4 y 13 de control se pueden controlar apropiadamente en el retrolavado de modo que la presión en el lado 28 de la ruta de flujo se reduzca para ajustar la presión diferencial de retrolavado.

Además, un caudal de filtración medio  $X_1$  al realizar la operación para filtrar los cristales finos, una velocidad lineal de circulación  $LV_1$  del licor madre de reacción de oxidación en la ruta de flujo del filtro cerámico, y una velocidad lineal de filtración  $LV_2$  del filtrado se determinan de acuerdo con las siguientes fórmulas. Por otro lado se determina  $LV_1$  como una velocidad lineal de circulación media.

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

Tiempo de la operación para filtrar cristales finos:  $T_1$  [s]

Caudal de filtración al iniciar de la operación para filtrar cristales finos:  $X_s$  [ $m^3/h$ ]

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

Caudal de filtración medio al realizar la operación para filtrar cristales finos:

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

## ES 2 769 630 T3

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

$$LV_1 \text{ [m/h]} = F/0,0002386$$

Velocidad lineal de filtración del filtrado:

$$LV_2 \text{ [m/h]} = X_s/0,2386$$

- 5 Además, un caudal de filtración medio  $V_3$  durante un ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de retrolavado con el filtrado, y una velocidad lineal de alimentación  $LV_3$  del filtrado en la operación de retrolavado, se determinan según se indica a continuación.

Cantidad total de filtrado en la operación para filtrar cristales finos:

$$V_1 \text{ [m}^3\text{]} = T_1 \times X_1/3.600$$

- 10 Tiempo de operación de retrolavado con filtrado:  $T_2$  [s]

Caudal de retrolavado en la operación de retrolavado con filtrado:  $X_2$  [m<sup>3</sup>/h]

Cantidad total de fluido de retrolavado en la operación de retrolavado con filtrado:

$$V_2 \text{ [m}^3\text{]} = T_2 \times X_2/3.600$$

- 15 Caudal de filtración medio durante un ciclo de la operación para filtrar cristales finos y la operación de retrolavado con filtrado:

$$V_3 \text{ [m}^3\text{/h]} = (V_1 - V_2)/(T_1 + T_2) \times 3.600$$

Velocidad lineal de alimentación en la operación de retrolavado con filtrado:

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

- 20 A medida que aumenta la cantidad utilizada del filtrado en la operación de retrolavado con el filtrado, una cantidad neta del filtrado obtenido disminuye, y el caudal de filtración medio  $V_3$  durante un ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de retrolavado con el filtrado se reduce.

Ejemplo 1

Operación para filtrar cristales finos

- 25 El licor madre de reacción de oxidación arriba mencionado (70 °C) se suministró al módulo 7 de filtración con un caudal de entrada de circulación de 1,84 [m<sup>3</sup>/h] ( $P_1 = 0,30$  [MPaG]) (flujo descendente) para iniciar una filtración de flujo transversal. El caudal de filtración  $X_s$  al iniciar la operación para filtrar los cristales finos era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h] ( $P_3 = 0,00$  [MPaG]), y el caudal de salida de circulación era de 1,21 [m<sup>3</sup>/h] ( $P_2 = 0,18$  [MPaG]). La presión diferencial  $\Delta P$  entre el lado de la ruta de flujo y el lado de filtración era de 0,24 [MPa]. Además, la velocidad lineal de circulación en las rutas de flujo y la velocidad lineal de filtración del filtrado eran de 7.706 (m/h) y 2,64 (m/h), respectivamente.

- 30 Operación de retrolavado con filtrado

- 35 Al continuar la operación de filtración, el caudal de filtración se redujo a 0,47 [m<sup>3</sup>/h] una vez transcurridos 600 segundos (el caudal de filtración  $X_t$  al finalizar la operación de filtración de los cristales finos era de 0,47 [m<sup>3</sup>/h]). Por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación se llevó a cabo el retrolavado con el filtrado durante 80 segundos (velocidad lineal de alimentación: 5,28 [m/h]; temperatura del filtrado: 70 °C). En ese momento, las presiones respectivas eran  $P_1 = 0,27$  [MPaG],  $P_2 = 0,03$  [MPaG] y  $P_3 = 0,42$  [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,27 [MPa]. Además, el caudal de retrolavado era de 1,26 [m<sup>3</sup>/h].

- 40 La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el primer ciclo =  $X_s$  en el segundo ciclo) era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y la operación de retrolavado con el filtrado era de 0,337 [m<sup>3</sup>/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el segundo ciclo era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el segundo ciclo era de 0,337 [m<sup>3</sup>/h].

- 45 Los caudales de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado y los caudales de filtración medios  $V_3$  en los ciclos tercero a quinto eran, respectivamente, iguales a los del segundo ciclo.

Además, la operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua. Como resultado de ello, el filtro cerámico pudo mantener su

rendimiento de filtración para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 4 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 2

5 La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa y continua del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la operación de retrolavado con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de 10,6 [m/h] durante 40 segundos como el tiempo de la operación de retrolavado. Al realizar la operación de retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran P1 = 0,33 [MPaG], P2 = 0,05 [MPaG] y P3 = 0,81 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,62 [MPa]. Además, el caudal de retrolavado era de 2,52 [m<sup>3</sup>/h].

10 La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el primer ciclo) era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo era de 0,358 [m<sup>3</sup>/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado en el segundo ciclo era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el segundo ciclo era de 0,358 [m<sup>3</sup>/h].

15 Los caudales de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado y los caudales de filtración medios  $V_3$  en los ciclos tercero a quinto eran, respectivamente, iguales a los del segundo ciclo.

20 Además, la operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 40 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua. Como resultado de ello, 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 retrolavado con el filtrado no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 3

25 La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa y continua del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la operación de retrolavado con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de 2,64 [m/h] con una temperatura del filtrado de 80 °C durante 120 segundos como el tiempo de la operación de retrolavado. Al realizar la operación de retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran P1 = 0,26 [MPaG], P2 = 0,02 [MPaG] y P3 = 0,36 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,22 [MPa]. Además, el caudal de retrolavado era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h].

30 La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el primer ciclo) era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo era de 0,353 [m<sup>3</sup>/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el segundo ciclo era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el segundo ciclo era de 0,353 [m<sup>3</sup>/h].

35 Los caudales de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado y los caudales de filtración medios  $V_3$  en los ciclos tercero a quinto eran, respectivamente, iguales a los del segundo ciclo.

40 Además, la operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 120 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua. Como resultado de ello, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 4 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 4

45 La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa y continua del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que en la operación de retrolavado con el filtrado no se controlaron los grados de apertura de la válvula 4 de control aguas arriba y la válvula 13 de control aguas abajo para reducir la presión en el lado de la ruta de flujo. Al realizar el retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran P1 = 0,50 [MPaG], P2 = 0,25 [MPaG] y P3 = 0,63 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,26 [MPa].

50 La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el primer ciclo) se restableció a sólo 0,61 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo era de 0,337 [m<sup>3</sup>/h].

El caudal de filtración inmediatamente después de la operación de retrolavado del segundo ciclo con el filtrado se restableció a 0,61 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el segundo ciclo era de 0,328 [m<sup>3</sup>/h].

Los caudales de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado y los caudales de filtración medios  $V_3$  en los ciclos tercero a quinto eran, respectivamente, iguales a los del segundo ciclo.

5 Además, la operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua. Como resultado de ello, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 2 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado no pudo ser restablecido a  $0,50 \text{ [m}^3/\text{h]}$  o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

10 Por lo tanto, dado que no se controlaron los grados de apertura de la válvula 4 de control aguas arriba y la válvula 13 de control aguas abajo para reducir la presión en el lado de la ruta de flujo, el filtrado que fluía a la ruta de flujo en el retrolavado con el filtrado provocó una reducción en una cantidad del licor madre de reacción de oxidación que entraba en el filtro cerámico desde el lado de superficie final de sustrato superior, deteriorando así el efecto de eliminación física de los cristales finos depositados sobre la superficie de la membrana de filtración. Los resultados también se muestran en la Tabla 1.

#### Ejemplo Comparativo 1

15 La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa y continua del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la operación de retrolavado con el filtrado se llevó a cabo durante 200 segundos. Al realizar la operación de retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran  $P1 = 0,27 \text{ [MPaG]}$ ,  $P2 = 0,03 \text{ [MPaG]}$  y  $P3 = 0,42 \text{ [MPaG]}$ , y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de  $0,27 \text{ [MPa]}$ .

20 La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el primer ciclo) era de  $0,63 \text{ [m}^3/\text{h]}$ , y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo era de  $0,097 \text{ [m}^3/\text{h]}$ . Además, el caudal de filtración inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado en el segundo ciclo era de  $0,63 \text{ [m}^3/\text{h]}$ , y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el segundo ciclo era de  $0,097 \text{ [m}^3/\text{h]}$ .

25 Los caudales de filtración inmediatamente después del ciclo de retrolavado con el filtrado y los caudales de filtración medios  $V_3$  en los ciclos tercero a quinto eran, respectivamente, iguales a los del segundo ciclo.

30 Además, la operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 200 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua. Como resultado de ello, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 4 horas, cuando el caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado no pudo ser restablecido a  $0,50 \text{ [m}^3/\text{h]}$  o más. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Sin embargo, dado que la operación de retrolavado con el filtrado se llevó a cabo durante un tiempo prolongado, el caudal de filtración medio  $V_3$  era de  $0,097 \text{ [m}^3/\text{h]}$ . Debido al bajo caudal de filtración medio se requirió un mayor número de elementos de filtro, lo que produjo un aumento de los costes. Los resultados también se muestran en la Tabla 1.

#### 35 Ejemplo Comparativo 2

La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la operación de retrolavado con el filtrado se llevó a cabo a una velocidad lineal de alimentación de  $0,84 \text{ [m/h]}$ . Al realizar la operación de retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran  $P1 = 0,18 \text{ [MPaG]}$ ,  $P2 = 0,02 \text{ [MPaG]}$  y  $P3 = 0,19 \text{ [MPaG]}$ , y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de  $0,09 \text{ [MPa]}$ . Además, el caudal de retrolavado era de  $0,20 \text{ [m}^3/\text{h]}$ .

40 La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración, pero el caudal de filtración al iniciar la operación para filtrar los cristales finos se restableció a solo  $0,55 \text{ [m}^3/\text{h]}$ . Además, el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo de la operación para filtrar los cristales finos y el retrolavado con el filtrado era de  $0,462 \text{ [m}^3/\text{h]}$ .

45 A continuación se inició la operación de filtración en el segundo ciclo. Sin embargo, una vez transcurridos 100 segundos, el caudal de filtración se redujo a  $0,50 \text{ [m}^3/\text{h]}$ , de modo que no se pudo mantener la configuración en la que el tiempo de la operación para filtrar los cristales finos  $T_1$  era de 600 segundos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

#### Ejemplo Comparativo 3

50 La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la operación de retrolavado con el filtrado se llevó a cabo a una temperatura de filtración de  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ . Al realizar el retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran  $P1 = 0,27 \text{ [MPaG]}$ ,  $P2 = 0,03 \text{ [MPaG]}$  y  $P3 = 0,44 \text{ [MPaG]}$ , y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de  $0,29 \text{ [MPa]}$ .

## ES 2 769 630 T3

La operación de retrolavado 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 0,54 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo era de 0,337 [m<sup>3</sup>/h].

5 A continuación, se inició la operación de filtración en el segundo ciclo, pero, una vez transcurridos 90 segundos, el caudal de filtración se redujo a 0,50 [m<sup>3</sup>/h], de modo que no se pudo mantener la configuración en la que el tiempo de la operación para filtrar los cristales finos  $T_1$  era de 600 segundos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

La razón de ello consistía en que, dado que la temperatura del filtrado en la operación de retrolavado con el filtrado era de tan solo 60 °C, no fue posible limpiar el filtro cerámico en suficiente medida.

### Ejemplo Comparativo 4

10 La operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado se repitieron de forma alternativa y continua del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que la operación de retrolavado con el filtrado se realizó a una velocidad lineal de alimentación de 0,84 [m/h] con una temperatura de filtrado de 80 °C durante el tiempo de la operación de retrolavado de 400 segundos. Al realizar la operación de retrolavado con el filtrado, las presiones respectivas eran  $P_1 = 0,18$  [MPaG],  $P_2 = 0,02$  [MPaG] y  $P_3 = 0,18$  [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  en el retrolavado entre lado de  
15 filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,08 [MPa]. Además, el caudal de retrolavado era de 0,20 [m<sup>3</sup>/h].

La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración (inmediatamente después del retrolavado con el filtrado en el primer ciclo) era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el primer ciclo era de 0,250 [m<sup>3</sup>/h]. Además, el caudal de filtración inmediatamente  
20 después del retrolavado con el filtrado en el segundo ciclo era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y el caudal de filtración medio  $V_3$  en el segundo ciclo era de 0,250 [m<sup>3</sup>/h].

Los caudales de filtración inmediatamente después del retrolavado con el filtrado y los caudales de filtración medios  $V_3$  en los ciclos tercero a quinto eran, respectivamente, iguales a los del segundo ciclo.

25 Además, la operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 400 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua. Como resultado de ello, el filtro cerámico pudo mantener su rendimiento para filtrar los cristales finos hasta que transcurrieron 3 horas, cuando el caudal de filtración medido inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más.

30 Sin embargo, incluso en las condiciones de este Ejemplo Comparativo, el caudal de filtración medio  $V_3$  era de 0,250 [m<sup>3</sup>/h]. El caudal de filtración medio era bajo, lo que resultó en un aumento del número de elementos de filtro requeridos, provocando de este modo un aumento de los costes. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1-1

	Ejemplos			
	1	2	3	4
(Condiciones de operación)				
Tiempo de operación para filtrar cristales finos $T_1$ [s]	600	600	600	600
Tiempo de la operación de retrolavado con filtrado $T_2$ [s]	80	40	120	80
Velocidad lineal de alimentación del filtrado en la operación de retrolavado [m/h]	5,28	10,55	2,64	5,28
Caudal de filtrado de retrolavado $X_2$ [m <sup>3</sup> /h]	1,26	2,52	0,63	1,26
Temperatura del filtrado [°C]	70	70	80	70
Presión diferencial en el retrolavado $-\Delta P$ [MPa]	0,27	0,62	0,22	0,26
Otras operaciones	-	-	-	*1
(Resultados de operaciones)				
Caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado del primer ciclo con filtrado [m <sup>3</sup> /h]	0,63	0,63	0,63	0,61
Caudal de filtración medio $V_3$ en el primer ciclo [m <sup>3</sup> /h]	0,337	0,358	0,353	0,337

ES 2 769 630 T3

Caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado del segundo ciclo con filtrado [m <sup>3</sup> /h]	0,63	0,63	0,63	0,61
Caudal de filtración medio V <sub>3</sub> en el segundo ciclo [m <sup>3</sup> /h]	0,337	0,358	0,353	0,328
Resultados de operaciones en los ciclos tercero a quinto	*2	*2	*2	*2
Tiempo transcurrido hasta que no se pudo mantener el rendimiento para filtrar cristales finos [h]	4	6	4	2
Nota: *1: Diferentes operaciones de válvula; *2: Iguales a los del segundo ciclo				

TABLA 1-2

	Ejemplos Comparativos			
	1	2	3	4
(Condiciones de operación)				
Tiempo de operación para filtrar cristales finos T <sub>1</sub> [s]	600	600	600	600
Tiempo de la operación de retrolavado con filtrado T <sub>2</sub> [s]	200	80	80	400
Velocidad lineal de alimentación del filtrado en la operación de retrolavado [m/h]	5,28	0,84	5,28	0,84
Caudal de filtrado de retrolavado X <sub>2</sub> [m <sup>3</sup> /h]	1,26	0,20	1,26	0,20
Temperatura del filtrado [°C]	70	70	60	80
Presión diferencial en el retrolavado -ΔP [MPa]	0,27	0,09	0,29	0,08
(Resultados de operaciones)				
Caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado del primer ciclo con filtrado [m <sup>3</sup> /h]	0,63	0,55	0,54	0,63
Caudal de filtración medio V <sub>3</sub> en el primer ciclo [m <sup>3</sup> /h]	0,097	0,462	0,337	0,250
Caudal de filtración inmediatamente después del retrolavado del segundo ciclo con filtrado [m <sup>3</sup> /h]	0,63	-	-	0,63
Caudal de filtración medio V <sub>3</sub> en el segundo ciclo [m <sup>3</sup> /h]	0,097	-	-	0,250
Resultados de operaciones en los ciclos tercero a quinto	*2	-	-	*2
Tiempo transcurrido hasta que no se pudo mantener el rendimiento para filtrar cristales finos [h]	4	-	-	3
Observaciones		*3	*3	
Nota: *2: Iguales a los del segundo ciclo; *3: No se pudo mantener T <sub>1</sub> en el segundo ciclo				

Ejemplo 5

5 Operación para filtrar cristales finos

El licor madre de reacción de oxidación arriba mencionado (aproximadamente 70 °C) se suministró al módulo 7 de filtración con un caudal de entrada de circulación de 1,84 [m<sup>3</sup>/h] (P1 = 0,30 [MPaG]) (flujo descendente) para iniciar una filtración de flujo transversal. En ese momento, el caudal de filtración era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h] (P3 = 0,00 [MPaG]), y el caudal de salida de circulación era de 1,21 [m<sup>3</sup>/h] (P2 = 0,18 [MPaG]). La presión diferencial ΔP entre el lado de la ruta de flujo y el lado de filtración era de 0,24 [MPa]. Además, la velocidad lineal de circulación en las rutas de flujo y la velocidad lineal de filtración del filtrado eran de 7.706 (m/h) y 2,64 (m/h), respectivamente.

10

Operación de retrolavado con filtrado



5 Al continuar la operación de filtración, el caudal de filtración se redujo a 0,47 [m<sup>3</sup>/h] una vez transcurridos 600 segundos y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con el filtrado durante 80 segundos (caudal de retrolavado: 1,26 [m<sup>3</sup>/h]). En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,27 [MPaG], P2 = 0,03 [MPaG] y P3 = 0,42 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,27 [MPa].

La operación de retrolavado con el filtrado finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración era de 0,63 [m<sup>3</sup>/h], y la velocidad lineal de filtración del filtrado era de 2,64 (m/h).

Operación de retrolavado con disolvente de lavado

10 La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua y, una vez transcurridas 4 horas, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más, ni siquiera inmediatamente después del retrolavado con el filtrado. Por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo el retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) como disolvente de lavado durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 1,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 4,19 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,26 [MPaG], P2 = 0,02 [MPaG] y P3 = 0,40 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,26 [MPa].

20 La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h]. A continuación, la operación de filtración y el retrolavado con el filtrado se repitieron de nuevo de forma alternativa. El período fue de 4 horas hasta que no se pudo restablecer el caudal de filtración a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado, llevando así a cabo el siguiente retrolavado con el disolvente de lavado. Es decir, mientras se repetían alternativamente la operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado, en cada período de cuatro horas se realizaba la operación de retrolavado con el disolvente de lavado, de modo que el filtro cerámico pudo mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

25 Ejemplo 6

30 La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más, ni siquiera inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 2,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 8,38 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,32 [MPaG], P2 = 0,04 [MPaG] y P3 = 0,65 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,47 [MPa].

35 La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h].

El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado era de 4 horas. Es decir, mientras se repetían de forma alternativa la operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado, en cada período de cuatro horas se realizaba la operación de retrolavado con el disolvente de lavado, de modo que el filtro cerámico pudo mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

40 Ejemplo 7

45 La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 10 segundos (caudal de retrolavado: 3,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 12,6 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,33 [MPaG], P2 = 0,06 [MPaG] y P3 = 0,93 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,74 [MPa].

50 La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h]. El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado era de 4 horas. Es decir, mientras se repetían de forma alternativa la operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado, en cada período de cuatro horas se realizaba la operación de retrolavado con el disolvente de lavado, de modo que el filtro cerámico pudo mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

## Ejemplo 8

- La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 60 segundos (caudal de retrolavado: 0,50 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 2,09 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,25 [MPaG], P2 = 0,02 [MPaG] y P3 = 0,33 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,20 [MPa].
- La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h]. El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado era de 4 horas. Es decir, mientras se repetían de forma alternativa la operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado, en cada período de cuatro horas se realizaba el retrolavado con el disolvente de lavado, de modo que el filtro cerámico pudo mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

## Ejemplo 9

- La operación de filtración (durante 150 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 20 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 6 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 1,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 4,19 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,26 [MPaG], P2 = 0,02 [MPaG] y P3 = 0,40 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,26 [MPa].
- La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h]. El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado era de 6 horas. Es decir, mientras se repetían de forma alternativa la operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado, en cada período de seis horas se realizaba el retrolavado con el disolvente de lavado, de modo que el filtro cerámico pudo mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

## Ejemplo 10

- La operación de filtración (durante 900 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 3 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 1,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 4,19 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,26 [MPaG], P2 = 0,02 [MPaG] y P3 = 0,40 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,26 [MPa].
- La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h]. El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado era de 3 horas. Es decir, mientras se repetían de forma alternativa la operación de filtración y la operación de retrolavado con el filtrado, en cada período de tres horas se realizaba la operación de retrolavado con el disolvente de lavado, de modo que el filtro cerámico pudo mantener bien su rendimiento de filtración. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

## Ejemplo Comparativo 5

- La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, se finalizó la circulación del licor madre de reacción de oxidación (es decir, se cerraron las válvulas 4 y 13 de control y luego se abrió una válvula 14 de purga), y después se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 180 segundos (caudal de retrolavado: 1,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 4,19 [m/h]. En este momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,00 [MPaG], P2 = 0,00 [MPaG] y P3 = 0,08 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,08 [MPa].

La operación de retrolavado con descarga del disolvente de lavado (ácido acético) fuera del sistema finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, aunque el caudal de filtración se restableció a 0,63

[m<sup>3</sup>/h], la cantidad de ácido acético utilizada fue de 0,0500 [m<sup>3</sup>], es decir, 12 veces mayor que la utilizada en el Ejemplo 5. Además, un 0,46% en masa de ácido tereftálico contenido en el licor madre de reacción de oxidación se descargó como desecho fuera del sistema. Por otro lado, el período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado fue de 4 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

#### 5 Ejemplo Comparativo 6

La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después del retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, se finalizó la circulación del licor madre de reacción de oxidación (es decir, se cerraron las válvulas 4 y 13 de control y luego se abrió la válvula 14 de purga), y después se llevó a cabo el retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 1,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 4,19 [m/h]. En este momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,00 [MPaG], P2 = 0,00 [MPaG] y P3 = 0,08 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,08 [MPa].

La operación de retrolavado con descarga del disolvente de lavado (ácido acético) fuera del sistema finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. Aunque la cantidad de ácido acético utilizado era de 0,0042 [m<sup>3</sup>], igual a la utilizada en el Ejemplo 5, resultaba difícil eliminar los cristales finos depositados sobre la superficie de filtración en el lado de la ruta de flujo debido a la falta de circulación del licor madre, de modo que el caudal de filtración se restableció a solo 0,52 [m<sup>3</sup>/h]. Por esta razón, el período hasta la realización del segundo retrolavado o posterior con el disolvente de lavado se acortó extremadamente a 30 minutos. Es decir, el período 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, un 5,52% en masa de ácido tereftálico contenido en el licor madre de reacción de oxidación se descargó como un desecho fuera del sistema. Los resultados también se muestran en la Tabla 2.

#### 25 Ejemplo 11

La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) como disolvente de lavado durante 180 segundos (caudal de retrolavado: 1,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 4,19 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,26 [MPaG], P2 = 0,02 [MPaG] y P3 = 0,40 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,26 [MPa].

La operación de retrolavado con el ácido acético acuoso finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, aunque el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h], la cantidad de ácido acético utilizado fue de 0,0500 [m<sup>3</sup>], es decir, 12 veces mayor que la utilizada en el Ejemplo 5. El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado fue de 4 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

#### Ejemplo 12

La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 0,20 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 0,84 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,10 [MPaG], P2 = 0,09 [MPaG] y P3 = 0,18 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 0,09 [MPa].

La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. La cantidad utilizada de ácido acético fue de tan solo 0,00083 [m<sup>3</sup>] (es decir, 0,21 veces la utilizada en el Ejemplo 5). El caudal de filtración se restableció a solo 0,55 [m<sup>3</sup>/h].

El período hasta la realización del segundo retrolavado o posterior con el disolvente de lavado fue de 1 hora. Es decir, el período 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.

Ejemplo 13

La operación de filtración (durante 600 segundos) y la operación de retrolavado con el filtrado (durante 80 segundos) se repitieron de forma alternativa y continua (durante 4 horas) del mismo modo que en el Ejemplo 5. Como resultado de ello, el caudal de filtración no pudo ser restablecido a 0,50 [m<sup>3</sup>/h] o más inmediatamente después de la operación de retrolavado con el filtrado y, por lo tanto, mientras continuaba la circulación del licor madre de reacción de oxidación, se llevó a cabo la operación de retrolavado con ácido acético (contenido de agua: 7,1% en masa; 80 °C) durante 15 segundos (caudal de retrolavado: 5,00 [m<sup>3</sup>/h]). La velocidad lineal de alimentación del ácido acético era de 20,9 [m/h]. En ese momento, las presiones respectivas eran P1 = 0,40 [MPaG], P2 = 0,31 [MPaG] y P3= 1,41 [MPaG], y la presión diferencial  $-\Delta P$  entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo era de 1,06 [MPa].

- 5
- 10

La operación de retrolavado con el ácido acético finalizó y se cambió de nuevo a la operación de filtración. En ese momento, aunque el caudal de filtración se restableció a 0,63 [m<sup>3</sup>/h], la cantidad de ácido acético utilizado fue de 0,0208 [m<sup>3</sup>], es decir, 5 veces mayor que la utilizada en el Ejemplo 5. El período hasta la realización del siguiente retrolavado con el disolvente de lavado fue de 4 horas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

TABLA 2-1

	Ejemplos					
	5	6	7	8	9	10
(Condiciones de operación en el primer ciclo)						
Tiempo de operación para filtrar cristales finos [s]	600	600	600	600	150	900
Tiempo de la operación de retrolavado con filtrado [s]	80	80	80	80	20	80
Tiempo de operación de retrolavado con disolvente de lavado [s]	15	15	10	60	15	15
Circulación de licor madre de reacción de oxidación en el retrolavado con disolvente de lavado	Realizada	Realizada	Realizada	Realizada	Realizada	Realizada
Velocidad lineal de alimentación de disolvente de lavado [m/h]	4,19	8,38	12,6	2,09	4,19	4,19
Presión diferencial en el retrolavado con disolvente de lavado [MPa]	0,26	0,47	0,74	0,20	0,26	0,26
(Resultados de operaciones en el primer ciclo)						
Período de la operación de retrolavado con disolvente de lavado [h]	4	4	4	4	6	3
Caudal de filtración inmediatamente después de la operación de retrolavado con disolvente de lavado [m <sup>3</sup> /h]	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63
Cantidad de disolvente de lavado utilizado [m <sup>3</sup> ]	0,0042	0,0083	0,0083	0,0083	0,0042	0,0042
Cantidad de ácido tereftálico desechado [%]	0	0	0	0	0	0
(Resultados de operaciones en el segundo ciclo o posterior)						
Período de la operación de retrolavado con disolvente de lavado [h]	4	4	4	4	6	3

TABLA 2-2

	Ejemplos comparativos		Ejemplos		
	5	6	11	12	13
(Condiciones de operación en el primer ciclo)					
Tiempo de operación para filtrar cristales finos [s]	600	600	600	600	600
Tiempo de la operación de retrolavado con filtrado [s]	80	80	80	80	80
Tiempo de operación de retrolavado con disolvente de lavado [s]	180	15	180	15	15
Circulación de licor madre de reacción de oxidación en el retrolavado con disolvente de lavado	No realizada	No realizada	Realizada	Realizada	Realizada
Velocidad lineal de alimentación de disolvente de lavado [m/h]	4,19	4,19	4,19	0,84	20,9
Presión diferencial en el retrolavado con disolvente de lavado [MPa]	0,08	0,08	0,26	0,09	1,06
(Resultados de operaciones en el primer ciclo)					
Período de la operación de retrolavado con disolvente de lavado [h]	4	4	4	4	4
Caudal de filtración inmediatamente después de la operación de retrolavado con disolvente de lavado [m <sup>3</sup> /h]	0,63	0,52	0,63	0,55	0,63
Cantidad de disolvente de lavado utilizado [m <sup>3</sup> ]	0,0500	0,0042	0,0500	0,00083	0,0208
Cantidad de ácido tereftálico desechado [%]	0,46	5,52	0	0	0
(Resultados de operaciones en el segundo ciclo o posterior)					
Período de la operación de retrolavado con disolvente de lavado [h]	4	0,5	4	1	4

## 5 Aplicabilidad industrial

En el método de operación de filtración de acuerdo con la presente invención se pueden obtener ventajas tales como: (1) una operación de filtración se puede realizar simplemente durante un largo período de tiempo sin obstrucción de un filtro cerámico; (2) no es necesario utilizar una gran cantidad de disolvente de lavado; y (3) se puede recuperar ácido tereftálico contenido en el disolvente de lavado que convencionalmente se ha desechado junto con el disolvente de lavado tras la limpieza. Por lo tanto, es posible simplificar las condiciones de operación y mejorar un nivel de salida de ácido tereftálico en la producción del ácido tereftálico.

Explicación de referencias numéricas

A continuación se explican las referencias numéricas utilizadas en la FIGURA 1, la FIGURA 2 y la FIGURA 3.

1: recipiente de licor madre de 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 (alojamiento); 8: filtro cerámico; 9: lado

## ES 2 769 630 T3

de filtración; 10: lado de superficie final del sustrato; 11: conducto de salida de circulación; 12: manómetro (P2); 13: válvula de control; 14: válvula de purga; 15: conducto de retorno de circulación; 16: conducto de salida de filtrado; 17: manómetro (P3); 18: válvula; 19: recipiente de filtrado; 20: bomba; 21: línea de flujo mínimo; 22: intercambiador de calor; 23: conducto de retrolavado con filtrado; 24: válvula de control; 25: válvula de control; 26: conducto de retrolavado con disolvente de lavado; 27: intercambiador de calor; 28: ruta de flujo.

5

## REIVINDICACIONES

1. Un método de operación de filtración para filtrar cristales finos contenidos en un licor madre de reacción de oxidación obtenido enfriando una suspensión de reacción de oxidación producida en una reacción de oxidación en fase líquida y separando cristales de ácido tereftálico crudo en una separación sólido-líquido de la suspensión de reacción de oxidación en un proceso de producción de ácido tereftálico mediante una filtración de flujo transversal utilizando un filtro cerámico mientras se lleva a cabo una operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación, comprendiendo el método en:
- 5 llevar a cabo (I) una operación para filtrar los cristales finos; y
- llevar a cabo (II) una operación de retrolavado con un filtrado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación, (II) llevándose a cabo la operación de retrolavado con el filtrado bajo las siguientes condiciones:
- 10 (II-A) un tiempo de operación dentro del intervalo de 5 a 180 [s];
- (II-B) una presión diferencial entre un lado de filtración y un lado de ruta de flujo dentro del intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];
- 15 (II-C) una velocidad lineal de alimentación del filtrado dentro del intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y
- (II-D) una temperatura del filtrado dentro del intervalo de "una temperatura del licor madre de reacción de oxidación" a "una temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación".
2. El método de operación de filtración según la reivindicación 1, en el que (I) la operación para filtrar los cristales finos se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones:
- 20 (I-A) un tiempo de operación dentro del intervalo de 60 a 1.800 [s];
- (I-B) una presión diferencial entre el lado de la ruta de flujo y el lado de filtración dentro del intervalo de 0,05 a 0,5 [MPa];
- (I-C) una velocidad lineal de circulación del licor madre de reacción de oxidación en la ruta de flujo del filtro cerámico dentro del intervalo de 3.000 a 15.000 [m/h] en una entrada de la ruta de flujo; y
- 25 (I-D) una velocidad lineal de filtración del filtrado dentro del intervalo de 1,0 a 4,0 [m/h].
3. El método de operación de filtración según la reivindicación 1 o 2, que adicionalmente comprende: realizar (III) una operación de retrolavado con un disolvente de lavado mientras se mantiene la operación de circulación fluida del licor madre de reacción de oxidación.
4. El método de operación de filtración según la reivindicación 3, en el que (III) la operación de retrolavado con el disolvente de lavado se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones:
- 30 (III-A) un tiempo de operación dentro del intervalo de 5 a 180 [s];
- (III-B) una presión diferencial entre el lado de filtración y el lado de la ruta de flujo en la operación de retrolavado con el disolvente de lavado dentro del intervalo de 0,10 a 1,0 [MPa];
- 35 (III-C) una velocidad lineal de alimentación del disolvente de lavado en la operación de retrolavado dentro del intervalo de 1,0 a 20 [m/h]; y
- (III-D) una temperatura del disolvente de lavado dentro del intervalo de "la temperatura del licor madre de reacción de oxidación" a "la temperatura 35 °C más alta que la del licor madre de reacción de oxidación".
5. El método de operación de filtración según la reivindicación 3 o 4, en el que se repiten una operación que comprende (I) la operación para filtrar los cristales finos y (II) la operación de retrolavado con el filtrado, y
- 40 cuando un caudal de la operación de filtración no se restablece mediante (II) la operación de retrolavado con el filtrado, (III) se lleva a cabo la operación de retrolavado con el disolvente de lavado.
6. El método de operación de filtración según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, en el que el disolvente de lavado es ácido acético que tiene un contenido de agua de un 0,1 a un 30% en masa.
7. El método de operación de filtración según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que, en la operación de retrolavado con el filtrado, se reduce una presión en el lado del conducto de salida de circulación del filtro cerámico para producir una presión diferencial y de este modo suministrar el filtrado.
- 45

FIG. 1

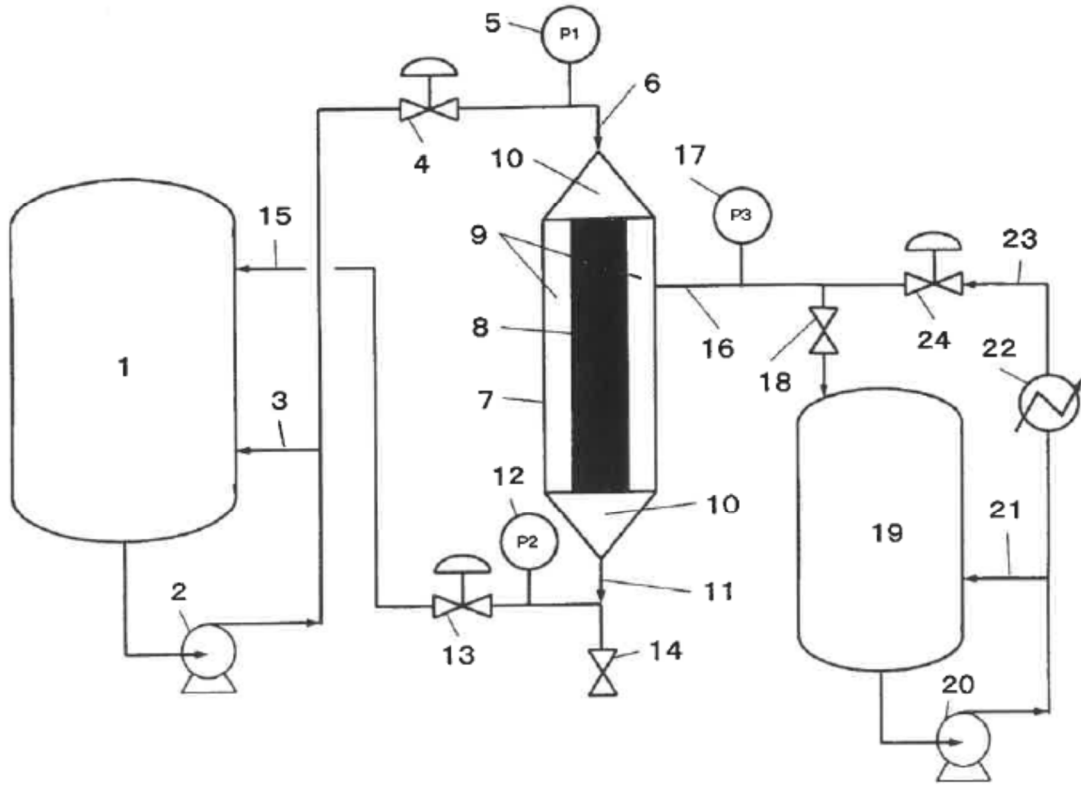




FIG. 2

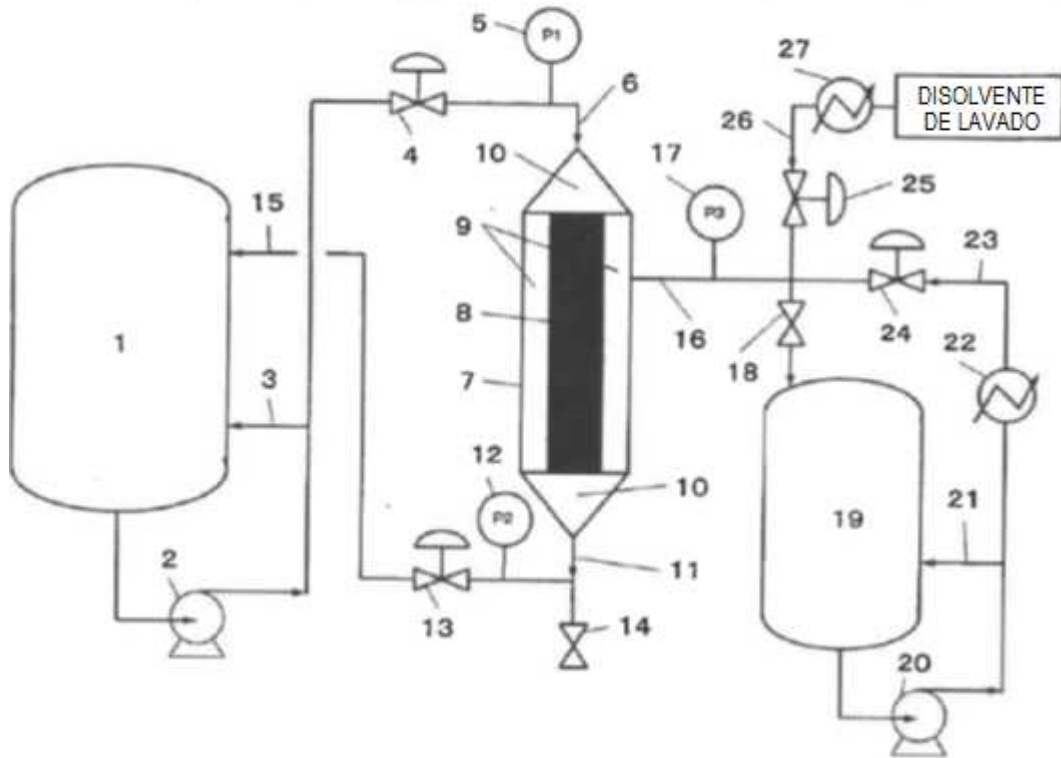


FIG. 3

