

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 777 949**

51 Int. Cl.:

C07C 51/48 (2006.01)

C07C 51/265 (2006.01)

C07C 63/24 (2006.01)

C07C 63/307 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

C22B 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.03.2011 PCT/US2011/028666**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2011 WO11119395**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.03.2011 E 11759930 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2020 EP 2560941**

54 Título: **Recuperación de ácidos carboxílicos aromáticos y de catalizador de oxidación**

30 Prioridad:

26.03.2010 IN 826CH2010

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

06.08.2020

73 Titular/es:

**INVISTA TEXTILES (U.K.) LIMITED (100.0%)
One St. Peter's Square
Manchester M2 3DE, GB**

72 Inventor/es:

KARANJGAOKAR, C. G.

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 777 949 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

Recuperación de ácidos carboxílicos aromáticos y de catalizador de oxidación

5 Esta solicitud reivindica la ventaja de la solicitud de India con n.º 826/CHE/2010 presentada el 26 de marzo de 2010.

Campo de la invención

10 Esta invención se refiere a la recuperación de ácido carboxílico aromático y de catalizador de oxidación del efluente de un proceso para producir ácidos policarboxílicos aromáticos por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente.

Antecedentes de la invención

15 El ácido tereftálico se fabrica mediante oxidación en fase líquida de p-xileno con aire usando un sistema catalizador de cobalto-manganeso-bromuro (acetato de cobalto, acetato de manganeso y bromuro de hidrógeno) en ácido acético en el intervalo de temperatura de 150 a 230 °C. Las relaciones relativas de cobalto, manganeso y bromo son importantes, y los valores típicos son relación de manganeso:cobalto 1:1 y relación de cobalto:bromo 1:2. En el reactor y cristizador, la mayor parte del ácido tereftálico se cristaliza a partir del licor madre y se separa por filtración. El licor madre comprende principalmente ácido acético y compuestos orgánicos, por ejemplo, ácido isoftálico, ácido benzoico, ácido paratoluico, ácido trimelítico y ácido tereftálico, y compuestos inorgánicos, tales como componentes de cobalto, manganeso y bromo junto con hierro, níquel, calcio, cromo y sodio. De forma típica, una gran parte del licor madre recuperado se recicla para la reacción de oxidación, con el fin de reciclar los componentes catalizadores para la reacción de oxidación mientras se purga una parte más pequeña para un sistema de recuperación de disolvente, con el fin de mantener el nivel de impurezas y de subproductos en la reacción dentro de límites tolerables. Esto se denomina la corriente de purga, que es una mezcla de derivados de benceno y tolueno que contienen oxígeno, que son ácidos mono, di, y tricarboxílicos, ácidos aldehídocarboxílicos y benceno o tolueno sustituidos con metilol, o sus ácidos carboxílicos (benzoico o toluico) y que también contiene componentes catalizadores.

30 En una etapa de recuperación de disolvente, la corriente de purga se somete a evaporación para eliminar una parte considerable del ácido acético y del agua, dejando un concentrado que contiene compuestos orgánicos junto con componentes catalizadores. El concentrado que queda puede entonces incinerarse o tratarse. Aunque dichos residuos suponen del 2 al 25 por ciento en peso del ácido policarboxílico aromático producido, dicha producción anual de residuos es sustancial teniendo en cuenta los millones de kilogramos de ácidos policarboxílicos aromáticos que se producen anualmente. Dichos residuos contienen ácidos carboxílicos aromáticos solubles en agua y formas solubles en agua de los compuestos catalizadores. La eliminación en vertederos de dichos residuos no es deseable debido a que la lluvia y el agua subterránea lixivian los ácidos carboxílicos, y las formas solubles de los componentes catalizadores pueden contaminar el agua de escorrentía superficial, los cauces y los acuíferos subterráneos. Por lo tanto, se han desarrollado procesos para recuperar las sustancias químicas valiosas de la corriente de purga del efluente del reactor, pero estos procesos no son óptimos.

45 La patente de los EE. UU. con n.º US-3.341.470 describe la incineración del residuo a ceniza de óxido y la disolución de la ceniza con ácido sulfúrico que contenga cloruro. Los componentes de manganeso y cobalto se recuperan mediante el tratamiento de la solución con carbonato de sodio para precipitar cobalto y manganeso en forma de sus carbonatos. A continuación, los carbonatos recuperados se tratan con ácido acético para producir acetatos para el reciclado a la reacción de oxidación.

50 Dynamit Nobel AG proporciona un método para la recuperación de cobalto y manganeso del efluente del reactor. (Patente de los EE. UU. con n.º US-4.490.297). Los catalizadores se aíslan en forma de oxalatos de la corriente de licor madre, y el oxalato de cobalto dihidrato y/o el oxalato de manganeso dihidrato se restauran mediante la acción del bromuro de hidrógeno y del anhídrido acético en una forma en la que sean solubles en ácido acético y puedan utilizarse de nuevo. De forma similar, la patente de los EE. UU. con n.º US-4.910.175 describe la recuperación de catalizador de cobalto y manganeso del proceso de oxidación, mediante la precipitación con ácido oxálico e hidróxido de metal alcalino, seguida de la oxidación de precipitado en ácido acético, para formar acetato de cobalto y de manganeso.

55 La patente de los EE. UU. con n.º US-6.001.763 describe un procedimiento para recuperar una solución de acetatos de cobalto y de manganeso, y otros componentes valiosos de un efluente del reactor de catalizador usado descargado del proceso de fabricación de ácido tereftálico. El residuo se piroliza en una zona de reacción formando metal fundido en un arco eléctrico, y convirtiendo prácticamente todo el carbono del residuo a óxidos de carbono, hidrógeno y compuestos vaporizados en un efluente de la zona de reacción. La aleación recuperada se atomiza para formar un polvo metálico que luego se hace reaccionar con ácido acético y bromuro de hidrógeno acuoso para formar las sales correspondientes.

60 El documento US-4.939.297 describe un proceso para elaborar la mezcla de reacción de una síntesis oxidativa de ácido tereftálico que comprende una etapa de extracción con agua y un disolvente orgánico.

65

Sumario de la invención

- 5 Muchos de los métodos descritos anteriormente implican la separación del catalizador en forma de oxalato seguida de la oxidación de la sal de oxalato a acetato utilizando ácido acético. Estos métodos separan los catalizadores de cobalto y manganeso pero con un rendimiento bajo y con un tiempo de ciclo prolongado. Además, estos métodos no pueden separar los ácidos carboxílicos aromáticos, el bromuro y el ácido acético presentes en el residuo. Por lo tanto, existe una necesidad de un método para recuperar ácidos carboxílicos aromáticos, bromuro y ácido acético junto con catalizadores de cobalto y manganeso a rendimientos elevados y tiempos de ciclo reducidos.
- 10 Según la presente invención, se ha descubierto un método para recuperar ácidos carboxílicos aromáticos, bromuro y ácido acético junto con catalizadores de cobalto y manganeso a rendimientos elevados y tiempos de ciclo reducidos. La presente invención incorpora un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarboxílico aromático por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente, en donde el ácido policarboxílico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración; en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; y (c) separar al menos un ácido policarboxílico aromático de la corriente rica en ácido dicarboxílico.
- 20 En otra realización, se describe un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarboxílico aromático por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente, en donde el ácido policarboxílico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; (c) separar al menos un ácido monocarboxílico aromático de la corriente rica en ácido monocarboxílico; (d) separar al menos un ácido dicarboxílico aromático de la corriente rica en ácido dicarboxílico; y (e) separar al menos un componente catalizador de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico.
- 30 En otra realización, se describe un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido tereftálico por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en un catalizador y ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; (c) separar el ácido benzoico y el ácido paratoluico de la corriente rica en ácido monocarboxílico; (d) separar el ácido tereftálico y el ácido isoftálico de la corriente rica en ácido dicarboxílico; (e)

separar el ácido trimelítico de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico; y (f) separar una sal de cobalto y una sal de manganeso de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico.

5 En otra realización adicional, se describe un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido isoftálico por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarbóxico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico; y una corriente rica en ácido monocarbóxico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, 15 hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; (c) separar el ácido benzoico y el ácido metatoluico de la corriente rica en ácido monocarbóxico; (d) separar el ácido tereftálico y el ácido isoftálico de la corriente rica en ácido dicarbóxico; (e) separar el ácido trimelítico de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico; y (f) separar una sal de cobalto y una sal de manganeso de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico.

Breve descripción de los dibujos

25 La Figura 1 es una representación esquemática de una realización del proceso de la invención para la recuperación de sustancias químicas y de catalizador de la purga concentrada de la sección de recuperación de disolvente de salida del reactor de una planta de fabricación de ácido tereftálico mediante un método de extracción por disolvente, seguida de concentración, evaporación y secado.

30 Descripción detallada de la invención

La presente invención puede caracterizarse por un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarbóxico aromático por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente, en donde el ácido policarbóxico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarbóxico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico, y una corriente rica en ácido monocarbóxico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, 45 hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; y (c) separar al menos un ácido policarbóxico aromático de la corriente rica en ácido dicarbóxico. El ácido policarbóxico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico (TA), ácido isoftálico (IPA), ácido trimelítico (TMA), ácido ortoftálico (OA), ácido naftalendicarbóxico (NDA) y mezclas de los mismos. El catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en sal de cobalto, sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos. El ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica. El ácido monocarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico (BA), ácido paratoluico (pTol) y sus isómeros, y mezclas de los mismos. El ácido dicarbóxico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico (TA), ácido isoftálico (IPA), ácido naftalendicarbóxico (NDA) y mezclas de los mismos. El ácido tricarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico (TMA), ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos.

Otra realización de la presente invención es un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarbóxico aromático por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente, en donde el ácido policarbóxico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarbóxico, una

corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico, y una corriente rica en ácido monocarbóxico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; (c) separar al menos un ácido monocarbóxico aromático de la corriente rica en ácido monocarbóxico; (d) separar al menos un ácido dicarbóxico aromático de la corriente rica en ácido dicarbóxico; y (e) separar al menos un componente catalizador de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico. El ácido monocarbóxico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico (BA), ácido paratoluico (pTol) y sus isómeros, y mezclas de los mismos. El catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en sal de cobalto, sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos. El ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica. El proceso puede comprender, además, una Etapa (d-i) que separa el ácido trimelítico del catalizador y la corriente rica en ácido tricarbóxico después de la Etapa (d).

Otra realización de la presente invención es un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido tereftálico por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarbóxico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico, y una corriente rica en ácido monocarbóxico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; (c) separar el ácido benzoico y el ácido paratoluico de la corriente rica en ácido monocarbóxico; (d) separar el ácido tereftálico y el ácido isoftálico de la corriente rica en ácido dicarbóxico; (e) separar el ácido trimelítico de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico; y (f) separar una mezcla de sal de cobalto y sal de manganeso de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico. El efluente resultante de la Etapa (f) de recuperación del catalizador puede someterse posteriormente a la recuperación del ácido bromhídrico mediante acidificación del efluente utilizando un ácido mineral concentrado, tal como el ácido sulfúrico.

Otra realización adicional de la presente invención es un proceso que comprende: (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido isoftálico por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente; (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarbóxico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico; y una corriente rica en ácido monocarbóxico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuo con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarbóxico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarbóxico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; (c) separar el ácido benzoico y el ácido metatoluico de la corriente rica en ácido monocarbóxico; (d) separar el ácido tereftálico y el ácido isoftálico de la corriente rica en ácido dicarbóxico; (e) separar el ácido trimelítico de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico; y (f) separar una sal de cobalto y una sal de manganeso de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarbóxico. El efluente resultante de la Etapa (f) de recuperación del catalizador puede someterse posteriormente a la recuperación del ácido bromhídrico mediante acidificación del efluente utilizando un ácido mineral concentrado, tal como el ácido sulfúrico.

- En todas las realizaciones anteriores, el proceso puede comprender, además, una Etapa (a_i) eliminar el ácido acético de la corriente de residuo después de la Etapa (a). En todas las realizaciones anteriores de la presente invención, el proceso de separación de la Etapa (b) comprende una extracción, seguida de filtración. La extracción puede comprender el uso de agua y un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos. Además, en todas las realizaciones anteriores de la presente invención, al menos una de las etapas de separación puede comprender i) opcionalmente, añadir una solución acuosa, ii) evaporar al menos algo de agua, iii) enfriar, iv) filtrar un precipitado, y v) repetir las etapas ii) a iv) para producir una corriente purificada.
- Otra realización de la presente invención es un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarboxílico aromático (es decir, planta de oxidación de ácido tereftálico [TA]) que comprende:
- Opcionalmente, eliminar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo al vacío, y entonces el ácido acético puede purificarse, opcionalmente, por rectificación.
 - Agitar y calentar la corriente de residuo con tolueno y agua a aproximadamente de 75 °C a 80 °C. Puede haber agua presente como agua residual en la corriente de residuo. El extracto de dos fases se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto de tolueno filtrado se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido paratoluico brutos en las Etapas 4 y 5.
 - Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 2 para la recuperación del catalizador y del ácido trimelítico en la Etapa 8, y enviar la torta de filtro de la Etapa 2 para la recuperación del ácido tereftálico/ácido isoftálico en la Etapa 6.
 - Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico.
 - Fracccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y el ácido benzoico fundido purificado se envía al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de paratoluico para separar el ácido paratoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido paratoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación del paratoluico y puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.
 - Extraer la torta de filtro de la Etapa 3 y de la Etapa 8 con metanol y agua a aproximadamente 60 °C. La lechada extraída se centrifuga o filtra para generar un sólido de ácido tereftálico (que contiene aproximadamente un 90-99 % de ácido tereftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido isoftálico) que puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.
 - Concentrar el filtrado/centrifugado de la Etapa 6 a través de la evaporación y, después, enfriar, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. La lechada resultante, seguidamente, se centrifuga o filtra, y se seca. Esto genera un sólido de ácido isoftálico que contiene aproximadamente un 90-99 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido tereftálico, que puede venderse.
 - Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 20 %-40 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría y se centrifuga o se filtra. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico bruto. Posteriormente se purifica por redisolución en agua caliente, seguida de enfriamiento y centrifugación o filtración. El ácido trimelítico purificado puede secarse y venderse
- y
- Hacer reaccionar el filtrado/centrifugado concentrado de la Etapa 8 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. Esta lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de TA. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.
- Otra realización adicional de la presente invención es un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido tereftálico (planta de oxidación de TA) que comprende:
- Opcionalmente, evaporar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo de planta de ácido tereftálico, opcionalmente, bajo vacío, pudiendo purificarse entonces el ácido acético, opcionalmente, por rectificación.
 - Agitar y calentar la corriente de residuo con tolueno y agua a aproximadamente de 75 °C a 80 °C. El extracto de dos fases se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto de tolueno filtrado se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido paratoluico brutos en las Etapas 4 y 5.

3. Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 2 para la recuperación del catalizador y del ácido trimelítico en la Etapa 9, y enviar la torta de filtro de la Etapa 2 para la recuperación del ácido tereftálico/ácido isoftálico en la Etapa 6.

4. Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico en la Etapa 5.

5. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y el ácido benzoico fundido purificado se envía al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de paratoluico para separar el ácido paratoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido paratoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación y puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.

6. Disolver la torta de filtro de la Etapa 3 y la Etapa 9 en una solución acuosa de amoniaco (de forma típica, de aproximadamente un 10-30 %, incluyendo de aproximadamente un 20-30 %) a una temperatura de aproximadamente 20-50 °C. La solución resultante se filtra para eliminar cualquier catalizador insoluble presente en los residuos. Esto es especialmente eficaz para eliminar oxalatos metálicos catalizadores que pueden estar presentes en la corriente de residuo. Estos oxalatos metálicos catalizadores pueden tanto reciclarse a la planta de oxidación de TA como convertirse en acetato metálico catalizador mediante una ruta apropiada.

7. Hacer reaccionar la solución filtrada de la Etapa 6 con un ácido mineral diluido, tal como ácido nítrico, sulfúrico o clorhídrico, para reducir el pH en un proceso de dos etapas. El pH se reduce al intervalo de aproximadamente 4-4,5, lo que hace que el ácido tereftálico precipite. Este sólido, que contiene aproximadamente un 90-95 % de ácido tereftálico y un 5-10 % de ácido isoftálico, se separa de la solución. Los sólidos resultantes se lavan seguidamente con agua, y pueden reciclarse a la planta de oxidación de TA.

8. Hacer reaccionar el licor madre de la Etapa 7 con ácido mineral para reducir el pH al intervalo de aproximadamente 2,7-3, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. Estos sólidos, que contienen aproximadamente un 91-92 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 8-9 % de ácido tereftálico, se separan de la solución, se lavan con agua, se secan y pueden venderse. El licor madre de la Etapa 8 puede tanto desecharse en una planta de tratamiento de efluentes biológicos como puede hacerse reaccionar posteriormente con ácido mineral para precipitar ácido benzoico y ácido trimelítico, si es necesario.

9. Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 20 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría, precipitando más sólidos que se separan. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico bruto. Posteriormente se purifica por redisolución en agua caliente, seguida de enfriamiento, precipitación y separación. El ácido trimelítico purificado puede secarse y venderse.

y

10. Hacer reaccionar el licor madre concentrado de la Etapa 9 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. Esta lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de TA. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.

Otra realización adicional de la presente invención es un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido tereftálico (planta de oxidación de TA) que comprende:

1. Opcionalmente, evaporar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo de planta de ácido tereftálico, opcionalmente, bajo vacío, pudiendo purificarse entonces el ácido acético, opcionalmente, por rectificación.

2. Agitar y calentar la corriente de residuo con tolueno y agua a aproximadamente de 75 °C a 80 °C. Puede haber agua presente como agua residual en la corriente de residuos. El extracto de dos fases se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto de tolueno filtrado se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido paratoluico brutos en las Etapas 4 y 5.

3. Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 2 para la recuperación del catalizador y del ácido trimelítico en la Etapa 8, y enviar la torta de filtro de la Etapa 2 para la recuperación del ácido tereftálico/ácido isoftálico en la Etapa 6.

4. Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico.

5. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y el ácido benzoico fundido purificado se envía al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de paratoluico para separar el ácido paratoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido paratoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación y puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.
6. Extraer la torta de filtro de la Etapa 3 y de la Etapa 8 con metanol y agua a aproximadamente 60 °C. La lechada se centrifuga o filtra para generar un sólido de ácido tereftálico (que contiene aproximadamente un 90-99 % de ácido tereftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido isoftálico) que puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.
7. Concentrar el centrifugado/filtrado de la Etapa 6 a través de la evaporación y, después, enfriar, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. La lechada resultante, seguidamente, se centrifuga o filtra, y se seca. Esto genera un sólido de ácido isoftálico que contiene aproximadamente un 90-99 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido tereftálico, que puede venderse.
8. Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 40 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico bruto. El licor madre se evapora adicionalmente, reduciendo su volumen en un 50 %, y se enfría posteriormente a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan de nuevo. Los sólidos combinados de ácido trimelítico bruto de las dos etapas de separación que contienen aproximadamente un 70-75 % de ácido trimelítico se alimentan seguidamente a la etapa de purificación de ácido trimelítico (Etapa 9).
9. Lavar el ácido trimelítico bruto con disolvente de ácido acético caliente (que contiene aproximadamente un 90-95 % de acético y aproximadamente un 5-10 % de agua) a una temperatura de aproximadamente 90-100 °C. A continuación, la torta lavada se filtra del ácido acético y, posteriormente, la torta filtrada se lava con agua para desplazar cualquier ácido acético. A continuación, el sólido lavado se seca y, posteriormente, se vende o se convierte a anhídrido trimelítico.
10. Enfriar y filtrar el filtrado de disolvente de ácido acético de la Etapa 9, haciendo que el ácido ortoftálico precipite. A continuación, los sólidos se filtran y se retiran del proceso. El disolvente de ácido acético filtrado puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.
- y
11. Hacer reaccionar los licores madre combinados de la Etapa 8 junto con el licor de lavado acuoso de la Etapa 9 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. La lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de TA. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.
- Una realización de la presente descripción, que no forma parte de la invención, para la cual se busca protección, es un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido isoftálico que comprende:
1. Opcionalmente, evaporar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo de planta de ácido isoftálico, opcionalmente, bajo vacío, pudiendo purificarse entonces el ácido acético, opcionalmente, por rectificación.
 2. Remover y calentar la corriente de residuo con una mezcla de aproximadamente un 50 % de metanol y aproximadamente un 50 % de agua a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 50 °C a 80 °C. El extracto se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto filtrado se envía para la evaporación de disolvente y para la extracción adicional de disolvente en la Etapa 3.
 3. Bombear el extracto de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí, el disolvente de metanol/agua se elimina por evaporación. A continuación, el sólido se extrae con tolueno y agua, y la mezcla de dos fases resultante se filtra y, posteriormente, se separa mediante separación de fases en un decantador para generar dos fases líquidas.
 4. Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 3 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico.
 5. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y enviar el ácido benzoico fundido purificado al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de metatoluico para separar el ácido toluico y los productos orgánicos residuales. El ácido

metatoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación del metatoluico y puede reciclarse a la planta de oxidación de ácido isoftálico.

5 6. Disolver la torta de filtro de la Etapa 2 y la Etapa 9 en una solución acuosa de amoníaco (de forma típica, de aproximadamente un 10-30 %, incluyendo de aproximadamente un 20-30 %) a una temperatura de aproximadamente 20-50 °C. La solución resultante se filtra para eliminar cualquier catalizador insoluble presente en los residuos.

10 7. Hacer reaccionar la solución filtrada de la Etapa 6 con un ácido mineral diluido, tal como ácido nítrico, sulfúrico o clorhídrico, para reducir el pH en un proceso de dos etapas. El pH se reduce al intervalo de aproximadamente 4-4,5, lo que hace que el ácido tereftálico precipite. Este sólido, que contiene aproximadamente un 90-95 % de ácido tereftálico y aproximadamente un 5-10 % de ácido isoftálico, se separa de la solución. Los sólidos resultantes se lavan seguidamente con agua y pueden embolsarse para la venta externa.

15 8. Hacer reaccionar el licor madre de la Etapa 7 con ácido mineral para reducir el pH al intervalo de aproximadamente 2,7-3, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. Estos sólidos, que contienen aproximadamente un 91-92 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 8-9 % de ácido tereftálico, se separan de la solución y, posteriormente, se lavan con agua y se reciclan a la planta de oxidación de ácido isoftálico. El licor madre de la Etapa 8 puede tanto desecharse en una planta de tratamiento de efluentes biológicos como puede hacerse reaccionar posteriormente con ácido mineral para precipitar ácido benzoico y ácido trimelítico, si es necesario.

20 9. Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 20 %-40 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría y los sólidos precipitados se separan. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico bruto. Posteriormente se purifica por redisolución en agua caliente, seguida de enfriamiento y centrifugación. El ácido trimelítico purificado puede secarse y embolsarse para su venta.

y

30 10. Hacer reaccionar el licor madre concentrado de la Etapa 9 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. Esta lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y de manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de ácido isoftálico. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.

35 Otra realización adicional de la presente invención es un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido isoftálico, que comprende:

40 1. Opcionalmente, evaporar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo de planta de ácido isoftálico, opcionalmente, bajo vacío, pudiendo purificarse entonces el ácido acético, opcionalmente, por rectificación.

45 2. Agitar y calentar la corriente de residuo con tolueno y agua a aproximadamente de 75 °C a 80 °C. Puede haber agua presente como agua residual en la corriente de residuos. El extracto de dos fases se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto de tolueno filtrado se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido metatoluico brutos en las Etapas 4 y 5.

3. Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 2 para la recuperación del catalizador y del ácido trimelítico en la Etapa 8, y enviar la torta de filtro de la Etapa 2 para la recuperación del ácido tereftálico/ácido isoftálico en la Etapa 6.

50 4. Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico.

55 5. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y el ácido benzoico fundido purificado se envía al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de metatoluico para separar el ácido metatoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido metatoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación de metatoluico y puede reciclarse a la planta de oxidación de IP A.

60 6. Extraer la torta de filtro de la Etapa 3 y de la Etapa 8 con metanol y agua a aproximadamente 60 °C. La lechada se centrifuga/filtra para generar un sólido de ácido tereftálico (que contiene aproximadamente un 90-99 % de ácido tereftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido isoftálico) que puede secarse y embolsarse para la venta.

65 7. Concentrar el centrifugado o filtrado de la Etapa 6 a través de la evaporación y, después, enfriar, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. La lechada resultante seguidamente se separa y se seca. Esto genera un sólido

de ácido isoftálico que contiene aproximadamente un 90-99 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido tereftálico, que puede reciclarse a la planta de oxidación de ácido isoftálico.

5 8. Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 40 %-60 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico bruto. El licor madre se evapora adicionalmente, reduciendo su volumen en un 50 %, y se enfría posteriormente a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan de nuevo. Los sólidos combinados de ácido
10 trimelítico bruto de las dos etapas de separación que contienen alrededor de aproximadamente un 70-75 % de ácido trimelítico se alimentan seguidamente a la etapa de purificación de ácido trimelítico (Etapa 9).

15 9. Lavar el ácido trimelítico bruto con disolvente de ácido acético caliente (que contiene aproximadamente un 90-95 % de acético y aproximadamente un 5-10 % de agua) a una temperatura de aproximadamente 90-100 °C. A continuación, la torta lavada se filtra del ácido acético y, posteriormente, la torta filtrada se lava con agua para desplazar cualquier ácido acético. A continuación, el sólido lavado se seca y, posteriormente, puede venderse o convertirse a anhídrido.

20 10. Enfriar y filtrar el filtrado de disolvente de ácido acético de la Etapa 9, haciendo que el ácido ortoftálico precipite. A continuación, este material se filtra y se retira del proceso. El disolvente de ácido acético filtrado puede reciclarse a la planta de oxidación de ácido isoftálico.

y

25 11. Hacer reaccionar el licor madre de la Etapa 8 junto con el licor de lavado acuoso de la Etapa 9 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. Esta lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y de manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de ácido isoftálico. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.

30 Otra realización adicional de la presente invención es un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido isoftálico, que comprende:

35 1. Opcionalmente, evaporar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo de planta de ácido isoftálico, opcionalmente, bajo vacío, pudiendo purificarse entonces el ácido acético, opcionalmente, por rectificación.

40 2. Agitar y calentar la corriente de residuo con tolueno y agua a aproximadamente de 75 °C a 80 °C. Puede haber agua presente como agua residual en la corriente de residuos. El extracto de dos fases se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto de tolueno filtrado se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido metatoluico brutos en las Etapas 4 y 5.

3. Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 2 para la recuperación del catalizador y del ácido trimelítico en la Etapa 9, y enviar la torta de filtro de la Etapa 2 para la recuperación del ácido tereftálico/ácido isoftálico en la Etapa 6.

45 4. Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico.

50 5. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y enviar el ácido benzoico fundido purificado al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de metatoluico para separar el ácido metatoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido metatoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación del metatoluico y puede reciclarse a la planta de oxidación de ácido isoftálico.

55 6. Disolver la torta de filtro de la Etapa 3 y la Etapa 9 en una solución acuosa de amoníaco (de forma típica, de aproximadamente un 10-30 %, incluyendo de aproximadamente un 20-30 %) a una temperatura de aproximadamente 20-50 °C. La solución resultante se filtra para eliminar cualquier catalizador insoluble presente en los residuos.

60 7. Hacer reaccionar la solución filtrada de la Etapa 6 con un ácido mineral diluido, tal como ácido nítrico, sulfúrico o clorhídrico, para reducir el pH en un proceso de dos etapas. En primer lugar, el pH se reduce al intervalo de aproximadamente 4-4,5, lo que hace que el ácido tereftálico precipite. Este sólido, que contiene aproximadamente un 90-95 % de ácido tereftálico y aproximadamente un 5-10 % de ácido isoftálico, se separa de la solución. Los sólidos resultantes se lavan seguidamente con agua y pueden embolsarse para la venta externa.

65 8. Hacer reaccionar el licor madre de la Etapa 7 con ácido mineral para reducir el pH al intervalo de aproximadamente 2,7-3, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. Los sólidos, que contienen aproximadamente

un 91-92 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 8-9 % de ácido tereftálico, se separan de la solución. A continuación, los sólidos se lavan con agua y se reciclan a la planta de oxidación de ácido isoftálico; el licor madre de la Etapa 8 puede tanto desecharse en una planta de tratamiento de efluentes biológicos como puede hacerse reaccionar posteriormente con ácido mineral para precipitar ácido benzoico y ácido trimelítico, si es necesario.

5 9. Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 40 %-60 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico
10 bruto. El licor madre se evapora adicionalmente, reduciendo su volumen en un 50 %, y se enfría posteriormente a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan de nuevo. Los sólidos combinados de ácido trimelítico bruto procedentes de las dos etapas de separación que contienen aproximadamente un 70-75 % de ácido trimelítico se alimentan, seguidamente, a la etapa de purificación de ácido trimelítico (Etapa 10).

15 10. Lavar el ácido trimelítico bruto con disolvente de ácido acético caliente (que contiene aproximadamente un 90-95 % de acético y aproximadamente un 5-10 % de agua) a una temperatura de aproximadamente 90-100 °C. A continuación, la torta lavada se filtra del ácido acético y, posteriormente, la torta filtrada se lava con agua para desplazar cualquier ácido acético. A continuación, el sólido lavado se seca y, posteriormente, puede venderse o convertirse a anhídrido.

20 11. Enfriar el filtrado de disolvente de ácido acético de la Etapa 10, haciendo que el ácido ortoftálico precipite. A continuación, estos sólidos se filtran y se retiran del proceso. El disolvente de ácido acético filtrado puede reciclarse a la planta de oxidación de ácido isoftálico.

y

25 12. Hacer reaccionar el licor madre de la Etapa 9, junto con el licor de lavado acuoso de la Etapa 10 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. Esta lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y de manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de ácido isoftálico. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.

30 En otra realización adicional de la presente invención hay un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido tereftálico (planta de oxidación de TA) que comprende:

35 1. Opcionalmente, evaporar parcial, o totalmente, el ácido acético y las trazas de agua de una corriente de residuo de planta de ácido tereftálico, opcionalmente, bajo vacío, pudiendo purificarse entonces el ácido acético, opcionalmente, por rectificación.

40 2. Agitar y calentar la corriente de residuo con tolueno y agua a aproximadamente de 75 °C a 80 °C. El extracto de dos fases se filtra (produciendo una torta) y se separa. El extracto de tolueno filtrado se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido paratoluico brutos en las Etapas 4 y 5.

3. Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 2 para la recuperación del catalizador y del ácido trimelítico en la Etapa 9, y enviar la torta de filtro de la Etapa 2 para la recuperación del ácido tereftálico/ácido isoftálico en la Etapa 6.

45 4. Bombear el extracto de tolueno de la Etapa 2 a un sistema de evaporación de disolvente. Aquí el tolueno se elimina por evaporación, y todas las trazas de tolueno se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido se envía a una columna de destilación de benzoico en la Etapa 5.

50 5. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 4 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y enviar el ácido benzoico fundido purificado al escamador. El ácido benzoico puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de paratoluico para separar el ácido paratoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido paratoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación del paratoluico y puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.

55 6. Disolver la torta de filtro de la Etapa 3 y la Etapa 9 en una solución acuosa de amoníaco (de forma típica, aproximadamente un 0-30 %, incluyendo aproximadamente un 20-30 %) a una temperatura de aproximadamente 20-50 °C. La solución resultante se filtra para eliminar cualquier catalizador insoluble presente en los residuos. Esto es especialmente eficaz para eliminar oxalatos de metales del catalizador que pueden estar presentes en la
60 corriente de residuo. Estos oxalatos de metal catalizador pueden tanto reciclarse a la planta de oxidación como convertirse a acetato de metal catalizador mediante una ruta apropiada.

7. Hacer reaccionar la solución filtrada de la Etapa 6 con un ácido mineral diluido, tal como ácido nítrico, sulfúrico o clorhídrico, para reducir el pH en un proceso de dos etapas. El pH se reduce al intervalo de aproximadamente 4-4,5, lo que hace que el ácido tereftálico precipite. Estos sólidos, que contienen aproximadamente un 90-95 %

de ácido tereftálico y aproximadamente un 5-10 % de ácido isoftálico, se separan de la solución. Los sólidos resultantes se lavan seguidamente con agua, y pueden reciclarse a la planta de oxidación de TA.

8. Hacer reaccionar el licor madre de la Etapa 7 con ácido mineral para reducir el pH al intervalo de aproximadamente 2,7-3, lo que hace que el ácido isoftálico precipite. Estos sólidos, que contienen aproximadamente un 91-92 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 8-9 % de ácido tereftálico, se separan de la solución. Los sólidos se lavan seguidamente con agua, se secan y pueden venderse. El licor madre de la Etapa 8 puede tanto desecharse en una planta de tratamiento de efluentes biológicos como puede hacerse reaccionar posteriormente con ácido mineral para precipitar ácido benzoico y ácido trimelítico, si es necesario.

9. Concentrar el extracto acuoso de la Etapa 3 por evaporación de agua hasta aproximadamente un 40 %-60 % del volumen y filtrar en caliente. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se envía a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapa 6). El filtrado se enfría a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan. La torta de sólidos contiene ácido trimelítico bruto. El licor madre se evapora adicionalmente, reduciendo su volumen en un 50 %, y se enfría posteriormente a aproximadamente 30-40 °C y los sólidos precipitados se separan de nuevo. Los sólidos combinados de ácido trimelítico bruto de las dos etapas de separación que contienen aproximadamente un 70-75 % de ácido trimelítico se alimentan, seguidamente, a la etapa de purificación de ácido trimelítico (Etapa 10).

10. Lavar el ácido trimelítico bruto con disolvente de ácido acético caliente (que contiene aproximadamente un 90-95 % de acético y aproximadamente un 5-10 % de agua) a una temperatura de aproximadamente 90-100 °C. A continuación, la torta lavada se filtra del ácido acético y, posteriormente, la torta filtrada se lava con agua para desplazar cualquier ácido acético. A continuación, el sólido lavado se seca y, posteriormente, puede venderse o convertirse a anhídrido trimelítico.

11. Enfriar el filtrado de disolvente de ácido acético de la Etapa 10, haciendo que el ácido ortoftálico precipite. A continuación, los sólidos se filtran y se retiran del proceso. El disolvente de ácido acético filtrado puede reciclarse a la planta de oxidación de TA.

y

12. Hacer reaccionar el licor madre combinado de la Etapa 9 junto con el licor de lavado acuoso de la Etapa 10 con carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso. La lechada se filtra, y los carbonatos de cobalto y manganeso recuperados se reciclan a la planta de oxidación de TA. El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente.

En otra realización adicional de la presente invención hay un proceso que comprende:

1. Producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido tereftálico.

2. Evaporar ácido acético y trazas de agua de la corriente de residuo, bajo vacío o a presión atmosférica, de modo que el ácido acético se recupera y se recicla a la planta de oxidación de TA. El vacío varía de 666 Pa (5 mmHg) a 26664 Pa (200 mmHg).

3. Mezclar la corriente de residuo con una mezcla de un disolvente orgánico y agua a una temperatura de aproximadamente 35 °C a 100 °C, incluyendo de aproximadamente 60 °C a 90 °C y de aproximadamente 75 °C a 80 °C. El disolvente orgánico comprende benceno, tolueno, ciclohexano, éter de petróleo o mezclas de los mismos. Adecuadamente, la relación de residuo a disolvente orgánico a agua está en el intervalo de 0,5-1:0,7 a 2:1-5. La lechada se filtra, produciendo una torta que comprende el material insoluble sin extraer, y el filtrado se separa en dos fases líquidas. El extracto orgánico filtrado es rico en ácidos monocarboxílicos, y se envía para la concentración y posterior aislamiento del ácido benzoico y ácido paratoluico brutos en las Etapas 5 y 6.

Además, el proceso de filtración puede llevarse a cabo utilizando un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, un filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtros de membrana, filtro nucha agitado, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio o cualquier otro dispositivo de separación sólido-líquido.

4. Enviar el extracto de agua filtrada de la Etapa 3, que es rico en ácidos tricarboxílicos y componentes de catalizador, para la recuperación del catalizador y de ácido trimelítico en la Etapa 9. Enviar la torta de filtro de material no extraíble insoluble de la Etapa 3, que es rica en ácidos dicarboxílicos, para la recuperación de ácido tereftálico y ácido isoftálico en las Etapas 7 y 8.

5. Transferir el extracto orgánico de la Etapa 3 al sistema de evaporación de disolvente. Aquí, el disolvente orgánico se elimina por evaporación, y las trazas residuales de disolvente se eliminan bajo vacío. El ácido benzoico bruto fundido resultante se envía a una columna de destilación de benzoico.

6. Fraccionar el ácido benzoico bruto de la Etapa 5 en forma de producto de la parte superior en la columna de destilación de benzoico, y enviar el ácido benzoico fundido purificado a un dispositivo escamador. El ácido benzoico

puro en escamas puede venderse. El producto del fondo de la columna de destilación del ácido benzoico se envía a la columna de destilación de paratoluico para separar el ácido paratoluico y los productos orgánicos residuales. El ácido paratoluico purificado se recupera en forma de producto de la parte superior de la columna de destilación y puede reciclarse a la planta de oxidación de TA, o puede venderse.

5 La columna de destilación fraccionada de ácido benzoico puede funcionar bajo vacío a una presión de aproximadamente 267 Pa (2 mmHg) a aproximadamente 101325 Pa (760 mmHg), incluyendo aproximadamente 667-7999 Pa (5-60 mmHg) y aproximadamente 667-1333 Pa (5-10 mmHg).

10 La columna de destilación fraccionada de ácido paratoluico puede funcionar bajo vacío a una presión de aproximadamente 267 Pa (2 mmHg) a aproximadamente 101325 Pa (760 mmHg), incluyendo aproximadamente 667-7999 Pa (5-60 mmHg) y aproximadamente 667-1333 Pa (5-10 mmHg).

15 El producto del fondo de la columna de ácido paratoluico comprende una gama de compuestos aromáticos que no se recuperan o separan fácilmente. Esta corriente puede desecharse mediante cualquier medio adecuado, incluyendo digestión biológica, vertido en vertedero e incineración, o mezclada con combustible para quemarlo en hornos o calderas.

7. Extraer la torta de filtro de la Etapa 3 con un disolvente secundario que comprende metanol, dimetilformamida y agua, o mezclas de los mismos, a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 30 °C-80 °C, por ejemplo, de aproximadamente 50 °C-60 °C. La lechada resultante de la extracción se separa utilizando un filtro o centrífuga para generar un sólido rico en ácido tereftálico que contiene ácido tereftálico en el intervalo de aproximadamente un 90-99,9 % y ácido isoftálico en el intervalo de aproximadamente un 0,1-10 %, que es adecuado para el reciclado a la planta de oxidación de TA, o que puede secarse para la venta externa. La composición de disolvente utilizado en la extracción anterior puede variar dentro del intervalo de aproximadamente un 10 % de concentración a aproximadamente un 90 % de concentración de metanol o dimetilformamida, o una mezcla de los mismos, siendo el resto agua.

Además, la filtración puede llevarse a cabo utilizando un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, una centrífuga, filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtros de membrana, filtro nucha agitado, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio o cualquier otro dispositivo de separación sólido-líquido.

30 El proceso de secado, también, puede llevarse a cabo con un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, secadores por pulverización, secadores de tubo de vapor giratorios, secadores Porcupine, secadores Rotocone o cualquier otro dispositivo de eliminación de disolventes.

35 Una realización alternativa se obtiene variando la temperatura y la composición del disolvente de extracción, y puede obtenerse un producto mezclado que comprende aproximadamente un 50-90 % de ácido tereftálico y aproximadamente un 10-50 % de ácido isoftálico. El producto mezclado puede filtrarse o centrifugarse y, posteriormente, secarse, siendo dicha mezcla particularmente adecuada para la producción de polímeros de poliéster.

8. Concentrar el licor madre de la etapa de separación en la Etapa 7 mediante evaporación y enfriamiento. Esto hace que el ácido isoftálico precipite. La suspensión acuosa resultante se filtra a continuación o se centrifuga utilizando cualquiera de los dispositivos mencionados en la Etapa 7, y se secan utilizando cualquiera de los dispositivos mencionados en la Etapa 7. En el curso del filtrado del ácido isoftálico, la torta de filtro puede lavarse con disolvente para purificar adicionalmente el ácido isoftálico.

45 El sólido de ácido isoftálico resultante contiene alrededor de aproximadamente un 90-99 % de ácido isoftálico y aproximadamente un 1-10 % de ácido tereftálico, y puede comercializarse y puede utilizarse en la producción de determinadas calidades de polímeros de poliéster.

50 El disolvente, que se evapora en las Etapas 7 y 8, puede purificarse mediante cualquier medio conocido, pero preferentemente mediante destilación fraccionada, y puede reciclarse.

9. Concentrar el extracto acuoso filtrado de la Etapa 3 por evaporación a aproximadamente un 20 %-60 % del disolvente acuoso y se filtra a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 50 °C-100 °C, incluyendo aproximadamente 85 °C-95 °C. Los sólidos retenidos por el filtro comprenden, principalmente, ácido tereftálico y ácido isoftálico, y este material se transfiere a la recuperación de ácido tereftálico/ácido isoftálico (Etapas 7 y 8). El filtrado se enfría a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 20 °C-45 °C, y como resultado de ello, el ácido trimelítico cristaliza. La lechada de ácido trimelítico bruto se filtra o centrifuga dando lugar a una torta que contiene ácido trimelítico bruto. A continuación, esta se purifica por redisolución en agua caliente, seguida de enfriamiento para recrystalizar el ácido trimelítico, que se separa del agua por filtración o centrifugación, y la torta resultante se seca. El ácido trimelítico purificado puede envasarse para su venta. De forma alternativa, el ácido trimelítico puede convertirse al anhídrido mediante la aplicación de destilación a alta temperatura, y el anhídrido resultante puede hacerse escamas para la venta externa.

65 El disolvente acuoso evaporado de cualquier parte de esta etapa puede condensarse y reutilizarse en la Etapa 3 o en cualquier otro lugar del proceso.

y

10. Hacer reaccionar licor madre de la Etapa 9 con carbonato de sodio, ácido oxálico o ácido tartárico, o cualquier otro agente de precipitación para convertir el metal catalizador a una forma insoluble, tal como carbonatos u oxalatos o tartratos. Por ejemplo, si se añade carbonato de sodio para precipitar el carbonato de cobalto y de manganeso, esto se hace a un pH en el intervalo de aproximadamente 7,5-10. La lechada resultante de catalizador insoluble se filtra, las sales de metal del catalizador insolubles recuperadas pueden lavarse para eliminar los ácidos orgánicos residuales y, posteriormente, se reciclan a la planta de oxidación de TA corriente arriba. De forma alternativa, los metales catalizadores pueden secarse utilizando cualquier tipo de dispositivo de secado, para la venta comercial.

El licor madre filtrado puede enviarse para el tratamiento del efluente biológico. De forma alternativa, el licor madre filtrado puede procesarse para recuperar bromuro de sodio o ácido bromhídrico mediante acidificación, utilizando ácido sulfúrico u otros ácidos minerales concentrados.

Para recuperar las sales de metales catalizadores insolubles, puede utilizarse cualquier tipo de dispositivo de separación de sólido-líquido, incluyendo centrifugas, filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtros de membrana, filtros nucha agitados, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio o cualquier otro dispositivo de filtración.

Otra realización de la presente invención puede caracterizarse por un proceso para recuperar componentes de una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarboxílico aromático (p. ej., una planta de oxidación de TA) que comprende las siguientes etapas:

(i) Recoger el residuo en un recipiente bajo vacío para eliminar las trazas de ácido acético y reciclar al proceso de oxidación. El vacío varía de aproximadamente 700 Pa a 26700 Pa (5 mmHg a 200 mmHg).

(ii) Someter el residuo a la extracción por disolvente mediante los disolventes benceno, tolueno, ciclohexano, éter de petróleo y agua, en relaciones conocidas. La relación para residuo a disolvente orgánico a agua está en el intervalo de aproximadamente 0,5-1:0,7 a 2:1-5 y la extracción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 40 °C a 100 °C.

(iii) Filtrar dicho contenido en un filtro para producir una torta rica en ácido tereftálico y ácido isoftálico, y un filtrado rico en ácido benzoico, ácido paratoluico, cobalto, manganeso, bromuro y ácido trimelítico. La filtración puede llevarse a cabo utilizando un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtro de membrana, filtro nucha agitado, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio o cualquier otro dispositivo de separación sólido-líquido.

(iv) Lavar la torta de filtro de la Etapa (iii) con disolvente, tal como metanol, dimetilformamida, agua o mezclas de los mismos, o ácido acético, para obtener una torta rica en ácido tereftálico y un filtrado rico en ácido isoftálico. La filtración puede llevarse a cabo en un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, una centrifuga, filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtro de membrana, filtro nucha agitado, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio o cualquier otro dispositivo de separación sólido-líquido. El lavado y filtración se llevan a cabo a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 50 °C a 90 °C.

(v) Secar la torta de la Etapa (iv) para obtener un ácido tereftálico purificado. El proceso de secado puede llevarse a cabo utilizando un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, secadores por pulverización, secadores de vapor giratorios, secadores Rotocone o cualquier otro dispositivo de eliminación de disolventes.

(vi) Someter el filtrado de la Etapa (iv) a concentración y recuperación del disolvente para el reciclado. El concentrador puede ser de cualquier tipo de dispositivo de evaporación o dispositivo de destilación, o cualquier otro dispositivo de concentración de sólidos.

(vii) Lavar de nuevo la masa concentrada de la Etapa (vi) con un disolvente, tal como metanol, dimetilformamida, agua o mezclas de los mismos, o ácido acético. La concentración del disolvente puede variar en el intervalo de aproximadamente 10 % de concentración a aproximadamente 90 % de concentración, siendo el resto agua.

(viii) Concentrar, filtrar y secar la masa en la Etapa (vii) para recuperar ácido isoftálico puro. El concentrador puede ser cualquier tipo de dispositivo de evaporación o de destilación. Preferiblemente, la filtración puede llevarse a cabo utilizando un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtro de membrana, filtro nucha agitado, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio, centrifuga o cualquier otro dispositivo de separación sólido-líquido. De forma adecuada, el secador puede ser un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, secadores por pulverización, secadores de vapor giratorios, secadores Rotocone o cualquier otro dispositivo de eliminación de disolventes.

(ix) Reciclar el filtrado que sale de la Etapa (viii) para su reutilización como disolvente de reciclado.

(x) Recoger el filtrado de la Etapa (iii) en un recipiente de recogida y dejar tiempo suficiente para la separación de las fases orgánica y acuosa.

5 (xi) Recoger la capa orgánica de la Etapa (x) y someterla a concentración por evaporación para recuperar y reutilizar el disolvente. La recuperación de disolvente puede lograrse en cualquier tipo de dispositivo de evaporación o dispositivo de destilación, o cualquier otro dispositivo de concentración de sólidos.

10 (xii) Fraccionar los fondos de la Etapa (xi) por destilación y recuperar el ácido benzoico puro en forma de un producto de la parte superior. El fraccionamiento se lleva a cabo en el intervalo de temperatura de aproximadamente 100 °C a 150 °C.

15 (xiii) Destilar el producto de fondo de la Etapa (xii) para recuperar ácido paratoluico. La destilación se lleva a cabo en el intervalo de temperatura de aproximadamente 120 °C a 180 °C.

20 (xiv) Tratar el residuo de la Etapa (xiii) por digestión biológica, vertido en vertedero, incineración o mezclado con combustible para quemarlo en hornos o calderas, o cualquier otro medio adecuado.

25 (xv) Recoger la capa acuosa de la Etapa (x) y someterla a concentración para la recuperación del disolvente y reutilizar del disolvente. La recuperación de disolvente se lleva a cabo en cualquier tipo de dispositivo de evaporación o dispositivo de destilación, o cualquier otro dispositivo de concentración de sólidos.

30 (xvi) Enfriar el concentrado, precipitar los sólidos y a continuación filtrar los sólidos para obtener una torta rica en ácido trimelítico y un filtrado rico en cobalto, manganeso y bromuro. La filtración puede llevarse a cabo utilizando un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, filtro convencional de bolsa o de cartucho, filtro de membrana, filtro nucha agitado, filtro de vacío giratorio, filtro de presión giratorio o cualquier otro dispositivo de separación sólido-líquido.

35 (xvii) Tratar la torta de la Etapa (xvi) y someterla a purificación adicional mediante resuspensión o recristalización y separación sólido-líquido. El dispositivo empleado puede ser cualquier tipo de dispositivo de separación sólido-líquido. El producto separado es ácido trimelítico, que se seca en un secador. El tipo de secador puede ser un dispositivo tal como, aunque sin carácter limitativo, secadores por pulverización, secadores de vapor giratorios, secadores Rotocone o cualquier otro dispositivo de eliminación de disolventes.

40 (xviii) Precipitar el filtrado de la Etapa (xvi), que es rico en cobalto y manganeso, mediante la reacción con carbonato de sodio, ácido oxálico, ácido tartárico o cualquier otro agente para convertir el metal pesado a una forma insoluble, tal como acetato, carbonato, oxalato, tartrato u otro precipitado.

y

45 (xix) Filtrar el precipitado de la Etapa (xviii) para separar las sales de cobalto y manganeso en forma de torta que puede reciclarse a la planta de oxidación de TA, o que puede tratarse posteriormente para convertir las sales metálicas a una forma alternativa (p. ej., carbonatos a acetatos) y luego enviarse a la planta de oxidación de TA, o secarse y venderse. El secado puede llevarse a cabo utilizando secadores por pulverización, secadores de vapor giratorios, secadores Rotocone o cualquier otro dispositivo de secado.

50 El bromuro que sale del filtrado puede tanto enviarse a un efluente para el tratamiento como ir a una unidad de recuperación de bromo. Sin embargo, en la Etapa (xviii) si se utiliza ácido acético, todo el contenido puede reciclarse a la planta de oxidación de TA con reciclado de bromo junto con cobalto y manganeso.

55 Los procesos de producción de ácido carboxílico aromático en los que la presente invención puede aplicarse, son aquellos procesos que se emplean a escala comercial para la producción de ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico y ácido trimelítico, en los que el disolvente de ácido carboxílico alifático puede ser ácido acético.

60 La presente invención se comprenderá mejor haciendo referencia a la Figura 1, que representa una realización de la presente invención para la recuperación de productos químicos y catalizador de la fabricación de ácido tereftálico.

65 Con referencia a la Figura 1, el conducto 1 es la entrada para el residuo. El residuo entra en el recipiente 'A' de recogida que, opcionalmente, se somete a eliminación del ácido acético a través del conducto 2. Los conductos 3 y 4 son para cargar los disolventes orgánicos y acuosos, respectivamente. El conducto 5 alimenta el contenido del recipiente 'A' a la unidad 'B' de filtración.

El filtrado de 'B' pasa al recipiente 'C' de separación a través del conducto 7 para la separación de la capa orgánica y acuosa. El conducto 8 lleva la capa orgánica a la sección 'D' de recuperación de disolvente y el conducto 9 dirige la capa acuosa al concentrador 'E'.

El disolvente orgánico se recupera en 'D' y se devuelve al proceso por el conducto 10. Los fondos procedentes de 'D' se alimentan a la unidad 'F' de fraccionamiento por el conducto 11. El producto de la parte superior de la unidad 'F' de fraccionamiento se recupera a través del conducto 12, este producto es ácido benzoico. Los fondos

de la unidad 'F' de fraccionamiento se llevan a otra torre 'G' de destilación por el conducto 13 para la purificación y recuperación de ácido paratoluico. El ácido paratoluico purificado se recupera a través de la corriente 14, y el producto del fondo (residuo) se envía para su eliminación a través del conducto 15.

- 5 El disolvente acuoso se recicla del concentrador 'E' a la línea 4 de alimentación en forma de disolvente recuperado a través del conducto 16. Los fondos concentrados de 'E' se filtran en el filtro 'H' a través de la línea 17 de alimentación. La torta de filtro 'H' es rica en ácido tereftálico y ácido isoftálico, y se vuelve a reciclar para la recuperación de ácido tereftálico e isoftálico en Q a través del conducto 41.
- 10 El filtrado se alimenta al refrigerador 'I' a través de la línea 18 de alimentación. La salida del refrigerador se filtra en el filtro 'J' a través de la línea 19 de alimentación. La torta de filtro de salida 'J' se alimenta a través del conducto 26 en el cristizador 'K'. Los cristales de 'K', a través de la línea 27, se filtran en el filtro 'L' para aislar el ácido trimelítico, que se transfiere a través del conducto 28 al secador 'M' para la recuperación del producto seco de ácido trimelítico.
- 15 El filtrado del filtro 'J' se recoge en un recipiente 'N' a través del conducto 20. Este filtrado se precipita añadiendo ácido oxálico o carbonato sódico a través de la línea 21 de alimentación. La mezcla de cobalto y manganeso precipitada se alimenta al filtro 'O' a través del conducto 22. La torta de filtro 'O' se recicla a la planta de oxidación de TA por el conducto 23. El filtrado de 'O' se envía a través del conducto 24 a la planta de tratamiento de efluentes para su eliminación.
- 20 La torta de filtro 'B' se recoge en el recipiente 'Q' de extracción a través del conducto 6, y la torta de filtro 'H' se recoge en el recipiente 'Q' de extracción a través del conducto 41. El conducto 29 alimenta otro disolvente al recipiente 'Q' de extracción para la extracción de ácido tereftálico y ácido isoftálico.
- 25 El material de extracción se alimenta al filtro 'R' a través del conducto 30. La torta sale del conducto 33 y se seca en el secador 'S' para producir ácido tereftálico a través del conducto 42, que puede reciclarse a la planta de oxidación de TA, o como producto para su venta.
- 30 El filtrado de 'R' va al vaporizador 'T' de disolvente a través del conducto 31. El disolvente evaporado se alimenta por el conducto 44 a la unidad 'Y' de procesado de disolvente, desde donde se recicla a 'Q' a través del conducto 32. La torta del conducto 34 se lava en el recipiente 'U' con otro disolvente procedente del conducto 35. Esta masa se alimenta a través del conducto 36 al refrigerador 'V', donde se forma una lechada de ácido isoftálico.
- 35 La lechada de ácido isoftálico que sale de 'V' se alimenta a través del conducto 38 al filtro 'W'. El disolvente de 'W' se recicla a la unidad 'Y' de recuperación de disolvente a través del conducto 37, y la torta de ácido isoftálico se alimenta al secador 'X' a través del conducto 40.
- El producto del secador que sale de 'X' es ácido isoftálico, y puede transferirse a través del conducto 43 en forma de producto para la venta.
- 40 De forma típica, en todas las realizaciones anteriores, cuando el ácido policarboxílico aromático fabricado comprende ácido tereftálico, la corriente de residuo comprende aproximadamente del 2 al 25 por ciento en peso de ácido acético, aproximadamente del 10 al 50 por ciento en peso de agua, aproximadamente del 50 al 60 por ciento en peso de componentes orgánicos (principalmente, ácido benzoico aproximadamente del 20 al 40 por ciento en peso, ácido isoftálico aproximadamente 5-20 por ciento en peso, y ácido o-ftálico aproximadamente del 4 al 5 por ciento en peso), y componentes catalizadores que comprenden aproximadamente del 0,2 al 1,5 por ciento en peso de cobalto, aproximadamente del 0,2 al 2 por ciento en peso de manganeso, y aproximadamente del 2 al 5 por ciento en peso de ácido bromhídrico, o de la sal sódica del mismo. Se entiende que el residuo específico variará con las alimentaciones y las condiciones del proceso, y el proceso de esta invención no se limita en modo alguno por esta composición particular del efluente del reactor.
- 50

REIVINDICACIONES

1. Un proceso que comprende:

- 5 (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarboxílico aromático por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente, en donde el ácido policarboxílico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos;
- 10 (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuos con dos fases líquidas, seguida por filtración; en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica,
- 15 y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos; y
- 20 (c) separar al menos un ácido policarboxílico aromático de la corriente rica en ácido dicarboxílico.

2. El proceso de la reivindicación 1 que comprende:

- 30 (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de un ácido policarboxílico aromático por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente, en donde el ácido policarboxílico aromático comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ortoftálico, ácido trimelítico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos;
- 35 (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuos con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno,
- 40 benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos;
- 45 (c) separar al menos un ácido monocarboxílico aromático de la corriente rica en ácido monocarboxílico;
- 50 (d) separar al menos un ácido dicarboxílico aromático de la corriente rica en ácido dicarboxílico; y
- 55 (e) separar al menos un catalizador de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico.

3. El proceso de la reivindicación 1 o de la reivindicación 2, que comprende, además, la Etapa (d) de separar el ácido trimelítico o sus isómeros de la corriente rica en ácido tricarboxílico y del catalizador después de la Etapa (d).

60 4. El proceso de la reivindicación 1 que comprende:

- (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido tereftálico por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente;
- 65 (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuos con dos fases líquidas,

- seguida de filtración, en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos;
- (c) separar el ácido benzoico y el ácido paratoluico de la corriente rica en ácido monocarboxílico;
- (d) separar el ácido tereftálico y el ácido isoftálico de la corriente rica en ácido dicarboxílico;
- (e) separar el ácido trimelítico de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico; y
- (f) separar una sal de cobalto y una sal de manganeso de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico.
5. El proceso de la reivindicación 1 que comprende:
- (a) producir una corriente de residuo de la fabricación de ácido isoftálico por oxidación en fase líquida del precursor aromático correspondiente;
- (b) separar la corriente de residuo en una corriente rica en ácido dicarboxílico, una corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico, y una corriente rica en ácido monocarboxílico, en donde la separación comprende la extracción simultánea de la corriente de residuos con dos fases líquidas, seguida de filtración, en donde el ácido monocarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido benzoico, ácido paratoluico y sus isómeros, y mezclas de los mismos, en donde el ácido dicarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico y mezclas de los mismos, en donde el ácido tricarboxílico comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido trimésico y mezclas de los mismos, en donde el catalizador comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en una sal de cobalto, una sal de manganeso, ácido bromhídrico, vanadio, cromo, hierro, molibdeno, níquel, cerio, circonio, hafnio y mezclas de los mismos, en donde el ácido bromhídrico puede estar presente en forma de sal sódica, y en donde la extracción simultánea en dos fases de residuos implica el uso de agua y de un disolvente orgánico que comprende al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en tolueno, benceno, ciclohexano, éter de petróleo y mezclas de los mismos;
- (c) separar el ácido benzoico y el ácido metatoluico de la corriente rica en ácido monocarboxílico;
- (d) separar el ácido tereftálico y el ácido isoftálico de la corriente rica en ácido dicarboxílico;
- (e) separar el ácido trimelítico de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico; y
- (f) separar una sal de cobalto y una sal de manganeso de la corriente rica en catalizador y en ácido tricarboxílico.
6. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2, 4 y 5, que comprende, además, la Etapa (a_i) eliminar el ácido acético de la corriente de residuo después de la etapa (a).
7. El proceso de la reivindicación 4 o de la reivindicación 5, en donde el efluente resultante de la Etapa (f) de recuperación de catalizador se somete, además, a la recuperación del ácido bromhídrico mediante la acidificación del efluente utilizando un ácido mineral concentrado, tal como ácido sulfúrico.
8. El proceso de la reivindicación 4 o de la reivindicación 5, en donde la separación de la Etapa (d) comprende el uso de un álcali seleccionado del grupo que consiste en amoníaco acuoso, hidróxido sódico e hidróxido potásico.
9. El proceso de la reivindicación 4 o de la reivindicación 5, en donde la separación de la Etapa (d) comprende el uso de un disolvente, en donde el ácido isoftálico es soluble en el disolvente, y el ácido tereftálico es insoluble en el disolvente.
10. El proceso de la reivindicación 9, en donde el disolvente se selecciona del grupo que consiste en metanol, una mezcla de metanol y agua, y dimetilformamida.
11. El proceso de la reivindicación 5, en donde al menos una etapa de separación comprende, i) opcionalmente, añadir una solución acuosa, ii) evaporar al menos algo de agua, iii) enfriar, iv) filtrar un precipitado, y v) repetir las Etapas ii) a iv) para producir una corriente purificada.

12. El proceso de la reivindicación 11, en donde el precipitado de la Etapa iv) comprende ácido tricarbólico bruto, y el ácido tricarbólico bruto se purifica adicionalmente añadiendo agua, evaporando al menos parte del agua, y enfriándolo para producir un ácido tricarbólico purificado adicionalmente.
- 5 13. El proceso de la reivindicación 11, en donde el precipitado de la Etapa iv) comprende ácido tricarbólico bruto, y el ácido tricarbólico bruto se purifica adicionalmente lavándolo con una mezcla de ácido acético y agua, y luego lavándolo con agua para producir un ácido tricarbólico purificado adicionalmente.

