



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007111928/12, 29.08.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.08.2005

(30) Конвенционный приоритет:
02.09.2004 US 60/606,731
29.11.2004 US 60/631,400
16.06.2005 US 11/154,396

(43) Дата публикации заявки: 10.10.2008

(45) Опубликовано: 10.08.2009 Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: WO 2004/052820 A1, 24.06.2004. US 6057475
A, 02.05.2000. EP 0274020 A1, 13.07.1988. RU
2186614 C2, 10.08.2002.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: 02.04.2007

(86) Заявка РСТ:
US 2005/031051 (29.08.2005)

(87) Публикация РСТ:
WO 2006/028873 (16.03.2006)

Адрес для переписки:
129090, Москва, ул.Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. А.В.Мицу, рег.№ 364

(72) Автор(ы):

УАНДЕРЗ Алан Джордж (US),
ПАРТИН Ли Рейнолдс (US),
СТРАССЕР Уэйн Скотт (US),
ДЕ ВРЕДЭ Марсель (NL)

(73) Патентообладатель(и):

ИСТМАН КЕМИКАЛ КОМПАНИ (US)

(54) ОПТИМИЗИРОВАННОЕ ЖИДКОФАЗНОЕ ОКИСЛЕНИЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к оптимизированному способу и устройству для проведения жидкофазного окисления ароматических соединений. Окисление соединения в жидкой фазе многофазной реакционной среды осуществляют в зоне реакции барботажной колонны реакторного типа. Зона реакции включает нижнюю и верхнюю секции. Нижняя секция имеет первую максимальную площадь горизонтального

поперечного сечения, а верхняя часть - вторую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения. При этом первая максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает вторую максимальную площадь поперечного сечения. Обеспечивается более эффективное и экономичное проведение реакции при относительно низких температурах. 2 н. и 31 з.п. ф-лы, 58 ил., 4 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2007111928/12, 29.08.2005**

(24) Effective date for property rights:
29.08.2005

(30) Priority:
02.09.2004 US 60/606,731
29.11.2004 US 60/631,400
16.06.2005 US 11/154,396

(43) Application published: **10.10.2008**

(45) Date of publication: **10.08.2009 Bull. 22**

(85) Commencement of national phase: **02.04.2007**

(86) PCT application:
US 2005/031051 (29.08.2005)

(87) PCT publication:
WO 2006/028873 (16.03.2006)

Mail address:
129090, Moskva, ul.B.Spaskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. A.V.Mitsu, reg.№ 364

(72) Inventor(s):
UANDERZ Alan Dzhordzh (US),
PARTIN Li Rejnolds (US),
STRASSER Uehjn Skott (US),
DE VREDEh Marsel' (NL)
(73) Proprietor(s):
ISTMAN KEMIKAL KOMPANI (US)

(54) OPTIMISED LIQUID-PHASE OXIDATION

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention refers to the optimised method and to the device for liquid-phase oxidation of aromatic compounds. The oxidation in liquid phase of the multiphase reaction is carried out in the bubble column reactor. The reaction zone includes the lower and upper sections. The lower section has the first maximal area of horizontal cross section, and the upper one - the second maximal area

of horizontal cross section. The first maximal area of horizontal cross section is at least at approximately 10% exceeds the second maximal area of horizontal cross section which provides more efficient and economical reaction implementation at relatively low temperatures.

EFFECT: providing of more efficient and economical reaction implementation at relatively low temperatures.

33 cl, 60 dwg, 10 ex

Данное изобретение в общем случае относится к способу жидкофазного каталитического окисления ароматического соединения. Один аспект изобретения относится к частичному окислению диалкилароматического соединения (например, параксилола) с получением сырой неочищенной ароматической дикарбоновой кислоты (например, сырой неочищенной терефталевой кислоты), которую после этого можно будет подвергнуть очистке и разделению. Еще один аспект изобретения относится к улучшенной барботажной колонне реакторного типа, которая позволяет реализовать более эффективный и экономичный способ жидкофазного окисления.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Реакции жидкофазного окисления используют в широком ассортименте существующих промышленных способов. Например, жидкофазное окисление в настоящее время используют для окисления альдегидов до кислот (например, пропионового альдегида до получения пропионовой кислоты), окисления циклогексана до адипиновой кислоты и окисления алкилароматики до спиртов, кислот или дикислот. Способом промышленного окисления, имеющим в особенности большое значение и относящимся к последней категории (окисление алкилароматики), является жидкофазное каталитическое частичное окисление параксилола до терефталевой кислоты. Терефталевая кислота представляет собой важное соединение, характеризующееся широким ассортиментом сфер применения. Основным направлением использования терефталевой кислоты является использование в качестве исходного сырья при получении полиэтилентерефталата (ПЭТФ). ПЭТФ представляет собой хорошо известный пластик, используемый в больших количествах по всему миру для получения бутылок, волокон и упаковки.

В типичном способе жидкофазного окисления, включающем частичное окисление параксилола до терефталевой кислоты, поток жидкофазного исходного подаваемого материала и поток газофазного окислителя вводят в реактор, и в реакторе они образуют многофазную реакционную среду. Вводимый в реактор поток жидкофазного исходного подаваемого материала содержит, по меньшей мере, одно окисляемое органическое соединение (например, параксилон), в то время как поток газофазного окислителя содержит молекулярный кислород. По меньшей мере, часть молекулярного кислорода, вводимого в реактор в качестве газа, растворяется в жидкой фазе реакционной среды, что обеспечивает доступность кислорода для жидкофазной реакции. Если жидкая фаза многофазной реакционной среды будет содержать недостаточную концентрацию молекулярного кислорода (то есть, если определенные части реакционной среды будут «обеднены кислородом»), то тогда нежелательные побочные реакции могут привести к образованию примесей, и/или целевые реакции могут замедлиться по скорости. Если жидкая фаза реакционной среды будет содержать чрезмерно мало окисляемого соединения, то тогда скорость реакции может оказаться нежелательно низкой. Кроме того, если жидкая фаза реакционной среды будет содержать избыточную концентрацию окисляемого соединения, то тогда дополнительные нежелательные побочные реакции могут привести к образованию примесей.

Обычно используемые реакторы жидкофазного окисления оборудуют средствами перемешивания многофазной реакционной среды, содержащейся в них.

Перемешивание реакционной среды проводят в целях стимулирования растворения молекулярного кислорода в жидкой фазе реакционной среды, поддержания относительно однородных концентраций растворенного кислорода в жидкой фазе реакционной среды и поддержания в жидкой фазе реакционной среды относительно

однородных концентраций окисляемого органического соединения.

Перемешивание реакционной среды, подвергающейся жидкофазному окислению, зачастую проводят при использовании механических средств перемешивания в емкостях, таких как, например, проточные реакторы смешения (CSTR). Несмотря на то, что реакторы CSTR могут обеспечить проведение тщательного перемешивания реакционной среды, реакторам CSTR свойственны несколько недостатков. Например, реакторы CSTR характеризуются относительно высоким уровнем капитальных затрат вследствие наличия у них потребности в дорогостоящих двигателях, подшипниках с жидкостным уплотнением и приводных валах и/или сложных перемешивающих механизмах. Кроме того, вращающиеся и/или осциллирующие механические компоненты обычно используемых реакторов CSTR требуют регулярного проведения технологического обслуживания. Работы и время остановки, связанные с проведением такого технического обслуживания, увеличивают эксплуатационные затраты для реакторов CSTR. Однако даже при регулярном проведении технического обслуживания механические системы перемешивания, используемые в реакторах CSTR, подвержены отказам механической части и могут потребовать замены по истечении относительно коротких периодов времени.

Барботажные колонны реакторного типа представляют собой привлекательную альтернативу для реакторов CSTR и других реакторов окисления с механическим перемешиванием. Барботажные колонны реакторного типа обеспечивают перемешивание реакционной среды без необходимости в дорогостоящем и ненадежном механическом оборудовании. Барботажные колонны реакторного типа обычно включают удлиненную вертикальную зону реакции, внутри которой содержится реакционная среда. Перемешивание реакционной среды в зоне реакции обеспечивается главным образом за счет естественного всплывания пузырьков газа, поднимающихся через жидкую фазу реакционной среды. Данное обусловленное естественным всплыванием перемешивание, достигаемое в барботажных колоннах реакторного типа, приводит к уменьшению капитальных затрат и расходов на техническое обслуживание по сравнению с реакторами с механическим перемешиванием. Кроме того, по существу отсутствие подвижных механических деталей, связанное с барботажными колоннами реакторного типа, обеспечивает получение системы окисления, которая менее подвержена отказам механической части по сравнению с реакторами с механическим перемешиванием.

Если жидкофазное частичное окисление параксилола будут проводить в обычно используемом реакторе окисления (CSTR или барботажная колонна), тогда продуктом, отбираемым из реактора, обычно будет являться суспензия, содержащая сырую неочищенную терефталевую кислоту (СТА) и маточный раствор. СТА характеризуется относительно высокими уровнями содержания примесей (например, 4-карбоксибензальдегида, пара-толуиловой кислоты, флуоренонов и других окрашенных веществ), что делает ее непригодной для использования в качестве исходного сырья при получении ПЭТФ. Таким образом, СТА, полученную в обычно используемых реакторах окисления, обычно подвергают технологическому процессу очистки, который превращает СТА в очищенную терефталевую кислоту (РТА), подходящую для использования при получении ПЭТФ.

Один типичный способ очистки при превращении СТА в РТА включает следующие далее стадии: (1) замена маточного раствора в суспензии, содержащей СТА, на воду (2) нагревание суспензии СТА/вода для растворения СТА в воде (3) каталитическое гидрирование раствора СТА/вода для превращения примесей в более

желательные и/или легче отделяемые соединения (4) осаждение полученной в результате РТА из подвергнутого гидрированию раствора при использовании нескольких стадий кристаллизации и (5) отделение закристаллизованной РТА от остающихся жидкостей. Несмотря на свою эффективность, данный тип обычно

используемого способа очистки может оказаться очень дорогостоящим. Индивидуальные факторы, вносящие свой вклад в высокую стоимость обычно используемых способов очистки СТА, включают, например, тепловую энергию, необходимую для стимулирования растворения СТА в воде, катализатор, необходимый для проведения гидрирования, поток водорода, необходимый для проведения гидрирования, потери выхода, вызванные гидрированием некоторой части терефталевой кислоты, и наличие нескольких емкостей, необходимых для проведения многоступенчатой кристаллизации. Таким образом, было желательным предложение продукта СТА, который можно было очищать без растворения в воде при нагревании, гидрировании и/или многоступенчатой кристаллизации.

ЦЕЛИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Поэтому цель настоящего изобретения заключается в предложении более эффективных и экономичных реактора и способа жидкофазного окисления.

Другая цель изобретения заключается в предложении более эффективных и экономичных реактора и способа для жидкофазного каталитического частичного окисления параксилола до терефталевой кислоты.

Еще одна цель изобретения заключается в предложении барботажной колонны реакторного типа, которая облегчает проведение улучшенных реакций жидкофазного окисления при пониженной эффективности образования примесей.

И еще одна цель изобретения заключается в предложении более эффективной и экономичной системы, предназначенной для получения чистой терефталевой кислоты (РТА) в результате проведения жидкофазного окисления параксилола с получением сырой неочищенной терефталевой кислоты (СТА), а после этого очистки СТА до получения РТА.

Дополнительная цель изобретения заключается в предложении барботажной колонны реакторного типа, предназначенной для окисления параксилола и получения продукта СТА, способного подвергнуться очистке без растворения СТА в воде при нагревании, гидрировании растворенной СТА и/или многоступенчатой кристаллизации гидрированной РТА.

Необходимо отметить, что объем настоящего изобретения, определенный в прилагаемой формуле изобретения, не ограничивается способами или аппаратами, способными обеспечить реализацию всех целей, перечисленных выше. Вместо этого объем заявленного изобретения может включать широкий ассортимент систем, которые не позволяют добиться достижения всех или любых из перечисленных выше целей. Дополнительные цели и преимущества настоящего изобретения станут вполне очевидными для специалиста в соответствующей области техники после ознакомления со следующим далее подробным описанием и сопутствующими чертежами.

КРАТКОЕ ИЗЛОЖЕНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Один вариант реализации настоящего изобретения относится к способу, включающему окисление окисляемого соединения в жидкой фазе многофазной реакционной среды, содержащейся в зоне реакции барботажной колонны реакторного типа, где зона реакции включает нижнюю часть, имеющую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения, и верхнюю часть, имеющую минимальную площадь горизонтального поперечного сечения, где максимальная площадь

поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает минимальную площадь поперечного сечения.

Другой вариант реализации настоящего изобретения относится к способу, включающему следующие далее стадии: (а) получение многофазной реакционной среды в барботажной колонне реакторного типа; (b) стимулирование подъема газовой фазы реакционной среды через нижнюю секцию реактора таким образом, чтобы газовая фаза реакционной среды характеризовалась первым усредненным по времени расходом на единицу сечения потока на половине высоты нижней секции; и (с) стимулирование подъема, по меньшей мере, части газовой фазы через верхнюю секцию реактора таким образом, чтобы газовая фаза реакционной среды характеризовалась вторым усредненным по времени расходом на единицу сечения потока на половине высоты верхней секции, где второй расход на единицу сечения потока, по меньшей мере, приблизительно на 15% превышает первый расход на единицу сечения потока.

Еще один вариант реализации настоящего изобретения относится к способу получения очищенной терефталевой кислоты, включающему следующие далее стадии: (а) окисление параксилола в жидкой фазе трехфазной реакционной среды, содержащейся в зоне реакции барботажной колонны реакторного типа, с получением, таким образом, сырой неочищенной терефталевой кислоты, где зона реакции включает нижнюю часть, имеющую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения, и верхнюю часть, имеющую минимальную площадь горизонтального поперечного сечения, где максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает минимальную площадь поперечного сечения; и (b) окисление, по меньшей мере, части сырой неочищенной терефталевой кислоты в реакторе вторичного окисления с получением, таким образом, более чистой терефталевой кислоты.

И еще один вариант реализации настоящего изобретения относится к барботажной колонне реакторного типа. Барботажная колонна реакторного типа включает корпус. Корпус определяет зону реакции. Зона реакции включает нижнюю секцию, имеющую первую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения, и верхнюю секцию, имеющую вторую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения. Первая максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает вторую максимальную площадь поперечного сечения.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

Предпочтительные варианты реализации изобретения подробно описываются далее со ссылкой на прилагаемые фигуры, где:

фиг.1 представляет собой вид сбоку реактора окисления, сконструированного в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, в частности, иллюстрирующего введение потоков исходного подаваемого материала, окислителя и флегмы в реактор, присутствие в реакторе многофазной реакционной среды и отбор газа и суспензии из верха и низа реактора, соответственно;

фиг.2 представляет собой увеличенный вид сбоку в разрезе низа барботажной колонны реакторного типа по линии 2-2 на фиг.3, в частности, иллюстрирующий местоположение и конфигурацию барботера для окислителя, используемого для введения в реактор потока окислителя;

фиг.3 представляет собой вид сверху барботера для окислителя фиг.2, в частности, иллюстрирующий отверстия для окислителя в области верха барботера для окислителя;

фиг.4 представляет собой вид снизу для барботера для окислителя фиг.2, в частности, иллюстрирующий отверстия для окислителя внизу барботера для окислителя;

фиг.5 представляет собой вид сбоку в разрезе барботера для окислителя по линии 5-5 на фиг.3, в частности, иллюстрирующий ориентацию отверстий для окислителя в областях верха и низа барботера для окислителя;

фиг.6 представляет собой увеличенный вид сбоку нижней части барботажной колонны реакторного типа, в частности, иллюстрирующий систему, предназначенную для введения в реактор потока исходного подаваемого материала в нескольких разнесенных по высоте позициях;

фиг.7 представляет собой вид сверху в разрезе по линии 7-7 на фиг.6, в частности, иллюстрирующий то, как система введения исходного подаваемого материала, продемонстрированная на фиг.6, распределяет поток исходного подаваемого материала в зоне предпочтительной радиальной подачи исходного подаваемого материала (FZ) и более чем одном азимутальном квадранте (Q_1 , Q_2 , Q_3 , Q_4);

фиг.8 представляет собой вид сверху в разрезе, подобный фиг.7, но иллюстрирующий альтернативное средство выпуска потока исходного подаваемого материала в реактор, использующее байонетные трубы, каждая из которых имеет множество небольших отверстий для исходного подаваемого материала;

фиг.9 представляет собой изометрическое изображение альтернативной системы, предназначенной для введения потока исходного подаваемого материала в зону реакции в нескольких разнесенных по высоте позициях без необходимости наличия нескольких точек ввода в емкость, в частности, иллюстрирующее, что система распределения исходного подаваемого материала может отчасти опираться на барботер для окислителя;

фиг.10 представляет собой вид сбоку системы распределения исходного подаваемого материала с одной точкой ввода в емкость и барботера для окислителя, проиллюстрированных на фиг.9;

фиг.11 представляет собой вид сверху в разрезе по линии 11-11 на фиг.10 и дополнительно иллюстрирующий систему распределения исходного подаваемого материала с одной точкой ввода в емкость, опирающуюся на барботер для окислителя;

фиг.12 представляет собой изометрическое изображение альтернативного барботера для окислителя, имеющего все отверстия для окислителя расположенными в области низа кольцевого элемента;

фиг.13 представляет собой вид сверху альтернативного барботера для окислителя фиг.12;

фиг.14 представляет собой вид снизу альтернативного барботера для окислителя фиг.12, в частности, иллюстрирующий местоположение нижних отверстий, предназначенных для введения потока окислителя в зону реакции;

фиг.15 представляет собой вид сбоку в разрезе барботера для окислителя, по линии 15-15 на фиг.13, в частности, иллюстрирующий ориентацию нижних отверстий для окислителя;

фиг.16 представляет собой вид сбоку для барботажной колонны реакторного типа, оборудованной внутренней деаэрационной емкостью, расположенной вблизи нижнего выпускного отверстия реактора;

фиг.17 представляет собой увеличенный вид сбоку в разрезе нижней части барботажной колонны реакторного типа фиг.16 по линии 17-17 на фиг.18, в частности, иллюстрирующий конфигурацию внутренней деаэрационной емкости,

расположенной у нижнего выпускного отверстия барботажной колонны реакторного типа;

фиг.18 представляет собой вид сверху в разрезе по линии 18-18 на фиг.16, в частности, иллюстрирующий стабилизатор потока, расположенный в деаэрационной емкости;

фиг.19 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной внешней деаэрационной емкостью, иллюстрирующий способ, по которому часть деаэрированной суспензии, покидающей низ деаэрационной емкости, можно использовать для промывания линии уменьшения коэффициента заполнения, соединенной с низом реактора;

фиг.20 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной гибридной внутренне/внешней деаэрационной емкостью, предназначенной для отделения газовой фазы реакционной среды, отбираемой из боковой позиции повышенного уровня расположения в реакторе;

фиг.21 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной альтернативной гибридной деаэрационной емкостью, расположенной вблизи низа реактора;

фиг.22 представляет собой увеличенный вид сбоку в разрезе нижней части барботажной колонны реакторного типа фиг.21, в частности, иллюстрирующий применение альтернативного барботера для окислителя, использующего каналы впускных отверстий, которые принимают поток окислителя через днище реактора;

фиг.23 представляет собой увеличенный вид сбоку в разрезе, подобный фиг.22, в частности, иллюстрирующий альтернативное средство введения потока окислителя в реактор через множество отверстий в днище реактора и необязательно с использованием отбойников для более равномерного распределения потока окислителя в реакторе;

фиг.24 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, использующей внутренний канал для течения в целях содействия улучшению диспергирования окисляемого соединения в результате рециркуляции части реакционной среды с ее переходом из верхней части реактора в нижнюю;

фиг.25 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, использующей внешний канал для течения в целях содействия улучшению диспергирования окисляемого соединения в результате рециркуляции части реакционной среды с ее переходом из верхней части реактора в нижнюю;

фиг.26 представляет собой вид сбоку в разрезе горизонтального эжектора, который можно использовать для улучшения диспергирования окисляемого соединения в реакторе окисления, в частности, иллюстрирующий эжектор, который использует поступающий жидкий исходный подаваемый материал для затягивания реакционной среды в эжектор и выпускает смесь исходного подаваемого материала и реакционной среды в зону реакции с высокой скоростью;

фиг.27 представляет собой вид сбоку в разрезе вертикального эжектора, который можно использовать для улучшения диспергирования окисляемого соединения в реакторе окисления, в частности, иллюстрирующий эжектор, который объединяет жидкий исходный подаваемый материал и газ из впускного отверстия и использует объединенную двухфазную текучую среду для затягивания реакционной среды в эжектор и выпускает смесь жидкого исходного подаваемого материала, газа из впускного отверстия и реакционной среды в зону реакции с высокой скоростью;

фиг.28 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа,

содержащей многофазную реакционную среду, в частности, иллюстрирующий реакционную среду, теоретически разделенную на 30 горизонтальных слоев с равным объемом для того, чтобы количественно установить определенные градиенты в реакционной среде;

5 фиг.29 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, содержащей многофазную реакционную среду, в частности, иллюстрирующий первый и второй дискретные 20% сплошные объемы реакционной среды, которые характеризуются существенно различными концентрациями кислорода и/или скоростями расходования кислорода;

10 фиг.30 представляет собой вид сбоку двух расположенных друг над другом реакционных емкостей, с использованием или без использования необязательного механического перемешивания, содержащих многофазную реакционную среду, в частности, иллюстрирующий, что емкости вмещают дискретные 20% сплошные
15 объемы реакционной среды, характеризующиеся существенно различными концентрациями кислорода и/или скоростями расходования кислорода;

20 фиг.31 представляет собой вид сбоку трех расположенных друг рядом с другом реакционных емкостей, с использованием или без использования необязательного механического перемешивания, содержащих многофазную реакционную среду, в частности, иллюстрирующий, что емкости вмещают дискретные 20% сплошные
25 объемы реакционной среды, характеризующиеся существенно различными концентрациями кислорода и/или скоростями расходования кислорода;

30 фиг.32 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа со ступенчатым изменением скорости, имеющей широкую нижнюю зону реакции и узкую верхнюю зону реакции;

35 фиг.33 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной вертикальной разделительной стенкой, предназначенной для добавления площади вертикальной поверхности, которая находится в контакте с
40 реакционной средой;

45 фиг.34 представляет собой вид в разрезе по линии 34-34 на фиг.33, в частности, иллюстрирующий, что разделительная стенка представляет собой плоскостной элемент, разделяющий зону реакции на две по существу равные секции;

50 фиг.35 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной укороченной вертикальной разделительной стенкой, предназначенной для добавления площади вертикальной поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой;

55 фиг.36 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной укороченной и искривленной вертикальной разделительной стенкой, предназначенной для добавления площади вертикальной поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой;

60 фиг.37 представляет собой вид в разрезе по линии 37-37 на фиг.36, в частности, иллюстрирующий, что искривленная вертикальная разделительная стенка в общем случае представляет собой S-образный элемент, разделяющий часть зоны реакции на две по существу равные секции;

65 фиг.38 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной укороченным вертикальным внутренним элементом, предназначенным для добавления площади вертикальной поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой;

70 фиг.39 представляет собой вид в разрезе по линии 39-39 на фиг.38, в частности,

иллюстрирующий, что вертикальный внутренний элемент имеет «X»-образную форму, а края внутреннего элемента не доходят до самой боковой стенки реактора;

фиг.40 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной чередующимися вертикальными внутренними элементами с различной конфигурацией, предназначенными для добавления площади вертикальной поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой;

фиг.41 представляет собой вид в разрезе по линии 41-41 на фиг.40, в частности, иллюстрирующий одну конфигурацию вертикальных элементов, которая имеет «X»-образную форму и разделяет часть зоны реакции на четыре по существу одинаковых квадранта;

фиг.42 представляет собой вид в разрезе по линии 42-42 на фиг.40, в частности, иллюстрирующий другую конфигурацию вертикальных элементов, которая разделяет часть зоны реакции на восемь по существу одинаковых клиновидных секций;

фиг.43 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной множеством винтообразных внутренних элементов, предназначенных для добавления площади вертикальной поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой;

фиг.44 представляет собой вид в разрезе по линии 44-44 на фиг.43, в частности, иллюстрирующий форму одного из винтообразных внутренних элементов;

фиг.45 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной множеством перегородок, каждая из которых включает множество цилиндрических прутков, предназначенных для контакта с реакционной средой;

фиг.46 представляет собой увеличенное изометрическое изображение для перегородок фиг.45, в частности, иллюстрирующее способ, по которому цилиндрические прутки соседних перегородок повернуты на 90° друг по отношению к другу;

фиг.47 представляет собой вид в разрезе по линии 47-47 на фиг.45, в частности, иллюстрирующий одну из перегородок;

фиг.48 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной множеством перегородок, каждая из которых включает множество элементов с L-образным сечением, предназначенных для контакта с реакционной средой;

фиг.49 представляет собой увеличенный вид сбоку перегородок фиг.48, в частности, иллюстрирующий способ, по которому элементы с L-образным сечением соседних перегородок повернуты на 90° друг по отношению к другу;

фиг.50 представляет собой вид в разрезе по линии 50-50 на фиг.48, в частности, иллюстрирующий одну из перегородок;

фиг.51 представляет собой вид сбоку барботажной колонны реакторного типа, оборудованной одной монолитной цилиндрической ромбовидной перегородкой, предназначенной для контакта с реакционной средой;

фиг.52 представляет собой увеличенный вид сбоку монолитной перегородки фиг.51;

фиг.53 представляет собой вид в разрезе по линии 53-53 на фиг.51 и иллюстрирующий цилиндрический характер монолитной перегородки;

фиг. 54А и 54В представляют собой увеличенные изображения частиц сырой неочищенной терефталевой кислоты (СТА), полученных в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, в частности, иллюстрирующие то, что каждая частица СТА представляет собой частицу, характеризующуюся малой плотностью и большой площадью удельной поверхности и состоящую из множества

неплотно связанных субчастиц СТА;

фиг. 55А и 55В представляют собой увеличенные изображения обычно получаемой СТА, в частности, иллюстрирующие, что обычная частица СТА характеризуется
5 большим размером частиц, меньшей плотностью и меньшей площадью удельной поверхности по сравнению с частицей СТА изобретения фиг. 54А и 54В;

фиг. 56 представляет собой упрощенную схему технологического процесса для получения очищенной терефталевой кислоты (РТА) предшествующего уровня техники;

фиг. 57 представляет собой упрощенную схему технологического процесса для
10 получения РТА в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения; и

Фиг. 58 представляет собой таблицу, обобщенно представляющую различные рабочие параметры барботажной колонны реакторного типа окисления, где
15 определенные рабочие параметры были отрегулированы в соответствии с описанием, приведенным в разделе примеров.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ

Один вариант реализации настоящего изобретения относится к жидкофазному частичному окислению окисляемого соединения. Такое окисление предпочтительно
20 проводят в жидкой фазе многофазной реакционной среды, содержащейся в одном или нескольких реакторах с перемешиванием. Подходящие реакторы с перемешиванием включают, например, реакторы с барботажным перемешиванием (например, барботажные колонны реакторного типа), реакторы с механическим
25 перемешиванием (например, проточные реакторы смешения) и реакторы с перемешиванием потоком (например, струйные реакторы). В одном варианте реализации жидкофазное окисление проводят в одной барботажной колонне реакторного типа.

В соответствии с использованием в настоящем документе термин «барботажная
30 колонна реакторного типа» должен обозначать реактор, предназначенный для облегчения проведения химических реакций в многофазной реакционной среде, где перемешивание реакционной среды главным образом обеспечивается в результате перемещения пузырьков газа снизу вверх через реакционную среду. В соответствии с
35 использованием в настоящем документе термин «перемешивание» должен обозначать работу, затрачиваемую в реакционной среде, которая приводит к возникновению течения и/или перемешивания текучей среды. В соответствии с использованием в настоящем документе, термины «в основном», «главным образом» и «преимущественно» должны обозначать более чем 50%. В соответствии с
40 использованием в настоящем документе термин «механическое перемешивание» должен обозначать перемешивание реакционной среды, вызываемое физическим перемещением жестких или гибких элементов (элемента) по отношению к реакционной среде или внутри реакционной среды. Например, механическое
45 перемешивание можно обеспечить при использовании вращения, осцилляции и/или вибрации внутренних мешалок, лопастей, вибраторов или акустических диафрагм, расположенных в реакционной среде. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «перемешивание потоком» должен обозначать перемешивание
50 реакционной среды, вызванное высокоскоростным инжектированием и/или рециркуляцией одной или нескольких текучих сред в реакционной среде. Например, перемешивание потоком можно обеспечить при использовании сопел, эжекторов и/или эжекционных устройств.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения менее чем

приблизительно 40% от величины перемешивания реакционной среды в барботажной колонне реакторного типа во время окисления обеспечивают в результате наличия механического перемешивания и/или перемешивания потоком, более предпочтительно менее чем приблизительно 20% от величины перемешивания обеспечивают в результате наличия механического перемешивания и/или перемешивания потоком, а наиболее предпочтительно менее чем приблизительно 5% от величины перемешивания обеспечивают в результате наличия механического перемешивания и/или перемешивания потоком. Предпочтительно величина механического перемешивания и/или перемешивания потоком, придаваемая многофазной реакционной среде во время окисления, составляет величину, меньшую, чем приблизительно 3 кВт/м³ среды, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 2 кВт/м³, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 1 кВт/м³.

Если обратиться теперь к фиг.1, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована предпочтительная барботажная колонна реакторного типа 20 как включающая корпус 22, включающий секцию реакции 24 и секцию отделения 26. Секция реакции 24 определяет внутреннюю зону реакции 28, в то время как секция отделения 26 определяет внутреннюю зону отделения 30. Поток преимущественно жидкофазного исходного подаваемого материала вводят в зону реакции 28 через впускные отверстия для исходного подаваемого материала 32a, b, c, d. Поток преимущественно газофазного окислителя вводят в зону реакции 28 через барботер для окислителя 34, расположенный в нижней части зоны реакции 28. Поток жидкофазного исходного подаваемого материала и поток газофазного окислителя совместно образуют многофазную реакционную среду 36 внутри зоны реакции 28. Многофазная реакционная среда 36 включает жидкую фазу и газовую фазу. Более предпочтительно многофазная реакционная среда 36 включает трехфазную среду, включающую твердофазный, жидкофазный и газофазный компоненты. Твердофазный компонент реакционной среды 36 предпочтительно выпадает в осадок внутри зоны реакции 28 в результате прохождения реакции окисления, проводимой в жидкой фазе реакционной среды 36. Барботажная колонна реакторного типа 20 включает выпускное отверстие для суспензии 38, расположенное вблизи низа реакционной колонны 28, и выпускное отверстие для газа 40, расположенное вблизи верха зоны отделения 30. Отходящий поток суспензии, включающий жидкофазный и твердофазный компоненты реакционной среды 36, отбирают из зоны реакции 28 через выпускное отверстие для суспензии 38, в то время как отходящий поток преимущественно газа отбирают из зоны отделения 30 через выпускное отверстие для газа 40.

Поток жидкофазного исходного подаваемого материала, вводимый в барботажную колонну реакторного типа 20 через впускные отверстия 32a, b, c, d, для исходного подаваемого материала предпочтительно включает окисляемое соединение, растворитель и систему катализатора.

Окисляемое соединение, присутствующее в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, предпочтительно имеет, по меньшей мере, одну углеводородную группу. Более предпочтительно окисляемое соединение представляет собой ароматическое соединение. Еще более предпочтительно окисляемое соединение представляет собой ароматическое соединение, имеющее, по меньшей мере, одну присоединенную углеводородную группу или, по меньшей мере, одну присоединенную замещенную углеводородную группу или содержащее, по меньшей мере, один присоединенный гетероатом или, по меньшей мере, одну присоединенную функциональность карбоновой кислоты (-COOH). Еще более предпочтительно

окисляемое соединение представляет собой ароматическое соединение, имеющее, по меньшей мере, одну присоединенную углеводородную группу или, по меньшей мере, одну присоединенную замещенную углеводородную группу, при этом каждая присоединенная группа содержит от 1 до 5 атомов углерода. И еще более предпочтительно окисляемое соединение представляет собой ароматическое соединение, имеющее ни больше, ни меньше, чем две присоединенные группы, при этом каждая присоединенная группа содержит ни больше, ни меньше, чем один атом углерода и состоит из метильных групп и/или замещенных метильных групп и/или, самое большое, одной группы карбоновой кислоты. Даже еще более предпочтительно окисляемое соединение представляет собой параксиллол, мета-ксиллол, пара-толуальдегид, мета-толуальдегид, пара-толуиловую кислоту, мета-толуиловую кислоту и/или ацетальдегид. Наиболее предпочтительно окисляемое соединение представляет собой параксиллол.

«Углеводородная группа» в соответствии с определением в настоящем документе представляет собой, по меньшей мере, один атом углерода, который связан только с атомами водорода или с другими атомами углерода. «Замещенная углеводородная группа» в соответствии с определением в настоящем документе представляет собой, по меньшей мере, один атом углерода, связанный, по меньшей мере, с одним гетероатомом и, по меньшей мере, с одним атомом водорода. «Гетероатомы» в соответствии с определением в настоящем документе представляют собой все атомы, отличные от атомов углерода и водорода. Ароматические соединения в соответствии с определением в настоящем документе включают ароматическое кольцо, предпочтительно содержащее, по меньшей мере, 6 атомов углерода, еще более предпочтительно содержащее только атомы углерода в качестве части кольца. Подходящие примеры таких ароматических колец включают нижеследующее, но не ограничиваются только им: бензольное, бифенильное, терфенильное, нафталиновое и другие конденсированные ароматические кольца на углеродной основе.

Подходящие примеры окисляемого соединения включают алифатические углеводороды (например, алканы, разветвленные алканы, циклические алканы, алифатические алкены, разветвленные алкены и циклические алкены); алифатические альдегиды (например, ацетальдегид, пропионовый альдегид, изомаляновый альдегид и н-малевый альдегид); алифатические спирты (например, этанол, изопропанол, н-пропанол, н-бутанол и изобутанол); алифатические кетоны (например, диметилкетон, этилметилкетон, диэтилкетон и изопропилметилкетон); алифатические сложные эфиры (например, метилформиат, метилацетат, этилацетат); алифатические пероксиды, перкислоты и гидропероксиды (например, трет-бутилгидропероксид, перуксусная кислота и ди-трет-бутилгидропероксид); алифатические соединения, имеющие группы, которые представляют собой комбинации вышеупомянутых алифатических вариантов плюс другие гетероатомы (например, алифатические соединения, содержащие один или несколько молекулярных сегментов углеводородов, альдегидов, спиртов, кетонов, сложных эфиров, пероксидов, перкислот и/или гидропероксидов в комбинации с натрием, бромом, кобальтом, марганцем и цирконием); различные бензольные кольца, нафталиновые кольца, бифенилы, терфенилы и другие ароматические группы, имеющие одну или несколько присоединенных углеводородных групп (например, толуол, этилбензол, изопропилбензол, н-пропилбензол, неопентилбензол, параксиллол, мета-ксиллол, орто-ксиллол, все изомеры триметилбензолов, все изомеры тетраметилбензолов, пентаметилбензол, гексаметилбензол, все изомеры этилметилбензолов, все изомеры

диэтилбензолов, все изомеры этилдиметилбензолов, все изомеры диметилнафталинов, все изомеры этилметилнафталинов, все изомеры диэтилнафталинов, все изомеры диметилбифенилов, все изомеры этилметилбифенилов и все изомеры диэтилбифенилов, стильбен и стильбен, имеющий одну или несколько присоединенных углеводородных групп, флуорен и флуорен, имеющий одну или несколько присоединенных углеводородных групп, антрацен и антрацен, имеющий одну или несколько присоединенных углеводородных групп, и дифенилэтан и дифенилэтан, имеющий одну или несколько присоединенных углеводородных групп); различные бензольные кольца, нафталиновые кольца, бифенилы, терфенилы и другие ароматические группы, имеющие одну или несколько присоединенных углеводородных групп и/или содержащие один или несколько присоединенных гетероатомов, которые могут соединяться с другими атомами или группами атомов (например, фенол, все изомеры метилфенолов, все изомеры диметилфенолов, все изомеры нафтолов, простой бензилметиловый эфир, все изомеры бромфенолов, бромбензол, все изомеры бромтолуолов, включающие альфа-бромтолуол, дибромбензол, нафталенат кобальта и все изомеры бромбифенилов); различные бензольные кольца, нафталиновые кольца, бифенилы, терфенилы и другие ароматические группы, имеющие одну или несколько присоединенных углеводородных групп и/или содержащих один или несколько присоединенных гетероатомов и/или имеющих одну или несколько присоединенных замещенных углеводородных групп (например, бензальдегид, все изомеры бромбензальдегидов, все изомеры бромированных толуальдегидов, в том числе все изомеры альфа-бромтолуальдегидов, все изомеры гидроксibenзальдегидов, все изомеры бромгидроксibenзальдегидов, все изомеры бензолдикарбоксальдегидов, все изомеры бензолтрикарбоксальдегидов, пара-толуальдегид, мета-толуальдегид, орто-толуальдегид, все изомеры толуолдикарбоксальдегидов, все изомеры толуолтрикарбоксальдегидов, все изомеры толуолтетракарбоксальдегидов, все изомеры диметилбензолдикарбоксальдегидов, все изомеры диметилбензолтрикарбоксальдегидов, все изомеры диметилбензолтетракарбоксальдегидов, все изомеры триметилбензолтрикарбоксальдегидов, все изомеры этилтолуолаальдегидов, все изомеры триметилбензолдикарбоксальдегидов, тетраметилбензолдикарбоксальдегид, гидроксиметилбензол, все изомеры гидроксиметилтолуолов, все изомеры гидроксиметилбромтолуолов, все изомеры гидроксиметилтолуиловых альдегидов, все изомеры гидроксиметилбромтолуиловых альдегидов, бензилгидроксипероксид, бензоилгидропероксид, все изомеры толилметилгидропероксидов и все изомеры метилфенолметилгидропероксидов); различные бензольные кольца, нафталиновые кольца, бифенилы, терфенилы и другие ароматические группы, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп, при этом избранные группы обозначают углеводородные группы и/или присоединенные гетероатомы и/или замещенные углеводородные группы и/или группы карбоновой кислоты и/или группы пероксикислоты (например, бензойная кислота, пара-толуиловая кислота, мета-толуиловая кислота, орто-толуиловая кислота, все изомеры этилбензойных кислот, все изомеры пропилбензойных кислот, все изомеры бутилбензойных кислот, все изомеры пентилбензойных кислот, все изомеры диметилбензойных кислот, все изомеры этилметилбензойных кислот, все изомеры триметилбензойных кислот, все изомеры тетраметилбензойных кислот, пентаметилбензойная кислота, все изомеры диэтилбензойных кислот, все изомеры бензолдикарбоновых кислот, все изомеры

бензолтрикарбоновых кислот, все изомеры метилбензолдикарбоновых кислот, все изомеры диметилбензолдикарбоновых кислот, все изомеры метилбензолтрикарбоновых кислот, все изомеры бромбензойных кислот, все изомеры дибромбензойных кислот, все изомеры бромтолуиловых кислот, в том числе
 5 альфа-бромтолуиловые кислоты, толилуксусная кислота, все изомеры гидроксibenзойных кислот, все изомеры гидроксиметилбензойных кислот, все изомеры гидрокситолуиловых кислот, все изомеры гидроксиметилтолуиловых кислот, все изомеры гидроксиметилбензолдикарбоновых кислот, все изомеры
 10 гидроксibромбензойных кислот, все изомеры гидроксibромтолуиловых кислот, все изомеры гидроксиметилбромбензойных кислот, все изомеры карбоксибензальдегидов, все изомеры дикарбоксибензальдегидов, пербензойная кислота, все изомеры гидропероксиметилбензойных кислот, все изомеры гидропероксиметилгидроксibenзойных кислот, все изомеры
 15 гидропероксикарбонилбензойных кислот, все изомеры гидропероксикарбонилтолуолов, все изомеры метилбифенилкарбоновых кислот, все изомеры диметилбифенилкарбоновых кислот, все изомеры метилбифенилдикарбоновых кислот, все изомеры бифенилтрикарбоновых кислот, все изомеры стильбена, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп,
 20 все изомеры флуоренона, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп, все изомеры нафталина, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп, бензил, все изомеры бензила, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп, бензофенон, все изомеры бензофенона, имеющие
 25 одну или несколько присоединенных избранных групп, антрахинон, все изомеры антрахинона, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп, все изомеры дифенилэтана, имеющие одну или несколько присоединенных избранных групп, бензокумарин и все изомеры бензокумарина, имеющие одну или несколько
 30 присоединенных избранных групп).

Если окисляемое соединение, присутствующее в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, будет представлять собой соединение, твердое при нормальных условиях (то есть твердое вещество при стандартных температуре и давлении), то тогда предпочтительно, чтобы при введении в зону реакции
 35 окисляемое соединение было по существу растворено в растворителе.

Предпочтительно, чтобы температура кипения окисляемого соединения при атмосферном давлении была равной, по меньшей мере, приблизительно 50°C. Более предпочтительно температура кипения окисляемого соединения находится от
 40 приблизительно 80 до приблизительно 400°C, а наиболее предпочтительно от 125 до 155°C. Количество окисляемого соединения, присутствующего в жидкофазном исходном подаваемом материале, предпочтительно находится от приблизительно 2 до приблизительно 40% массовых, более предпочтительно от приблизительно 4 до приблизительно 20% массовых, а наиболее предпочтительно от 6 до 15% массовых.

В данный момент следует отметить, что окисляемое соединение, присутствующее в жидкофазном исходном подаваемом материале, может включать комбинацию двух или более различных окисляемых реагентов. Подачу данных двух или более различных химических веществ можно проводить при их смешении в потоке
 50 жидкофазного исходного подаваемого материала или ее можно проводить отдельно. Например, окисляемое соединение, включающее параксилон, мета-ксилон, пара-толуиловый альдегид, пара-толуиловую кислоту и ацетальдегид, можно подавать в реактор через единственное впускное отверстие или несколько отдельных

впускных отверстий.

Растворитель, присутствующий в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, предпочтительно включает кислотный компонент и водный компонент.

Растворитель предпочтительно присутствует в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала с концентрацией от приблизительно 60 до приблизительно 98% массовых, более предпочтительно от приблизительно 80 до приблизительно 96% массовых, а наиболее предпочтительно от 85 до 94% массовых. Кислотный компонент растворителя предпочтительно представляет собой главным образом органическую низкомолекулярную монокарбоновую кислоту, содержащую 1-6 атомов углерода, более предпочтительно 2 атома углерода. Наиболее предпочтительно кислотный компонент растворителя представляет собой главным образом уксусную кислоту. Предпочтительно кислотный компонент составляет, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых растворителя, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 80% массовых растворителя, а наиболее предпочтительно от 85 до 98% массовых растворителя, при этом баланс образует главным образом вода. Растворитель, вводимый в барботажную колонну реакторного типа 20, может содержать небольшие количества примесей, таких как, например, пара-толуальдегид, терефталдегид, 4-карбоксибензальдегид (4-СВА), бензойная кислота, пара-толуиловая кислота, пара-толуиловый альдегид, альфа-бром-пара-толуиловая кислота, изофталевая кислота, фталевая кислота, тримеллитовая кислота, полиароматика и/или суспендированный дисперсный материал. Предпочтительно, чтобы общее количество примесей в растворителе, вводимом в барботажную колонну реакторного типа 20, составляло величину, меньшую, чем приблизительно 3% массовых.

Система катализатора, присутствующая в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, предпочтительно является однородной жидкофазной системой катализатора, способной ускорять окисление (в том числе частичное окисление) окисляемого соединения. Более предпочтительно система катализатора включает, по меньшей мере, один переходный металл переменной валентности. Еще более предпочтительно переходный металл переменной валентности включает кобальт. Даже более предпочтительно система катализатора включает кобальт и бром. Наиболее предпочтительно система катализатора включает кобальт, бром и марганец.

В случае присутствия в системе катализатора кобальта предпочтительно, чтобы количество кобальта, присутствующего в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, было таким, чтобы концентрация кобальта в жидкой фазе реакционной среды 36 выдерживалась от приблизительно 300 до приблизительно 6000 массовых частей на миллион частей (м.д. масс.), более предпочтительно от приблизительно 700 до приблизительно 4200 м.д. масс., а наиболее предпочтительно от 1200 до 3000 м.д. масс. В случае присутствия в системе катализатора брома предпочтительно, чтобы количество брома, присутствующего в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, было таким, чтобы концентрация брома в жидкой фазе реакционной среды 36 выдерживалась от приблизительно 300 до приблизительно 5000 м.д. масс., более предпочтительно от приблизительно 600 до приблизительно 4000 м.д. масс., а наиболее предпочтительно от 900 до 3000 м.д. масс. В случае присутствия в системе катализатора марганца предпочтительно, чтобы количество марганца, присутствующего в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала было таким, чтобы концентрация марганца в жидкой фазе

реакционной среды 36 выдерживалась от приблизительно 20 до приблизительно 1000 м.д. масс., более предпочтительно от приблизительно 40 до приблизительно 500 м.д. масс., наиболее предпочтительно от 50 до 200 м.д. масс.

Концентрации кобальта, брома и/или марганца в жидкой фазе реакционной среды 36, представленные выше, выражают в виде усредненных по времени и объему величин. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «усредненный по времени» должен обозначать среднюю величину, по меньшей мере, для 10 измерений, проведенных через равные промежутки времени в течение непрерывного периода времени продолжительностью, по меньшей мере, в 100 с. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «усредненный по объему» должен обозначать среднюю величину, по меньшей мере, для 10 измерений, проведенных через однородные 3-мерные интервалы по всему определенному объему.

Массовое соотношение между кобальтом и бромом (Co:Br) в системе катализатора, вводимой в зону реакции 28, предпочтительно находится от приблизительно 0,25:1 до приблизительно 4:1, более предпочтительно от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 3:1, а наиболее предпочтительно от 0,75:1 до 2:1. Массовое соотношение между кобальтом и марганцем (Co:Mn) в системе катализатора, вводимой в зону реакции 28, предпочтительно находится от приблизительно 0,3:1 до приблизительно 40:1, более предпочтительно от приблизительно 5:1 до приблизительно 30:1, а наиболее предпочтительно от 10:1 до 25:1.

Поток жидкофазного исходного подаваемого материала, вводимый в барботажную колонну реакторного типа 20, может содержать небольшие количества примесей, таких как, например, толуол, этилбензол, пара-толуальдегид, терефталдегид, 4-карбоксибензальдегид (4-СВА), бензойная кислота, пара-толуиловая кислота, пара-толуиловый альдегид, альфа-бром-пара-толуиловая кислота, изофталевая кислота, фталевая кислота, тримеллитовая кислота, полиароматика и/или суспендированный дисперсный материал. В случае использования барботажной колонны реакторного типа 20 для получения терефталевой кислоты мета-ксилол и орто-ксилол также рассматриваются в качестве примесей. Предпочтительно, чтобы общее количество примесей в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, вводимого в барботажную колонну реакторного типа 20, составляло величину, меньшую, чем приблизительно 3% массовых.

Несмотря на то, что фиг.1 иллюстрирует вариант реализации, в котором окисляемое соединение, растворитель и систему катализатора перемешивают друг с другом и вводят в барботажную колонну реакторного типа 20 в виде единственного потока исходного подаваемого материала, в альтернативном варианте реализации настоящего изобретения окисляемое соединение, растворитель и катализатор можно вводить в барботажную колонну реакторного типа 20 по отдельности. Например, поток чистого параксилола можно подавать барботажную колонну реакторного типа 20 через отдельное впускное отверстие, а не через впускное отверстие (отверстия) для растворителя и катализатора.

Поток преимущественно газофазного окислителя, вводимый в барботажную колонну реакторного типа 20 через барботер для окислителя 34, включает молекулярный кислород (O_2). Предпочтительно поток окислителя включает молекулярный кислород в количестве от приблизительно 5 до приблизительно 40% мольных, более предпочтительно молекулярный кислород в количестве от приблизительно 15 до приблизительно 30% мольных, а наиболее предпочтительно

молекулярный кислород в количестве от 18 до 24% мольных. Предпочтительно, чтобы балласт потока окислителя главным образом составлял газ или газы, такие как азот, которые являются инертными по отношению к окислению. Более предпочтительно поток окислителя состоит по существу из молекулярного кислорода и азота. Наиболее предпочтительно поток окислителя представляет собой сухой воздух, который содержит приблизительно 21% мольный молекулярного кислорода и азот в количестве от приблизительно 78 до приблизительно 81% мольного. В альтернативном варианте реализации настоящего изобретения поток окислителя может включать по существу чистый кислород.

Если обратиться опять к фиг.1, то можно сказать, что барботажную колонну реакторного типа 20 предпочтительно оборудуют распределителем флегмы 42, расположенным выше верхнего уровня поверхности 44 реакционной среды 36. Распределитель флегмы 42 может функционировать таким образом, чтобы вводить капли потока преимущественно жидкофазной флегмы в зону отделения 30 при использовании любого средства каплеобразования, известного на современном уровне техники. Более предпочтительно распределитель флегмы 42 производит распыление капель сверху вниз в направлении к верхнему уровню поверхности 44 реакционной среды 36. Предпочтительно данное распыление капель в направлении сверху вниз оказывает воздействие (то есть распространяется и влияет), по меньшей мере, приблизительно на 50% от максимальной площади горизонтального поперечного сечения зоны отделения 30. Более предпочтительно распыление капель оказывает воздействие, по меньшей мере, приблизительно на 75% от максимальной площади горизонтального поперечного сечения зоны отделения 30. Наиболее предпочтительно распыление капель оказывает воздействие, по меньшей мере, на 90% от максимальной площади горизонтального поперечного сечения зоны отделения 30. Данное распыление жидкой флегмы в направлении сверху вниз может способствовать предотвращению вспенивания на или выше верхнего уровня поверхности 44 реакционной среды 36, а также может содействовать отделению любых капель жидкости или суспензии, захваченных в двигающемся снизу вверх газе, который перемещается в направлении выпускного отверстия для газа 40. Кроме того, жидкую флегму можно использовать для уменьшения количества дисперсного материала и потенциально выпадающих в осадок соединений (например, растворенных бензойной кислоты, пара-толуиловой кислоты, 4-СВА, терефталевой кислоты и металлических солей катализатора), уходящих с отходящим потоком газа, отбираемым из зоны отделения 30 через выпускное отверстие для газа 40. В дополнение к этому, в результате проведения перегонки введение капель флегмы в зону отделения 30 можно использовать для регулирования состава отходящего потока газа, отбираемого через выпускное отверстие для газа 40.

Поток жидкой флегмы, вводимый в барботажную колонну реакторного типа 20 через распределитель флегмы 42, предпочтительно имеет приблизительно тот же самый состав, что и образуемый растворителем компонент потока жидкофазного исходного подаваемого материала, вводимого в барботажную колонну реакторного типа 20 через впускные отверстия 32a, b, c, d для исходного подаваемого материала. Таким образом, предпочтительно, чтобы поток жидкой флегмы содержал кислотный компонент и воду. Кислотный компонент потока флегмы предпочтительно представляет собой низкомолекулярную органическую монокарбоновую кислоту, содержащую 1-6 атомов углерода, более предпочтительно 2 атома углерода. Наиболее предпочтительно кислотный компонент потока флегмы представляет собой уксусную

кислоту. Предпочтительно кислотный компонент составляет, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых потока флегмы, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 80% массовых потока флегмы, а наиболее предпочтительно от 85 до 98% массовых потока флегмы, при этом баланс составляет вода. Поскольку
5 поток флегмы обычно имеет по существу тот же самый состав, что и растворитель в потоке жидкофазного исходного подаваемого материала, то, когда в данном описании будут упоминать «общий растворитель», вводимый в реактор, такой «общий растворитель» должен будет включать как поток флегмы, так и образуемую
10 растворителем часть потока исходного подаваемого материала.

Во время жидкофазного окисления в барботажной колонне реакторного типа 20 предпочтительно, чтобы потоки исходного подаваемого материала, окислителя и флегмы в зону реакции 28 по существу непрерывно вводили, в то время как отходящие потоки газа и суспензии из зоны реакции 28 по существу непрерывно отбирали. В
15 соответствии с использованием в настоящем документе термин «по существу непрерывно» должен обозначать период продолжительностью, по меньшей мере, в 10 час с перерывами продолжительностью, меньшей, чем 10 мин. Предпочтительно, чтобы во время окисления окисляемое соединение (например, параксилол) по
20 существу непрерывно вводили в зону реакции 28 при расходе, равном, по меньшей мере, приблизительно 8000 кг/час, более предпочтительно при расходе от приблизительно 13000 до приблизительно 80000 кг/час, еще более предпочтительно от приблизительно 18000 до приблизительно 50000 кг/час, а наиболее предпочтительно от 22000 до 30000 кг/час. Несмотря на то, что в общем случае предпочтительно, чтобы
25 расходы поступающих потоков исходного подаваемого материала, окислителя и флегмы по существу являлись стационарными, в данный момент следует отметить, что один вариант реализации настоящего изобретения предусматривает импульсный режим поступающего потока исходного подаваемого материала, окислителя и/или
30 флегмы для того, чтобы улучшить прохождение перемешивания и массопереноса. В случае введения поступающего потока исходного подаваемого материала, окислителя и/или флегмы в импульсном режиме предпочтительно, чтобы их расходы варьировались в пределах от приблизительно 0 до приблизительно 500% от
упоминаемых в настоящем документе стационарных расходов, более
35 предпочтительно в пределах от приблизительно 30 до приблизительно 200% от упоминаемых в настоящем документе стационарных расходов, а наиболее предпочтительно в пределах от 80 до 120% от упоминаемых в настоящем документе стационарных расходов.

Среднюю скорость реакции за один проход (STR) в барботажной колонне
40 реакторного типа окисления 20 определяют как массу окисляемого соединения, подаваемого на единицу объема реакционной среды 36 в единицу времени (например, килограммы параксилола, подаваемые на 1 м³/час). При обычном использовании количество окисляемого соединения, не превращенного в продукт, обычно вычитали
45 из количества окисляемого соединения в потоке исходного подаваемого материала перед вычислением значения STR. Однако для многих окисляемых соединений, предпочитаемых в настоящем документе (например, параксилола), степени превращения и выходы обычно являются высокими, и в настоящем документе данный
50 термин удобно определить так, как это заявляется выше. Помимо прочего, по причинам, связанным с капитальными затратами и рабочим коэффициентом заполнения, в общем случае предпочтительно, чтобы реакцию проводили при высоком значении STR. Однако проведение реакции при значительно высоких

значениях STR может оказывать влияние на качество или выход частичного окисления. Барботажная колонна реакторного типа 20 является в особенности подходящей для использования тогда, когда значение STR по окисляемому соединению (например, по параксилолу) находится от приблизительно 25 кг/м³·ч до приблизительно 400 кг/м³·ч, более предпочтительно от приблизительно 30 кг/м³·ч до приблизительно 250 кг/м³·ч, еще более предпочтительно от приблизительно 35 кг/м³·ч до приблизительно 150 кг/м³·ч, а наиболее предпочтительно от 40 кг/м³·ч до 100 кг/м³·ч.

Значение STR по кислороду в барботажной колонне реакторного типа 20 определяют как массу молекулярного кислорода, расходуемого на единицу объема реакционной среды 36 в единицу времени (например, килограммы молекулярного кислорода, расходуемого на 1 м³/час). Помимо прочего, по причинам, связанным с капитальными затратами и расходом растворителя при окислении, в общем случае предпочтительно, чтобы реакцию проводили при высоком значении STR по кислороду. Однако проведение реакции при очень высоких значениях STR по кислороду в конечном счете приводит к ухудшению качества или выхода частичного окисления. Не в порядке связывания себя теорией представляется, что это возможно связано со скоростью переноса молекулярного кислорода из газовой фазы в жидкость на площади межфазной поверхности и, следовательно, в объем жидкости. Чрезмерно высокое значение STR по кислороду возможно будет приводить к чрезмерно низкому уровню содержания растворенного кислорода в объеме жидкой фазы реакционной среды.

Значение глобальной средней STR по кислороду в настоящем документе определяют как массу всего кислорода, расходуемого во всем объеме реакционной среды 36 в единицу времени (например, килограммы молекулярного кислорода, расходуемого на 1 м³/час). Барботажная колонна реакторного типа 20 является в особенности подходящей для использования тогда, когда значение глобальной средней STR по кислороду находится от приблизительно 25 кг/м³·ч до приблизительно 400 кг/м³·ч, более предпочтительно от приблизительно 30 кг/м³·ч до приблизительно 250 кг/м³·ч, еще более предпочтительно от приблизительно 35 кг/м³·ч до приблизительно 150 кг/м³·ч, а наиболее предпочтительно от 40 кг/м³·ч до 100 кг/м³·ч.

Предпочтительно, чтобы во время окисления в барботажной колонне реакторного типа 20 соотношение между массовым расходом общего (объединенного) растворителя (из потоков как исходного подаваемого материала, так и флегмы) и массовым расходом окисляемого соединения, поступающим в зону реакции 28, выдерживалось от приблизительно 2:1 до приблизительно 50:1, более предпочтительно от приблизительно 5:1 до приблизительно 40:1, а наиболее предпочтительно от 7,5:1 до 25:1. Предпочтительно соотношение между массовым расходом растворителя, введенного в виде части потока исходного подаваемого материала, и массовым расходом растворителя, введенного в виде части потока флегмы, выдерживают от приблизительно 0,5:1 до уровня вообще нулевого расхода потока флегмы, более предпочтительно от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 4:1, еще более предпочтительно от приблизительно 1:1 до приблизительно 2:1, а наиболее предпочтительно от 1,25:1 до 1,5:1.

Предпочтительно, чтобы во время жидкофазного окисления в барботажной колонне реакторного типа 20 поток окислителя вводили в барботажную колонну реакторного типа 20 в количестве, которое обеспечивает некоторое превышение

количества молекулярного кислорода по сравнению со стехиометрической потребностью в кислороде. Количество избыточного молекулярного кислорода, необходимого при достижении наилучших результатов для конкретного окисляемого соединения, оказывает влияние на общие экономические показатели жидкофазного окисления. Предпочтительно, чтобы во время жидкофазного окисления в барботажной колонне реакторного типа 20 соотношение между массовым расходом потока окислителя и массовым расходом окисляемого органического соединения (например, параксилола), поступающего в реактор 20, выдерживалось от приблизительно 0,5:1 до приблизительно 20:1, более предпочтительно от приблизительно 1:1 до приблизительно 10:1, а наиболее предпочтительно от 2:1 до 6:1.

Если обратиться опять к фиг.1, то можно сказать, что потоки исходного подаваемого материала, окислителя и флегмы, вводимые в барботажную колонну реакторного типа 20, совместно образуют, по меньшей мере, часть многофазной реакционной среды 36. Реакционная среда 36 предпочтительно представляет собой трехфазную среду, включающую твердую фазу, жидкую фазу и газовую фазу. Как упоминалось выше, окисление окисляемого соединения (например, параксилола) происходит преимущественно в жидкой фазе реакционной среды 36. Таким образом, жидкая фаза реакционной среды 36 содержит растворенный кислород и окисляемое соединение. Экзотермическая природа реакции окисления, которая протекает в барботажной колонне реакторного типа 20, вызывает вскипание/испарение части растворителя (например, уксусной кислоты и воды), введенного через впускные отверстия 32а, b, c, d для исходного подаваемого материала. Таким образом, газовая фаза реакционной среды 36 в реакторе 20 образуется главным образом из испарившегося растворителя и не растворившейся и не вступившей в реакцию части потока окислителя. Определенные реакторы окисления предшествующего уровня техники используют теплообменные трубы/ребра для нагревания или охлаждения реакционной среды. Однако такие теплообменные конструкции могут оказаться нежелательными в реакторе и способе изобретения, описанных в настоящем документе. Таким образом, предпочтительно, чтобы барботажная колонна реакторного типа 20 существу не включала поверхностей, которые находятся в контакте с реакционной средой 36 и имеют усредненную по времени плотность теплового потока, превышающую 30000 Вт/м².

Концентрацию растворенного кислорода в жидкой фазе реакционной среды 36 формирует динамическое равновесие между скоростью массопереноса из газовой фазы и скоростью расходования за счет реакции в жидкой фазе (то есть она не просто устанавливается парциальным давлением молекулярного кислорода в поступающей газовой фазе, хотя это один фактор в скорости подачи растворенного кислорода, и он на самом деле оказывает влияние на предельную верхнюю концентрацию растворенного кислорода). Количество растворенного кислорода локально варьируется, при этом оно будет выше вблизи межфазных поверхностей пузырьков. В целом количество растворенного кислорода зависит от баланса между факторами подачи и расходования в различных частях реакционной среды 36. Во времени количество растворенного кислорода зависит от однородности перемешивания газа и жидкости по отношению к скоростям химического расходования. При проектировании, обеспечивающем достижение надлежащего соответствия между подачей и расходованием в отношении растворенного кислорода в жидкой фазе реакционной среды 36, предпочтительно, чтобы усредненная по времени и объему концентрация кислорода в жидкой фазе реакционной среды 36 выдерживалась на

уровне, превышающем приблизительно 1 м.д. (моль.), более предпочтительно находящемся от приблизительно 4 до приблизительно 1000 м.д. (моль.), еще более предпочтительно от приблизительно 8 до приблизительно 500 м.д. (моль.), а наиболее предпочтительно от 12 до 120 м.д. (моль.).

5 Реакция жидкофазного окисления, проводимая в барботажной колонне реакторного типа 20, предпочтительно представляет собой реакцию осаждения, в ходе которой образуется твердая фаза. Более предпочтительно жидкофазное окисление, проводимое в барботажной колонне реакторного типа 20, приводит к тому, что
10 твердое соединение (например, частицы сырой неочищенной терефталевой кислоты) в реакционной среде 36 будет образовывать, по меньшей мере, приблизительно 10% массовых окисляемого соединения (например, параксилола), вводимого в зону реакции 28. Еще более предпочтительно жидкофазное окисление приводит к тому, что твердое соединение в реакционной среде 36 будет образовывать, по меньшей мере,
15 приблизительно 50% массовых окисляемого соединения. Наиболее предпочтительно жидкофазное окисление приводит к тому, что твердое соединение в реакционной среде 36 будет образовывать, по меньшей мере, 90% массовых окисляемого соединения. Предпочтительно, чтобы общее количество твердой фазы в реакционной среде 36 превышало приблизительно 3% массовых при выражении через усредненные по времени и объему величины. Более предпочтительно общее количество твердой фазы в реакционной среде 36 выдерживают от приблизительно 5 до
20 приблизительно 40% массовых, еще более предпочтительно от приблизительно 10 до приблизительно 35% массовых, а наиболее предпочтительно от 15 до 30% массовых. Предпочтительно, чтобы существенная часть продукта окисления (например, терефталевой кислоты), полученного в барботажной колонне реакторного типа 20, присутствовала в реакционной среде 36 в виде твердой фазы в противоположность веществу, остающемуся растворенным в жидкой фазе реакционной среды 36.
25 Количество твердофазного продукта окисления, присутствующего в реакционной среде 36, предпочтительно составляет, по меньшей мере, приблизительно 25% массовых от общего (твердо- и жидкофазного) продукта окисления в реакционной среде 36, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых от общего продукта окисления в реакционной среде 36, а наиболее предпочтительно, по
30 меньшей мере, 95% массовых от общего продукта окисления в реакционной среде 36. Численные диапазоны, приведенные выше для количества твердой фазы в реакционной среде 36, используются для по существу стационарного режима функционирования барботажной колонны 20 в течение по существу непрерывного
35 периода времени, а не для пуска, остановки или не вполне оптимального режима функционирования барботажной колонны реакторного типа 20. Количество твердой фазы в реакционной среде 36 определяют гравиметрическим методом. В данном гравиметрическом методе представительную часть суспензии отбирают из реакционной среды и взвешивают. В условиях, которые эффективно обеспечивают
40 выдержку до общего разделения твердой и жидкой фаз, протекающего в реакционной среде, свободную жидкость из части, образуемой твердой фазой, эффективно удаляют седиментацией или фильтрованием, без потерь осажденной твердой фазы и при сохранении в части, образуемой твердой фазой, менее чем приблизительно 10% от первоначальной массы жидкости. Остающуюся жидкость в твердой фазе эффективно выпаривают досуха без сублимации твердой фазы. Оставшуюся часть, образуемую
45 твердой фазой, взвешивают. Соотношение между массой части, образуемой твердой фазой, и массой первоначальной части, образуемой суспензией, представляет собой

долю твердой фазы, обычно выражаемую в процентах.

Реакция осаждения, проводимая в барботажной колонне реакторного типа 20, может приводить к возникновению обрастания (то есть накоплению отложений твердой фазы) на поверхности определенных жестких конструкций, которые
 5 находятся в контакте с реакционной средой 36. Таким образом, в одном варианте реализации настоящего изобретения предпочтительно, чтобы барботажная колонна реакторного типа 20 в зоне реакции 28 по существу не включала каких-либо внутренних теплообменных, перемешивающих или перегораживающих конструкций,
 10 поскольку такие конструкции были подвержены обрастанию. Если в зоне реакции 28 будут присутствовать внутренние конструкции, то тогда желательно избежать наличия внутренних конструкций, имеющих внешние поверхности, которые характеризуются значительной величиной площади обращенных кверху плоскостных поверхностей, поскольку они в исключительно высокой степени подвержены
 15 обрастанию. Таким образом, если в зоне реакции 28 будут присутствовать какие-либо внутренние конструкции, то тогда предпочтительно, чтобы по существу плоскостными поверхностями, наклоненными под углом, меньшим, чем приблизительно на 15° от горизонтали, были образованы менее чем
 20 приблизительно 20% от общей площади обращенных кверху внешних поверхностей таких внутренних конструкций.

Если обратиться опять к фиг.1, то можно сказать, что физическая конфигурация барботажной колонны реакторного типа 20 способствует обеспечению проведения
 25 оптимизированного окисления окисляемого соединения (например, параксилола) при минимальном образовании примесей. Предпочтительно, чтобы удлиненная секция реакции 24 корпуса 22 включала по существу цилиндрическую основу 46 и днище 48. Верхний уровень зоны реакции 28 определяется горизонтальной плоскостью 50, проходящей через верх цилиндрической основы 46. Нижний уровень 52 зоны
 30 реакции 28 определяется самой нижней внутренней поверхностью днища 48. Обычно нижний уровень 52 зоны реакции 28 располагается вблизи выпускного отверстия для суспензии 38. Таким образом, удлиненная зона реакции 28, определяемая внутри барботажной колонны реакторного типа 20, имеет максимальную длину «L», измеряемую от верхнего уровня 50 до нижнего уровня 52 зоны реакции 28 вдоль
 35 продольной оси цилиндрической основы 46. Длина «L» зоны реакции 28 предпочтительно находится от приблизительно 10 до приблизительно 100 м, более предпочтительно от приблизительно 20 до приблизительно 75 м, а наиболее предпочтительно от 25 до 50 м. Зона реакции 28 имеет максимальный диаметр (ширину) «D», который обычно равен максимальному внутреннему диаметру
 40 цилиндрической основы 46. Максимальный диаметр «D» зоны реакции 28 предпочтительно находится от приблизительно 1 до приблизительно 12 м, более предпочтительно от приблизительно 2 до приблизительно 10 м, еще более предпочтительно от приблизительно 3,1 до приблизительно 9 м, а наиболее
 45 предпочтительно от 4 до 8 м. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения зона реакции 28 характеризуется соотношением длины к диаметру «L:D» от приблизительно 6:1 до приблизительно 30:1. Еще более предпочтительно зона реакции 28 характеризуется соотношением L:D от приблизительно 8:1 до
 50 приблизительно 20:1. Наиболее предпочтительно зона реакции 28 характеризуется соотношением L:D от 9:1 до 15:1.

Как это обсуждается выше, зона реакции 28 барботажной колонны реакторного типа 20 вмещает многофазную реакционную среду 36. Реакционная среда 36 имеет

нижний уровень, совпадающий с нижним уровнем поверхности 52 зоны реакции 28, и верхний уровень, расположенный на верхнем уровне поверхности 44. Верхняя поверхность 44 реакционной среды 36 определяется положением вдоль горизонтальной плоскости, которая проходит через зону реакции 28 в позиции по высоте, где содержимое зоны реакции 28 переходит из газофазного сплошного состояния в жидкофазное сплошное состояние. Верхняя поверхность 44 предпочтительно располагается в позиции по высоте, где локальная усредненная по времени величина удержания газа в тонком горизонтальном слое содержимого зоны реакции 28 составляет 0,9.

Реакционная среда 36 имеет максимальную высоту «Н», измеренную между ее верхним и нижним уровнями. Максимальная ширина «W» реакционной среды 36 обычно равна максимальному диаметру «D» цилиндрической основы 46. Предпочтительно, чтобы во время жидкофазного окисления в барботажной колонне реакторного типа 20 величину Н выдерживали от приблизительно 60 до приблизительно 120% от L, более предпочтительно от приблизительно 80 до приблизительно 110% от L, а наиболее предпочтительно от 85 до 100% от L. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения реакционная среда 36 характеризуется соотношением высоты к ширине «Н:W», превышающим приблизительно 3:1. Более предпочтительно реакционная среда 36 характеризуется соотношением Н:W от приблизительно 7:1 до приблизительно 25:1. Еще более предпочтительно реакционная среда 36 характеризуется соотношением Н:W от приблизительно 8:1 до приблизительно 20:1. Наиболее предпочтительно реакционная среда 36 характеризуется соотношением Н:W от 9:1 до 15:1. В одном варианте реализации изобретения $L = H$ и $D = W$, так что различные размеры или соотношения, представленные в настоящем документе для L и D, также относятся к H и W и наоборот.

Относительно высокие соотношения L:D и H:W, предусматриваемые в соответствии с одним вариантом реализации изобретения, могут вносить свой вклад в некоторые существенные преимущества системы изобретения. Как обсуждается более подробно далее, было обнаружено, что более высокие соотношения L:D и H:W, а также определенные другие признаки, обсуждающиеся далее, могут способствовать созданию выгодных градиентов концентраций молекулярного кислорода и/или окисляемого соединения (например, параксилола) по высоте в реакционной среде 36. В противоположность общепринятой точке зрения, согласно которой считалось выгодным иметь хорошо перемешанную реакционную среду при относительно однородных концентрациях по всему объему, было обнаружено, что разбиение по высоте на ступени в отношении концентраций кислорода и/или окисляемого соединения облегчает более эффективное и экономичное прохождение реакции окисления. Сведение к минимуму концентраций кислорода и окисляемого соединения вблизи верха реакционной среды 36 может способствовать предотвращению потерь не вступившего в реакцию кислорода и не вступившего в реакцию окисляемого соединения в результате уноса через верхнее выпускное отверстие для газа 40. Однако если концентрации окисляемого соединения и не вступившего в реакцию кислорода будут низкими по всему объему реакционной среды 36, то тогда скорость и/или селективность окисления уменьшатся. Таким образом, предпочтительно, чтобы концентрации молекулярного кислорода и/или окисляемого соединения были значительно выше вблизи низа реакционной среды 36 по сравнению с тем, что имеет место вблизи верха реакционной среды 36.

В дополнение к этому, высокие соотношения L:D и H:W приводят к тому, что давление низа реакционной среды 36 будет существенно превышать давление верха реакционной среды 36. Данный градиент давления по высоте представляет собой следствие высоты и плотности реакционной среды 36. Одно преимущество наличия
данного градиента давления по высоте заключается в том, что повышенное давление
низа емкости становится движущей силой, обеспечивающей достижение более
значительных растворимости и массопереноса кислорода по сравнению с тем, чего
можно было добиться в других случаях при сопоставимых температурах и давлениях
верха реактора в реакторах меньшего объема. Таким образом, реакцию окисления
можно проводить при более низких температурах по сравнению с тем, что
потребовалось бы в емкости меньшего объема. В случае использования барботажной
колонны реакторного типа 20 для частичного окисления параксилола до сырой
неочищенной терефталевой кислоты (СТА) способность функционирования при
пониженных температурах реакции при тех же самых или лучших скоростях
массопереноса кислорода позволяет воспользоваться несколькими преимуществами.
Например, низкотемпературное окисление параксилола приводит к уменьшению
количества растворителя, сжигаемого во время прохождения реакции. Как
обсуждается более подробно далее, низкотемпературное окисление также
благоприятствует образованию небольших, характеризующихся большой площадью
удельной поверхности, неплотно связанных, легко растворимых частиц СТА, которые
могут быть подвергнуты очистке по более экономичным методикам по сравнению с
крупными, характеризующимися малой площадью удельной поверхности, плотными
частицами СТА, получаемыми обычно используемыми способами
высокотемпературного окисления.

Предпочтительно, чтобы во время окисления в реакторе 20 усредненную по времени и объему температуру реакционной среды 36 выдерживали от
приблизительно 125 до приблизительно 200°C, более предпочтительно от
приблизительно 140 до приблизительно 180°C, а наиболее предпочтительно от 150
до 170°C. Давление верха реактора над реакционной средой 36 предпочтительно
выдерживают от приблизительно 1 до приблизительно 20 бар избыточного давления
(бар (изб.)), более предпочтительно от приблизительно 2 до приблизительно 12 бар
(изб.), а наиболее предпочтительно от 4 до 8 бар (изб.). Предпочтительно разница
давлений между верхом реакционной среды 36 и низом реакционной среды 36
находится от приблизительно 0,4 до приблизительно 5 бар, более предпочтительно
разница давлений находится от приблизительно 0,7 до приблизительно 3 бар, а
наиболее предпочтительно разница давлений находится от 1 до 2 бар. Несмотря на то,
что в общем случае предпочтительно, чтобы давление вверху реактора над
реакционной средой 36 выдерживалось на уровне относительно постоянного
значения, один вариант реализации настоящего изобретения предусматривает наличие
скачков давления верха реактора для облегчения улучшенного прохождения
перемешивания и/или массопереноса в реакционной среде 36. В случае наличия
скачков давления верха реактора предпочтительно, чтобы скачки давления
находились от приблизительно 60 до приблизительно 140% от упоминавшегося в
настоящем документе стационарного давления верха реактора, более
предпочтительно от приблизительно 85 до приблизительно 115% от упоминавшегося в
настоящем документе стационарного давления верха реактора, а наиболее
предпочтительно от 95 до 105% от упоминавшегося в настоящем документе
стационарного давления верха реактора.

Дополнительное преимущество высокого соотношения L:D для зоны реакции 28 заключается в том, что оно может вносить свой вклад в увеличение среднего расхода на единицу сечения потока для реакционной среды 36. Термины «расход на единицу сечения потока» и «расход газа на единицу сечения потока» в соответствии с
 5 использованием в настоящем документе в отношении реакционной среды 36 должны обозначать объемный расход газовой фазы реакционной среды 36 на некотором уровне по высоте в реакторе, поделенный на площадь поперечного сечения реактора на данном уровне по высоте. Повышенный расход на единицу сечения потока,
 10 достигаемый благодаря высокому соотношению L:D для зоны реакции 28, может способствовать прохождению локального перемешивания и увеличению удержания газа в реакционной среде 36. Усредненные по времени расходы на единицу сечения потока для реакционной среды 36 на одной четверти высоты, половине высоты и/или трех четвертях высоты реакционной среды 36 предпочтительно превышают
 15 приблизительно 0,3 м/с, более предпочтительно находятся от приблизительно 0,8 до приблизительно 5 м/с, еще более предпочтительно от приблизительно 0,9 до приблизительно 4 м/с, а наиболее предпочтительно от 1 до 3 м/с.

Если обратиться опять к фиг.1, то можно сказать, что секция отделения 26
 20 барботажной колонны реакторного типа 20 представляет собой просто уширенную часть корпуса 22, расположенного непосредственно над секцией реакции 24. Секция отделения 26 обеспечивает уменьшение скорости перемещающейся снизу вверх газовой фазы в барботажной колонне реакторного типа 20 тогда, когда газовая фаза поднимется выше верхнего уровня поверхности 44 реакционной среды 36 и
 25 приблизится к выпускному отверстию для газа 40. Данное уменьшение скорости перемещения газовой фазы снизу вверх способствует облегчению удаления жидкой и/или твердой фаз, захваченных в перетекающей снизу вверх газовой фазе, и, таким образом, приводит к уменьшению нежелательных потерь определенных компонентов,
 30 присутствующих в жидкой фазе реакционной среды 36.

Секция отделения 26 предпочтительно включает переходную стенку, в общем случае образующую поверхность усеченного конуса, 54, в общем случае цилиндрическую широкую боковую стенку 56 и крышку 58. Узкий нижний уровень переходной стенки 54 соединяется с верхом цилиндрической основы 46 секции
 35 реакции 24. Широкий верхний уровень переходной стенки 54 соединяется с низом широкой боковой стенки 56. Предпочтительно, чтобы переходная стенка 54 проходила снизу вверх и изнутри наружу от ее узкого нижнего уровня под углом от приблизительно 10 до приблизительно 70° от вертикали, более предпочтительно от
 40 приблизительно 15 до приблизительно 50° от вертикали, а наиболее предпочтительно от 15 до 45° от вертикали. Широкая боковая стенка 56 имеет максимальный диаметр «X», который в общем случае превышает максимальный диаметр «D» секции реакции 24, хотя, если верхняя часть секции реакции 24 будет иметь меньший диаметр по сравнению с общим максимальным диаметром секции реакции 24, то тогда X
 45 фактически может составить величину, меньшую, чем D. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения соотношение между диаметром широкой боковой стенки 56 и максимальным диаметром секции реакции 24 «X:D» находится от приблизительно 0,8:1 до приблизительно 4:1, наиболее предпочтительно от 1,1:1 до 2:1. Крышка 58 соединяется с верхом широкой боковой стенки 56.
 50 Крышка 58 предпочтительно представляет собой элемент в общем случае эллиптической формы, определяющий центральное отверстие, которое делает возможным уход газа из зоны отделения 30 через выпускное отверстие для газа 40. В

альтернативном варианте реализации крышка 58 может иметь любую форму, в том числе коническую. Зона отделения 30 имеет максимальную высоту «Y», измеренную от верха 50 зоны реакции 28 самой верхней части зоны отделения 30. Соотношение между длиной зоны реакции 28 и высотой зоны отделения 30 «L:Y» предпочтительно находится от приблизительно 2:1 до приблизительно 24:1, более предпочтительно от приблизительно 3:1 до приблизительно 20:1, а наиболее предпочтительно от 4:1 до 16:1.

Если обратиться теперь к фиг. 1-5, то можно сказать, что теперь будет более подробно обсуждаться расположение и конфигурация барботера для окислителя 34. Фиг. 2 и 3 демонстрируют то, что барботер для окислителя 34 может включать кольцевой элемент 60, поперечный элемент 62 и пару каналов для ввода окислителя 64а, b. В удобном варианте данные каналы для ввода окислителя 64а, b могут входить в емкость на уровне по высоте, находящемся выше кольцевого элемента 60, а после этого поворачиваться книзу так, как это продемонстрировано на фиг. 2 и 3. В альтернативном варианте канал для ввода окислителя 64а, b может входить в емкость ниже кольцевого элемента 60 или приблизительно на той же самой горизонтальной плоскости, что и кольцевой элемент 60. Каждый канал для ввода окислителя 64а, b включает первый край, соединенный с соответствующим впускным отверстием для окислителя 66а, b, сформированным в корпусе 22, и второй край, через текучую среду соединяющийся с кольцевым элементом 60. Кольцевой элемент 60 предпочтительно образован из каналов, более предпочтительно из множества прямых секций каналов, а наиболее предпочтительно множества прямых трубных секций, жестко соединенных друг с другом с получением трубчатого многоугольного кольца. Предпочтительно кольцевой элемент 60 образован, по меньшей мере, из 3 прямых трубных секций, более предпочтительно из 6-10 трубных секций, а наиболее предпочтительно из 8 трубных секций. В соответствии с этим, если кольцевой элемент 60 будет образован из 8 трубных секций, то тогда он будет иметь в общем случае восьмиугольную конфигурацию. Поперечный элемент 62 предпочтительно получают из по существу прямой трубной секции, которая через текучую среду соединяется с противоположными трубными секциями кольцевого элемента 60 и проходит по диагонали между ними. Трубная секция, используемая для поперечного элемента 62, предпочтительно имеет по существу тот же самый диаметр, что и трубные секции, используемые для получения кольцевого элемента 60. Предпочтительно, чтобы трубные секции, которые составляют каналы для ввода окислителя 64а, b, кольцевой элемент 60 и поперечный элемент 62, имели номинальный диаметр, больший, чем приблизительно 0,1 м, более предпочтительно находящийся от приблизительно 0,2 до приблизительно 2 м, а наиболее предпочтительно от 0,25 до 1 м. Как, может быть, наилучшим образом проиллюстрировано на фиг.3, каждый элемент, выбираемый из кольцевого элемента 60 и поперечного элемента 62, характеризуется наличием множества верхних отверстий для окислителя 68, предназначенных для выпуска потока окислителя снизу вверх в зону реакции 28. Как, может быть, лучше всего проиллюстрировано на фиг.4, кольцевой элемент 60 и/или поперечный элемент 62 могут характеризоваться наличием одного или нескольких нижних отверстий для окислителя 70, предназначенных для выпуска потока окислителя сверху вниз в зону реакции 28. Нижние отверстия для окислителя 70 также могут быть использованы для выпуска жидкой и/или твердой фаз, которые могут проникать внутрь кольцевого элемента 60 и/или поперечного элемента 62. Для того, чтобы предотвратить накопление твердой фазы внутри барботера для окислителя 34, через барботер 34

можно непрерывно или периодически перепускать поток жидкости для вымывания любых количеств накопившейся твердой фазы.

Если обратиться опять к фиг. 1-4, то можно сказать, что во время окисления в барботажной колонне реакторного типа 20 потоки окислителя перепускают через впускные отверстия 66а, б для окислителя в каналы 64а, б для ввода окислителя, соответственно. После этого потоки окислителя транспортируют через каналы 64а, б для ввода окислителя в кольцевой элемент 60. Как только поток окислителя поступит в кольцевой элемент 60, поток окислителя будет распределяться по всем внутренним объемам кольцевого элемента 60 и поперечного элемента 62. После этого поток окислителя вытесняется из барботера для окислителя 34 в зону реакции 28 через верхние и нижние отверстия для окислителя 68, 70 кольцевого элемента 60 и поперечного элемента 62.

Устья верхних отверстий для окислителя 68 разнесены одно от другого в боковом направлении и располагаются по существу на одном и том же уровне по высоте в зоне реакции 28. Таким образом, устья верхних отверстий для окислителя 68 в общем случае располагаются на по существу горизонтальной плоскости, определенной верхом барботера для окислителя 34. Устья нижних отверстий для окислителя 70 разнесены в боковом направлении одно от другого и располагаются по существу на одном и том же уровне по высоте в зоне реакции 28. Таким образом, устья нижних отверстий для окислителя 70 в общем случае располагаются на по существу горизонтальной плоскости, определенной низом барботера для окислителя 34.

В одном варианте реализации настоящего изобретения барботер для окислителя 34 имеет, по меньшей мере, приблизительно 20 верхних отверстий для окислителя 68, сформированных в нем. Более предпочтительно барботер для окислителя 34 имеет сформированные в нем верхние отверстия для окислителя в количестве от приблизительно 40 до приблизительно 800. Наиболее предпочтительно барботер для окислителя 34 имеет сформированные в нем верхние отверстия для окислителя 68 в количестве от 60 до 400. Барботер для окислителя 34 предпочтительно имеет, по меньшей мере, приблизительно 1 нижнее отверстие для окислителя 70, сформированное в нем. Более предпочтительно барботер для окислителя 34 имеет сформированные в нем нижние отверстия для окислителя 70 в количестве от приблизительно 2 до приблизительно 40. Наиболее предпочтительно барботер для окислителя 34 имеет сформированные в нем нижние отверстия для окислителя 70 в количестве от 8 до 20. Соотношение между количествами верхних отверстий для окислителя 68 и нижних отверстий для окислителя 70 в барботере окислителя 34 предпочтительно находится от приблизительно 2:1 до приблизительно 100:1, более предпочтительно от приблизительно 5:1 до приблизительно 25:1, а наиболее предпочтительно от 8:1 до 15:1. Диаметры по существу всех верхних и нижних отверстий 68, 70 для окислителя предпочтительно являются по существу одинаковыми, так что соотношение между объемными расходами потока окислителя из верхних и нижних отверстий 68, 70 является по существу тем же самым, что и приведенные выше соотношения для относительных количеств верхних и нижних отверстий 68, 70 для окислителя.

Фиг.5 иллюстрирует направление выпуска окислителя из верхних и нижних отверстий для окислителя 68, 70. Что касается верхних отверстий для окислителя 68, то предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, часть верхних отверстий для окислителя 68 производила выпуск потока окислителя под углом «А» от вертикали. Предпочтительно, чтобы процентная доля верхних отверстий для окислителя 68,

которые ориентированы под углом «А» к вертикали, находилась от приблизительно 30 до приблизительно 90%, более предпочтительно от приблизительно 50 до приблизительно 80%, еще более предпочтительно от 60 до 75%, а наиболее предпочтительно была равна приблизительно 67%. Угол «А»

предпочтительно находится от приблизительно 5 до приблизительно 60°, более предпочтительно от приблизительно 10 до приблизительно 45°, а наиболее предпочтительно от 15 до 30°. Что касается нижних отверстий для окислителя 70, то предпочтительно, чтобы по существу все нижние отверстия для окислителя 70

располагались бы вблизи нижней части кольцевого элемента 60 и/или поперечного элемента 62. Таким образом, любые количества жидкой и/или твердой фаз, которые могут ненамеренно попасть в барботер для окислителя 34, можно будет легко выпустить из барботера для окислителя 34 через нижние отверстия окислителя 70.

Предпочтительно нижние отверстия окислителя 70 обеспечивают выпуск потока окислителя сверху вниз по существу вертикально. Для целей данного описания верхним отверстием для окислителя может быть любое отверстие, которое обеспечивает выпуск потока окислителя в общем случае в направлении снизу вверх (то есть под углом, отсчитываемым вверх от горизонтали), а нижним отверстием для окислителя может быть любое отверстие, которое обеспечивает выпуск потока окислителя в общем случае в направлении сверху вниз (то есть под углом, отсчитываемым вниз от горизонтали).

Во многих обычно используемых барботажных колоннах реакторного типа, содержащих многофазную реакционную среду, по существу вся реакционная среда, расположенная ниже барботера для окислителя (или другого механизма, предназначенного для введения потока окислителя в зону реакции), характеризуется очень низкой величиной удержания газа. Как известно на современном уровне техники, «удержание газа» представляет собой просто объемную долю многофазной среды, которая находится в газообразном состоянии. Зоны низкой величины удержания газа в среде также можно называть «неаэрированными» зонами. Во многих обычно используемых суспензионных барботажных колоннах реакторного типа значительная доля от общего объема реакционной среды располагается ниже барботера для окислителя (или другого механизма, предназначенного для введения потока окислителя в зону реакции). Таким образом, значительная часть реакционной среды, присутствующей внизу обычно используемых барботажных колонн реакторного типа, является неаэрированной.

Было обнаружено, что сведение к минимуму количества неаэрированных зон в реакционной среде, подвергаемой окислению в барботажной колонне реакторного типа, может обеспечить сведение к минимуму образования определенных типов нежелательных примесей. Неаэрированные зоны реакционной среды содержат относительно малое количество пузырьков окислителя. Данный малый объем пузырьков окислителя приводит к уменьшению количества молекулярного кислорода, доступного для растворения в жидкой фазе реакционной среды. Таким образом, жидкая фаза в неаэрированной зоне реакционной среды характеризуется относительно низкой концентрацией молекулярного кислорода. Данные обедненные кислородом неаэрированные зоны реакционной среды имеют тенденцию к стимулированию прохождения нежелательных побочных реакций, вместо желательной реакции окисления. Например, в случае частичного окисления параксилола с получением терефталевой кислоты недостаточная доступность кислорода в жидкой фазе реакционной среды может привести к образованию

нежелательно больших количеств бензойной кислоты и сопряженных ароматических колец, в частности, в том числе в высшей степени нежелательных молекул окрашенных веществ, известных как флуореноны и антрахиноны.

В соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения жидкофазное окисление проводят в барботажной колонне реакторного типа, сконфигурированной и функционирующей таким образом, чтобы свести к минимуму объемную долю реакционной среды, характеризующейся низкими величинами удержания газа. Данное сведение к минимуму количества неаэрированных зон можно количественно охарактеризовать в результате теоретического разделения общего объема реакционной среды на 2000 дискретных горизонтальных слоев с одинаковым объемом. За исключением самого верхнего и самого нижнего горизонтальных слоев каждый горизонтальный слой представляет собой дискретный объем, ограниченный по его боковым сторонам боковой стенкой реактора и ограниченный по его верхней и нижней сторонам воображаемыми горизонтальными плоскостями. Самый верхний горизонтальный слой ограничен по его нижней стороне воображаемой горизонтальной плоскостью, а по его верхней стороне - верхней поверхностью реакционной среды. Самый нижний горизонтальный слой ограничен по его верхней стороне воображаемой горизонтальной плоскостью, а по его нижней стороне - нижним уровнем емкости. Как только реакционная среда теоретически разделена на 2000 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом, можно будет определить усредненную по времени и объему величину удержания газа для каждого горизонтального слоя. В случае использования данного способа определения количества неаэрированных зон предпочтительно, чтобы количество горизонтальных слоев, характеризующихся усредненной по времени и объему величиной удержания газа, меньшей 0,1, составляло величину, меньшую 30, более предпочтительно меньшую 15, еще более предпочтительно меньшую 6, даже более предпочтительно меньшую 4, а наиболее предпочтительно меньшую 2. Предпочтительно, чтобы количество горизонтальных слоев, характеризующихся величиной удержания газа, меньшей 0,2, составляло величину, меньшую 80, более предпочтительно меньшую 40, еще более предпочтительно меньшую 20, даже более предпочтительно меньшую 12, а наиболее предпочтительно меньшую 5. Предпочтительно, чтобы количество горизонтальных слоев, характеризующихся величиной удержания газа, меньшей 0,3, составляло величину, меньшую 120, более предпочтительно меньшую 80, еще более предпочтительно меньшую 40, даже более предпочтительно меньшую 20, а наиболее предпочтительно меньшую 15.

Если обратиться опять к фиг. 1 и 2, то было обнаружено, что более низкое расположение барботера для окислителя 34 в зоне реакции 28 обеспечивает достижение нескольких преимуществ, включающих уменьшение количества неаэрированных зон в реакционной среде 36. При данных высоте «Н» реакционной среды 36, длине «L» зоны реакции 28 и максимальном диаметре «D» зоны реакции 28 предпочтительно, чтобы основную часть (то есть >50% массовых) потока окислителя вводили в зону реакции 28 в пределах приблизительно 0,025H, 0,022L и/или 0,25D от нижнего уровня 52 зоны реакции 28. Более предпочтительно основную часть потока окислителя вводят в зону реакции 28 в пределах приблизительно 0,02H, 0,018L и/или 0,2D от нижнего уровня 52 зоны реакции 28. Наиболее предпочтительно основную часть потока окислителя вводят в зону реакции 28 в пределах 0,015H, 0,013L и/или 0,15D от нижнего уровня 52 зоны реакции 28.

В варианте реализации, проиллюстрированном на фиг.2, расстояние по высоте «Y₁»

между нижним уровнем 52 зоны реакции 28 и штуцерами верхних отверстий для окислителя 68 барботера для окислителя 34 составляет величину, меньшую приблизительно 0,25H, 0,022L и/или 0,25D, так что по существу весь поток окислителя поступает в зону реакции 28 в пределах приблизительно 0,25H, 0,022L и/или 0,25D от нижнего уровня 52 зоны реакции 28. Более предпочтительно Y_1 составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,02H, 0,018L и/или 0,2D. Наиболее предпочтительно Y_1 составляет величину, меньшую, чем 0,015H, 0,013L и/или 0,15D, но большую, чем 0,005H, 0,004L и/или 0,06D. Фиг.2 иллюстрирует линию начала изгиба 72 в позиции, в которой нижний уровень цилиндрической основы 46 корпуса 22 соединяется с верхним уровнем эллиптического днища 48 корпуса 22. В альтернативном варианте днище 48 может иметь любую форму, в том числе коническую, а линию начала изгиба все еще определяют как нижний уровень цилиндрической основы 46. Расстояние по высоте « Y_2 » между линией начала изгиба 72 и верхом барботера для окислителя 34 предпочтительно составляет, по меньшей мере, приблизительно 0,0012H, 0,001L и/или 0,01D; более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 0,005H, 0,004L и/или 0,05D; а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 0,01H, 0,008L и/или 0,1D. Расстояние по высоте « Y_3 » между нижним уровнем 52 зоны реакции 28 и устьями нижних отверстий для окислителя 70 барботера для окислителя 34 предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,015H, 0,013L и/или 0,15D; более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,012H, 0,01L и/или 0,1D; а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,01H, 0,008L и/или 0,075D, но большую, чем 0,003H, 0,002L и/или 0,025D.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения отверстия, которые обеспечивают выпуск потока окислителя и потока исходного подаваемого материала в зону реакции, имеют такую конфигурацию, чтобы (массовая) величина потока окислителя или исходного подаваемого материала, выпускаемого из отверстия, была прямо пропорциональна площади реального сечения отверстия. Таким образом, например, если 50% от общей площади "реального" сечения, определенной всеми отверстиями для окислителя, будут располагаться в пределах 0,15D от низа зоны реакции, то тогда в зону реакции в пределах 0,15D от низа зоны реакции будут поступать 50% массовых потока окислителя и наоборот.

В дополнение к преимуществам, обеспечиваемым в результате сведения к минимуму количества неаэрированных зон (то есть зон, характеризующихся низкой величиной удержания газа) в реакционной смеси 36, было обнаружено, что прохождение окисления можно улучшить в результате доведения до максимума величины удержания газа для общей реакционной среды 36. Реакционная среда 36 предпочтительно характеризуется усредненной по времени и объему величиной удержания газа, равной, по меньшей мере, приблизительно 0,4, более предпочтительно находящейся от приблизительно 0,6 до приблизительно 0,9, а наиболее предпочтительно от 0,65 до 0,85. Некоторые физические и эксплуатационные характеристики барботажной колонны реакторного типа 20 вносят свой вклад в обсуждавшуюся выше высокую величину удержания газа. Например, для данных размера реактора и расхода для потока окислителя высокое соотношение L:D для зоны реакции 28 дает в результате меньший диаметр, что вызывает увеличение расхода на единицу сечения потока в реакционной среде 36, что, в свою очередь, приводит к увеличению удержания газа. В дополнение к этому, на среднюю величину удержания газа даже для данного постоянного расхода на единицу сечения потока,

как известно, оказывают влияние фатический диаметр барботажной колонны и соотношение $L:D$. В дополнение к этому, свой вклад в повышенную величину удержания газа вносит сведение к минимуму количества неаэрированных зон, в частности, в области низа зона реакции 28. Кроме того, на стабильность

5 функционирования при высоких расходах на единицу сечения потока и величинах удержания газа, описанных в настоящем документе, могут оказывать влияние давление верха реактора и конфигурация барботажной колонны реакторного типа.

Кроме того, изобретатели выявили важность функционирования при

10 оптимизированном давлении верха реактора для получения повышенного удержания газа и повышенного массопереноса. Может показаться, что функционирование при пониженном давлении верха реактора, что приводит к уменьшению растворимости молекулярного кислорода в соответствии с действием закона Генри, привело к уменьшению скорости массопереноса молекулярного кислорода из газа в жидкость. В

15 емкости с механическим перемешиванием данный вариант обычно и имеет место, поскольку уровни аэрации и скорости массопереноса преимущественным образом определяются конструкцией перемешивающего устройства и давлением верха реактора. Однако в случае барботажной колонны реакторного типа,

20 соответствующей предпочтительному варианту реализации настоящего изобретения, было выявлено, как использовать пониженное давление верха реактора для того, чтобы стимулировать занятие заданной массой потока газофазного окислителя большего объема, что вызывает увеличение расхода на единицу сечения потока в реакционной среде 36 и, в свою очередь, приводит к увеличению удержания газа и

25 скорости переноса молекулярного кислорода.

Установление равновесия между коалесценцией и дроблением пузырьков представляет собой чрезвычайно сложное явление, приводящее, с одной стороны, к возникновению тенденции к вспениванию, что вызывает уменьшение скоростей

30 внутренней циркуляции жидкой фазы, и что может потребовать наличия значительных зон отделения, а, с другой стороны, к возникновению тенденции к наличию меньшего количества очень крупных пузырьков, что приводит к пониженному удержанию газа и пониженной скорости массопереноса из потока окислителя в жидкую фазу. Что касается жидкой фазы, то, как известно, ее состав, плотность, вязкость и

35 поверхностное натяжение, помимо прочих факторов, взаимодействуют очень сложным образом, приводя к получению очень сложных результатов даже в отсутствие твердой фазы. Например, в лабораторных исследованиях исследователи обнаружили, что при составлении отчетов и оценке результатов по наблюдениям даже

40 для простых водно-воздушных барботажных колонн полезно определять качество «воды» - будет ли это водопроводная вода, дистиллированная вода или деионизованная вода. В случае сложных смесей в жидкой фазе и в случае добавления твердой фазы степень сложности увеличивается дополнительно. Важными для взаимодействия твердой фазы с жидкой фазой и потоком окислителя при определении

45 того, какими в результате будут получаться характеристики барботирования и схемы течения при естественной конвекции, помимо прочего, являются все параметры, выбираемые из поверхностных неоднородностей индивидуальных частиц твердой фазы, среднего размера твердых частиц, распределения частиц по размерам,

50 количества твердой фазы по сравнению с количеством жидкой фазы и способности жидкости смачивать поверхность твердой фазы.

Таким образом, способность барботажной колонны реакторного типа функционировать подходящим образом при высоких расходах на единицу сечения

потока и высоких величинах удержания газа, описываемых в настоящем документе, зависит, например, от надлежащего выбора: (1) состава жидкой фазы реакционной среды; (2) количества и типа осажденной твердой фазы, где оба параметра можно отрегулировать при помощи условий проведения реакции; (3) величины потока окислителя, подаваемого в реактор; (4) давления верха реактора, которое оказывает влияние на объемный расход потока окислителя, стабильность пузырьков и, через энергетический баланс, на температуру реакции; (5) самой температуры реакции, которая оказывает влияние на характеристики текучести, свойства осажденной твердой фазы и удельный объем потока окислителя; и (6) геометрии и механических деталей реакционной емкости, в том числе соотношения L:D.

Если обратиться опять к фиг.1, то можно сказать, что было обнаружено, что получения улучшенного распределения окисляемого соединения (например, параксилола) в реакционной среде 36 можно было добиться в результате введения потока жидкофазного исходного подаваемого материала в зону реакции 28 в нескольких позициях, разнесенных по высоте. Предпочтительно поток жидкофазного исходного подаваемого материала вводят в зону реакции 28 при использовании, по меньшей мере, 3 отверстий для исходного подаваемого материала, более предпочтительно, по меньшей мере, 4 отверстий для исходного подаваемого материала. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «отверстия для исходного подаваемого материала» должны обозначать отверстия, через которые поток жидкофазного исходного подаваемого материала выпускают в зону реакции 28 для перемешивания с реакционной средой 36. Предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, 2 отверстия для исходного подаваемого материала были разнесены по высоте друг относительно друга, по меньшей мере, приблизительно на $0,5D$, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно на $1,5D$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, на $3D$. Однако предпочтительно, чтобы самое высокое отверстие для исходного подаваемого материала отстояло по высоте от самого нижнего отверстия для окислителя не более, чем приблизительно на $0,75H$, $0,65L$ и/или $8D$; более предпочтительно не более, чем приблизительно на $0,5H$, $0,4L$ и/или $5D$; а наиболее предпочтительно не более, чем на $0,4H$, $0,35L$ и/или $4D$.

Несмотря на то, что введение потока жидкофазного исходного подаваемого материала желательно проводить в нескольких позициях по высоте, также было обнаружено и то, что улучшенное распределение окисляемого соединения в реакционной среде 36 будет достигаться, если основную часть потока жидкофазного исходного подаваемого материала будут вводить в нижнюю половину реакционной среды 36 и/или зоны реакции 28. Предпочтительно в нижнюю половину реакционной среды 36 и/или зоны реакции 28 вводят, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых от потока жидкофазного исходного подаваемого материала. Наиболее предпочтительно в нижнюю половину реакционной среды 36 и/или зоны реакции 28 вводят, по меньшей мере, 90% массовых от потока жидкофазного исходного подаваемого материала. В дополнение к этому, предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, приблизительно 30% массовых потока жидкофазного исходного подаваемого материала вводили в зону реакции 28 в пределах приблизительно $1,5D$ от самой нижней позиции по высоте, где в зону реакции 28 вводят поток окислителя. Данная самая нижняя позиция по высоте, где поток окислителя вводят в зону реакции 28, обычно находится в области низа барботера для окислителя; однако в одном предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения предусматривается широкий ассортимент альтернативных конфигураций, предназначенных для введения

потока окислителя в зону реакции 28. Предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 50% массовых от жидкофазного исходного подаваемого материала вводят в пределах приблизительно 2,5D от самой нижней позиции по высоте, где в зону реакции 28 вводят поток окислителя. Предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых от потока жидкофазного исходного подаваемого материала вводят в пределах приблизительно 5D от самой нижней позиции по высоте, где в зону реакции 28 вводят поток окислителя.

Каждое отверстие для исходного подаваемого материала определяет "реальное" сечение, через которое выпускают исходный подаваемый материал. Предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, приблизительно 30% от общей площади "реального" сечения всех впускных отверстий для исходного подаваемого материала располагались в пределах приблизительно 1,5D от самой нижней позиции по высоте, где в зону реакции 28 вводят поток окислителя. Предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 50% от общей площади реального сечения всех впускных отверстий для исходного подаваемого материала располагаются в пределах приблизительно 2,5D от самой нижней позиции по высоте, где в зону реакции 28 вводят поток окислителя. Предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 75% от общей площади реального сечения всех впускных отверстий для исходного подаваемого материала располагаются в пределах приблизительно 5D от самой нижней позиции по высоте, где в зону реакции 28 вводят поток окислителя.

Если обратиться опять к фиг. 1, то можно сказать, что в одном варианте реализации настоящего изобретения впускные отверстия для исходного подаваемого материала 32a, b, c, d представляют собой просто последовательность из отверстий, выровненных по высоте по одной стороне корпуса 22. Данные отверстия для исходного подаваемого материала предпочтительно имеют по существу подобные диаметры, меньшие, чем приблизительно 7 см, более предпочтительно находящиеся от приблизительно 0,25 до приблизительно 5 см, а наиболее предпочтительно от 0,4 до 2 см. Барботажную колонну реакторного типа 20 предпочтительно оборудуют системой регулирования расхода для потока жидкофазного исходного подаваемого материала из каждого отверстия для исходного подаваемого материала. Такая система регулирования расхода предпочтительно включает индивидуальный клапан регулирования расхода 74a, b, c, d для каждого соответствующего впускного отверстия для исходного подаваемого материала 32a, b, c, d. В дополнение к этому, предпочтительно, чтобы барботажная колонна реакторного типа 20 была оборудована системой регулирования расхода, которая позволяла бы, по меньшей мере, часть потока жидкофазного исходного подаваемого материала вводить в зону реакции 28 при повышенном расходе на единицу сечения потока во впускном отверстии, равном, по меньшей мере, приблизительно 2 м/с, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 5 м/с, еще более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 6 м/с, а наиболее предпочтительно находящемся от 8 до 20 м/с. В соответствии с использованием в настоящем документе, термин «расход на единицу сечения потока во впускном отверстии» обозначает усредненный по времени и объему расход для потока исходного подаваемого материала из отверстия для исходного подаваемого материала, поделенный на площадь отверстия для исходного подаваемого материала. Предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 50% массовых потока исходного подаваемого материала вводят в зону реакции 28 при повышенном расходе на единицу сечения потока во впускном отверстии. Наиболее предпочтительно по существу весь поток исходного подаваемого материала вводят в

зону реакции 28 при повышенном расходе на единицу сечения потока во впускном отверстии.

Если обратиться теперь к фиг. 6-7, то можно сказать, что на них проиллюстрирована альтернативная система введения в зону реакции 28 потока жидкофазного исходного подаваемого материала. В данном варианте реализации поток исходного подаваемого материала вводят в зону реакции 28 на четырех различных уровнях по высоте. На каждом уровне по высоте оборудуют соответствующую систему распределения исходного подаваемого материала 76a, b, c, d. Каждая система распределения исходного подаваемого материала 76 включает основной канал для исходного подаваемого материала 78 и коллектор 80. Каждый коллектор 80 снабжают, по меньшей мере, двумя выпускными отверстиями 82, 84, соединенными с соответствующими вставными каналами 86, 88, которые проходят в зону реакции 28 корпуса 22. Каждый вставной канал 86, 88 характеризуется наличием соответствующего отверстия для исходного подаваемого материала 87, 89, предназначенного для выпуска потока исходного подаваемого материала в зону реакции 28. Отверстия для исходного подаваемого материала 87, 89 предпочтительно имеют по существу подобные диаметры, меньшие, чем приблизительно 7 см, более предпочтительно находящиеся от приблизительно 0,25 до приблизительно 5 см, а наиболее предпочтительно от 0,4 до 2 см. Предпочтительно, чтобы отверстия для исходного подаваемого материала 87, 89 в каждой системе распределения исходного подаваемого материала 76a, b, c, d были расположены по диаметру друг напротив друга таким образом, чтобы поток исходного подаваемого материала вводить в зону реакции 28 противотоком. Кроме того, предпочтительно, чтобы расположенные по диаметру друг напротив друга отверстия для исходного подаваемого материала 86, 88 соседних систем распределения исходного подаваемого материала 76 были ориентированы с поворотом на угол 90° друг по отношению к другу. В ходе функционирования поток жидкофазного исходного подаваемого материала загружают в основной канал для исходного подаваемого материала 78, а после этого он поступает в коллектор 80. Коллектор 80 равномерно распределяет поток исходного подаваемого материала для одновременного введения с противоположных сторон реактора 20 через отверстия для исходного подаваемого материала 87, 89.

Фиг.8 иллюстрирует альтернативную конфигурацию, где каждую систему распределения исходного подаваемого материала 76 оборудуют байонетными трубами 90, 92, а не вставными каналами 86, 88 (продемонстрированными на фиг.7). Байонетные трубы 90, 92 проходят в зону реакции 28 и включают множество небольших отверстий для исходного подаваемого материала 94, 96, предназначенных для выпуска жидкофазного исходного подаваемого материала в зону реакции 28. Предпочтительно, чтобы небольшие отверстия для исходного подаваемого материала 94, 96 у байонетных труб 90, 92 имели по существу одни и те же диаметры, меньшие, чем приблизительно 50 мм, более предпочтительно находящиеся от приблизительно 2 до приблизительно 25 мм, а наиболее предпочтительно от 4 до 15 мм.

Фиг. 9-11 иллюстрируют альтернативную систему распределения исходного подаваемого материала 100. Система распределения исходного подаваемого материала 100 обеспечивает введение потока жидкофазного исходного подаваемого материала через множество разнесенных по высоте и разнесенных в боковом направлении позиций без необходимости в наличии нескольких позиций подачи через боковую стенку барботажной колонны реакторного типа 20. Система введения

исходного подаваемого материала 100 в общем случае включает единственный канал впускного отверстия 102, магистраль 104, множество вертикальных распределительных труб 106, механизм, создающий боковую опору, 108 и механизм, создающий вертикальную опору, 110. Канал впускного отверстия 102 проникает через боковую стенку основы 46 корпуса 22. Канал впускного отверстия 102 через текучую среду соединяется с магистралью 104. Магистраль 104 равномерно распределяет поток исходного подаваемого материала, поступающий из канала впускного отверстия 102, между вертикальными распределительными трубами 106. Каждая распределительная труба 106 имеет множество разнесенных по высоте отверстий для исходного подаваемого материала 112a, b, c, d, предназначенных для выпуска потока исходного подаваемого материала в зону реакции 28. Механизм, создающий боковую опору 108, соединяется с каждой распределительной трубой 106 и предотвращает возникновение относительного бокового перемещения распределительных труб 106. Механизм, создающий вертикальную опору 110, предпочтительно соединяется с механизмом, создающим боковую опору 108, и верхом барботера для окислителя 34. Механизм, создающий вертикальную опору 110, по существу предотвращает возникновение вертикального перемещения распределительных труб 106 в зоне реакции 28. Предпочтительно, чтобы отверстия для исходного подаваемого материала 112 имели по существу одни и те же диаметры, меньшие, чем приблизительно 50 мм, более предпочтительно, находящиеся от приблизительно 2 до приблизительно 25 мм, а наиболее предпочтительно от 4 до 15 мм. Разнесение по высоте отверстий для исходного подаваемого материала 112 в системе распределения исходного подаваемого материала 100, проиллюстрированной на фиг. 9-11, может быть по существу тем же самым, что и описанное выше в том, что касается системы распределения исходного подаваемого материала фиг.1.

Было обнаружено, что схемы течения реакционной среды во многих барботажных колоннах реакторного типа может позволить осуществить неравномерное азимутальное распределение окисляемого соединения в реакционной среде, в особенности тогда, когда окисляемое соединение, главным образом, вводят по одной стороне реакционной среды. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «азимутальный» должен обозначать угол или разнесение по окружности относительно вертикальной продольной оси зоны реакции. В соответствии с использованием в настоящем документе «вертикальный» должен обозначать нахождение в пределах 45° от вертикали. В одном варианте реализации настоящего изобретения поток исходного подаваемого материала, содержащий окисляемое соединение (например, параксилон), в зону реакции вводят через множество разнесенных по азимуту отверстий для исходного подаваемого материала. Данные разнесенные по азимуту отверстия для исходного подаваемого материала могут способствовать предотвращению возникновения в реакционной среде областей избыточно высоких и избыточно низких концентраций окисляемого соединения. Различные системы введения исходного подаваемого материала, проиллюстрированные на фиг. 6-11, представляют собой примеры систем, которые обеспечивают наличие надлежащего разнесения по азимуту для отверстий для исходного подаваемого материала.

Если обратиться опять к фиг.7, то можно сказать, что для того, чтобы получить количественные характеристики для разнесенного по азимуту введения потока жидкофазного исходного подаваемого материала в реакционную среду, реакционную среду можно теоретически разделить на четыре вертикальных азимутальных квадранта

« Q_1, Q_2, Q_3, Q_4 » с приблизительно равным объемом. Данные азимутальные квадранты « Q_1, Q_2, Q_3, Q_4 » определяются парой воображаемых пересекающихся перпендикулярных вертикальных плоскостей « P_1, P_2 », выходящих за пределы максимального вертикального размера и максимального радиального размера реакционной среды. Если реакционная среда будет содержаться в цилиндрической емкости, то тогда линия пересечения воображаемых пересекающихся вертикальных плоскостей P_1, P_2 будет приблизительно совпадать с вертикальной центральной линией цилиндра, а каждый азимутальный квадрант Q_1, Q_2, Q_3, Q_4 будет представлять собой в общем случае клиновидный вертикальный объем, имеющий высоту, равную высоте реакционной среды. Предпочтительно, чтобы существенную часть окисляемого соединения выпускали в реакционную среду через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные, по меньшей мере, в двух различных азимутальных квадрантах.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения через отверстия для исходного подаваемого материала, которые могут располагаться в одном азимутальном квадранте, в реакционную среду выпускают не более чем приблизительно 80% массовых от окисляемого соединения. Более предпочтительно через отверстия для исходного подаваемого материала, которые могут располагаться в одном азимутальном квадранте, в реакционную среду выпускают не более чем приблизительно 60% массовых от окисляемого соединения. Наиболее предпочтительно через отверстия для исходного подаваемого материала, которые могут располагаться в одном азимутальном квадранте, в реакционную среду выпускают не более чем приблизительно 40% массовых от окисляемого соединения. Данные параметры для азимутального распределения окисляемого соединения измеряют тогда, когда азимутальные квадранты будут азимутально ориентированы таким образом, чтобы в один из азимутальных квадрантов обеспечить выпуск максимально возможного количества окисляемого соединения. Например, если поток общего (объединенного) исходного подаваемого материала будут выпускать в реакционную среду через два отверстия для исходного подаваемого материала, которые будут азимутально разнесены друг от друга на 89° , то тогда для целей определения азимутального распределения в четырех азимутальных квадрантах 100% массовых потока исходного подаваемого материала будут выпускать в реакционную среду в одном азимутальном квадранте, поскольку азимутальные квадранты могут быть азимутально ориентированы таким образом, чтобы оба отверстия для исходного подаваемого материала были расположены в одном азимутальном квадранте.

В дополнение к преимуществам, связанным с надлежащим азимутальным разнесением отверстий для исходного подаваемого материала, также было обнаружено и то, что в барботажной колонне реакторного типа существенным может являться также и надлежащее радиальное разнесение отверстий для исходного подаваемого материала. Предпочтительно, чтобы существенную часть окисляемого соединения, вводимого в реакционную среду, выпускали через отверстия для исходного подаваемого материала, которые радиально разнесены в направлении извне вовнутрь от боковой стенки емкости. Таким образом, в одном варианте реализации настоящего изобретения существенная часть окисляемого соединения поступает в зону реакции через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в «предпочтительной радиальной зоне для исходного подаваемого материала», которая простирается в направлении извне вовнутрь от вертикальных

боковых стенок, определяющих зону реакции.

Если обратиться опять к фиг.7, то можно сказать, что предпочтительная радиальная зона для исходного подаваемого материала «FZ» может принимать форму теоретического вертикального цилиндра, центрированного в зоне реакции 28 и имеющего внешний диаметр « D_o », равный $0,9D$, где « D » представляет собой диаметр зоны реакции 28. Таким образом, внешнее кольцевое пространство «OA», имеющее толщину $0,05D$, определяется областью в промежутке между предпочтительной радиальной зоной для исходного подаваемого материала FZ и внутренней стороной боковой стенки, определяющей зону реакции 28. Предпочтительно, чтобы через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в данном внешнем кольцевом пространстве OA, в зону реакции 28 вводили незначительное количество окисляемого соединения или его не вводили вообще.

В еще одном варианте реализации предпочтительно, чтобы незначительное количество окисляемого соединения вводили в центр зоны реакции 28 или туда не вводили его вообще. Таким образом, как проиллюстрировано на фиг.8, предпочтительная радиальная зона для исходного подаваемого материала FZ может принимать форму теоретического вертикального кольцевого пространства, центрированного в зоне реакции 28, имеющего внешний диаметр D_o , равный $0,9D$, и имеющего внутренний диаметр D_i , равный $0,2D$. Таким образом, в данном варианте реализации из центра предпочтительной радиальной зоны для исходного подаваемого материала FZ «вырезают» внутренний цилиндр IC, имеющий диаметр $0,2D$.

Предпочтительно, чтобы через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в данном внутреннем цилиндре IC, в зону реакции 28 вводили незначительное количество окисляемого соединения, или его не вводили вообще.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения существенную часть окисляемого соединения в реакционную среду 36 вводят через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в предпочтительной радиальной зоне для исходного подаваемого материала, вне зависимости от того, будет ли предпочтительная радиальная зона для исходного подаваемого материала иметь цилиндрическую или кольцевую формы, описанные выше. Более предпочтительно через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в предпочтительной радиальной зоне для исходного подаваемого материала, в реакционную среду 36 выпускают, по меньшей мере, приблизительно 25% массовых окисляемого соединения. Еще более предпочтительно через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в предпочтительной радиальной зоне для исходного подаваемого материала, в реакционную среду 36 выпускают, по меньшей мере, приблизительно 50% массовых окисляемого соединения. Наиболее предпочтительно через отверстия для исходного подаваемого материала, расположенные в предпочтительной радиальной зоне для исходного подаваемого материала, в реакционную среду 36 выпускают, по меньшей мере, 75% массовых окисляемого соединения.

Несмотря на то, что теоретические азимутальные квадранты и теоретическая предпочтительная радиальная зона для исходного подаваемого материала, проиллюстрированные на фиг. 7 и 8, описываются со ссылкой на распределение потока жидкофазного исходного подаваемого материала, было обнаружено, что надлежащее азимутальное и радиальное распределение потока газофазного окислителя также может обеспечить достижение определенных преимуществ. Таким образом, в одном варианте реализации настоящего изобретения описание

азимутального и радиального распределения потока жидкофазного исходного подаваемого материала, представленное выше, относится также и к способу, по которому в реакционную среду 36 вводят поток газофазного окислителя.

Если обратиться теперь к фиг. 12-15, то можно сказать, что на них проиллюстрирован альтернативный барботер для окислителя 200 как в общем случае включающий кольцевой элемент 202 и пару каналов для ввода окислителя 204, 206. Барботер для окислителя 200 с фиг. 12-15 подобен барботеру для окислителя 34 с фиг. 1-11 при следующих далее трех основных различиях: (1) барботер для окислителя 200 не включает диагонального поперечного элемента; (2) верхняя часть кольцевого элемента 202 не имеет отверстий для выпуска окислителя в направлении снизу вверх; и (3) барботер для окислителя 200 имеет намного больше отверстий в нижней части кольцевого элемента 202.

Как, может быть, наилучшим образом проиллюстрировано на фиг. 14 и 15, нижняя часть кольца барботера для окислителя 202 характеризуется наличием множества отверстий для окислителя 208. Отверстия для окислителя 208 предпочтительно имеют такую конфигурацию, что, по меньшей мере, приблизительно 1% от общей площади реального сечения, определенного отверстиями для окислителя 208, располагается ниже центральной линии 210 (фиг.15) кольцевого элемента 202, где центральная линия 210 располагается на уровне по высоте для средней точки объема кольцевого элемента 202. Более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 5% от общей площади реального сечения, определенного всеми отверстиями для окислителя 208, располагаются ниже центральной линии 210, при этом, по меньшей мере, приблизительно 2% от общей площади реального сечения определяются отверстиями 208, которые обеспечивают выпуск потока окислителя в общем случае в направлении сверху вниз в пределах приблизительно 30° от вертикали. Еще более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 20% от общей площади реального сечения, определенного всеми отверстиями для окислителя 208, располагаются ниже центральной линии 210, при этом, по меньшей мере, приблизительно 10% от общей площади реального сечения определяются отверстиями 208, которые обеспечивают выпуск потока окислителя в общем случае в направлении сверху вниз в пределах 30° от вертикали. Наиболее предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 75% от общей площади реального сечения, определенного всеми отверстиями для окислителя 208, располагаются ниже центральной линии 210, при этом, по меньшей мере, приблизительно 40% от общей площади реального сечения определяются отверстиями 208, которые обеспечивают выпуск потока окислителя в общем случае в направлении сверху вниз в пределах 30° от вертикали. Доля от общей площади реального сечения, определенной всеми отверстиями для окислителя 208, которые располагаются выше центральной линии 210, предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 75%, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 50%, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 25%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 5%.

Как проиллюстрировано на фиг. 14 и 15, отверстия для окислителя 208 включают отверстия, обращенные книзу, 208a, и отверстия, ориентированные под углом, 208b. Отверстия, обращенные книзу, 208a, имеют конфигурацию, обеспечивающую выпуск потока окислителя в общем случае в направлении сверху вниз под углом в пределах приблизительно 30° от вертикали, более предпочтительно в пределах приблизительно 15° от вертикали, а наиболее предпочтительно в пределах 5° от вертикали. Отверстия, ориентированные под углом, 208b, имеют конфигурацию,

обеспечивающую выпуск потока окислителя в общем случае в направлении изнутри наружу и сверху вниз под углом «А», который находится от приблизительно 15 до приблизительно 75° от вертикали, более предпочтительно угол А находится от приблизительно 30 до приблизительно 60° от вертикали, а наиболее предпочтительно
5 угол А находится от 40 до 50° от вертикали.

Предпочтительно, чтобы по существу все отверстия для окислителя 208 имели приблизительно один и тот же диаметр. Диаметр отверстий для окислителя 208 предпочтительно находится от приблизительно 2 до приблизительно 300 мм, более
10 предпочтительно от приблизительно 4 до приблизительно 120 мм, а наиболее предпочтительно от 8 до 60 мм. Общее количество отверстий для окислителя 208 в кольцевом элементе 202 выбирают в соответствии с критериями низкого падения давления, детально описанными далее. Предпочтительно общее количество отверстий для окислителя 208, сформированных в кольцевом элементе 202, составляет, по
15 меньшей мере, приблизительно 10, более предпочтительно общее количество отверстий для окислителя 208 составляет величину от приблизительно 20 до приблизительно 200, а наиболее предпочтительно общее количество отверстий для окислителя 208 составляет величину от 40 до 100.

Несмотря на то, что фиг. 12-15 иллюстрируют очень конкретную конфигурацию барботера для окислителя 200, в настоящий момент следует отметить то, что для достижения преимуществ, описанных в настоящем документе, может быть
20 использован широкий ассортимент конфигураций барботеров окислителя. Например, барботер для окислителя необязательно должен иметь конфигурацию
25 восьмиугольного кольцевого элемента, проиллюстрированную на фиг. 12-13. Вместо этого возможно, чтобы барботер для окислителя был получен из любой конфигурации канала (каналов) для течения, который использует множество пространственно разнесенных отверстий, предназначенных для выпуска потока окислителя. Размер,
30 количество и направление выпуска, характеризующие отверстия для окислителя в канале для течения, предпочтительно находятся в пределах приведенных выше диапазонов. Кроме того, барботер для окислителя предпочтительно имеет конфигурацию, обеспечивающую азимутальное и радиальное распределение молекулярного кислорода, описанное выше.

Вне зависимости от конкретной конфигурации барботера для окислителя предпочтительно, чтобы барботер для окислителя имел физическую конфигурацию и функционировал в соответствии со способом, который обеспечивает сведение к минимуму падения давления, связанное с выпуском потока окислителя из канала
40 (каналов) для течения через отверстия для окислителя в зону реакции. Такое падение давления рассчитывают в виде усредненного по времени статического давления потока окислителя внутри канала для течения на впускных отверстиях для окислителя бба, b барботера для окислителя минус усредненное по времени статическое давление в зоне реакции на уровне по высоте, где половину потока
45 окислителя вводят выше данной позиции по высоте, а половину потока окислителя вводит ниже данной позиции по высоте. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения усредненное по времени падение давления, связанное с выпуском потока окислителя из барботера для окислителя, составляет величину,
50 меньшую, чем приблизительно 0,3 МПа, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,2 МПа, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,1 МПа, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,05 МПа. В предпочтительных условиях функционирования барботажной колонны реакторного

типа, описанной в настоящем документе, давление потока окислителя внутри канала (каналов) для течения барботера для окислителя предпочтительно находится от приблизительно 0,35 до приблизительно 1 МПа, более предпочтительно от приблизительно 0,45 до приблизительно 0,85 МПа, а наиболее предпочтительно от 0,5 до 0,7 МПа.

Как упоминалось ранее в том, что касается конфигурации барботера для окислителя, проиллюстрированной на фиг. 2-5, может оказаться желательным непрерывное или периодическое промывание барботера для окислителя жидкостью (например, уксусной кислотой, водой и/или параксилолом) для предотвращения возникновения обрастания барботера для окислителя отложениями твердой фазы. В случае использования такого промывания жидкостью предпочтительно, чтобы в течение, по меньшей мере, одного периода продолжительностью, большей, чем одна минута каждый день, через барботер для окислителя и из отверстий для окислителя перепускали эффективное количество жидкости (то есть не просто незначительное количество капель жидкости, которые естественным образом могут присутствовать в потоке окислителя). Если из барботера для окислителя непрерывно или периодически будут выпускать жидксть, то тогда предпочтительно, чтобы усредненное по времени соотношение между массовым расходом жидкости через барботер для окислителя и массовым расходом молекулярного кислорода через барботер для окислителя находилось от приблизительно 0,05:1 до приблизительно 30:1 или от приблизительно 0,1:1 до приблизительно 2:1 или даже от 0,2:1 до 1:1.

В одном варианте реализации настоящего изобретения значительную часть окисляемого соединения (например, параксилола) можно вводить в зону реакции через барботер для окислителя. В такой конфигурации предпочтительно, чтобы выпуск окисляемого соединения и молекулярного кислорода из барботера для окислителя происходил через одни и те же отверстия в барботере окислителя. Как отмечалось выше, окисляемое соединение обычно представляет собой жидкость при STP. Поэтому в данном варианте реализации из барботера для окислителя можно выпускать двухфазный поток, при этом жидкая фаза будет содержать окисляемое соединение, а газовая фаза будет содержать молекулярный кислород. Однако необходимо понимать, что во время выпуска из барботера для окислителя, по меньшей мере, часть окисляемого соединения может находиться в газообразном состоянии. В одном варианте реализации жидкую фазу, выпускаемую из барботера для окислителя, преимущественно образует окисляемое соединение. В еще одном варианте реализации жидкая фаза, выпускаемая из барботера для окислителя, имеет по существу тот же самый состав, что и поток исходного подаваемого материала, описанный выше. Если жидкая фаза, выпускаемая из барботера для окислителя, будет иметь по существу тот же самый состав, что и поток исходного подаваемого материала, то такая жидкая фаза может содержать растворитель и/или систему катализатора в количествах и при соотношениях, описанных выше в том, что касается состава потока исходного подаваемого материала.

В одном варианте реализации настоящего изобретения предпочтительно, чтобы через барботер для окислителя вводили бы, по меньшей мере, приблизительно 10% массовых от всего количества окисляемого соединения, вводимого в зону реакции, более предпочтительно через барботер для окислителя в зону реакции вводят, по меньшей мере, приблизительно 40% массовых окисляемого соединения, а наиболее предпочтительно через барботер для окислителя в зону реакции вводят, по меньшей мере, 80% массовых окисляемого соединения. Если все количество или часть

окисляемого соединения будут вводить в зону реакции через барботер для окислителя, то предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, приблизительно 10% массовых от всего количества молекулярного кислорода, вводимого в зону реакции, вводили через тот же самый барботер для окислителя, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 40% массовых окисляемого соединения в зону реакции вводят через один и тот же барботер для окислителя, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 80% массовых окисляемого соединения в зону реакции вводят через один и тот же барботер для окислителя. Если в зону реакции через барботер для окислителя будут вводить значительную долю окисляемого соединения, то тогда предпочтительно, чтобы в барботере окислителя были установлены одно или несколько устройств, воспринимающих температуру (например, термопар). Данные температурные датчики можно использовать в качестве вспомогательных средств, помогающих удостовериться в том, что температура в барботере окислителя не становится опасно высокой.

Если обратиться теперь к фиг. 16-18, то можно сказать, что на них проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа 20 как включающая внутреннюю деаэрационную емкость 300, расположенную в области низа зоны реакции 28 вблизи выпускного отверстия для суспензии 38. Было обнаружено, что во время деаэрации реакционной среды 36 с относительно высокой скоростью протекают побочные реакции, приводящие к образованию примесей. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «деаэрация» должен обозначать отделение газовой фазы от многофазной реакционной среды. Если реакционная среда 36 будет сильно аэрирована (величина удержания газа $>0,3$), то тогда образование примесей будет минимальным. Если реакционная среда 36 будет сильно неаэрирована (величина удержания газа $<0,01$), то тогда образование примесей также будет минимальным. Однако если реакционная среда будет частично аэрирована (величина удержания газа $0,01-0,3$), то тогда будет стимулироваться прохождение нежелательных побочных реакций, и будет образовываться повышенное количество примесей. Деаэрационная емкость 300 имеет целью устранение данной и других проблем в результате сведения к минимуму объема реакционной среды 36 в частично аэрированном состоянии и в результате сведения к минимуму времени, которое потребуется для деаэрации реакционной среды 36. По существу деаэрированную суспензию получают из низа деаэрационной емкости 300, и она выходит из реактора 20 через выпускное отверстие для суспензии 38. По существу деаэрированная суспензия предпочтительно содержит менее чем приблизительно 5% объемных газовой фазы, более предпочтительно менее чем приблизительно 2% объемных газовой фазы, а наиболее предпочтительно менее чем 1% объемный газовой фазы.

На фиг.16 барботажная колонна реакторного типа 20 проиллюстрирована как включающая регулятор уровня 302 и клапан регулирования расхода 304. Регулятор уровня 302 и клапан регулирования расхода 304 взаимодействуют, обеспечивая поддержание реакционной среды 36 в зоне реакции 28 по существу на постоянном уровне по высоте. Регулятор уровня 302 может функционировать в качестве средства восприятия уровня по высоте (например, при использовании восприятия уровня по разности давлений или восприятия уровня при помощи радиоактивного датчика) для верхнего уровня поверхности 44 реакционной среды 36 и генерации управляющего сигнала 306, образующего отклик на уровень по высоте для реакционной среды 36. Клапан регулирования расхода 304 воспринимает управляющий сигнал 306 и регулирует расход суспензии через канал выпускного отверстия для суспензии 308.

Таким образом, расход суспензии из выпускного отверстия для суспензии 38 может варьироваться от максимального объемного расхода суспензии ($F_{\text{макс}}$) тогда, когда уровень по высоте для реакционной среды 36 будет чрезмерно высоким, до минимального объемного расхода суспензии ($F_{\text{мин}}$) тогда, когда уровень по высоте для реакционной среды 36 будет чрезмерно низким.

Для того чтобы удалить твердофазный продукт окисления из зоны реакции 28, часть сначала необходимо перепустить через деаэрационную емкость 300.

Деаэрационная емкость 300 обеспечивает наличие низкотурбулентного внутреннего объема, который позволяет газовой фазе реакционной среды 36 естественным образом, поднимаясь, выходить из жидкой и твердой фаз реакционной среды 36, по мере того, как жидкая и твердая фазы будут перетекать сверху вниз в направлении к выпускному отверстию для суспензии 38. Подъем газовой фазы из жидкой и твердой фаз вызывается естественной направленной вверх подъемной силой, действующей на газовую фазу в жидкой и твердой фазах. В случае использования деаэрационной емкости 300 переход реакционной среды 36 из состояния полностью аэрированной трехфазной среды в состояние полностью деаэрированной двухфазной суспензии происходит быстро и эффективно.

Если обратиться теперь к фиг. 17 и 18, то можно сказать, что деаэрационная емкость 300 включает в общем случае вертикальную боковую стенку 308, определяющую зону деаэрации 312, ограничиваемую ей. Предпочтительно боковая стенка 308 проходит снизу вверх в пределах приблизительно 30° от вертикали, более предпочтительно в пределах приблизительно 10° от вертикали. Наиболее предпочтительно боковая стенка 308 является по существу вертикальной. Зона деаэрации 312 отделена от зоны реакции 28 и имеет высоту «h» и диаметр «d». Верхний уровень 310 боковой стенки 308 является незамкнутым для того, чтобы принимать реакционную среду из зоны реакции 28 во внутренний объем 312. Нижний уровень боковой стенки 308 через текучую среду соединяется с выпускным отверстием для суспензии 38 через переходную секцию 314. В определенных случаях, таких как, когда устье выпускного отверстия для суспензии 38 будет большим, или когда диаметр «d» боковой стенки 308 будет маленьким, переходную секцию 314 можно исключить. Как, может быть, лучше всего проиллюстрировано на фиг. 18, деаэрационная емкость 300 также может включать стабилизатор потока 316, расположенный в зоне деаэрации 312. Стабилизатор потока 316 может представлять собой любую конструкцию, функционирующую в целях подавления образования вихрей по мере того, как твердая и жидкая фазы будут перетекать сверху вниз в направлении выпускного отверстия для суспензии 38.

Для того чтобы добиться надлежащего отделения газовой фазы от твердой и жидкой фаз в деаэрационной емкости 300, производят тщательный отбор высоты «h» и площади горизонтального поперечного сечения внутренней зоны деаэрации 312.

Высота «h» и площадь горизонтального поперечного сечения внутренней зоны деаэрации 312 должны обеспечивать достижение достаточных расстояния и времени таким образом, чтобы при отборе максимального количества суспензии (то есть при отборе суспензии на уровне $F_{\text{макс}}$) по существу весь объем пузырьков газа мог бы, поднимаясь, выйти из твердой и жидкой фаз до того, как пузырьки газа достигнут нижнего выпускного отверстия в деаэрационной емкости 300. Таким образом, предпочтительно, чтобы площадь поперечного сечения зоны деаэрации 312 была такой, чтобы максимальная скорость в направлении сверху вниз ($V_{\text{дмакс}}$) для жидкой

и твердой фаз при прохождении зоны деаэрации 312 была существенно меньшей, чем скорость естественного подъема (V_u) для пузырьков газовой фазы при прохождении жидкой и твердой фаз. Максимальная скорость в направлении сверху вниз ($V_{d\text{макс}}$)

для жидкой и твердой фаз при прохождении зоны деаэрации 312 имеет место при максимальном объемном расходе суспензии ($F_{\text{макс}}$), обсуждавшемся выше. Скорость естественного подъема (V_u) для пузырьков газа при прохождении жидкой и твердой фаз варьируется в зависимости от размера пузырьков; однако скорость естественного подъема ($V_{u0,5}$) для пузырьков газа с диаметром 0,5 см при прохождении жидкой и твердой фаз может быть использована в качестве значения отсечки, поскольку по существу весь объем пузырька, первоначально присутствующий в реакционной среде 36, будет соответствовать величине, превышающей 0,5 см. Предпочтительно площадь поперечного сечения зоны деаэрации 312 такова, что $V_{d\text{макс}}$ составляет величину, меньшую, чем приблизительно 75% от $V_{u0,5}$, более предпочтительно $V_{d\text{макс}}$ составляет величину, меньшую, чем приблизительно 40% от $V_{u0,5}$, наиболее предпочтительно $V_{d\text{макс}}$ составляет величину, меньшую, чем 20% от $V_{u0,5}$.

Скорость при движении сверху вниз для жидкой и твердой фаз в зоне деаэрации 312 деаэрационной емкости 300 рассчитывают в виде объемного расхода деаэрированной суспензии через выпускное отверстие для суспензии 38, поделенного на минимальную площадь поперечного сечения зоны деаэрации 312. Скорость при движении сверху вниз для жидкой и твердой фаз в зоне деаэрации 312 деаэрационной емкости 300 предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 50 см/с, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 30 см/с, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 10 см/с.

В данный момент следует отметить, что, несмотря на то, что вертикальная боковая стенка 308 деаэрационной емкости 300 проиллюстрирована как имеющая цилиндрическую конфигурацию, боковая стенка 308 может включать множество боковых стенок, которые образуют широкий спектр конфигураций (например, треугольную, квадратную или овальную), до тех пор, пока стенки будут определять внутренний объем, характеризующийся надлежащими объемом, площадью поперечного сечения, шириной «d» и высотой «h». В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения «d» находится от приблизительно 0,2 до приблизительно 2 м, более предпочтительно от приблизительно 0,3 до приблизительно 1,5 м, а наиболее предпочтительно от 0,4 до 1,2 м. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения «h» находится от приблизительно 0,3 м до приблизительно 5 м, более предпочтительно от приблизительно 0,5 до приблизительно 3 м, а наиболее предпочтительно от 0,75 до 2 м.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения боковая стенка 308 является по существу вертикальной, так что площадь горизонтального поперечного сечения зоны деаэрации 312 является по существу постоянной по всей высоте «h» зоны деаэрации 312. Предпочтительно максимальная площадь горизонтального поперечного сечения зоны деаэрации 312 составляет величину, меньшую, чем приблизительно 25% от максимальной площади горизонтального поперечного сечения зоны реакции 28. Более предпочтительно максимальная площадь горизонтального поперечного сечения зоны деаэрации 312 находится от приблизительно 0,1 до приблизительно 10% от максимальной площади горизонтального поперечного сечения зоны реакции 28. Наиболее предпочтительно

максимальная площадь горизонтального поперечного сечения зоны деаэрации 312 находится от 0,25 до 4% от максимальной площади горизонтального поперечного сечения зоны реакции 28. Предпочтительно максимальная площадь горизонтального поперечного сечения зоны деаэрации 312 находится от приблизительно 0,02 до
 5 приблизительно 3 м², более предпочтительно от приблизительно 0,05 до приблизительно 2 м², а наиболее предпочтительно от 0,1 до 1,2 м². Объем зоны деаэрации 312 предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 5% от общего объема реакционной среды 36 или зоны реакции 28.
 10 Более предпочтительно объем зоны деаэрации 312 находится от приблизительно 0,01 до приблизительно 2% от общего объема реакционной среды 36 или зоны реакции 28. Наиболее предпочтительно объем зоны деаэрации 312 находится от 0,05 до приблизительно 1% от общего объема реакционной среды 36 или зоны реакции 28.
 15 Объем зоны деаэрации 312 предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 2 м³, более предпочтительно находящуюся от приблизительно 0,01 до приблизительно 1 м³, а наиболее предпочтительно от 0,05 до 0,5 м³.

Если обратиться теперь к фиг.19, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа 20 как включающая внешнюю
 20 деаэрационную емкость 400. В данной конфигурации аэрированную реакционную среду 36 отбирают из зоны реакции 28 через отверстие в боковой стороне корпуса 22 повышенного уровня расположения. Отобранную аэрированную среду транспортируют до внешней деаэрационной емкости 400 через канал выпускного
 25 отверстия 402 для отделения газовой фазы от твердой и жидкой фаз. Отделенная газовая фаза покидает деаэрационную емкость 400 через канал 404, в то время как по существу деаэрированная суспензия покидает деаэрационную емкость 400 через канал 406.

На фиг.19 канал выпускного отверстия 402 продемонстрирован как являющийся
 30 приблизительно прямым, горизонтальным и ортогональным по отношению к корпусу 22. Это просто одна удобная конфигурация; и канал выпускного отверстия 402 может быть другим в любом отношении при том условии, что он обеспечивает подходящее соединение барботажной колонны реакторного типа 20 и
 35 внешней деаэрационной емкости 400. Если обратиться к каналу 404, то можно сказать, что в подходящем случае данный канал присоединяется к верху или вблизи верха деаэрационной емкости 400 для того, чтобы устранить вопросы по технике безопасности, связанные с карманом застойного газа, содержащего окисляемое
 40 соединение и окислитель. Кроме того, каналы 402 и 404 в подходящем случае могут включать средства отсечения течения, такие как клапаны.

Если реакционную среду 36 будут отбирать из реактора 20 через выпускное отверстие повышенного уровня расположения, как это продемонстрировано на фиг.19, то тогда предпочтительно, чтобы барботажная колонна реакторного типа 20
 45 была оборудована нижним выпускным отверстием 408 вблизи нижнего уровня 52 зоны реакции 28. Нижнее выпускное отверстие 408 и нижний канал 410, присоединенный к нему, можно использовать для уменьшения коэффициента заполнения (то есть опорожнения) реактора 20 во время остановок. Предпочтительно
 50 одно или несколько нижних выпускных отверстий 408 предусматриваются в нижней одной трети высоты реакционной среды 36, более предпочтительно в нижней одной четверти реакционной среды 36, а наиболее предпочтительно в самой нижней точке зоны реакции 28.

В случае отбора суспензии в позиции повышенного уровня расположения и

деаэрационной системы, продемонстрированной на фиг.19, нижний канал 410 и выпускное отверстие 408 не используются для отбора суспензии из зоны реакции 28 во время окисления. На современном уровне техники известно, что твердая фаза имеет тенденцию к отстаиванию под действием силы тяжести в неаэрируемых и
 5 неперемешиваемых другим образом частях суспензии, в том числе в застойных каналах. Кроме того, отстоявшаяся твердая фаза (например, терефталевая кислота) может иметь тенденцию к затвердеванию в виде больших агломератов вследствие продолжения осаждения и/или рекристаллизации. Таким образом, для того, чтобы
 10 предотвратить забивание нижнего канала для течения 410, часть деаэрированной суспензии из низа деаэрационной емкости 400 можно использовать для непрерывного или периодического промывания нижнего канала 410 во время нормального функционирования реактора 20. Предпочтительный способ, обеспечивающий такое промывание канала 410 суспензией, заключается в периодическом открывании
 15 клапана 412 в канале 410 и предоставлении возможности части деаэрированной суспензии перетекать через канал 410 в зону реакции 28 через нижнее отверстие 408. Даже тогда, когда клапан 412 будет полностью или частично открыт, только часть деаэрированной суспензии будет перетекать через нижний канал 410 и возвращаться
 20 обратно в зону реакции 28. Оставшуюся часть деаэрированной суспензии, не используемую для промывания нижнего канала 410, выводят через канал 414 из реактора 20 для проведения дополнительной переработки на последующих стадиях технологической схемы (например, очистки).

Во время обычного функционирования барботажной колонны реакторного типа 20
 25 в течение существенного промежутка времени (например, >100 часов) предпочтительно, чтобы количество деаэрированной суспензии, используемой для промывания нижнего канала 410, составляло величину, меньшую, чем 50% массовых от общей деаэрированной суспензии, полученной из низа деаэрационной емкости 400,
 30 более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 20% массовых, а наиболее предпочтительно меньшую, чем приблизительно 5% массовых. Кроме того, предпочтительно, чтобы в течение существенного промежутка времени средний массовый расход деаэрированной суспензии, используемой для промывания нижнего канала 410, составлял величину, меньшую, чем приблизительно 4-кратный средний
 35 массовый расход окисляемого соединения, вводимого в зону реакции 28, более предпочтительно, меньшую, чем приблизительно 2-кратный средний массовый расход окисляемого соединения, вводимого в зону реакции 28, еще более предпочтительно меньшую, чем средний массовый расход окисляемого соединения, вводимого в зону
 40 реакции 28, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,5-кратный средний массовый расход окисляемого соединения, вводимого в зону реакции 28.

Если обратиться опять к фиг.19, то можно сказать, что деаэрационная емкость 400 включает по существу вертикальную, предпочтительно цилиндрическую боковую стенку 416, определяющую зону деаэрации 418. Зона деаэрации 418 имеет диаметр «d»
 45 и высоту «h». Высоту «h» измеряют в виде расстояния по высоте между позицией, в которой аэрированная реакционная среда поступает в деаэрационную емкость 400, и низом боковой стенки 416. Высота «h», диаметр «d», площадь поверхности и объем зоны деаэрации 418 предпочтительно представляют собой по существу то же самое,
 50 что и то, что описывается выше в том, что касается зоны деаэрации 312 деаэрационной емкости 300, проиллюстрированной на фиг. 16-18. В дополнение к этому, деаэрационная емкость 400 включает верхнюю секцию 420, полученную в результате продолжения боковой стенки 416 выше зоны деаэрации 418. Верхняя

секция 420 деаэрационной емкости 400 может иметь любую высоту, хотя предпочтительно она проходит снизу вверх до положения уровня или положения выше уровня реакционной среды 36 в зоне реакции 28. Верхняя секция 420 обеспечивает то, чтобы газовая фаза имела пространство для надлежащего отделения от жидкой и твердой фаз перед тем, как покинуть деаэрационную емкость 400 через канал 404. В данный момент следует отметить, что, несмотря на то, что канал 404 проиллюстрирован как возвращающий отделенную газовую фазу в зону отделения реактора 20, в альтернативном варианте канал 404 может быть соединен с корпусом 22 на любом уровне по высоте выше канала выпускного отверстия 402. Необязательно канал 404 может быть соединен с каналом выпускного отверстия для газа 40 таким образом, чтобы отделенная газовая фаза из деаэрационной емкости 400 объединялась с удаленным потоком паров верха реактора в канале 40 и отправлялась на последующие стадии технологической схемы для дополнительной переработки.

Если обратиться теперь к фиг.20, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа 20 как включающая гибридную внутренне-внешнюю деаэрационную емкость 500. В данной конфигурации часть реакционной среды 36 отбирают из зоны реакции 28 через относительно большое отверстие повышенного уровня расположения 502 в боковой стенке корпуса 22. После этого отобранную реакционную среду 36 транспортируют через коленный канал 504 относительно большого диаметра, и она поступает вверх деаэрационной емкости 500. На фиг.20 коленчатый патрубок 504 продемонстрирован как ортогонально соединяющийся с боковой стенкой корпуса 22 и включающий плавный поворот на угол, равный приблизительно 90°. Это просто одна удобная конфигурация; и коленчатый патрубок 504 может быть другим в любом отношении при том условии, что он обеспечивает подходящее соединение барботажной колонны реакторного типа 20 и внешней деаэрационной емкости 500, как это описано. Кроме того, коленчатый патрубок 504 в подходящем случае может включать средства отсечения течения, такие как клапаны.

В деаэрационной емкости 500 газовая фаза перемещается снизу вверх, в то время как твердая и жидкая фазы перемещаются сверху вниз. Перемещающаяся снизу вверх газовая фаза может повторно поступать в коленчатый патрубок 504, а после этого уходить через отверстие 502 обратно в зону реакции 28. Таким образом, в отверстии 502 может иметь место противоточное течение поступающей реакционной среды 36 и отходящего отделенного газа. Деаэрированная суспензия покидает деаэрационную емкость 500 через канал 506. Деаэрационная емкость 500 включает по существу вертикальную, предпочтительно цилиндрическую боковую стенку 508, определяющую зону деаэрации 510. Зона деаэрации 510 имеет высоту «h» и диаметр «d». Предпочтительно, чтобы отверстие повышенного уровня расположения 502 и коленчатый патрубок 504 имели диаметр, идентичный диаметру «d» зоны деаэрации 510 или превышающий его. Высота «h», диаметр «d», площадь поверхности и объем зоны деаэрации 510 предпочтительно представляют собой по существу то же самое, что и то, что описывалось выше в том, что касается зоны деаэрации 312 деаэрационной емкости 300, проиллюстрированной на фиг. 16-18.

Фиг. 19 и 20 иллюстрируют вариант реализации барботажной колонны реакторного типа 20, в которой твердый продукт (например, сырая неочищенная терефталевая кислота), полученный в зоне реакции 28, отбирают из зоны реакции 28 через выпускное отверстие повышенного уровня расположения. Отбор аэрированной реакционной среды 36 из позиции повышенного уровня расположения выше низа

барботажной колонны реакторного типа 20 может способствовать предотвращению накопления и застаивания плохо аэрированной реакционной среды 36 в области низа 52 зоны реакции 28. В соответствии с другими аспектами настоящего изобретения концентрации кислорода и окисляемого соединения (например, параксилола) в реакционной среде 36 вблизи верха реакционной среды 36 предпочтительно составляют величины, меньшие, чем соответствующие концентрации внизу. Таким образом, отбор реакционной среды 36 в позиции повышенного уровня расположения по высоте может обеспечить увеличение выхода в результате уменьшения количества не вступивших в реакцию реагентов, отбираемых из реактора 20. Кроме этого, тогда, когда барботажная колонна реакторного типа 20 будет функционировать при высоком значении STR и наличии градиентов химического состава, описанных в настоящем документе, температура реакционной среды 36 будет значительно варьироваться по высоте. В таких условиях температура реакционной среды 36 обычно будет иметь локальные минимумы вблизи нижнего уровня и верхнего уровня зоны реакции 28. Вблизи нижнего уровня минимум относится к испарению растворителя вблизи того места, где производят введение всего количества или части окислителя. Вблизи верхнего уровня минимум опять-таки обуславливается испарением растворителя, хотя в данном случае это объясняется уменьшением давления внутри реакционной среды. В дополнение к этому, в промежутке между верхним и нижним уровнями могут иметь место и другие локальные минимумы каждый раз тогда, когда в реакционную среду будут вводить дополнительные количества исходного подаваемого материала или окислителя. Таким образом, в промежутке между нижним уровнем и верхним уровнем зоны реакции 28 существуют один или несколько температурных максимумов, движущей силой возникновения которых является экзотермическая теплота реакций окисления. Отбор реакционной среды 36 в позиции повышенного уровня расположения при повышенной температуре может оказаться в особенности выгодным тогда, когда при повышенных температурах будет происходить переработка на последующих стадиях технологической схемы, поскольку уменьшаются затраты энергии, связанные с нагреванием отобранной среды, предназначенной для переработки на последующих стадиях технологической схемы.

Таким образом, в предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения и в особенности тогда, когда переработку на последующих стадиях технологической схемы будут проводить при повышенных температурах, реакционную среду 36 из барботажной колонны реакторного типа 20 отбирают через выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения, размещенное выше позиции (позиций), в которой в зону реакции 28 поступают, по меньшей мере, 50% массовых от потока жидкофазного исходного подаваемого материала и/или потока газофазного окислителя. Более предпочтительно реакционную среду 36 из барботажной колонны реакторного типа 20 отбирают через выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения, размещенное выше позиции (позиций), в которой в зону реакции 28 поступает по существу весь поток жидкофазного исходного подаваемого материала и/или поток газофазного окислителя. Предпочтительно через выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения отбирают, по меньшей мере, 50% массовых твердофазных и жидкофазных компонентов, отбираемых из барботажной колонны реакторного типа 20. Более предпочтительно через выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения отбирают по существу все количество твердофазных и жидкофазных компонентов, отбираемых из барботажной колонны реакторного типа 20. Предпочтительно выпускное отверстие (отверстия)

повышенного уровня расположения размещают, по меньшей мере, приблизительно на 1D выше нижнего уровня 52 зоны реакции 28. Более предпочтительно выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения размещают, по меньшей мере, приблизительно на 2D выше нижнего уровня 52 зоны реакции 28. Наиболее предпочтительно выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения располагают, по меньшей мере, на 3D выше нижнего уровня 52 зоны реакции 28. При наличии высоты «Н» реакционной среды 36 предпочтительно, чтобы выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения были размещены по высоте в промежутке между приблизительно 0,2Н и приблизительно 0,8Н, более предпочтительно между приблизительно 0,3Н и приблизительно 0,7Н, а наиболее предпочтительно между 0,4Н и 0,6Н. Кроме того, предпочтительно, чтобы температура реакционной среды 36 на выпускном отверстии повышенного уровня расположения, выходящем из зоны реакции 28, по меньшей мере, на 1°C превышала температуру реакционной среды 36 на нижнем краю 52 зоны реакции 28. Более предпочтительно температура реакционной среды 36 на выпускном отверстии повышенного уровня расположения, выходящем из зоны реакции 28, превышает температуру реакционной среды 36 на нижнем краю 52 зоны реакции 28 на величину от приблизительно 1,5 до приблизительно 16°C. Наиболее предпочтительно температура реакционной среды 36 на выпускном отверстии повышенного уровня расположения, выходящем из зоны реакции 28, превышает температуру реакционной среды 36 на нижнем краю 52 зоны реакции 28 на величину от 2 до 12°C.

Если обратиться теперь к фиг.21, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа 20 как включающая альтернативную гибридную деаэрационную емкость 600, расположенную внизу реактора 20. В данной конфигурации аэрированную реакционную среду 36 отбирают из зоны реакции 28 через относительно большое отверстие 602 на нижнем уровне 52 корпуса 22.

Отверстие 602 определяет незамкнутый верхний уровень деаэрационной емкости 600. В деаэрационной емкости 600 газовая фаза перемещается снизу вверх в то время, как твердая и жидкая фазы перемещаются сверху вниз. Перемещающаяся снизу вверх газовая фаза может повторно поступать в зону реакции 28 через отверстие 602. Таким образом, в отверстии 602 может иметь место противоток поступающей реакционной среды 36 и отходящего отделенного газа. Деаэрированная суспензия покидает деаэрационную емкость 600 через канал 604. Деаэрационная емкость 600 включает по существу вертикальную, предпочтительно цилиндрическую боковую стенку 606, определяющую зону деаэрации 608. Зона деаэрации 608 имеет высоту «h» и диаметр «d». Предпочтительно, чтобы отверстие 602 имело диаметр, идентичный диаметру «d» зоны деаэрации 608 или превышающий его. Высота «h», диаметр «d», площадь поверхности и объем зоны деаэрации 608 предпочтительно представляют собой по существу то же самое, что и то, что описывалось выше в том, что касается зоны деаэрации 312 деаэрационной емкости 300, проиллюстрированной на фиг. 16-18.

Если обратиться теперь к фиг.22, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа 20 фиг.21 как включающая альтернативный барботер для окислителя 620. Барботер для окислителя 620 включает кольцевой элемент 622 и пару каналов впускных отверстий 624, 626. Кольцевой элемент 622 предпочтительно имеет по существу ту же самую конфигурацию, что и кольцевой элемент 202, описанный выше в том, что касается фиг.12-15. Каналы впускных отверстий 624, 626 проходят снизу вверх через отверстия в днище 48 корпуса 22 и обеспечивают подачу потока окислителя в кольцевой элемент 622.

Если обратиться теперь к фиг.23, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа 20 фиг.21 как включающая не использующее барботер средство введения потока окислителя в зону реакции 28. В конфигурации 23 подачу потока окислителя в реактор 20 обеспечивают через каналы для окислителя 630, 632. Каналы для окислителя 630, 632 соединяют с соответствующими отверстиями для окислителя 634, 636 в днище 48 корпуса 22. Поток окислителя вводят непосредственно в зону реакции 28 через отверстия для окислителя 634, 636. Для отклонения течения потока окислителя сразу после его первоначального введения в зону реакции 28 можно предусмотреть наличие необязательных отбойников 638, 640.

Как упоминалось выше, предпочтительно, чтобы реактор окисления имел конфигурацию и функционировал в соответствии со способом, который позволяет избегать возникновения зон высокой концентрации окисляемого соединения в реакционной среде, поскольку такие зоны могут привести к образованию примесей. Один способ улучшения первоначального диспергирования окисляемого соединения (например, параксилола) в реакционной среде заключается в разбавлении окисляемого соединения жидкостью. Жидкость, используемая для разбавления окисляемого соединения, своим источником может иметь часть реакционной среды, расположенную на существенном расстоянии от позиции (позиций), в которой в зону реакции подают окисляемое соединение. Для данной жидкости из удаленной части реакционной среды в результате циркуляции можно обеспечить подачу к позиции, расположенной вблизи позиции введения окисляемого соединения через канал для течения, который располагается внутри и/или вне основной реакционной емкости.

Фиг. 24 и 25 иллюстрируют два предпочтительных способа организации циркуляции жидкости из удаленной части реакционной среды с подачей в позицию, расположенную вблизи впускного отверстия для окисляемого соединения, при использовании внутреннего (фиг.24) или внешнего (фиг.25) канала. Предпочтительно длина канала для течения от его впускного отверстия (то есть отверстия (отверстий), где жидкость поступает в канал) до его выпускного отверстия (то есть отверстия (отверстий), где жидкость выпускают из канала) превышает приблизительно 1 м, более предпочтительно превышает приблизительно 3 м, еще более предпочтительно превышает приблизительно 6 м, а наиболее предпочтительно превышает 9 м. Однако фактическая длина канала становится менее существенным параметром, если жидкость получают из отдельной емкости, может быть, расположенной непосредственно над или рядом с емкостью, в которую первоначально выпускают исходный подаваемый материал, образуемый окисляемым соединением. Жидкость из любой отдельной емкости, содержащей, по меньшей мере, некоторое количество реакционной среды, представляет собой предпочтительный источник для первоначального разбавления окисляемого соединения.

Предпочтительно, чтобы жидкость, перепускаемая через канал, вне зависимости от источника имела пониженную стационарную концентрацию окисляемого соединения по сравнению с реакционной средой, непосредственно примыкающей, по меньшей мере, к одному выпускному отверстию канала. Кроме того, предпочтительно, чтобы жидкость, перепускаемая через канал, имела концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, меньшую приблизительно 100000 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 10000 м.д. масс., еще более предпочтительно меньшую приблизительно 1000 м.д. масс., а наиболее предпочтительно меньшую 100 м.д. масс., где концентрации измеряют перед добавлением в канал части образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала и любого

необязательного отдельного исходного подаваемого материала, образуемого растворителем. При проведении измерения после добавления порции образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала и необязательного исходного подаваемого материала, образуемого растворителем, предпочтительно, чтобы объединенный поток жидкости, поступающий в реакционную среду, имел концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, меньшую приблизительно 300000 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 50000 м.д. масс., а наиболее предпочтительно меньшую 10000 м.д. масс.

Желательно выдерживать течение через канал на уровне достаточно низкого расхода таким образом, чтобы циркулирующая жидкость действительно подавляла желательный общий градиент окисляемого соединения в пределах реакционной среды. В данном отношении предпочтительно, чтобы соотношение между массой жидкой фазы в зоне реакции, в которую первоначально выпускают порцию окисляемого соединения, и массовым расходом жидкости, перепускаемой через канал, превышало приблизительно 0,3 мин, более предпочтительно превышало приблизительно 1 мин, еще более предпочтительно находилось от приблизительно 2 мин до приблизительно 120 мин, а наиболее предпочтительно от 3 мин до 60 мин.

Существует множество способов, стимулирующих течение жидкости через канал. Предпочтительные способы включают применение силы тяжести, эжекционных устройств всех типов, использующих либо газ, либо жидкость, либо и газ, и жидкость в качестве движущей текучей среды, и механических насосов всех типов. В случае применения эжектора в одном варианте реализации изобретения в качестве движущей текучей среды используют, по меньшей мере, одну текучую среду, выбираемую из группы, состоящей из исходного подаваемого материала, образуемого окисляемым соединением (жидкости или газа), исходного подаваемого материала, образуемого окислителем (газа), исходного подаваемого материала, образуемого растворителем (жидкости) и снабженного насосом источника реакционной среды (суспензии). В еще одном варианте реализации в качестве движущей текучей среды используют, по меньшей мере, две текучие среды, выбираемые из группы, состоящей из исходного подаваемого материала, образуемого окисляемым соединением, исходного подаваемого материала, образуемого окислителем, и исходного подаваемого материала, образуемого растворителем. В еще одном варианте реализации в качестве движущей текучей среды используют комбинацию исходного подаваемого материала, образуемого окисляемым соединением, исходного подаваемого материала, образуемого окислителем, и исходного подаваемого материала, образуемого растворителем.

Подходящие диаметр или диаметры канала циркуляции могут варьироваться в соответствии с количеством и свойствами транспортируемого материала, энергией, доступной для стимулирования движения потока, и соображениями, касающимися капитальных затрат. Предпочтительно, чтобы минимальный диаметр такого канала превышал приблизительно 0,02 м, более предпочтительно находился от приблизительно 0,06 м до приблизительно 2 м, а наиболее предпочтительно от 0,12 до 0,8 м.

Как отмечалось выше, течение через канал желательно регулировать, выдерживая в определенных предпочтительных диапазонах. Существует множество известных на современном уровне способов оказания воздействия на данное управление в результате задания подходящей фиксированной геометрии во время изготовления

канала для течения. Еще один предпочтительный вариант реализации заключается в использовании геометрий, которые могут меняться во время функционирования, а именно, включающих клапаны всех типов и конфигураций, в том числе с ручным управлением и механическим управлением при использовании любых средств, включающих контуры управления с обратной связью от воспринимающего элемента или без этого. Еще один предпочтительный способ управления течением разбавленной жидкости заключается в варьировании подвода энергии в промежутке между впускным отверстием и выпускным отверстием канала. Предпочтительные способы включают изменение расхода для одной или нескольких движущихся текучих сред, подаваемых в эжектор, изменение подвода энергии к приводу насоса и изменение разницы плотностей или разницы уровней по высоте при использовании силы тяжести. Данные предпочтительные способы также можно использовать и во всех комбинациях.

Канал, используемый для циркуляции жидкости из реакционной среды, может относиться к любому типу, известному на современном уровне техники. В одном варианте реализации используют канал, сконструированный полностью или частично при использовании обычных материалов для изготовления трубопровода. В еще одном варианте реализации используют канал, сконструированный полностью или частично при использовании стенки реакционной емкости в качестве одной части канала. Канал можно сконструировать полностью включенным в границы реакционной емкости (фиг.24), или его можно сконструировать расположенным полностью вне реакционной емкости (фиг.25), или он может включать секции, располагаемые как внутри, так и вне реакционной емкости.

Изобретатели предусматривают, что, в особенности в более крупных реакторах, может оказаться желательным наличие множества каналов и различных вариантов перемещения жидкости через канал. Кроме того, может оказаться желательным наличие множества выпускных отверстий во множестве позиций на одном из каналов или на всех каналах. Детали конструкции будут обеспечивать наличие баланса между желательным общим градиентом стационарных концентраций окисляемого соединения и желательным первоначальным разбавлением образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала в соответствии с другими аспектами настоящего изобретения.

Фиг. как 24, так и 25 иллюстрируют конструкции, которые используют деаэрационную емкость, соединенную с каналом. Данная деаэрационная емкость обеспечивает то, что часть реакционной среды, используемой для разбавления поступающего окисляемого соединения, представляет собой по существу деаэрированную суспензию. Однако в данный момент следует отметить, что жидкость или суспензия, используемые для разбавления поступающего окисляемого соединения, могут находиться в аэрированной форме, а также в деаэрированной форме.

Использование жидкости, перетекающей через канал, для обеспечения разбавления образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала является в особенности подходящим для использования в барботажных колоннах реакторного типа. Кроме того, в барботажных колоннах реакторного типа получения больших преимуществ от первоначального разбавления образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала можно добиться даже без добавления образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала непосредственно в канал при том условии, что выпускное отверстие канала будет располагаться достаточно близко к позиции добавления окисляемого соединения. В таком варианте реализации

предпочтительно, чтобы выпускное отверстие канала располагалось в пределах приблизительно 27 диаметров выпускного отверстия канала от наиболее близкой позиции добавления окисляемого соединения, более предпочтительно в пределах приблизительно 9 диаметров выпускного отверстия канала, еще более предпочтительно в пределах приблизительно 3 диаметров выпускного отверстия канала, а наиболее предпочтительно в пределах 1 диаметра выпускного отверстия канала.

Также было обнаружено, что даже без применения каналов для получения жидкости разбавления из удаленной части реакционной среды подходящими для использования при первоначальном разбавлении образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала в барботажных колоннах окисления, соответствующих одному варианту реализации настоящего изобретения, могут оказаться эжекторы потока. В таких случаях эжектор располагают внутри реакционной среды, и он имеет свободный проход от реакционной среды до горловины эжектора, где низкое давление будет затягивать примыкающую реакционную среду. Примеры двух возможных конфигураций эжекторов проиллюстрированы на фиг. 26 и 27. В предпочтительном варианте реализации данных эжекторов самая близкая позиция подачи окисляемого соединения располагается в пределах приблизительно 4 м, более предпочтительно в пределах приблизительно 1 м, а наиболее предпочтительно 0,3 м от горловины эжектора. В другом варианте реализации в качестве движущей текучей среды под давлением подают окисляемое соединение. В еще одном варианте реализации в качестве дополнительной движущей текучей среды совместно с окисляемым соединением под давлением подают либо растворитель, либо окислитель. А в еще одном варианте реализации в качестве дополнительной движущей текучей среды совместно с окисляемым соединением под давлением подают как растворитель, так и окислитель.

Изобретатели предусматривают, что, в особенности в более крупных реакторах, может оказаться желательным наличие множества эжекторов различных конструкций, расположенных в различных позициях в пределах реакционной среды. Детали конструкции будут обеспечивать наличие баланса между желательным общим градиентом стационарных концентраций окисляемого соединения и желательным первоначальным разбавлением образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала в соответствии с другими аспектами настоящего изобретения. В дополнение к этому, изобретатели предусматривают, что струи истечения из выпускного отверстия эжектора могут быть ориентированы в любом направлении. В случае использования множества эжекторов каждый из них может быть ориентирован индивидуально, опять-таки в любом направлении.

Как упоминалось выше, определенные физические и эксплуатационные признаки барботажной колонны реакторного типа 20, описанные выше в том, что касается фиг. 1-27, обеспечивают наличие градиентов давления, температуры и концентраций реагента (то есть кислорода и окисляемого соединения) по высоте в реакционной среде 36. Как обсуждалось выше, данные градиенты по высоте могут обеспечивать более эффективную и экономичную реализацию способа окисления по сравнению с обычно используемыми способами окисления, которые благоприятствуют получению хорошо перемешанной реакционной среды, характеризующейся относительно однородными давлением, температурой и концентрацией реагента во всех ее частях. Далее более подробно будут обсуждаться градиенты для кислорода, окисляемого соединения (например, параксилола) и температуры по высоте, которые делают

возможным использование системы окисления в соответствии с вариантом реализации настоящего изобретения.

Если обратиться теперь к фиг.28, то можно сказать, что для того, чтобы получить количественные характеристики градиентов концентраций реагентов, существующих в реакционной среде 36 во время окисления в барботажной колонне реакторного типа 20, общий объем реакционной среды 36 можно теоретически разделить на 30 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом. Фиг.28 иллюстрирует концепцию разделения реакционной среды 36 на 30 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом. За исключением самого верхнего и самого нижнего горизонтальных слоев каждый горизонтальный слой имеет дискретный объем, ограниченный по его верхней и нижней сторонам воображаемыми горизонтальными плоскостями и ограниченный по его боковым сторонам стенкой реактора 20. Самый верхний горизонтальный слой ограничен по его нижней стороне воображаемой горизонтальной плоскостью, а по его верхней стороне - верхней поверхностью реакционной среды 36. Самый нижний горизонтальный слой ограничен по его верхней стороне воображаемой горизонтальной плоскостью, а по его нижней стороне - низом корпуса. Как только реакционная среда 36 будет теоретически разделена на 30 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом, то после этого можно будет определить усредненную по времени и объему концентрацию для каждого горизонтального слоя. Индивидуальный горизонтальный слой, имеющий максимальную концентрацию в числе всех 30 горизонтальных слоев, можно идентифицировать как «горизонтальный слой С-макс». Индивидуальный горизонтальный слой, расположенный выше горизонтального слоя С-макс и имеющий минимальную концентрацию в числе всех горизонтальных слоев, расположенных выше горизонтального слоя С-макс, можно идентифицировать как «горизонтальный слой С-мин». После этого градиент концентраций по высоте можно рассчитать в виде соотношения между концентрацией в горизонтальном слое С-макс и концентрацией в горизонтальном слое С-мин.

Что касается получения количественных характеристик градиента концентрации кислорода, то тогда, когда реакционная среда 36 будет теоретически разделена на 30 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом, горизонтальный слой O_2 -макс идентифицируют как имеющий максимальную концентрацию кислорода в числе всех 30 горизонтальных слоев, а горизонтальный слой O_2 -мин идентифицируют как имеющий минимальную концентрацию кислорода в числе горизонтальных слоев, расположенных выше горизонтального слоя O_2 -макс. Концентрации кислорода в горизонтальных слоях измеряют в газовой фазе реакционной среды 36 в виде усредненных по времени и объему молярных величин в расчете на влажное состояние. Предпочтительно, чтобы соотношение между концентрацией кислорода в горизонтальном слое O_2 -макс и концентрацией кислорода в горизонтальном слое O_2 -мин находилось от приблизительно 2:1 до приблизительно 25:1, более предпочтительно от приблизительно 3:1 до приблизительно 15:1, а наиболее предпочтительно от 4:1 до 10:1.

Обычно горизонтальный слой O_2 -макс будет располагаться вблизи низа реакционной среды 36, в то время как горизонтальный слой O_2 -мин будет располагаться вблизи верха реакционной среды 36. Предпочтительно горизонтальный слой O_2 -мин будет представлять собой один из 5 самых верхних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Наиболее предпочтительно

горизонтальный слой O_2 -мин представляет собой самый верхний слой в числе 30 дискретных горизонтальных слоев, как это проиллюстрировано на фиг.28.

Предпочтительно горизонтальный слой O_2 -макс представляет собой один из 10 самых нижних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев.

Наиболее предпочтительно горизонтальный слой O_2 -макс представляет собой один из 5 самых нижних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Например, фиг.28 иллюстрирует горизонтальный слой O_2 -макс как третий

горизонтальный слой от низа реактора 20. Предпочтительно, чтобы разнесение по высоте между горизонтальными слоями O_2 -мин и O_2 -макс составляло бы, по меньшей мере, приблизительно $2W$, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно $4W$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, $6W$.

Предпочтительно, чтобы разнесение по высоте между горизонтальными слоями O_2 -мин и O_2 -макс составляло бы, по меньшей мере, приблизительно $0,2H$, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно $0,4H$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, $0,6H$.

Усредненная по времени и объему концентрация кислорода в горизонтальном слое O_2 -мин в расчете на влажное состояние предпочтительно находится от

приблизительно 0,1 до приблизительно 3% мольных, более предпочтительно от приблизительно 0,3 до приблизительно 2% мольных, а наиболее предпочтительно от 0,5 до 1,5% мольных. Усредненная по времени и объему концентрация кислорода в горизонтальном слое O_2 -макс предпочтительно находится от приблизительно 4 до

приблизительно 20% мольных, более предпочтительно от приблизительно 5 до приблизительно 15% мольных, а наиболее предпочтительно от 6 до 12% мольных. Усредненная по времени концентрация кислорода в газообразном отходящем потоке, выпускаемом из реактора 20 через выпускное отверстие для газа 40, при расчете для

сухого состояния предпочтительно находится от приблизительно 0,5 до приблизительно 9% мольных, более предпочтительно от приблизительно 1 до приблизительно 7% мольных, а наиболее предпочтительно от 1,5 до 5% мольных. Поскольку концентрация кислорода очень заметно уменьшается по направлению к

верху реакционной среды 36, желательно, чтобы потребность в кислороде в области верха реакционной среды 36 была пониженной. Получения данной пониженной потребности в кислороде вблизи верха реакционной среды 36 можно добиться в результате создания градиента концентрации окисляемого соединения (например, параксилола) по высоте, когда минимальная концентрация окисляемого соединения

будет находиться вблизи верха реакционной среды 36. Что касается получения количественных характеристик градиента концентраций окисляемого соединения (например, параксилола), то тогда, когда реакционная

среда 36 будет теоретически разделена на 30 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом, горизонтальный слой ОС-макс будут идентифицировать как

имеющий максимальную концентрацию окисляемого соединения в числе всех 30 горизонтальных слоев, а горизонтальный слой ОС-мин будут идентифицировать как имеющий минимальную концентрацию окисляемого соединения в числе горизонтальных слоев, расположенных выше горизонтального слоя ОС-макс.

Концентрации окисляемого соединения в горизонтальных слоях измеряют в жидкой фазе в расчете на величины усредненной по времени и объему массовой доли. Предпочтительно, чтобы соотношение между концентрацией окисляемого соединения в горизонтальном слое ОС-макс и концентрацией окисляемого соединения в

горизонтальном слое ОС-мин превышало приблизительно 5:1, более предпочтительно превышало приблизительно 10:1, еще более предпочтительно превышало приблизительно 20:1, а наиболее предпочтительно находилось от 40:1 до 1000:1.

Обычно горизонтальный слой ОС-макс будет располагаться вблизи низа
 5 реакционной среды 36, в то время как горизонтальный слой ОС-мин будет располагаться вблизи верха реакционной среды 36. Предпочтительно горизонтальный слой ОС-мин представляет собой один из 5 самых верхних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Наиболее предпочтительно
 10 горизонтальный слой ОС-мин представляет собой самый верхний слой в числе 30 дискретных горизонтальных слоев, как это проиллюстрировано на фиг.28. Предпочтительно горизонтальный слой ОС-макс представляет собой один из 10 самых нижних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Наиболее предпочтительно горизонтальный слой ОС-макс представляет собой один
 15 из 5 самых нижних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Например, фиг.28 иллюстрирует горизонтальный слой ОС-макс как пятый горизонтальный слой от низа реактора 20. Предпочтительно, чтобы разнесение по высоте между горизонтальными слоями ОС-мин и ОС-макс составляло бы, по
 20 меньшей мере, приблизительно $2W$, где «W» представляет собой максимальную ширину реакционной среды 36. Более предпочтительно разнесение по высоте между горизонтальными слоями ОС-мин и ОС-макс составляет, по меньшей мере, приблизительно $4W$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, $6W$. При наличии у реакционной среды 36 высоты «Н» предпочтительно, чтобы разнесение по высоте
 25 между горизонтальными слоями ОС-мин и ОС-макс составляло бы, по меньшей мере, приблизительно $0,2H$, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно $0,4H$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, $0,6H$.

Усредненная по времени и объему концентрация окисляемого соединения
 30 (например, параксилола) в жидкой фазе в горизонтальном слое ОС-мин предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 5000 м.д. масс., более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 2000 м.д. масс., еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 400 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 1 м.д. масс. до 100 м.д. масс. Усредненная по
 35 времени и объему концентрация окисляемого соединения в жидкой фазе в горизонтальном слое ОС-макс предпочтительно находится от приблизительно 100 м.д. масс. до приблизительно 10000 м.д. масс., более предпочтительно от приблизительно 200 м.д. масс. до приблизительно 5000 м.д. масс., а наиболее
 40 предпочтительно от 500 м.д. масс. до 3000 м.д. масс.

Несмотря на то, что предпочтительно, чтобы барботажная колонна реакторного типа 20 обеспечивала наличие для концентрации окисляемого соединения градиентов по высоте, предпочтительно также и то, чтобы объемный процент реакционной
 45 среды 36, имеющей концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, превышающую 1000 м.д. масс., был сведен к минимуму. Предпочтительно усредненный по времени и объему процент реакционной среды 36, имеющей концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, превышающую 1000 м.д. масс., составляет величину, меньшую, чем приблизительно 9%, более предпочтительно
 50 меньшую, чем приблизительно 6%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 3%. Предпочтительно усредненный по времени и объему процент реакционной среды 36, имеющей концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, превышающую 2500 м.д. масс., составляет величину, меньшую, чем приблизительно 1,5%, более

предпочтительно меньшую, чем приблизительно 1%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,5%. Предпочтительно усредненный по времени и объему процент реакционной среды 36, имеющей концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, превышающую 10000 м.д. масс., составляет величину, меньшую, чем
 5 приблизительно 0,3%, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,1%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,03%. Предпочтительно усредненный по времени и объему процент реакционной среды 36, имеющей концентрацию окисляемого соединения в жидкой фазе, превышающую 25000 м.д. масс., составляет
 10 величину, меньшую, чем приблизительно 0,03%, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,015%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,007%.

Изобретатели отмечают, что объем реакционной среды 36, характеризующейся повышенными уровнями содержания окисляемого соединения, не обязательно должен совпадать с одним объемом, образованным примыкающими друг к другу его частями.

15 В различные моменты времени хаотические схемы течения в реакционной емкости барботажной колонны приводят к образованию одновременно двух или более сплошных, но сегрегированных частей реакционной среды 36, характеризующейся повышенными уровнями содержания окисляемого соединения. В каждый момент
 20 времени, используемый при усреднении по времени, все такие сплошные, но сегрегированные объемы, превышающие 0,0001% объемного от общей реакционной среды, складывают друг с другом для определения общего объема, характеризующегося повышенными уровнями концентрации окисляемого соединения в жидкой фазе.

25 В дополнение к градиентам концентраций кислорода и окисляемого соединения, обсуждавшимся выше, предпочтительно, чтобы в реакционной среде 36 существовал градиент температуры. Если обратиться опять к фиг.28, то можно сказать, что количественные характеристики данного градиента температуры можно получить по
 30 способу, подобному получению количественных характеристик градиентов концентраций, в результате теоретического разделения реакционной среды 36 на 30 дискретных горизонтальных слоев с равным объемом и измерения усредненной по времени и объему температуры в каждом слое. Тогда горизонтальный слой, характеризующийся наименьшей температурой в числе самых нижних 15
 35 горизонтальных слоев, можно идентифицировать как горизонтальный слой Т-мин, а горизонтальный слой, расположенный выше горизонтального слоя Т-мин и имеющий максимальную температуру в числе всех слоев, расположенных выше горизонтального слоя Т-мин, после этого можно идентифицировать как
 40 «горизонтальный слой Т-макс». Предпочтительно, чтобы температура горизонтального слоя Т-макс была бы, по меньшей мере, приблизительно на 1°C больше, чем температура горизонтального слоя Т-мин. Более предпочтительно температура горизонтального слоя Т-макс находится в диапазоне температур, превышающих температуру горизонтального слоя Т-мин на величину от
 45 приблизительно 1,25 до приблизительно 12°C. Наиболее предпочтительно температура горизонтального слоя Т-макс находится в диапазоне температур, превышающих температуру горизонтального слоя Т-мин на величину от 2 до 8°C. Температура горизонтального слоя Т-макс предпочтительно находится в диапазоне
 50 от приблизительно 125 до приблизительно 200°C, более предпочтительно от приблизительно 140 до приблизительно 180°C, а наиболее предпочтительно от 150 до 170°C.

Обычно горизонтальный слой Т-макс будет располагаться вблизи центра

реакционной среды 36, в то время как горизонтальный слой Т-мин будет располагаться вблизи низа реакционной среды 36. Предпочтительно горизонтальный слой Т-мин представляет собой один из 10 самых нижних горизонтальных слоев в числе 15 самых нижних горизонтальных слоев. Наиболее предпочтительно горизонтальный слой Т-мин представляет собой один из 5 самых нижних горизонтальных слоев в числе 15 самых нижних горизонтальных слоев. Например, фиг.28 иллюстрирует горизонтальный слой Т-мин как второй горизонтальный слой от низа реактора 20. Предпочтительно горизонтальный слой Т-макс представляет собой один из 20 средних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Наиболее предпочтительно горизонтальный слой Т-мин представляет собой один из 14 средних горизонтальных слоев в числе 30 дискретных горизонтальных слоев. Например, фиг.28 иллюстрирует горизонтальный слой Т-макс как двадцатый горизонтальный слой от низа реактора 20 (то есть один из средних 10 горизонтальных слоев). Предпочтительно, чтобы разнесение по высоте между горизонтальными слоями Т-мин и Т-макс составляло бы, по меньшей мере, приблизительно $2W$, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно $4W$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, $6W$. Предпочтительно, чтобы разнесение по высоте между горизонтальными слоями Т-мин и Т-макс составляло бы, по меньшей мере, приблизительно $0,2H$, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно $0,4H$, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, $0,6H$.

Как обсуждалось выше, в случае существования в реакционной среде 36 градиента температуры по высоте может оказаться выгодным отбор реакционной среды 36 в позиции повышенного уровня расположения, где температура реакционной среды является максимальной, в особенности тогда, когда на последующих стадиях технологической схемы отобранный продукт будут подвергать дополнительной переработке при повышенных температурах. Таким образом, если реакционную среду 36 отбирают из зоны реакции 28 через одно или несколько выпускных отверстий повышенного уровня расположения, как это проиллюстрировано на фиг. 19 и 20, то предпочтительно, чтобы выпускное отверстие (отверстия) повышенного уровня расположения располагалось вблизи горизонтального слоя Т-макс. Предпочтительно выпускное отверстие повышенного уровня расположения располагается в пределах 10 горизонтальных слоев от горизонтального слоя Т-макс, более предпочтительно в пределах 5 горизонтальных слоев от горизонтального слоя Т-макс, а наиболее предпочтительно в пределах 2 горизонтальных слоев от горизонтального слоя Т-макс.

В данный момент следует отметить то, что многие из признаков изобретения, описанные в настоящем документе, могут быть использованы в системах с несколькими реакторами окисления - а не просто в системах, использующих единственный реактор окисления. В дополнение к этому, определенные признаки изобретения, описанные в настоящем документе, могут быть использованы в реакторах окисления с механическим перемешиванием и/или с перемешиванием потоком - а не просто в реакторах с барботажным перемешиванием (то есть барботажных колоннах реакторного типа). Например, изобретатели выявили определенные преимущества, связанные с разбиением на ступени/варьированием в отношении концентрации кислорода и/или скорости расходования кислорода по всему объему реакционной среды. Преимущества, реализуемые в результате разбиения на ступени в отношении концентрации/расходования кислорода в реакционной среде, можно реализовать вне зависимости от того, будет ли общий объем реакционной среды содержаться в единственной емкости или в нескольких емкостях. Кроме того,

преимущества, реализуемые в результате разбиения на ступени в отношении концентрации/расходования кислорода в реакционной среде, можно реализовать вне зависимости от того, будет ли реакционная емкость (емкости) иметь механическое перемешивание, перемешивание потоком и/или барботажное перемешивание.

Один способ получения количественных характеристик для степени разбиения на ступени в отношении концентрации и/или скорости расходования кислорода в реакционной среде заключается в сравнении двух или более обособленных 20% сплошных объемов реакционной среды. Данные 20% сплошные объемы не обязательно должны определяться какой-либо конкретной формой. Однако каждый 20% сплошной объем должен быть сформирован из объема реакционной среды, образованного примыкающими друг к другу его частями (то есть каждый объем является «сплошным»), и 20% сплошные объемы не должны перекрываться друг с другом (то есть объемы являются «обособленными»). Фиг. 29-31 иллюстрируют, что данные обособленные 20% сплошные объемы могут располагаться в одном и том же реакторе (фиг.29) или в нескольких реакторах (фиг. 30 и 31). Необходимо отметить, что реакторы, проиллюстрированные на фиг. 29-31, могут представлять собой реакторы с механическим перемешиванием, перемешиванием потоком и/или барботажным перемешиванием. В одном варианте реализации предпочтительно, чтобы реакторы, проиллюстрированные на фиг. 29-31, представляли собой реакторы с барботажным перемешиванием (то есть барботажные колонны реакторного типа).

Если обратиться теперь к фиг.29, то можно сказать, что на ней проиллюстрирован реактор 20 как вмещающий реакционную среду 36. Реакционная среда 36 включает первый обособленный 20% сплошной объем 37 и второй обособленный 20% сплошной объем 39.

Если обратиться теперь к фиг.30, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована система с несколькими реакторами как включающая первый реактор 720a и второй реактор 720b. Реакторы 720a, b совместно вмещают общий объем реакционной среды 736. Первый реактор 720a вмещает первую часть реакционной среды 736a, в то время как второй реактор 720b вмещает вторую часть реакционной среды 736b. Первый обособленный 20% сплошной объем 737 реакционной среды 736 продемонстрирован как определенный в пределах первого реактора 720a, в то время как второй обособленный 20% сплошной объем 739 реакционной среды 736 продемонстрирован как определенный в пределах второго реактора 720b.

Если обратиться теперь к фиг.31, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована система с несколькими реакторами как включающая первый реактор 820a, второй реактор 820b и третий реактор 820c. Реакторы 820a, b, c совместно вмещают общий объем реакционной среды 836. Первый реактор 820a вмещает первую часть реакционной среды 836a; второй реактор 820b вмещает вторую часть реакционной среды 836b; а третий реактор 820c вмещает третью часть реакционной среды 836c. Первый обособленный 20% сплошной объем 837 реакционной среды 836 продемонстрирован как определенный в пределах первого реактора 820a; второй обособленный 20% сплошной объем 839 реакционной среды 836 продемонстрирован как определенный в пределах второго реактора 820b; а третий обособленный 20% сплошной объем 841 реакционной среды 836 продемонстрирован как определенный в пределах третьего реактора 820c.

Разбиение на ступени в отношении доступности кислорода в реакционной среде можно количественно охарактеризовать при отнесении к 20% сплошному объему

реакционной среды, содержащей наиболее обогащенную мольную долю кислорода в газовой фазе, и при отнесении к 20% сплошному объему реакционной среды, содержащей наиболее обедненную мольную долю кислорода в газовой фазе. В газовой фазе обособленного 20% сплошного объема реакционной среды, имеющей наивысшую концентрацию кислорода в газовой фазе, усредненная по времени и объему концентрация кислорода, в расчете на влажное состояние, предпочтительно находится от приблизительно 3 до приблизительно 18% мольных, более предпочтительно от приблизительно 3,5 до приблизительно 14% мольных, а наиболее предпочтительно от 4 до 10% мольных. В газовой фазе обособленного 20% сплошного объема реакционной среды, имеющей наименьшую концентрацию кислорода в газовой фазе, усредненная по времени и объему концентрация кислорода, в расчете на влажное состояние, предпочтительно находится от приблизительно 0,3 до приблизительно 5% мольных, более предпочтительно от приблизительно 0,6 до приблизительно 4% мольных, а наиболее предпочтительно от 0,9 до 3% мольных. Кроме того, соотношение между усредненными по времени и объему концентрациями кислорода, в расчете на влажное состояние, в наиболее обогащенном 20% сплошном объеме реакционной среды и в наиболее обедненном 20% сплошном объеме реакционной среды предпочтительно находится от приблизительно 1,5:1 до приблизительно 20:1, более предпочтительно от приблизительно 2:1 до приблизительно 12:1, а наиболее предпочтительно от 3:1 до 9:1.

Количественные характеристики для разбиения на ступени в отношении скорости расходования кислорода в реакционной среде могут быть получены при выражении через значение STR по кислороду, что первоначально описали выше. Значение STR по кислороду было ранее описано в глобальном смысле (то есть из перспективы среднего значения STR по кислороду для общей реакционной среды); однако значение STR по кислороду также можно рассматривать и в локальном смысле (то есть часть реакционной среды) для того, чтобы получить количественные характеристики для разбиения на ступени в отношении скорости расходования кислорода по всему объему реакционной среды.

Изобретатели обнаружили, что очень полезным является стимулирование варьирования значения STR по кислороду по всему объему реакционной среды в общем соответствии с желательными градиентами, описанными в настоящем документе в отношении давления в реакционной среде и мольной доли молекулярного кислорода в газовой фазе реакционной среды. Таким образом, предпочтительно, чтобы соотношение между значением STR по кислороду для первого обособленного 20% сплошного объема реакционной среды и значением STR по кислороду для второго обособленного 20% сплошного объема реакционной среды находилось от приблизительно 1,5:1 до приблизительно 20:1, более предпочтительно от приблизительно 2:1 до приблизительно 12:1, а наиболее предпочтительно от 3:1 до 9:1. В одном варианте реализации по сравнению со «вторым обособленным 20% сплошным объемом» «первый обособленный 20% сплошной объем» располагается ближе к позиции, в которой в реакционную среду первоначально вводят молекулярный кислород. Данные большие градиенты значения STR по кислороду являются желательными вне зависимости от того, будет ли реакционная среда частичного окисления вращаться в барботажной колонне реакторного типа окисления или в любом другом типе реакционной емкости, в которой создаются градиенты давления и/или мольной доли молекулярного кислорода в газовой фазе реакционной среды (например, в емкости с механическим перемешиванием, имеющей

несколько расположенных по высоте зон перемешивания, что достигается в результате использования нескольких крыльчаток, характеризующейся наличием сильного радиального течения, при возможном усилении результата в результате наличия сборных модулей в виде в общем случае горизонтальных перегородок, при этом поток окислителя поднимается в общем случае снизу вверх от позиции подачи вблизи нижней части реакционной емкости, несмотря на то, что в пределах каждой расположенной по высоте зоне перемешивания может иметь место значительный уровень обратного перемешивания потока окислителя, и что определенный уровень обратного перемешивания потока окислителя может иметь место и между примыкающими расположенными по высоте зонами перемешивания). То есть, изобретатели выявили, что в случае существования градиента давления и/или мольной доли молекулярного кислорода в газовой фазе реакционной среды желательным является создание подобного градиента химической потребности в растворенном кислороде при использовании способов, описанных в настоящем документе.

Предпочтительные способы стимулирования варьирования локальных значений STR по кислороду заключаются в управлении позициями подачи окисляемого соединения и в управлении перемешиванием жидкой фазы реакционной среды в целях регулирования градиентов концентрации окисляемого соединения в соответствии с другими моментами из описания настоящего изобретения. Другие подходящие способы стимулирования варьирования локальных значений STR включают стимулирование варьирования активности в реакции в результате стимулирования варьирования локальной температуры и в результате изменения локальной смеси компонентов катализатора и растворителя (например, в результате введения дополнительного количества газа для стимулирования охлаждения испарением в конкретной части реакционной среды и в результате добавления потока растворителя, содержащего повышенное количество воды для уменьшения активности в конкретной части реакционной среды).

Как обсуждалось выше в том, что касается фиг. 30 и 31, реакцию частичного окисления в подходящем случае можно проводить в нескольких реакционных емкостях, где, по меньшей мере, часть, предпочтительно, по меньшей мере, 25%, более предпочтительно, по меньшей мере, 50%, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 75%, от молекулярного кислорода, покидающего первую реакционную емкость, перепускают в одну или несколько последующих реакционных емкостей для расходования дополнительной порции, предпочтительно более чем 10%, более предпочтительно более чем 20%, а наиболее предпочтительно более чем 40%, от молекулярного кислорода, покидающего первую/расположенную раньше на технологической схеме реакционную емкость. При использовании такого последовательного течения молекулярного кислорода из одного реактора в другие желательно, чтобы первая реакционная емкость функционировала при интенсивности реакции, более высокой по сравнению с тем, что имеет место в, по меньшей мере, одной из последующих реакционных емкостей, предпочтительно при соотношении между средним по емкости значением STR по кислороду в пределах первой реакционной емкости и средним по емкости значением STR по кислороду в пределах последующей реакционной емкости от приблизительно 1,5:1 до приблизительно 20:1, более предпочтительно от приблизительно 2:1 до приблизительно 12:1, а наиболее предпочтительно от 3:1 до 9:1.

Как обсуждалось выше, подходящими для последовательного течения молекулярного кислорода в последующие реакционные емкости в соответствии с

настоящим изобретением являются все типы первой реакционной емкости (например, барботажная колонна, аппараты с механическим перемешиванием, с обратным перемешиванием, с внутренним разбиением на ступени, с течением в режиме идеального вытеснения и тому подобное) и все типы последующих реакционных емкостей, которые могут относиться, а могут и не относиться к типу, отличному от первой реакционной емкости. Способы стимулирования уменьшения среднего по емкости значения STR по кислороду в пределах последующих реакционных емкостей в подходящем случае включают уменьшение температуры, уменьшение концентраций окисляемого соединения и уменьшение активности в реакции для конкретной смеси каталитических компонентов и растворителя (например, уменьшение концентрации кобальта, увеличение концентрации воды и добавление замедлителя катализатора, такого как небольшие количества ионной меди).

При течении потока из первой реакционной емкости в последующую реакционную емкость поток окислителя можно подвергнуть переработке при использовании любых способов, известных на современном уровне техники, таких как сжатие или уменьшение давления, охлаждение или нагревание и удаление массы или добавление массы в любом количестве или любого типа. Однако использование уменьшения среднего по емкости значения STR по кислороду в последующих реакционных емкостях является в особенности полезным тогда, когда абсолютное давление в верхней части первой реакционной емкости составляет величину, меньшую, чем приблизительно 2,0 МПа, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 1,6 МПа, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 1,2 МПа. Кроме того, использование уменьшения среднего по емкости значения STR по кислороду в последующих реакционных емкостях является в особенности полезным тогда, когда соотношение между абсолютным давлением в верхней части первой реакционной емкости и абсолютным давлением в верхней части, по меньшей мере, одной последующей реакционной емкости находится от приблизительно 0,5:1 до 6:1, более предпочтительно от приблизительно 0,6:1 до приблизительно 4:1, а наиболее предпочтительно от 0,7:1 до 2:1. Уменьшение давления в последующих емкостях до уровня, меньшего данных нижних пределов, накладывается на уменьшение доступности молекулярного кислорода, а увеличение давления выше данных верхних пределов требует использования значительных затрат по сравнению с применением свежей подачи окислителя.

При использовании последовательного течения молекулярного кислорода в последующие реакционные емкости, характеризующиеся уменьшением средних по емкости значений STR по кислороду, свежие потоки исходного подаваемого материала, образуемые окисляемым соединением, растворителем и окислителем, могут перетекать в последующие реакционные емкости и/или в первую реакционную емкость. Потоки жидкой фазы и твердой фазы, в случае ее наличия, реакционной среды могут перемещаться в любом направлении между реакционными емкостями. Все количество или часть газовой фазы, покидающей первую реакционную емкость и поступающей в последующую реакционную емкость, может перетекать отделенным от частей жидкой фазы или твердой фазы, в случае ее наличия, реакционной среды из первой реакционной емкости или может перетекать смешанным с ними. Течение потока продукта, содержащего жидкую фазу и твердую фазу, в случае ее наличия, может направляться на отбор из реакционной среды в любой реакционной емкости в системе.

Если обратиться опять к фиг. 1-29, то можно сказать, что в одном варианте

реализации настоящего изобретения барботажная колонна реакторного типа окисления 20 характеризуется значительно повышенной производительностью по сравнению с обычно используемыми барботажными колоннами реакторного типа окисления, в особенности с обычными барботажными колоннами реакторного типа, используемыми для получения терефталевой кислоты. Для того чтобы добиться получения повышенных значений производительности, размер барботажной колонны реакторного типа 20 должен быть увеличен. Однако динамика течения текучей многофазной среды в условиях естественной конвекции для реакционной среды в такой масштабно увеличенной барботажной колонне реакторного типа доставляющим беспокойство образом в значительной степени отличается от динамики течения в более мелких обычно используемых реакторах. Было обнаружено, что для обеспечения надлежащей функциональности высокопроизводительных масштабно увеличенных барботажных колонн реакторного типа окисления существенными являются определенные конструкционные и эксплуатационные параметры.

Если барботажная колонна 20 будет представлять собой высокопроизводительную масштабно увеличенную барботажную колонну реакторного типа окисления, соответствующую одному варианту реализации настоящего изобретения, то тогда высота «Н» реакционной среды 36 предпочтительно будет составлять, по меньшей мере, приблизительно 30 м, более предпочтительно находится от приблизительно 35 до приблизительно 70 м, а наиболее предпочтительно от 40 до 60 м. Плотность и высота реакционной среды 36 в масштабно увеличенной барботажной колонне реакторного типа 20 приводит к возникновению значительной разности давлений между верхом реакционной среды 36 и низом реакционной среды 36. Предпочтительно разность давлений между верхом и низом реакционной среды 36 составляет, по меньшей мере, приблизительно 1 бар, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 1,4 бар, а наиболее предпочтительно находится от 1,6 до 3 бар. Максимальная ширина «W» реакционной среды 36 предпочтительно составляет, по меньшей мере, приблизительно 2,5 м, более предпочтительно находится от приблизительно 3 до приблизительно 20 м, еще более предпочтительно от приблизительно 3,25 до приблизительно 12 м, а наиболее предпочтительно от 4 до 10 м. Соотношение Н:W для реакционной среды 36 предпочтительно составляет, по меньшей мере, приблизительно 6:1, более предпочтительно находится от приблизительно 8:1 до приблизительно 20:1, а наиболее предпочтительно от 9:1 до 15:1. Общий объем реакционной среды 36 и/или зоны реакции 28 предпочтительно составляет, по меньшей мере, приблизительно 250 м³, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 500 м³, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 1000 м³.

Во время функционирования масштабно увеличенной барботажной колонны реакторного типа окисления 20 предпочтительно, чтобы усредненный по времени расход на единицу сечения потока для газовой фазы реакционной среды 36 на одной четверти высоты, половине высоты и/или трех четвертях высоты находился от приблизительно 0,8 до приблизительно 5 м/с, более предпочтительно от приблизительно 0,9 до приблизительно 3 м/с, а наиболее предпочтительно от 1 до 2 м/с. В случае использования масштабно увеличенной барботажной колонны реакторного типа окисления 20 для получения терефталевой кислоты в результате частичного окисления параксилола предпочтительно, чтобы параксилон подавали в зону реакции 28 с расходом, равным, по меньшей мере, приблизительно 11000 кг/час, более предпочтительно с расходом, находящимся от приблизительно 20000 до

приблизительно 100000 кг/час, а наиболее предпочтительно от 30000 до 80000 кг/час. Производительность по терефталевой кислоте у масштабнo увеличенной барботажной колонны 20 предпочтительно составляет, по меньшей мере, приблизительно 400 тн в день, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 700 тн в день, а наиболее предпочтительно находится от 750 до 3000 тн в день. Другие конструкционные и эксплуатационные параметры для масштабнo увеличенной барботажной колонны реакторного типа окисления 20 могут быть по существу теми же самыми, что и те, что первоначально описывались выше в том, что касается фиг. 1-29.

Было обнаружено, что улучшению динамики течения текучей среды для реакционной среды может способствовать варьирование площади горизонтального поперечного сечения зоны реакции барботажной колонны реакторного типа по высоте реактора, в особенности, в обсуждавшихся выше конструкциях масштабнo увеличенных барботажных колонн реакторного типа окисления. Если обратиться теперь к фиг.32, то можно сказать, что в одном варианте реализации настоящего изобретения корпус 22 барботажной колонны реакторного типа окисления 20 включает более широкую нижнюю секцию 23, узкую верхнюю секцию 25 и переходную секцию 27. Предпочтительно нижняя и верхняя секции 23, 25 являются по существу цилиндрическими по форме и выровненными относительно общей центральной вертикальной оси. Переходная секция 27 может иметь много подходящих форм (например, форма горизонтальной плоскости, форма эллипса 2:1, форма полусферы и тому подобное). Предпочтительно переходная секция 27 в общем случае представляет собой элемент в форме усеченного конуса, который для корпуса 22 обеспечивает переход от широкой нижней секции 23 к узкой верхней секции 25. Нижняя секция 23 корпуса 22 определяет широкую нижнюю зону реакции 29. Верхняя секция 25 корпуса 22 определяет узкую верхнюю зону реакции 31. Переходная секция 27 определяет переходную зону, расположенную в промежутке между нижней и верхней зонами реакции 29, 31. Нижняя зона реакции 29, верхняя зона реакции 31 и переходная зона совместно образуют общую зону реакции барботажной колонны реакторного типа окисления 20, которая принимает многофазную реакционную среду 36.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения максимальная площадь горизонтального поперечного сечения реакционной среды 36 в нижней зоне реакции 29, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает минимальную площадь поперечного сечения реакционной среды 36 в верхней зоне реакции 31. Более предпочтительно максимальная площадь горизонтального поперечного сечения реакционной среды 36 в нижней зоне реакции 29 превышает минимальную площадь горизонтального поперечного сечения реакционной среды 36 в верхней зоне реакции 31 на величину, находящуюся от приблизительно 25 до приблизительно 210%. Наиболее предпочтительно максимальная площадь горизонтального поперечного сечения реакционной среды 36 в нижней зоне реакции 29 превышает минимальную площадь горизонтального поперечного сечения реакционной среды 36 в верхней зоне реакции 31 на величину, находящуюся от 35 до 160%.

Как продемонстрировано на фиг.32, нижняя зона реакции 29 имеет максимальный диаметр « D_1 », который превышает минимальный диаметр « D_u » верхней зоны реакции 31. Предпочтительно D_1 составляет величину, по меньшей мере, приблизительно на 5% превышающую D_u . Более предпочтительно D_1 превышает

приблизительно D_u на величину, находящуюся от приблизительно 10 до приблизительно 100%. Наиболее предпочтительно D_l превышает D_u на величину от 15 до 50%. Фиг.32 также иллюстрирует, что нижняя зона реакции 29 имеет максимальную высоту « L_l », верхняя зона реакции 31 имеет максимальную высоту « L_u », а переходная зона имеет максимальную высоту « L_t ». Необходимо отметить, что высота части реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29, равна L_l , а высота части реакционной среды 36, содержащейся в переходной зоне, равна L_t . В одном варианте реализации высота части реакционной среды 36, расположенной в верхней зоне реакции 31, равна L_u . Однако в определенных случаях высота реакционной среды 36 в верхней зоне реакции 31 может быть меньшей, чем L_u . В других случаях общая высота реакционной среды 36 может выходить до уровня, расположенного выше верхнего уровня 50 верхней зоны реакции 31 (то есть общая высота реакционной среды 36 представляет собой величину, большую, чем сумма L_l плюс L_t плюс L_u). Предпочтительно общая высота реакционной среды 36 находится в пределах 50, 25 или 10% от L_u , отмеренных либо вверх, либо вниз от верхнего уровня 50 верхней зоны реакции 31. Предпочтительно барботажная колонна реакторного типа окисления 20 характеризуется соотношением $L_l:L_u$ от приблизительно 0,05:1 до приблизительно 5:1, более предпочтительно от приблизительно 0,1:1 до приблизительно 2,5:1, а наиболее предпочтительно от 0,15:1 до 1,5:1. Предпочтительно барботажная колонна реакторного типа окисления 20 характеризуется соотношением $L_l:D_l$, превышающим приблизительно 0,5:1, более предпочтительно находящимся от приблизительно 1:1 до приблизительно 10:1, а наиболее предпочтительно от 1,5:1 до 8:1. Барботажная колонна реакторного типа окисления 20 предпочтительно характеризуется соотношением $L_u:D_u$, превышающим приблизительно 2:1, более предпочтительно находящимся от приблизительно 2,5:1 до приблизительно 20:1, а наиболее предпочтительно от 3:1 до 15:1. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения L_l составляет, по меньшей мере, приблизительно 2 м, более предпочтительно L_l находится от приблизительно 4 до приблизительно 50 м, а наиболее предпочтительно от 6 до 40 м. Предпочтительно L_u составляет, по меньшей мере, приблизительно 4 м, более предпочтительно находится от приблизительно 5 до приблизительно 80 м, а наиболее предпочтительно от 10 до 60 м. Предпочтительно D_l находится от приблизительно 2 до приблизительно 12 м, более предпочтительно от приблизительно 3,1 до приблизительно 10 м, а наиболее предпочтительно от 4 до 9 м.

Фиг.32 также иллюстрирует, что барботажная колонна реакторного типа окисления 20 имеет секцию отделения 36, расположенную выше верхней секции реакции 31. Секция отделения 26 определяет зону отделения 30. Как продемонстрировано на фиг.32, зона отделения 30 имеет максимальную высоту « Y » и максимальную ширину « X ». Предпочтительно, чтобы барботажная колонна реакторного типа окисления 20 характеризовалась соотношением $X:D_l$ от приблизительно 0,8:1 до приблизительно 4:1, наиболее предпочтительно от 1,1:1 до 2:1. Барботажная колонна реакторного типа окисления 20 предпочтительно характеризуется соотношением $L_u:Y$ от приблизительно 1:1 до приблизительно 10:1, наиболее предпочтительно от 2:1 до 5:1. Барботажная колонна реакторного типа окисления 20 предпочтительно характеризуется соотношением $L_l:Y$ от

приблизительно 0,4:1 до приблизительно 8:1, наиболее предпочтительно от 0,6:1 до 4:1. Переходная секция 27 корпуса 22 имеет максимальный диаметр « D_1 » примыкающей нижней секции 23 и минимальный диаметр « D_u » примыкающей верхней секции 25.

- 5 Барботажная колонна реакторного типа окисления 20 предпочтительно характеризуется соотношением $L_f:D_1$ от приблизительно 0,05:1 до приблизительно 5:1, наиболее предпочтительно от 0,1:1 до 2:1.

10 Варьирующаяся по высоте площадь горизонтального поперечного сечения барботажной колонны реакторного типа окисления 20, проиллюстрированной на фиг.32, обеспечивает получение части реакционной среды 36, содержащейся в верхней зоне реакции 31 и характеризующейся повышенным расходом газа на единицу сечения потока и повышенным удержанием газа по сравнению с тем, что имеет место для части реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29.

- 15 Предпочтительно усредненный по времени расход газа на единицу сечения потока для части реакционной среды 36, содержащейся в верхней зоне реакции 31, на половине высоты реакционной среды в верхней зоне реакции 31 составляет величину, по меньшей мере, приблизительно на 15% превышающую усредненный по времени расход газа на единицу сечения потока в части реакционной среды 36, содержащейся в
20 нижней зоне реакции 29, на половине высоты реакционной среды в нижней зоне реакции 29. Более предпочтительно часть реакционной среды 36, содержащаяся в верхней зоне реакции 31, характеризуется усредненным по времени расходом газа на единицу сечения потока на половине высоты реакционной среды в верхней зоне
25 реакции 31, которая превышает усредненный по времени расход газа на единицу сечения потока в части реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29, на половине высоты реакционной среды в нижней зоне реакции 29 на величину от приблизительно 25 до приблизительно 210%. Наиболее предпочтительно часть
30 реакционной среды 36, содержащаяся в верхней зоне реакции 31, характеризуется усредненным по времени расходом газа на единицу сечения потока на половине высоты реакционной среды в верхней зоне реакции 31, которая превышает усредненный по времени расход газа на единицу сечения потока в части
35 реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29, на половине высоты реакционной среды в нижней зоне реакции 29 на величину от 35 до 160%.

- Предпочтительно усредненное по времени и объему удержание газа в части реакционной среды 36, содержащейся в верхней зоне реакции 31, составляет величину, по меньшей мере, приблизительно на 4% превышающую усредненное по времени и
40 объему удержание газа в части реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29. Более предпочтительно усредненное по времени и объему удержание газа в части реакционной среды 36, содержащейся в верхней зоне реакции 31, превышает усредненное по времени и объему удержание газа в части реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29, на величину, находящуюся от
45 приблизительно 6 до приблизительно 80%. Наиболее предпочтительно усредненное по времени и объему удержание газа в части реакционной среды 36, содержащейся в верхней зоне реакции 31, превышает усредненное по времени и объему удержание газа в части реакционной среды 36, содержащейся в нижней зоне реакции 29, на величину, находящуюся от 8 до 70%. Несмотря на то, что фиг.32 иллюстрирует очень
50 конкретную двухступенчатую конструкцию барботажной колонны, имеющей цилиндрическую боковую стенку, необходимо понимать то, что в объем данного варианта реализации изобретения могут попадать и многие другие конструкции.

Например, узкую верхнюю и широкую нижнюю секции реактора можно изготовить из

одной или нескольких наклонных боковых стенок и/или множества сегментов боковых стенок со ступенчатым изменением диаметра. В любом случае сущность данного варианта реализации отражает формула изобретения, а не чертеж.

5 Как упоминалось выше, в определенных случаях может оказаться желательным использование более крупных барботажных колонн реакторного типа для того, чтобы добиться получения повышенных производительностей для одного реактора. Однако, по мере того, как размер барботажных колонн реакторного типа будет увеличиваться, характеристики течения многофазной реакционной среды начнут
10 значительно отличаться от характеристик течения в менее крупных реакторах. Было обнаружено, что изменению характеристик течения текучей среды в более крупных барботажных колоннах реакторного типа можно противопоставить введение многофазной реакционной среды, содержащейся в барботажной колонне реакторного типа, в контакт с дополнительными вертикальными поверхностями. В соответствии с
15 этим, фиг.33-44 иллюстрируют различные способы обеспечения наличия дополнительных площадей вертикальных поверхностей в зоне реакции масштабно увеличенной барботажной колонны реакторного типа. Каждая из барботажных реакторного типа колонн, проиллюстрированных на фиг. 33-44, включает один или
20 несколько вертикальных внутренних элементов, содержащихся в зоне реакции барботажной колонны реакторного типа. Данные вертикальные внутренние элементы предусматриваются в дополнение к вертикальным работающим под давлением боковым стенкам реактора. Как обсуждалось ранее, реакционная среда, содержащаяся в барботажной колонне реакторного типа, имеет максимальную
25 высоту «Н» и максимальную ширину «W». Минимальная ширина реакционной среды, наблюдающаяся выше высоты Н/5, в настоящем документе обозначается как «W_{мин}». В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения общая площадь вертикальной поверхности в барботажной колонне реакторного типа, которая
30 находится в контакте с реакционной средой, предпочтительно превышает приблизительно 3,25W_{мин}Н, более предпочтительно находится от приблизительно 3,5W_{мин}Н до приблизительно 20W_{мин}Н, еще более предпочтительно от приблизительно 4W_{мин}Н до приблизительно 15W_{мин}Н, а наиболее предпочтительно от 5W_{мин}Н до 10W_{мин}Н. Данная общая площадь вертикальной поверхности,
35 которая находится в контакте с реакционной средой, включает всю площадь вертикальных поверхностей, в том числе вертикальных поверхностей работающей под давлением боковой стенки реактора и вертикальных поверхностей любых внутренних элементов, присутствующих в пределах зоны реакции. В соответствии с
40 использованием в настоящем документе термин «вертикальный» обозначает нахождение в пределах менее чем 45° от вертикали. Предпочтительно вертикальные поверхности, находящиеся в контакте с реакционной средой в барботажной колонне реакторного типа, проходят под углом в пределах 30° от вертикали, более предпочтительно в пределах 15° от вертикали, еще более предпочтительно в пределах
45 5° от вертикали, а наиболее предпочтительно по существу вертикально.

Кроме того, предпочтительно, чтобы общая величина площади вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, которую можно отнести к неработающим под давлением внутренним элементам, составляла бы, по меньшей
50 мере, приблизительно 10% от общей величины площади вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, которую можно отнести к работающим под давлением боковым стенкам емкости. Более предпочтительно общая площадь вертикальной поверхности, представляемой внутренними элементами и

находящейся в контакте с реакционной средой, находится от приблизительно 15 до приблизительно 600% от общей площади вертикальной поверхности, представляемой работающими под давлением боковыми стенками и находящейся в контакте с реакционной средой, еще более предпочтительно от приблизительно 25 до
 5 приблизительно 400%, а наиболее предпочтительно от 35 до 200%. Присутствие дополнительной площади вертикальной поверхности при окислении в барботажной колонне может сделать возможными меньшие соотношения Н:W по сравнению с тем, что было возможным в обычно используемых барботажных колоннах реакторного
 10 типа, характеризующихся наличием незначительной дополнительной площади вертикальной поверхности или ее отсутствием. Таким образом, предпочтительно, чтобы соотношение Н:W у барботажной колонны реакторного типа, использующей дополнительную площадь вертикальной поверхности, находилось от
 15 приблизительно 3:1 до приблизительно 20:1, более предпочтительно от приблизительно 3,5:1 до приблизительно 15:1, а наиболее предпочтительно от 4:1 до 12:1.

Если обратиться теперь к варианту реализации, проиллюстрированному на фиг. 33 и 34, то можно сказать, что барботажная колонна реакторного типа окисления 20
 20 может включать единственную разделительную стенку 33, проходящую по диаметру от одной стороны боковой стенки 46 до противоположной стороны боковой стенки 46. Разделительную стенку 33 располагают выше барботера 34 таким образом, чтобы по существу весь поток окислителя ввести ниже области низа разделительной
 25 стенки 33. Таким образом, приблизительно половину газовой фазы реакционной среды 36, которая содержит нерастворенную часть потока окислителя, перепускают снизу вверх на каждой стороне разделительной стенки 33. Предпочтительно приблизительно половину потока исходного подаваемого материала вводят через
 30 впускное отверстие для исходного подаваемого материала 32а, расположенное на одной стороне разделительной стенки 33, а другую половину потока исходного подаваемого материала вводят через впускное отверстие для исходного подаваемого материала 32b, расположенное на другой стороне разделительной стенки 33. Высота разделительной стенки 33 по существу равна высоте цилиндрической боковой
 35 стенки 46.

Разделительная стенка 33 делит зону реакции 28 приблизительно на две половины, при этом реакционная среда 36 располагается с каждой стороны разделительной
 40 стенки 33. По существу всю площадь вертикальной поверхности реактора 20, которая находится в контакте с реакционной средой 36, можно отнести к внутренним поверхностям боковой стенки 46 и внешним поверхностям разделительной стенки 33. Если в зоне реакции 28 разделительная стенка 33 будет отсутствовать, то тогда по
 45 существу всю площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой 36, можно было отнести к боковым стенкам 46 работающего под давлением корпуса 22. Разделительная стенка 33 обеспечивает наличие
 50 дополнительной площади поверхности, которая оказывает влияние на динамику течения текучей среды для реакционной среды 36 и делает возможным масштабное увеличение барботажной колонны реакторного типа окисления 20, не приводя к возникновению значительных отрицательных последствий для эксплуатационных характеристик реактора.

Если обратиться теперь к варианту реализации, проиллюстрированному на фиг. 35, то можно сказать, что на ней проиллюстрирована барботажная колонна реакторного
 типа окисления 20 как включающая усеченную разделительную стенку 35.

Разделительная стенка 35 фиг.35 подобна разделительной стенке 33 фиг. 33 и 34; однако разделительная стенка 35 фиг.35 имеет высоту, которая значительно меньше общей высоты реакционной среды 36. В конфигурации, проиллюстрированной на фиг.35, предпочтительно, чтобы по существу все количество потока исходного подаваемого материала и потока окислителя вводилось в зону реакции 28 ниже области низа разделительной стенки 35. Верх разделительной стенки 35 предпочтительно отстоит на существенное расстояние от верхнего уровня поверхности 44 реакционной среды 36. В данной конфигурации две половины реакционной среды 36, расположенной по обеим сторонам от разделительной стенки 35, могут перемешиваться друг с другом выше и ниже разделительной стенки 35.

Если обратиться теперь к варианту реализации, проиллюстрированному на фиг. 36 и 37, то можно сказать, что барботажная колонна реакторного типа окисления 20 может включать неплоскую разделительную стенку 37, которая делает возможным добавление в реактор 20 существенной величины площади вертикальной поверхности, при этом в зоне реакции 28 не потребуется наличия множества дополнительных внутренних элементов. Подобно разделительным стенкам 33, 35 фиг. 33-35 разделительная стенка 37 фиг. 36 и 37 соединяется с диаметрально противоположными внутренними поверхностями боковых стенок боковой стенки 46 и проходит от одной из них к другой.

В варианте реализации, проиллюстрированном на фиг. 38 и 39, барботажная колонна реакторного типа окисления 20 включает вертикальный внутренний элемент 41, имеющий в общем случае Х-образную конфигурацию. Внешние вертикальные кромки внутреннего элемента 41 имеют отступ вовнутрь от внутренних поверхностей боковой стенки 46, так что реакционная среда 36 может перетекать между частичными квадрантами, определенными Х-образным внутренним элементом 41. Различные внешние вертикальные поверхности внутреннего элемента 71 добавляют значительную величину площади поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой 36.

Фиг. 40-42 иллюстрируют вариант реализации, в котором часть зоны реакции 28 разделяют на 4 вертикальных квадранта при использовании вертикального элемента 53, в то время как другую часть зоны реакции 28 разделяют на 8 вертикальных клиновидных секций при использовании внутреннего элемента 55. Как проиллюстрировано на фиг.40, в зоне реакции 28 имеет место чередование по высоте между разделением на 4 вертикальных квадранта при использовании внутреннего элемента 53 и на 8 вертикальных клиновидных секций при использовании внутреннего элемента 55.

Если обратиться теперь к фиг. 43 и 44, то можно сказать, что на них проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа окисления 20 как включающая множество в общем случае винтообразных внутренних элементов 61a, b, c, d и вертикальный Х-образный разделительный элемент 63, расположенный выше винтообразных элементов 61. Винтообразные элементы 61 характеризуются наличием наклонных внешних поверхностей, которые приводят к образованию вихревой схемы течения в перетекающей снизу вверх части реакционной среды 36. Предпочтительно, чтобы направление наклона у винтообразных элементов 61 было таким, чтобы соседние винтообразные элементы 61 вызывали вихреобразование реакционной среды 36 в общем случае в противоположных направлениях. Таким образом, если по мере того, как реакционная среда 36 будет подниматься в зоне реакции 28,

винтообразный элемент 61a будет вызывать вращение реакционной среды по часовой стрелке, винтообразный элемент 61b (расположенный непосредственно над винтообразным элементом 61a) будет приводить к вихреобразованию перемещающейся снизу вверх реакционной среды 36 в направлении против часовой стрелки. Вертикальный внутренний разделительный элемент 93 добавляет в барботажную колонну реакторного типа окисления 20 дополнительную площадь вертикальной поверхности и также может функционировать в роли элемента, сводящего к минимуму вихреобразование/турбулентность реакционной среды 36 по мере того, как газовая фаза будет подниматься в направлении верхнего уровня поверхности 44 реакционной среды 36.

Вне зависимости от того, какую конфигурацию, проиллюстрированную на фиг. 33-44, будут использовать в барботажной колонне реакторного типа окисления 20, предпочтительно, чтобы поток окислителя и поток исходного подаваемого материала вводили в зону реакции 28 таким образом, чтобы существенную часть молекулярного кислорода и окисляемого соединения вводить в зону реакции 28 ниже значительной части вертикального внутреннего элемента или элементов. Предпочтительно в зону реакции 28 ниже, по меньшей мере, 50% от площади вертикальной внешней поверхности внутреннего элемента или элементов поступают, по меньшей мере, приблизительно 50% массовых от всего количества молекулярного кислорода и окисляемого соединения, вводимых в зону реакции 28, более предпочтительно в зону реакции ниже, по меньшей мере, 50% от площади вертикальной внешней поверхности внутреннего элемента (элементов) поступают, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых молекулярного кислорода и окисляемого соединения, еще более предпочтительно в зону реакции ниже, по меньшей мере, 50% от площади вертикальной внешней поверхности внутреннего элемента (элементов) поступают, по меньшей мере, приблизительно 90% массовых молекулярного кислорода и окисляемого соединения, а наиболее предпочтительно в зону реакции ниже, по меньшей мере, 50% от площади вертикальной внешней поверхности внутреннего элемента (элементов) поступает по существу все количество молекулярного кислорода и окисляемого соединения. В дополнение к этому, предпочтительно, чтобы поток окислителя и поток исходного подаваемого материала вводили таким образом, чтобы существенная часть газовой фазы реакционной среды 36 перетекала снизу вверх со всех сторон дополнительной площади внешней поверхности, образуемой внутренним элементом или элементами. Кроме того, предпочтительно, чтобы потоки окислителя и исходного подаваемого материала вводили в зону реакции 28 в соответствии с описанными выше схемами радиального и азимутального распределения.

Несмотря на то, что в некоторых реакторах окисления предшествующего уровня техники могут использовать поверхности теплообмена, которые находятся в контакте с реакционной средой по варианту, подобному тому, который имеет место для внутреннего элемента (элементов), описанного в настоящем документе, необходимо отметить то, что нежелательно, чтобы внутренний элемент (элементы) настоящего изобретения обеспечивал нагревание или охлаждение реакционной среды в какой-либо значительной степени. Таким образом, предпочтительно, чтобы плотность теплового потока для (то есть находящихся в контакте с реакционной средой) вертикальных поверхностей внутреннего элемента (элементов), описанного в настоящем документе, составляла величину, меньшую, чем приблизительно 30000 Вт/м².

Фиг. 45-53 иллюстрируют варианты реализации настоящего изобретения, в которых барботажная колонна реакторного типа окисления 20 оборудована одной или

несколькими перегородками, которые находятся в контакте с многофазной реакционной средой 36, для того, чтобы облегчить прохождение улучшенного окисления при минимальном образовании примесей. Перегородки являются в особенности подходящими для использования в описанных выше конструкциях масштабно увеличенных барботажных колонн реакторного типа. В каждой из оборудованных перегородками барботажных колонн реакторного типа 20, проиллюстрированных на фиг. 45-53, предпочтительно, чтобы перегородка или перегородки обуславливали наличие реального сечения от приблизительно 10 до приблизительно 90%. В соответствии с использованием в настоящем документе процент реального сечения перегородки обозначает минимальный процент площади горизонтального поперечного сечения реакционной зоны, которая является свободной (то есть не заполнена конструкцией перегородки) в позиции местоположения перегородки по высоте. Более предпочтительно реальное сечение для перегородки или перегородок, проиллюстрированных на фиг. 45-53, находится от приблизительно 25 до приблизительно 75%, наиболее предпочтительно от 35 до 65%.

Значащим признаком перегородок, проиллюстрированных на фиг. 45-53, является способность перегородок противостоять возникновению обрастания. Как упоминалось ранее, барботажную колонну реакторного типа окисления 20 предпочтительно используют в операции осадительного окисления, в котором во время окисления в реакционной среде 36 образуется твердая фаза. Перегородки, демонстрирующие наличие значительной величины площади близкой к горизонтальной обращенной вверх плоскостной поверхности, подвержены возникновению обрастания в реакторе, функционирующем в условиях прохождения осаждения. В случае обрастания перегородок происходит накопление отложений твердой фазы на обращенных вверх поверхностях перегородок, и по мере того, как количество твердой фазы, образующей отложения на перегородках, будет увеличиваться, куски осажженной твердой фазы могут отделяться от перегородок и падать в направлении низа реактора. Данные куски отделившейся твердой фазы могут накапливаться в области низа реактора и могут приводить к возникновению нескольких проблем, в том числе, например, к препятствованию выпуску суспензии из низа реактора.

Принимая во внимание вышеизложенное, в одном варианте реализации предпочтительно, чтобы перегородка или перегородки, используемые в барботажной колонне реакторного типа окисления 20, демонстрировали отсутствие каких-либо обращенных вверх плоскостных внешних поверхностей (например, перегородку можно сконструировать из материалов труб, имеющих круговое поперечное сечение). Если в настоящем документе не будет определено другого, то обращенная вверх поверхность представляет собой поверхность, характеризующуюся вектором нормали, ориентированным под углом, отсчитываемым вверх от горизонтали. В еще одном варианте реализации небольшое количество по существу плоскостных поверхностей можно использовать до тех пор, пока к по существу плоскостным поверхностям, наклоненным на угол, меньший, чем 30° или 20° или даже 10° от горизонтали, может быть отнесено менее, чем приблизительно 50% от общей площади обращенной вверх (то есть находящейся в контакте с реакционной средой 36) внешней поверхности перегородки или перегородок. Более предпочтительно к плоскостным поверхностям, наклоненным на угол, меньший, чем 30° или 20° или даже 10° от горизонтали, может быть отнесено менее, чем приблизительно 35% от общей площади обращенной вверх внешней поверхности перегородки или

перегородок. Наиболее предпочтительно к по существу плоскостным поверхностям, наклоненным на угол, меньший, чем 30° , или 20° , или даже 10° от горизонтали, может быть отнесено менее чем 25% от общей площади обращенной кверху внешней поверхности перегородки или перегородок. Кроме того, предпочтительно, чтобы

обращенные кверху внешние поверхности перегородки или перегородок характеризовались наличием по существу зеркальной отделки для того, чтобы обеспечить дополнительное противодействие возникновению обрастания. Предпочтительно, по меньшей мере, существенная часть обращенных кверху внешних поверхностей перегородки или перегородок характеризуется высотой микронеровностей профиля, меньшей, чем приблизительно 125 мкм СКЗ, более предпочтительно меньшей, чем приблизительно 64 мкм СКЗ, а наиболее предпочтительно меньшей, чем 32 мкм СКЗ. В особенности подходящими для использования являются отделки электрополированием и зеркальные катаные отделки «2В».

В дополнение к не приводящей к возникновению обрастания конструкции перегородки или перегородок, проиллюстрированных на фиг. 45-53, предпочтительно, чтобы перегородка (перегородки) надлежащим образом отстояли от верхнего и нижнего уровней реакционной среды 36 таким образом, чтобы обеспечить достижение оптимальной эффективности. В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения перегородка или перегородки отстоят, по меньшей мере, на 0,5W и/или 0,05H как от верхнего, так и от нижнего уровней реакционной среды 36, где «W» представляет собой максимальную ширину реакционной среды 36, а «H» представляет собой максимальную высоту реакционной среды 36. Более предпочтительно перегородка или перегородки отстоят как от верхнего, так и от нижнего уровней реакционной среды 36, по меньшей мере, на 1W и/или 0,1H. Наиболее предпочтительно перегородка или перегородки отстоят как от верхнего, так и от нижнего уровней реакционной среды 36, по меньшей мере, на 1,5W и/или 0,15H. Присутствие перегородки или перегородок в барботажной колонне реакторного типа окисления 20 может обеспечить получение меньших соотношений H:W по сравнению с тем, что было возможным в подобных реакторах, не оборудованных перегородками. Таким образом, предпочтительно, чтобы соотношение H:W у барботажных колонн реакторного типа, оборудованных перегородками, находилось от приблизительно 3:1 до приблизительно 20:1, более предпочтительно от приблизительно 3,5:1 до приблизительно 15:1, а наиболее предпочтительно от 4:1 до 12:1.

Если обратиться теперь конкретно к фиг. 45-47, то можно сказать, что на них проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа окисления 20 как включающая множество разнесенных по высоте перегородок 71a, b, c, d.

Предпочтительно барботажная колонна реакторного типа окисления 20 включает разнесенные по высоте перегородки в количестве от 2 до 20, наиболее предпочтительно разнесенные по высоте перегородки в количестве от 3 до 8.

Предпочтительно каждая перегородка 71 включает множество удлиненных индивидуальных элементов перегородки 73. В данном варианте реализации каждый индивидуальный элемент перегородки 73 характеризуется наличием по существу цилиндрической внешней поверхности, которая находится в контакте с реакционной средой 36. В варианте реализации, проиллюстрированном на фиг. 45-47, перегородки 71a, b, c, d повернуты друг относительно друга таким образом, чтобы индивидуальные элементы перегородок 73 у соседних перегородок 71 проходили по существу перпендикулярно друг к другу.

Если теперь конкретно обратиться к фиг. 48-50, то можно сказать, что на них альтернативные перегородки 81a, b, c, d проиллюстрированы как включающие множество удлиненных индивидуальных элементов перегородки 83. В данном варианте реализации каждый элемент перегородки 83 образован из элемента с L-образным сечением и характеризуется наличием обращенной вверх внешней поверхности в общем случае с сечением в виде перевернутой буквы V. Конфигурация внешних поверхностей индивидуальных элементов перегородки 83 способствует предотвращению возникновения обрастания осаждающейся твердой фазой в реакционной среде 36. Количество, разнесение и ориентация элементов перегородки с уголковым профилем 83 могут быть по существу теми же самыми, что и описанные выше для цилиндрических элементов перегородки 73 фиг. 45-47.

Если обратиться теперь конкретно к фиг. 51-53, то можно сказать, что на них проиллюстрирована барботажная колонна реакторного типа окисления 20 как включающая одну монолитную перегородку 91, имеющую в общем случае форму двух ориентированных в противоположных направлениях вертикальных конусов 93a, b, соединенных по их основаниям. Наклон обращенной вверх внешней поверхности монолитной перегородки 91 способствует предотвращению возникновения обрастания перегородки 91 твердой фазой, осаждающейся в реакционной среде 36.

Различные конфигурации перегородок, проиллюстрированные на фиг. 45-53, представляет собой только примеры, и в объем настоящего изобретения могут попадать и многие другие конфигурации перегородок. Необходимо также отметить то, что конфигурации перегородок, проиллюстрированные на фиг. 45-53, могут быть использованы в комбинации.

Несмотря на то, что определенные реакторы окисления предшествующего уровня техники могут использовать теплообменные трубы, которые находятся в контакте с реакционной средой по варианту, подобному тому, что имеет место для перегородки (перегородок), описанной в настоящем документе, необходимо отметить, что нежелательно, чтобы перегородки настоящего изобретения обеспечивали нагревание или охлаждение реакционной среды в какой-либо значительной степени. Таким образом, предпочтительно, чтобы плотность теплового потока для (то есть находящихся в контакте с реакционной средой) внешних поверхностей перегородок, описанных в настоящем документе, составляла величину, меньшую, чем приблизительно 30000 Вт/м^2 .

Если обратиться опять к фиг. 1-53, то можно сказать, что окисление предпочтительно проводят в барботажной колонне реакторного типа 20 в условиях, которые в соответствии с предпочтительными вариантами реализации, описанными в настоящем документе, значительно отличаются от того, что имеет место в случае обычно используемых реакторов окисления. В случае использования барботажной колонны реакторного типа 20 для проведения жидкофазного частичного окисления параксилола до сырой неочищенной терефталевой кислоты (СТА) в соответствии с предпочтительными вариантами реализации, описанными в настоящем документе, в образование частиц СТА, обладающих уникальными и выгодными свойствами, вносят свой вклад пространственные профили локальной интенсивности реакции, локальной интенсивности испарения и локальной температуры в комбинации со схемами течения жидкости в реакционной среде и предпочтительными относительно низкими температурами окисления.

Фиг. 54А и 54В иллюстрируют базовые частицы СТА, полученные в соответствии с

одним вариантом реализации настоящего изобретения. Фиг.54А демонстрирует базовые частицы СТА при 500-кратном увеличении, в то время как фиг.54В в увеличенном масштабе представляет одну из базовых частиц СТА и демонстрирует данную частицу при 2000-кратном увеличении. Как, может быть, наилучшим образом проиллюстрировано на фиг.54В, каждая базовая частица СТА обычно образована из большого количества мелких агломерированных субчастиц СТА, что, таким образом, приводит к получению базовой частицы СТА, характеризующейся относительно большой площадью удельной поверхности, высокой пористостью, низкой плотностью и хорошей растворимостью. Базовые частицы СТА обычно характеризуются средним размером частиц от приблизительно 20 до приблизительно 150 мкм, более предпочтительно от приблизительно 30 до приблизительно 120 мкм, а наиболее предпочтительно от 40 до 90 мкм. Субчастицы СТА обычно характеризуются средним размером частиц от приблизительно 0,5 до приблизительно 30 мкм, более предпочтительно от приблизительно 1 до приблизительно 15 мкм, а наиболее предпочтительно от 2 до 5 мкм. Относительно большую площадь удельной поверхности базовых частиц СТА, проиллюстрированных на фиг. 54А и 54В, можно количественно охарактеризовать при использовании метода измерения площади удельной поверхности Браунауэра-Эмметта-Теллера (БЭТ). Предпочтительно базовые частицы СТА характеризуются средней площадью удельной поверхности согласно методу БЭТ, равной, по меньшей мере, приблизительно $0,6 \text{ м}^2/\text{г}$. Более предпочтительно базовые частицы СТА характеризуются средней площадью удельной поверхности согласно методу БЭТ от приблизительно $0,8$ до приблизительно $4 \text{ м}^2/\text{г}$. Наиболее предпочтительно базовые частицы СТА характеризуются средней площадью удельной поверхности согласно методу БЭТ от $0,9$ до $2 \text{ м}^2/\text{г}$. Физические свойства (например, размер частиц, площадь удельной поверхности согласно методу БЭТ, пористость и растворимость) базовых частиц СТА, полученных в соответствии с оптимизированным способом окисления предпочтительного варианта реализации настоящего изобретения, делают возможной очистку частиц СТА при использовании более эффективных и/или экономичных способов, описанных более подробно далее в связи с фиг.57.

Значения средних размеров частиц, представленные выше, определяли при использовании микроскопии в поляризованном свете и методики анализа изображений. Оборудование, использованное при анализе размеров частиц, включало оптический микроскоп Nikon E800 с объективом 4x Plan Flour N. A. 0.13, цифровую камеру Spot RT™ и персональный компьютер с установленным программным обеспечением для анализа изображений Image Pro Plus™ V4.5.0.19. Метод анализа размеров частиц включал следующие основные стадии: (1) диспергирование порошка СТА в минеральном масле; (2) получение препарата для микроскопии в виде дисперсии между предметным и покровным стеклами микроскопа; (3) рассматривание препарата для микроскопии при использовании микроскопии в поляризованном свете (состояние скрещенных поляризаторов - частицы наблюдаются в виде светлых предметов на черном фоне); (4) фиксация различных изображений для каждого случая приготовления образцов (размер поля изображения = $3 \times 2,25 \text{ мм}$; размер элемента изображения = $1,84 \text{ мкм/элемент изображения}$); (5) проведение анализа изображений при использовании программного обеспечения Image Pro Plus™; (6) перенос результатов измерений для частиц в электронную таблицу; и (7) проведение операции по статистическому обсчету характеристик в электронной таблице. Стадия (5) «проведение анализа изображений при использовании программного

обеспечения Image Pro Plus™» включала подстадии: (а) установки порогового значения для изображения в целях детектирования белых частиц на темном фоне; (b) создания черно-белого изображения; (с) приведения в действие однопроходного открытого фильтра для отфильтровывания шума элементов изображения; (d) проведения измерения для всех частиц на изображении; и (е) выдачи данных о среднем диаметре, измеренном для каждой частицы. Программное обеспечение Image Pro Plus™ определяет средний диаметр для индивидуальных частиц в виде среднечисленной длины диаметров частицы, измеренных с интервалами в 2° и проходящих через центр тяжести частицы. Стадия 7 «проведение операции по статистической обработке характеристик в электронной таблице» включает вычисление средневзвешенного размера частиц следующим образом. Объем каждой из n частиц в образце рассчитывают так, как если она была сферической, в результате использования формулы $\pi/6 \cdot d_i^3$; умножения объема каждой частицы на ее диаметр с получением $\pi/6 \cdot d_i^4$; суммирования для всех частиц в образце значений $\pi/6 \cdot d_i^4$; суммирования объемов всех частиц в образце; и вычисления объемно-взвешенного диаметра частиц в виде суммы величин $(\pi/6 \cdot d_i^4)$ для всех n частиц в образце, поделенной на сумму величин $(\pi/6 \cdot d_i^3)$ для всех n частиц в образце. В соответствии с использованием в настоящем документе «средний размер частиц» обозначает средневзвешенный размер частиц, определенный в соответствии с описанным выше методом испытаний; и его также обозначают как $D(4,3)$.

$$D(4,3) = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{\pi}{6} d_i^4}{\sum_{i=1}^n \frac{\pi}{6} d_i^3}$$

В дополнение к этому, стадия 7 включает установление размеров частиц, для которых различные доли от общего объема образца характеризуются меньшими размерами частиц. Например, $D(v,0,1)$ представляет собой размер частиц, для которого 10% от общего объема образца характеризуются меньшим размером частиц, а 90% - характеризуются большим размером частиц; $D(v,0,5)$ представляет собой размер частиц, для которого половина объема образца характеризуется большим размером частиц, а половина - характеризуется меньшим размером частиц; $D(v,0,9)$ представляет собой размер частиц, для которого 90% от общего объема образца характеризуются меньшим размером частиц; и так далее. В дополнение к этому, стадия 7 включает вычисление значения $D(v,0,9)$ минус $D(v,0,1)$, которое в настоящем документе определяют как «разброс размеров частиц»; и стадия 7 включает вычисление величины разброса размеров частиц, поделенного на значение $D(4,3)$, что в настоящем документе определяют как «относительный разброс размеров частиц».

Кроме того, предпочтительно, чтобы величина $D(v,0,1)$ для частиц СТА, измеренная выше, находилась от приблизительно 5 до приблизительно 65 мкм, более предпочтительно от приблизительно 15 до приблизительно 55 мкм, а наиболее предпочтительно от 25 до 45 мкм. Предпочтительно, чтобы величина $D(v,0,5)$ для частиц СТА, измеренная выше, находилась от приблизительно 10 до приблизительно 90 мкм, более предпочтительно от приблизительно 20 до приблизительно 80 мкм, а наиболее предпочтительно от 30 до 70 мкм. Предпочтительно, чтобы величина $D(v,0,9)$ для частиц СТА, измеренная выше, находилась от приблизительно 30 до приблизительно 150 мкм, более предпочтительно от приблизительно 40 до приблизительно 130 мкм, а наиболее предпочтительно от 50

до 110 мкм. Предпочтительно, чтобы относительный разброс размеров частиц находился от приблизительно 0,5 до приблизительно 2,0, более предпочтительно от приблизительно 0,6 до приблизительно 1,5, а наиболее предпочтительно от 0,7 до 1,3.

Значения площади удельной поверхности согласно методу БЭТ, приведенные выше, измеряли при использовании прибора Micromeritics ASAP2000 (доступного от компании Micromeritics Instrument Corporation из Норкросса, Джорджия). На первой стадии метода измерения от 2 до 4 г образца частиц отвешивали и высушивали в вакууме при 50°C. После этого образец помещали в газовый коллектор для проведения анализа и охлаждали до 77 К. Изотерму адсорбции азота измеряли, как минимум, при 5 равновесных давлениях в результате воздействия на образец известных объемов газообразного азота и измерения падения давления. Равновесные давления в подходящем случае находились $P/P_0=0,01-0,20$, где P представляет собой равновесное давление, а P_0 представляет собой давление паров жидкого азота при 77 К. После этого проводили графическое построение для получающейся в результате изотермы в соответствии со следующим далее уравнением метода БЭТ:

$$\frac{P}{V_a(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C - 1}{V_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right)$$

где V_a представляет собой объем газа, адсорбированного образцом при P , V_m представляет собой объем газа, необходимый для покрытия общей поверхности образца монослоем газа, а C представляет собой константу. Из данного графика определяли значения V_m и C . После этого V_m пересчитывали в площадь удельной поверхности при использовании площади поперечного сечения азота при 77 К по формуле:

$$A = \sigma \frac{V_m}{RT}$$

где σ представляет собой площадь поперечного сечения азота при 77 К, T равна 77°К, а R представляет собой газовую постоянную.

Как упоминалось выше, СТА, полученная в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, демонстрирует превосходные характеристики растворения по сравнению с обычной СТА, полученной при использовании других способов. Данная улучшенная скорость растворения делает возможной очистку СТА изобретения при использовании более эффективных и/или более действенных способов очистки. Следующее далее описание относится к способу, по которому можно получить количественные характеристики для скорости растворения СТА.

Скорость растворения известного количества твердой фазы в известном количестве растворителя в перемешиваемой смеси можно измерять в соответствии с различными протоколами. В соответствии с использованием в настоящем изобретении метод измерения, называемый «испытанием на растворение во времени», определяют следующим образом. В ходе всего испытания на растворение во времени используют давление окружающей среды, равное приблизительно 0,1 МПа. Температура окружающей среды, используемая в ходе всего испытания на растворение во времени, составляет приблизительно 22°C. Кроме того, перед началом проведения испытаний для твердой фазы, растворителя и всей аппаратуры для растворения добивались достижения полного термического равновесия при данной температуре, и в течение периода времени растворения какого-либо ощутимого нагревания или охлаждения химического стакана или его содержимого не отмечалось. Образующую растворителем часть в виде свежего тетрагидрофурана марки «чистый для анализа по методу

ВЭЖХ» (степень чистоты >99,9%), здесь и далее в настоящем документе обозначаемого как ТГФ, в количестве 250 г помещают в очищенный стеклянный химический стакан высокой формы KIMAX объемом 400 мл (номер детали Kimble® 14020, компания Kimble/Kontes, Вайнлэнд, Нью-Джерси), который является нетеплоизолированным, имеющим гладкие стенки и в общем случае цилиндрическую форму. В химический стакан помещают магнитный размешиватель с тефлоновым покрытием (номер детали VWR 58948-230, длиной приблизительно 1 дюйм и диаметром 3/8 дюйма, с восьмиугольным поперечным сечением, компания VWR International, Уэст-Честер, Пенсильвания 19380), где он естественным образом опускается на дно. Образец перемешивают при использовании магнитной мешалки Variomag® multipoint 15 (компания H&P Labortechnik AG, Обершляйсхайм, Германия) при ее установке на вращение при 800 об/мин. Данное перемешивание начинается не более, чем за 5 мин до добавления твердой фазы и стационарно продолжается в течение, по меньшей мере, 30 мин после добавления твердой фазы. В нелипкую кювету для отвешивания образцов отвешивают твердый образец в виде частиц сырой неочищенной или очищенной ТРА в количестве 250 мг. В начальный момент, обозначаемый как $t=0$, всю отвешенную твердую фазу сразу выливают в перемешиваемый ТГФ и одновременно запускают секундомер. При правильном проведении операции ТГФ очень быстро смачивает твердую фазу и образует разбавленную хорошо перемешанную суспензию в течение 5 с. После этого образцы данной смеси получают в последующие моменты времени, отсчитываемые в минутах от $t=0$: 0,08, 0,25, 0,50, 0,75, 1,00, 1,50, 2,00, 2,50, 3,00, 4,00, 5,00, 6,00, 8,00, 10,00, 15,00 и 30,00. Каждый небольшой образец отбирают из разбавленной хорошо перемешанной смеси при использовании нового одноразового шприца (компания Becton, Dickinson and Co, 5 мл, REF 30163, Франклин-Лэйкс, Нью-Джерси 07417). Сразу же после проведения отбора из химического стакана в новую маркированную стеклянную ампулу для образцов при использовании нового неиспользованного фильтрующего шприца (диаметр 25 мм, 0,45 мкм, Gelman GHP Acrodisc GF®, компания Pall Corporation, Ист-Хиллс, Нью-Йорк 11548) быстро выпускали приблизительно 2 мл прозрачного жидкого образца. Продолжительность каждого заполнения шприца, размещения фильтра и выпуска в ампулу для образцов в надлежащем случае составляет величину, меньшую, чем приблизительно 5 с, и данный интервал в подходящем случае начинается и заканчивается в течение приблизительно 3 с в ту или иную сторону от продолжительности каждого отбора образца. В течение приблизительно 5 мин от каждого заполнения ампулы для образцов закрывают крышкой и выдерживают приблизительно при постоянной температуре вплоть до проведения последующего химического анализа. После отбора конечного образца в момент времени, соответствующий прохождению 30 мин после $t=0$, все шестнадцать образцов анализируют для установления количества растворенной ТРА при использовании метода ВЭЖХ-ДМД, в общем случае охарактеризованного в другом месте данного описания. Однако в настоящем испытании как калибровочные стандарты, так и приведенные результаты рассчитываются как миллиграммы растворенной ТРА на один грамм растворителя ТГФ (здесь и далее в настоящем документе «м.д. в ТГФ»). Например, если все 250 мг твердой фазы представляли собой очень чистую ТРА, и если данное общее количество было полностью растворено в 250 г растворителя ТГФ до того, как был отобран конкретный образец, то тогда правильно измеренная концентрация составила приблизительно 1000 м.д. в ТГФ.

Если СТА, соответствующую настоящему изобретению, будут подвергать

описанному выше испытанию на растворение во времени, то тогда предпочтительно, чтобы образец, отобранный по истечении одной минуты после $t=0$, растворялся до концентрации, равной, по меньшей мере, приблизительно 500 м.д. в ТГФ, более предпочтительно, по меньшей мере, 600 м.д. в ТГФ. В случае образца, отбираемого по истечении двух минут после $t=0$, предпочтительно, чтобы СТА, соответствующая настоящему изобретению, растворялась до концентрации, равной, по меньшей мере, приблизительно 700 м.д. в ТГФ, более предпочтительно, по меньшей мере, 750 м.д. в ТГФ. В случае образца, отбираемого по истечении 4 мин после $t=0$, предпочтительно, чтобы СТА, соответствующая настоящему изобретению, растворялась до концентрации, равной, по меньшей мере, приблизительно 840 м.д. в ТГФ, более предпочтительно, по меньшей мере, 880 м.д. в ТГФ.

Изобретатели обнаружили, что при описании временной зависимости для полного набора данных из всего испытания на растворение во времени подходящей является относительно простая модель отрицательного экспоненциального роста вне зависимости от сложности частиц и способа растворения. Форма уравнения, здесь и далее в настоящем документе называемого «моделью растворения во времени», представляет собой нижеследующее:

$$S=A+B \cdot (1-\exp(-C \cdot t)), \text{ где}$$

t = время с единицей измерения минута;

S = растворимость с единицей измерения м.д. в ТГФ в момент времени t ;

$\exp$ = экспоненциальная функция в основании натурального логарифма 2;

A , B = константы регрессии с единицей измерения м.д. в ТГФ, где A в основном относится к быстрому растворению более мелких частиц за очень короткие промежутки времени, и где сумма $A+B$ в основном относится к совокупному уровню растворения незадолго до завершения указанного периода испытания; и

C = константа времени регрессии с единицей измерения обратная минута (мин^{-1}).

Константы регрессии подстраивают, добываясь сведения к минимуму суммы квадратов отклонений фактических экспериментальных данных от соответствующих величин в модели, при этом данный способ обычно называют аппроксимацией по методу «наименьших квадратов». Предпочтительным комплектом программного обеспечения, предназначенным для проведения данной регрессии данных, является JMP Release 5.1.2 (компания SAS Institute Inc., JMP Software, САС-Кэмпус-Драйв, Кэри, Северная Каролина 27513).

В случае проведения для СТА, соответствующей настоящему изобретению, испытания по методу испытания на растворение во времени и аппроксимации в соответствии с описанной выше моделью растворения во времени предпочтительно, чтобы СТА характеризовалась константой времени « C », превышающей приблизительно $0,5 \text{ мин}^{-1}$, более предпочтительно превышающей приблизительно $0,6 \text{ мин}^{-1}$, а наиболее предпочтительно превышающей $0,7 \text{ мин}^{-1}$.

Фиг. 55А и 55В иллюстрируют обычную частицу СТА, полученную при использовании обычного способа высокотемпературного окисления в корпусном реакторе с непрерывным перемешиванием (CSTR). Фиг.55А представляет обычную частицу СТА при 500-кратном увеличении, в то время как фиг.55В представляет собой изображение в увеличенном масштабе и представляет частицу СТА при 2000-кратном увеличении. Визуальное сопоставление частиц СТА изобретения, проиллюстрированных на фиг. 54А и 54В, и обычной частицы СТА, проиллюстрированной на фиг. 55А и 55В, свидетельствует о том, что обычная частица СТА характеризуется повышенной плотностью, меньшей площадью удельной

поверхности, меньшей пористостью и большим размером частиц по сравнению с частицами СТА изобретения. Собственно говоря, обычная СТА, представленная на фиг. 55А и 55В, характеризуется средним размером частиц, равным
 5 приблизительно 205 мкм, и площадью удельной поверхности согласно методу БЭТ, равной приблизительно 0,57 м²/г.

Фиг.56 иллюстрирует обычно используемый способ получения очищенной терефталевой кислоты (РТА). В обычно используемом способе получения РТА параксилол подвергают частичному окислению в высокотемпературном реакторе 700
 10 окисления с механическим перемешиванием. Суспензию, содержащую СТА, из реактора 700 отбирают, а после этого очищают в системе очистки 702. Продукт РТА системы очистки 702 вводят в систему разделения 706 для отделения и высушивания частиц РТА. Система очистки 702 составляет большую долю расходов, связанных с
 15 получением частиц РТА при использовании обычных способов. Система очистки 702 в общем случае включает систему добавления воды/обмена 708, систему растворения 710, систему гидрирования 712 и три отдельные кристаллизационные емкости 704а, b, c. В системе добавления воды/обмена 708 существенную часть маточного раствора вытесняют водой. После добавления воды суспензию вода/СТА
 20 вводят в систему растворения 710, где смесь вода/СТА нагревают до тех пор, пока частицы СТА в воде полностью не растворятся. После растворения СТА раствор СТА в воде подвергают гидрированию в системе гидрирования 712. После этого для отходящего потока продукта гидрирования из системы гидрирования 712 проводят
 25 три стадии кристаллизации в кристаллизационных емкостях 704а, b, c с последующим отделением РТА в системе разделения 706.

Фиг.57 иллюстрирует улучшенный способ получения РТА, использующий барботажную колонну реакторного типа окисления 800, сконфигурированную в соответствии с вариантом реализации настоящего изобретения. Из реактора 800
 30 отбирают первоначальную суспензию, содержащую твердые частицы СТА и жидкий маточный раствор. Обычно первоначальная суспензия может содержать твердые частицы СТА в количестве от приблизительно 10 до приблизительно 50% массовых, при этом баланс составляет жидкий маточный раствор. Твердые частицы СТА, присутствующие в первоначальной суспензии, обычно содержат, по меньшей мере,
 35 приблизительно 400 м.д. масс. 4-карбоксибензальдегида (4-СВА), более часто, по меньшей мере, приблизительно 800 м.д. масс. 4-СВА, а наиболее часто 4-СВА в количестве от 1000 до 15000 м.д. масс. Первоначальную суспензию, отобранную из реактора 800, вводят в систему очистки 802 для уменьшения концентрации 4-СВА и
 40 других примесей, присутствующих в СТА. В системе очистки 802 получают более чистую/очищенную суспензию и ее подвергают разделению и высушиванию в системе разделения 804, тем самым, получая частицы более чистой твердой терефталевой кислоты, содержащие менее, чем приблизительно 400 м.д. масс. 4-СВА, более предпочтительно менее, чем приблизительно 250 м.д. масс. 4-СВА, а наиболее
 45 предпочтительно 4-СВА в количестве от 10 до 200 м.д. масс.

Система очистки 802 из системы получения РТА, проиллюстрированной на фиг.57, обеспечивает достижение нескольких преимуществ по сравнению с системой
 очистки 802 из системы предшествующего уровня техники, проиллюстрированной на
 50 фиг.56. Предпочтительно система очистки 802 в общем случае включает систему обмена раствора 806, утилизатор 808 и один кристаллизатор 810. В системе обмена раствора 806, по меньшей мере, приблизительно 50% массовых маточного раствора, присутствующего в первоначальной суспензии, обменивают на свежий растворитель

замены с получением, таким образом, суспензии после обмена растворителя, содержащей частицы СТА и растворитель замены. Суспензию после обмена растворителя, покидающую систему обмена раствора 806, вводят в утилизатор (или реактор вторичного окисления) 808. В утилизаторе 808 реакцию вторичного окисления проводят при несколько более высоких температурах по сравнению с теми, которые использовали во время реакции первоначального/первичного окисления, проводимой в барботажной колонне реакторного типа 800. Как обсуждалось выше, большая площадь удельной поверхности, небольшой размер частиц и малая плотность частиц СТА, полученных в реакторе 800, приводят к тому, что определенные примеси, захваченные в частицах СТА, становятся доступными для окисления в утилизаторе 808 без возникновения необходимости в проведении полного растворения частиц СТА в утилизаторе 808. Таким образом, температура в утилизаторе 808 может составлять величину, меньшую, чем во многих подобных способах предшествующего уровня техники. Вторичное окисление, проводимое в утилизаторе 808, предпочтительно приводит к уменьшению концентрации 4-СВА в СТА, по меньшей мере, на 200 м.д. масс., более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно на 400 м.д. масс., а наиболее предпочтительно на величину от 600 до 6000 м.д. масс. Предпочтительно температура вторичного окисления в утилизаторе 808, по меньшей мере, приблизительно на 10°C превышает температуру первичного окисления в барботажной колонне реакторного типа 800, более предпочтительно превышает температуру первичного окисления в реакторе 800 на величину от приблизительно 20 до приблизительно 80°C, а наиболее предпочтительно превышает температуру первичного окисления в реакторе 800 на величину от 30 до 50°C. Температура вторичного окисления предпочтительно находится от приблизительно 160 до приблизительно 240°C, более предпочтительно от приблизительно 180 до приблизительно 220°C, а наиболее предпочтительно от 190 до 210°C. Очищенный продукт из утилизатора 808 требует наличия только одной стадии кристаллизации в кристаллизаторе 810 перед проведением разделения в системе разделения 804. Подходящие методики вторичного окисления/утилизации обсуждаются более подробно в публикации патентной заявки США № 2005/0065373, описание которой во всей своей полноте недвусмысленно включается в настоящий документ в качестве ссылки.

Терефталевую кислоту (например, РТА), полученную при использовании системы, проиллюстрированной на фиг.57, предпочтительно образуют частицы РТА, характеризующиеся средним размером частиц, равным, по меньшей мере, приблизительно 40 мкм, более предпочтительно находящимся от приблизительно 50 до приблизительно 2000 мкм, а наиболее предпочтительно от 60 до 200 мкм. Частицы РТА предпочтительно характеризуются средней площадью удельной поверхности согласно методу БЭТ, меньшей, чем приблизительно 0,25 м²/г, более предпочтительно находящейся от приблизительно 0,005 до приблизительно 0,2 м²/г, а наиболее предпочтительно от 0,01 до 0,18 м²/г. РТА, полученная при использовании системы, проиллюстрированной на фиг.57, является подходящей для использования в качестве исходного сырья при получении ПЭТФ. Обычно ПЭТФ получают в результате проведения этерификации терефталевой кислоты этиленгликолем с последующей поликонденсацией. Предпочтительно терефталевую кислоту, полученную в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, используют в качестве исходного подаваемого материала в способе получения ПЭТФ в трубчатом реакторе, описанном в патентной заявке США с регистрационным номером 10/013318,

поданной 7 декабря 2001 года, описание которой во всей своей полноте включается в настоящий документ в качестве ссылки.

Частицы СТА, характеризующиеся предпочтительной морфологией, описанной в настоящем документе, являются в особенности подходящими для использования в описанном выше способе окислительной утилизации, предназначенном для уменьшения уровня содержания 4-СВА. В дополнение к этому, данные предпочтительные частицы СТА обеспечивают достижение преимуществ в широком ассортименте других способов последующей переработки, включающих растворение и/или химическую реакцию частиц. Данные дополнительные способы последующей переработки включают нижеследующее, но также и не ограничиваются только этим: реакция, по меньшей мере, с одним гидроксилсодержащим соединением с получением производных сложных эфиров, в особенности, реакция СТА с метанолом с получением диметилтерефталата и примесных сложных эфиров; реакция, по меньшей мере, с одним диолом с получением мономерного сложного эфира и/или полимерных производных сложного эфира, в особенности, реакция СТА с этиленгликолем с получением полиэтилентерефталата (ПЭТФ); и полное или частичное растворение в растворителях, включающих нижеследующее, но также и не ограничивающихся только этим: вода, уксусная кислота и N-метил-2-пирролидон, что может включать дополнительную переработку, включающую нижеследующее, но также и не ограничивающуюся только этим: переосаждение более чистой терефталевой кислоты и/или селективное химическое восстановление карбонильных групп, отличных от групп карбоновой кислоты. В частности, включается по существу растворение СТА в растворителе, включающем воду, в сочетании с частичным гидрированием, которое приводит к уменьшению количества альдегидов, в особенности, 4-СВА, флуоренонов, фенонов и/или антрахинонов.

Изобретатели также предусматривают возможность получения частиц СТА, обладающих предпочтительными свойствами, описанными в настоящем документе, из частиц СТА, не соответствующих требованиям предпочтительных свойств, описанных в настоящем документе (частиц СТА, не соответствующих требованиям) при использовании способов, включающих нижеследующее, но также и не ограничивающихся только этим: механическое измельчение частиц СТА, не соответствующих требованиям, и полное или частичное растворение частиц СТА, не соответствующих требованиям, с последующим полным или частичным переосаждением.

В соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения предлагается способ частичного окисления окисляемого ароматического соединения до получения одного или нескольких типов ароматической карбоновой кислоты, где степень чистоты образуемой растворителем части исходного подаваемого материала (то есть «образуемого растворителем исходного подаваемого материала») и степень чистоты образуемой окисляемым соединением части исходного подаваемого материала (то есть «образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала») регулируют в определенных диапазонах, указанных далее. Совместно с другими вариантами реализации настоящего изобретения это делает возможным регулирование степени чистоты жидкой фазы и, в случае ее наличия, твердой фазы и объединенной фазы суспензии (то есть твердой фазы плюс жидкой фазы) реакционной среды в определенных предпочтительных диапазонах, обозначенных далее.

Что касается образуемого растворителем исходного подаваемого материала, то известно окисление окисляемого ароматического соединения (соединений) до

ароматической карбоновой кислоты, где образуемый растворителем исходный подаваемый материал, вводимый в реакционную среду, представляет собой смесь уксусной кислоты и воды со степенями чистоты «чистый для анализа», и его зачастую используют в лабораторном масштабе и пилотном масштабе. Подобным же образом известно проведение окисления окисляемого ароматического соединения до ароматической карбоновой кислоты, где уходящий растворитель отделяют от полученной ароматической карбоновой кислоты, а после этого отправляют на рецикл обратно в реакционную среду в качестве растворителя в исходном подаваемом материале главным образом по причинам, связанным с производственной себестоимостью. Данное отправление растворителя на рецикл с течением времени приводит к накоплению в возвращаемом на рецикл растворителе определенных примесей из исходного подаваемого материала и побочных продуктов технологического процесса. На современном уровне техники известны различные способы содействия очистке возвращаемого на рецикл растворителя перед повторным введением в реакционную среду. В общем случае повышенная степень очистки возвращаемого на рецикл растворителя приводит к получению значительно более высокой производственной себестоимости по сравнению с тем, чего достигают при пониженной степени очистки при использовании подобных способов. Один вариант реализации настоящего изобретения относится к осознанию и определению предпочтительных диапазонов для большого количества примесей в образуемом растворителем исходном подаваемом материале, многие из которых до настоящего времени воспринимались как в основном безвредные, для того, чтобы отыскать оптимальный баланс между общей производственной себестоимостью и общей степенью чистоты продукта.

«Возвращаемый на рецикл образуемый растворителем исходный подаваемый материал» определяют в настоящем документе как образуемый растворителем исходный подаваемый материал, включающий, по меньшей мере, приблизительно 5% массовых массы, которую ранее перепускали через реакционную среду, содержащую одно или несколько окисляемых ароматических соединений, претерпевающих частичное окисление. По причинам, связанным с коэффициентом заполнения растворителем и продолжительностью рабочего цикла для производственной установки, предпочтительно, чтобы части возвращаемого на рецикл растворителя перепускали через реакционную среду, по меньшей мере, один раз в день функционирования, более предпочтительно, по меньшей мере, один раз в день в течение, по меньшей мере, семи последовательных дней функционирования, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, один раз в день в течение, по меньшей мере, 30 последовательных дней функционирования. По экономическим причинам предпочтительно, чтобы растворитель, возвращаемый на рецикл, представлял собой, по меньшей мере, приблизительно 20% массовых от образуемого растворителем исходного подаваемого материала, направляемого в реакционную среду настоящего изобретения, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 40% массовых, еще более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 80% массовых, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 90% массовых.

Изобретатели обнаружили, что по причинам, связанным с активностью в реакции, и для учета наличия металлсодержащих примесей, остающихся в продукте окисления, концентрации избранных металлов переменной валентности в возвращаемом на рецикл образуемом растворителем исходном подаваемом материале предпочтительно находятся в диапазонах, приведенных непосредственно далее. Концентрация железа в

возвращаемом на рецикл растворителе предпочтительно составляет величину, меньшую приблизительно 150 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 40 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 0 до 8 м.д. масс. Концентрация никеля в возвращаемом на рецикл растворителе предпочтительно составляет величину, меньшую приблизительно 150 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 40 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 0 до 8 м.д. масс. Концентрация хрома в возвращаемом на рецикл растворителе предпочтительно составляет величину, меньшую приблизительно 150 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 40 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 0 до 8 м.д. масс. Концентрация молибдена в возвращаемом на рецикл растворителе предпочтительно составляет величину, меньшую приблизительно 75 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 20 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 0 до 4 м.д. масс. Концентрация титана в возвращаемом на рецикл растворителе предпочтительно составляет величину, меньшую приблизительно 75 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 20 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 0 до 4 м.д. масс. Концентрация меди в возвращаемом на рецикл растворителе предпочтительно составляет величину, меньшую приблизительно 20 м.д. масс., более предпочтительно меньшую приблизительно 4 м.д. масс., а наиболее предпочтительно находящуюся от 0 до 1 м.д. масс. В возвращаемом на рецикл растворителе обычно также присутствуют и другие металлсодержащие примеси в общем случае при варьировании содержания на еще более низких уровнях в виде доли от содержания одного или нескольких из перечисленных ранее металлов. Регулирование содержания перечисленных выше металлов при поддержании в предпочтительных диапазонах будет обеспечивать поддержание содержания других металлсодержащих примесей на подходящих уровнях.

Данные металлы могут выявляться в качестве примесей в любом из поступающих в технологический процесс исходных подаваемых потоков (например, в поступающих окисляемом соединении, растворителе, окислителе и соединениях катализатора). В альтернативном варианте металлы могут образовываться в качестве продуктов коррозии в любой из технологических установок, находящихся в контакте с реакционной средой и/или находящихся в контакте с возвращаемым на рецикл растворителем. Способы регулирования содержания металлов при поддержании в описанных диапазонах концентрации включают обеспечение достижения надлежащих технических характеристик и отслеживания степени чистоты для различных исходных подаваемых материалов и надлежащее использование конструкционных материалов, включающих нижеследующее, но не ограничивающихся только этим: многие коммерческие марки титана и нержавеющей сталей, включающие те марки, которые известны под наименованием двухфазных нержавеющей сталей и высокомолибденистых нержавеющей сталей.

Изобретатели также выявили предпочтительные диапазоны для избранных ароматических соединений в возвращаемом на рецикл растворителе. Данные соединения включают как осажденные, так и растворенные ароматические соединения в возвращаемом на рецикл растворителе.

Как это ни удивительно, но каждый осажденный продукт (например, ТРА), получаемый в результате частичного окисления параксилола, является загрязнителем, в отношении которого необходимо принимать меры в случае растворителя, возвращаемого на рецикл. Поскольку, как это ни удивительно, для уровней содержания твердой фазы в реакционной среде существуют предпочтительные

диапазоны, любой осажденный продукт в образуемом растворителе исходном подаваемом материале непосредственно уменьшает количество окисляемого соединения, которое можно будет подавать вместе с ним. Кроме того, как было обнаружено, подача осажденной твердой фазы, образуемой ТРА, в возвращаемом на рецикл растворителе при повышенных уровнях содержания оказывает неблагоприятное влияние на характер частиц, образуемых в среде осадительного окисления, что приводит к приданию нежелательного характера операциям на последующих стадиях технологической схемы (например, фильтрации продукта, промыванию растворителя, окислительной утилизации для сырого неочищенного продукта, растворению сырого неочищенного продукта для последующей переработки и тому подобному). Еще одна нежелательная характеристика осажденной твердой фазы в возвращаемом на рецикл образуемом растворителе исходном подаваемом материале заключается в том, что она зачастую отличается очень высокими уровнями содержания осажденных примесей по сравнению с концентрациями примесей в объеме твердой фазы в суспензиях ТРА, из которых получают большое количество возвращаемого на рецикл растворителя. Возможно повышенные уровни содержания примесей, наблюдаемые в твердой фазе, суспензированной в возвращаемом на рецикл фильтрате, могут относиться к временам зародышеобразования, подходящим для осаждения определенных примесей из возвращаемого на рецикл растворителя, и/или к охлаждению возвращаемого на рецикл растворителя, либо намеренного, либо обусловленного потерями в окружающую среду. Например, концентрации интенсивно окрашенного и нежелательного 2,6-дикарбоксифлуоренона наблюдались при намного более высоких уровнях содержания в твердой фазе, присутствующей в возвращаемом на рецикл растворителе при 80°C, по сравнению с тем, что наблюдали в твердой фазе ТРА, отделенной от возвращаемого на рецикл растворителя при 160°C. Подобным же образом, концентрации изофталевой кислоты наблюдались на намного более высоких уровнях в твердой фазе, присутствующей в возвращаемом на рецикл растворителе, по сравнению с уровнями, наблюдаемыми в твердой фазе ТРА из реакционной среды. То, как в точности будут себя вести конкретные осажденные примеси, захваченные в возвращаемом на рецикл растворителе, при повторном введении в реакционную среду, по-видимому, трудно прогнозируемо. Это зависит, может быть, от относительной растворимости примеси в жидкой фазе реакционной среды, может быть, от того, как осажденная примесь образует слои в осажденной твердой фазе, а, может быть, от локальной скорости осаждения ТРА там, где твердая фаза будет впервые повторно введена в реакционную среду. Таким образом, изобретатели обнаружили, что регулирование уровня содержания определенных примесей в возвращаемом на рецикл растворителе так, как это описывается далее, является полезным вне зависимости от того, будут ли данные примеси присутствовать в возвращаемом на рецикл растворителе в растворенной форме, или они будут захватываться в нем в частицах.

Количество осажденной твердой фазы, присутствующей в возвращаемом на рецикл фильтрате, определяют гравиметрическим методом следующим образом. Из растворителя, подаваемого в реакционную среду, отбирают представительный образец в то время, как растворитель перепускают в канал в направлении реакционной среды. Представительный образец составляет приблизительно 100 г, помещенные в стеклянный контейнер, вмещающий приблизительно 250 мл внутреннего объема. Перед выпуском в условия действия атмосферного давления, но

при одновременном непрерывном перепускании в направлении контейнера для образца возвращаемый на рецикл фильтрат охлаждают до менее, чем 100°C; данное охлаждение производят для того, чтобы ограничить испарение растворителя в течение короткого промежутка времени перед герметичным закрытием в стеклянном контейнере. После помещения образца в условия действия атмосферного давления стеклянный контейнер незамедлительно герметично закрывают. После этого образцу дают возможность охлаждаться до приблизительно 20°C в окружении воздуха с температурой, равной приблизительно 20°C, и в отсутствие принудительной конвекции. После достижения приблизительно 20°C образец выдерживают в данном состоянии в течение, по меньшей мере, приблизительно 2 часов. После этого герметично закрытый контейнер интенсивно встряхивают до тех пор, пока не получают визуально однородное распределение твердой фазы. Непосредственно после этого в контейнер для образца помещают магнитный размешиватель и обеспечивают его вращение при скорости, достаточной для эффективного поддержания однородного распределения твердой фазы. Отбирают пипеткой и взвешивают аликвоту в количестве 10 мл смешанной жидкости, содержащей суспендированную твердую фазу. После этого объем жидкой фазы из данной аликвоты отделяют в результате проведения перегонки в вакууме все еще при приблизительно 20°C и при эффективности, позволяющей избежать потерь твердой фазы. Влажную твердую фазу, отфильтрованную из данной аликвоты, после этого высушивают при эффективности, позволяющей избежать сублимации твердой фазы, а данную высушенную твердую фазу взвешивают. Соотношение между массой высушенной твердой фазы и массой первоначальной аликвоты суспензии представляет собой долю твердой фазы, обычно выражаемую в процентах и называемую в настоящем документе уровнем содержания осажденной твердой фазы в фильтрате, возвращаемом на рецикл, при 20°C.

Изобретатели обнаружили, что ароматические соединения, растворенные в жидкой фазе реакционной среды и включающие ароматические карбоновые кислоты, не имеющие неароматических углеводородных групп (например, изофталевою кислоту, бензойную кислоту, фталевою кислоту, 2,5,4'-трикарбоксибифенил), как это ни удивительно, являются вредными компонентами. Несмотря на то, что данные соединения обладают в значительной мере пониженной химической активностью в рассматриваемой реакционной среде по сравнению с окисляемыми соединениями, имеющими неароматические углеводородные группы, изобретатели обнаружили, что данные соединения, тем не менее, принимают участие во множестве неблагоприятных реакций. Таким образом, выгодно регулировать уровень содержания данных соединений в жидкой фазе реакционной среды при поддержании в предпочтительных диапазонах. Это приводит к определению предпочтительных диапазонов избранных соединений в возвращаемом на рецикл образуемом растворителем исходном подаваемом материале, а также предпочтительных диапазонов избранных предшественников в образуемом окисляемым ароматическим соединением исходном подаваемом материале.

Например, в случае жидкофазного частичного окисления параксилола до получения терефталевой кислоты (ТРА) изобретатели обнаружили, что интенсивно окрашенный и нежелательный примесный 2,7-дикарбоксифлуоренон (2,7-DCF) практически не обнаруживается в реакционной среде и отобранном продукте в случае присутствия мета-замещенных ароматических соединений в реакционной среде при очень низких уровнях содержания. Изобретатели обнаружили, что в случае присутствия в образуемом растворителем исходном подаваемом материале примесной

изофталевой кислоты при все более возрастающих уровнях содержания
 эффективность образования 2,7-DCF увеличивается почти что прямо
 пропорционально. Изобретатели также обнаружили то, что в случае присутствия в
 исходном подаваемом материале, образуемом параксилолом, примесного
 5 мета-ксилола эффективность образования 2,7-DCF опять-таки увеличивается почти
 что прямо пропорционально. Кроме того, даже в случае отсутствия в образуемом
 растворителем исходном подаваемом материале и образуемом окисляемым
 соединением исходном подаваемом материале мета-замещенных ароматических
 10 соединений изобретатели обнаружили, что во время обычного частичного окисления
 очень чистого параксиола образуется определенное количество изофталевой кислоты,
 в особенности тогда, когда в жидкой фазе реакционной среды присутствует бензойная
 кислота. Данная самообразующаяся изофталевая кислота благодаря своей более
 15 высокой растворимости, по сравнению с ТРА, в растворителе, содержащем уксусную
 кислоту и воду, с течением времени может накапливаться в промышленных
 установках, использующих возвращаемый на рецикл растворитель. Таким образом,
 все характеристики, выбираемые из количества изофталевой кислоты в образуемом
 20 растворителем исходном подаваемом материале, количества мета-ксилола в
 образуемом окисляемым ароматическим соединением исходном подаваемом
 материале и скорости самообразования изофталевой кислоты в реакционной среде, в
 надлежащем случае рассматриваются в равновесии друг с другом и в равновесии с
 любыми реакциями, которые обеспечивают расходование изофталевой кислоты. Как
 25 было обнаружено, в дополнение к образованию 2,7-DCF, изофталевая кислота
 претерпевает и другие расходующие ее реакции, как это описывается далее. В
 дополнение к этому, изобретатели обнаружили, что существуют и другие вопросы,
 требующие внимания в случае задания подходящих диапазонов для мета-замещенных
 ароматических соединений при частичном окислении паракксилола до ТРА. Другие
 30 интенсивно окрашенные и нежелательные примеси, такие как
 2,6-дикарбоксифлуоренон (2,6-DCF), по-видимому, очень тесно связаны с
 растворенными пара-замещенными ароматическими соединениями, которые всегда
 присутствуют в образуемом параксилолом исходном подаваемом материале,
 направляемом на жидкофазное окисление. Таким образом, подавление образования
 35 2,7-DCF лучше всего рассматривать в перспективе связи с уровнем содержания других
 образующихся окрашенных примесей.

Например, в случае жидкофазного частичного окисления паракксилола до ТРА
 изобретатели обнаружили то, что по мере увеличения уровней содержания
 40 изофталевой кислоты и фталевой кислоты в реакционной среде возрастает
 эффективность образования тримеллитовой кислоты. Тримеллитовая кислота
 представляет собой трехфункциональную карбоновую кислоту, присутствие которой
 приводит к разветвлению полимерных цепей во время получения ПЭТФ из ТРА. Во
 многих сферах применения ПЭТФ уровни разветвления необходимо регулировать при
 45 поддержании низких уровней, и, таким образом, регулирование в отношении
 тримеллитовой кислоты должно обеспечить поддержание низких уровней ее
 содержания в очищенной ТРА. Присутствие мета-замещенных и орто-замещенных
 соединений в реакционной среде помимо приведения к образованию тримеллитовой
 50 кислоты также становится причиной образования и других трикарбоновых кислот
 (например, 1,3,5-трикарбоксибензола). Кроме того, увеличение присутствия в
 реакционной среде трикарбоновых кислот приводит к увеличению эффективности
 образования тетракарбоновых кислот (например, 1,2,4,5-тетракарбоксибензола).

Одним фактором при задании предпочтительных уровней содержания мета-замещенных и орто-замещенных соединений в возвращаемом на рецикл образуемом растворителем исходном подаваемом материале, в образуемом окисляемым соединением исходном подаваемом материале и в реакционной среде, соответствующей настоящему изобретению, является регулирование эффективности общего образования всех ароматических карбоновых кислот, имеющих более чем две группы карбоновой кислоты.

Например, в случае жидкофазного частичного окисления параксилола до ТРА изобретатели обнаружили то, что повышенные уровни содержания в жидкой фазе реакционной среды нескольких растворенных ароматических карбоновых кислот, не имеющих неароматических углеводородных групп, непосредственно приводят к повышенной эффективности образования монооксида углерода и диоксида углерода. Данная повышенная эффективность образования оксидов углерода представляет собой потерю выхода как в отношении окислителя, так и в отношении окисляемого соединения, последнее - в связи с тем, что многие из попутно получаемых ароматических карбоновых кислот, с одной стороны, можно рассматривать в качестве примесей, с другой стороны, они также имеют коммерческую ценность. Таким образом, надлежащее удаление относительно растворимых карбоновых кислот, не имеющих неароматических углеводородных групп, из возвращаемого на рецикл растворителя имеет экономическое значение при предотвращении потерь выхода в отношении как окисляемого ароматического соединения, так и окислителя, в дополнение к подавлению образования в высшей степени нежелательных примесей, таких как различные флуореноны и тримеллитовая кислота.

Например, в случае жидкофазного частичного окисления параксилола до ТРА изобретатели обнаружили, что образование 2,5,4'-трикарбоксибифенила, по-видимому, является неизбежным. 2,5,4'-трикарбоксибифенил представляет собой ароматическую трикарбоновую кислоту, образованную в результате сопряжения двух ароматических колец, может быть, в результате сопряжения растворенных пара-замещенных ароматических соединений с арильным радикалом, может быть с арильным радикалом, образованным в результате деарбоксилирования или декарбонилирования пара-замещенных ароматических соединений. К счастью, образование 2,5,4'-трикарбоксибифенила обычно происходит до меньших уровней содержания по сравнению с тримеллитовой кислотой, и это обычно не становится причиной значительного увеличения трудностей в связи с разветвлением молекул полимера во время получения ПЭТФ. Однако изобретатели обнаружили, что повышенные уровни содержания 2,5,4'-трикарбоксибифенила в реакционной среде, включающей окисление алкилароматики в соответствии с предпочтительными вариантами реализации настоящего изобретения, приводят к повышению уровней содержания интенсивно окрашенного и нежелательного 2,6-DCF. Повышенные уровни содержания 2,6-DCF возможно формируются при участии 2,5,4'-трикарбоксибифенила в результате замыкания цикла с потерей молекулы воды, хотя точный механизм реакции достоверно неизвестен. Если 2,5,4'-трикарбоксибифенил, который в большей мере растворим в растворителе, содержащем уксусную кислоту и воду, по сравнению с ТРА, получит возможность накапливаться в возвращаемом на рецикл растворителе до чрезмерно высоких уровней содержания, то тогда степени превращения в 2,6-DCF могут становиться неприемлемо большими.

Например, в случае жидкофазного частичного окисления параксилола до ТРА

изобретатели обнаружили, что ароматические карбоновые кислоты, не имеющие неароматических углеводородных групп (например, изофталевая кислота) в общем случае приводят к мягкому подавлению химической активности реакционной среды в случае присутствия в жидкой фазе при достаточной концентрации.

Например, в случае жидкофазного частичного окисления параксилола до ТРА изобретатели обнаружили, что осаждение очень часто является неидеальным (то есть неравновесным) в том, что касается относительных концентраций различных химических соединений в твердой фазе и в жидкой фазе. Может быть, это обуславливается тем, что скорость осаждения очень велика при скоростях реакции за проход в единицу времени, предпочтительных в настоящем документе, что приводит к неидеальному соосаждению примесей или даже к окклюдированию. Таким образом, в случае желательности ограничения концентрации определенных примесей (например, тримеллитовой кислоты и 2,6-DCF) в сырой неочищенной ТРА в связи с конфигурацией операций на последующих стадиях технологической схемы предпочтительно регулировать их концентрацию в образуемом растворителем исходном подаваемом материале, а также скорость их образования в реакционной среде.

Например, изобретатели обнаружили, что бензофеноновые соединения (например, 4,4'-дикарбоксибензофенон и 2,5,4'-трикарбоксибензофенон), полученные во время частичного окисления параксилола, проявляют нежелательное действие в реакционной среде получения ПЭТФ даже несмотря на то, что бензофеноновые соединения сами по себе не являются настолько интенсивно окрашенными в ТРА, насколько такими являются флуореноны и антрахиноны. В соответствии с этим, желательно ограничить присутствие бензофенонов и избранных предшественников в возвращаемом на рецикл растворителе и в образуемом окисляемым соединением исходном подаваемом материале. Кроме того, изобретатели обнаружили, что наличие повышенных уровней содержания бензойной кислоты вне зависимости от того, будет ли она введена в возвращаемый на рецикл растворитель или образована в реакционной среде, приводит к повышенным скоростям получения 4,4'-дикарбоксибензофенона.

Говоря в целом, изобретатели обнаружили и в достаточной степени количественно охарактеризовали удивительный массив реакций для ароматических соединений, не имеющих неароматических углеводородных групп, которые имеют место в случае жидкофазного частичного окисления параксилола до ТРА. Резюмируя просто результаты для индивидуального случая, связанного с бензойной кислотой, изобретатели обнаружили, что повышенные уровни содержания бензойной кислоты в реакционной среде определенных вариантов реализации настоящего изобретения приводят к значительному увеличению эффективности образования интенсивно окрашенной и нежелательной 9-флуоренон-2-карбоновой кислоты, к получению значительно повышенных уровней содержания 4,4'-дикарбоксибифенила, к получению повышенных уровней содержания 4,4'-дикарбоксибензофенона, к мягкому подавлению химической активности при целевом окислении параксилола и к получению повышенных уровней содержания оксидов углерода и сопутствующим потерям выхода. Изобретатели обнаружили, что повышенные уровни содержания бензойной кислоты в реакционной среде также приводят к повышенной эффективности образования изофталевой кислоты и фталевой кислоты, уровни содержания которых в желательном случае контролируют, выдерживая в низких диапазонах в соответствии с подобными аспектами настоящего изобретения.

Количество и важность реакций, включающих участие бензойной кислоты, может быть, являются даже более удивительными, поскольку некоторые изобретатели последнего времени предусматривают использование бензойной кислоты вместо уксусной кислоты в качестве основного компонента растворителя (см., например, патент США № 6562997). В дополнение к этому, изобретатели настоящего изобретения наблюдали, что во время окисления параксилола бензойная кислота самообразуется со скоростями, которые являются вполне существенными по сравнению с ее образованием из примесей, таких как толуол и этилбензол, обычно обнаруживаемых в образуемом окисляемым соединением исходном подаваемом материале, содержащем параксилон технической чистоты.

С другой стороны, изобретатели обнаружили малую значимость дополнительного регулирования состава возвращаемого на рецикл растворителя в том, что касается присутствия окисляемого ароматического соединения, и в том, что касается промежуточных соединений в реакции ароматики, которые как сохраняют неароматические углеводородные группы, так и являются также относительно растворимыми в растворителе, возвращаемом на рецикл. В общем случае данные соединения либо подают в реакционную среду, либо они образуются в реакционной среде со скоростями, соответствующими значительному превышению уровня их присутствия в возвращаемом на рецикл растворителе; а скорость расходования данных соединений в реакционной среде достаточно велика, при сохранении одной или нескольких неароматических углеводородных групп, что позволяет надлежащим образом ограничивать их накопление в возвращаемом на рецикл растворителе. Например, во время частичного окисления параксилола в многофазной реакционной среде вместе с большими количествами растворителя в ограниченной степени испаряется и параксилон. В случае покидания данным испарившимся растворителем реактора в виде части отходящего газа и его конденсации для извлечения в качестве растворителя, возвращаемого на рецикл, здесь же конденсируется также и существенная часть испарившегося параксилола. Нет никакой необходимости ограничивать концентрацию данного параксилола в растворителе, возвращаемом на рецикл. Например, если при покидании суспензией реакционной среды окисления параксилола растворитель от твердой фазы отделяют, то тогда данный извлеченный растворитель будет содержать концентрацию растворенной пара-толуиловой кислоты, подобную концентрации, имеющей место на момент удаления из реакционной среды. Несмотря на то, что ограничение стационарной концентрации пара-толуиловой кислоты в жидкой фазе реакционной среды, см. далее, может быть важным, см. далее, нет никакой необходимости в отдельном регулировании содержания пара-толуиловой кислоты в данной части возвращаемого на рецикл растворителя благодаря ее относительно хорошей растворимости и ее малому массовому расходу по сравнению с образованием пара-толуиловой кислоты в реакционной среде. Подобным же образом, изобретатели выявили мало оснований для ограничения концентраций в возвращаемом на рецикл растворителе ароматических соединений, имеющих метильные заместители (например, толуиловых кислот), ароматических альдегидов (например, терефталевого альдегида), ароматических соединений, имеющих гидроксиметильные заместители (например, 4-гидроксиметилбензойной кислоты) и бромированных ароматических соединений, сохраняющих, по меньшей мере, одну неароматическую углеводородную группу (например, альфа-бром-пара-толуиловой кислоты), уровнями, более низкими по сравнению с теми, которые имеют место в жидкой фазе, покидающей реакционную среду, существующую при частичном

окислении ксилола в соответствии с предпочтительными вариантами реализации настоящего изобретения. Как это ни удивительно, но изобретатели также обнаружили, что нет никакой необходимости также и в регулировании в возвращаемом на рецикл растворителе концентрации избранных фенолов, образующихся во время частичного окисления ксилола в соответствии с самой его природой, поскольку данные соединения образуются и разрушаются в реакционной среде со скоростями, соответствующими значительному превышению уровня их присутствия в растворителе, возвращаемом на рецикл. Например, изобретатели обнаружили, что 4-гидроксibenзойная кислота оказывает относительно небольшое влияние на химическую активность в предпочтительных вариантах реализации настоящего изобретения в случае совместной подачи с расходами, соответствующими более чем 2 г 4-гидроксibenзойной кислоты на 1 кг параксилола, что намного превышает естественное присутствие в возвращаемом на рецикл растворителе, несмотря на то, что другие исследователи сообщали, что она является существенным ядом в подобной реакционной среде (см., например, работу W. Partenheimer, *Catalysis Today* 23 (1995) p. 81).

Таким образом, существуют многочисленные реакции и многочисленные соображения по заданию предпочтительных диапазонов для различных ароматических примесей в образуемом растворителем исходном подаваемом материале, как в данный момент было описано. Данные открытия сформулированы при выражении через общий среднемассовый состав для всех потоков растворителей, подаваемых в реакционную среду в течение заданного периода времени, предпочтительно одного дня, более предпочтительно одного часа, а наиболее предпочтительно одной минуты. Например, если один образуемый растворителем исходный подаваемый материал будут перепускать по существу непрерывно с составом, соответствующим 40 м.д. масс. изофталевой кислоты, при расходе 7 кг/мин, второй образуемый растворителем исходный подаваемый материал будут перепускать по существу непрерывно с составом, соответствующим 2000 м.д. масс. изофталевой кислоты, при расходе 10 кг/мин, и никаких других потоков образуемого растворителем исходного подаваемого материала в реакционную среду поступать не будет, то тогда общий среднемассовый состав для образуемого растворителем исходного подаваемого материала будут рассчитывать в виде $(40 \cdot 7 + 2000 \cdot 10) / (7 + 10) = 1193$ м.д. масс. изофталевой кислоты. Следует отметить, что масса любого образуемого окисляемым соединением исходного подаваемого материала или любого образуемого окислителем исходного подаваемого материала, которые, может быть, являются перемешанными с образуемым растворителем исходным подаваемым материалом перед их поступлением в реакционную среду, не принимается во внимание при вычислении общего среднемассового состава образуемого растворителем исходного подаваемого материала.

Приведенная далее таблица 1 представляет предпочтительные значения для определенных компонентов в образуемом растворителем исходном подаваемом материале, вводимом в реакционную среду. Компоненты образуемого растворителем исходного подаваемого материала, приведенные в таблице 1, представляют собой нижеследующее: 4-карбоксибензальдегид (4-CBA), 4,4'-дикарбоксистильбен (4,4'-DCS), 2,6-дикарбоксиантрахинон (2,6-DCA), 2,6-дикарбоксифлуоренон (2,6-DCF), 2,7-дикарбоксифлуоренон (2,7-DCF), 3,5-дикарбоксифлуоренон (3,5-DCF), 9-флуоренон-2-карбоновая кислота (9F-2CA), 9-флуоренон-4-карбоновая кислота (9F-4CA), общий ассортимент флуоренонов, включающий другие флуореноны, не

перечисленные индивидуально (общий ассортимент флуоренонов), 4,4'-дикарбоксибифенил (4,4'-DCB), 2,5,4'-трикарбоксибифенил (2,5,4'-ТСВ), фталевая кислота (РА), изофталевая кислота (IPA), бензойная кислота (ВА), тримеллитовая кислота (ТМА), 2,6-дикарбоксибензокумарин (2,6-DCBC), 4,4'-дикарбоксибензил (4,4'-DCBZ), 4,4'-дикарбоксибензофенон (4,4'-DCBP), 2,5,4'-трикарбоксибензофенон (2,5,4'-ТСBP), терефталевая кислота (ТРА), осажденная твердая фаза при 20°C и общий ассортимент ароматических карбоновых кислот, не имеющих неароматических углеводородных групп. Приведенная далее таблица 1 представляет предпочтительные количества данных примесей в СТА, полученной в соответствии с вариантом реализации настоящего изобретения.

ТАБЛИЦА 1			
Компоненты образуемого растворителем исходного подаваемого материала, вводимого в реакционную среду			
Идентификация компонента	Предпочтительное количество (м.д. масс.)	Более предпочтительное количество (м.д. масс.)	Наиболее предпочтительное количество (м.д. масс.)
4-CBA	<1200	30-600	60-300
4,4'-DCS	<3	<2	<1
2,6-DCA	<6	0,1-3	0,2-1
2,6-DCF	<20	0,1-10	0,5-5
2,7-DCF	<10	0,1-5	0,5-2
3,5-DCF	<10	<5	<2
9F-2CA	<10	0,1-5	0,5-2
9F-4CA	<5	<3	<1
Общий ассортимент флуоренонов	<40	<20	1-8
4,4'-DCB	<45	<15	0,5-5
2,5,4'-TCB	<45	0,1-15	0,5-5
РА	<1000	15-400	40-150
IPA	2500	40-1200	120-400
ВА	<4500	50-1500	150-500
ТМА	<1000	15-400	40-150
2,6-DCBC	<40	<20	<5
4,4'-DCBZ	<40	<20	<5
4,4'-DCBP	<40	<20	<5
2,5,4'-ТСBP	<40	<20	0,5-5
ТРА	<9000	200-6000	400-2000
Осажденная твердая фаза при 20°C	<9000	200-6000	600-2000
Общий ассортимент ароматических карбоновых кислот, не имеющих неароматических углеводородных групп	<18000	300-9000	450-3000

В возвращаемом на рецикл растворителе обычно присутствует также и множество других ароматических примесей, в общем случае при варьировании содержания на еще более низких уровнях и/или в виде доли от содержания одного или нескольких из описанных ароматических соединений. Способы регулирования уровней содержания описанных ароматических соединений при поддержании в предпочтительных диапазонах обычно будут обеспечивать поддержание на подходящих уровнях содержания и других ароматических примесей.

В случае использования в реакционной среде брома, как известно, большое количество ионных и органических форм брома будет существовать в динамическом равновесии. Данные различные формы брома характеризуются различными характеристиками стабильности сразу после покидания реакционной среды и

прохождения через операции в различных установках, относящиеся к возвращаемому на рецикл растворителю. Например, альфа-бром-пара-толуиловая кислота в определенных условиях может присутствовать как таковая или в других условиях может подвергаться гидролизу с образованием 4-гидроксиметилбензойной кислоты и бромидов водорода. В настоящем изобретении предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, приблизительно 40% массовых, более предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, приблизительно 60% массовых, а наиболее предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, приблизительно 80% массовых от общей массы брома, присутствующего в совокупном образуемом растворителем исходном подаваемом материале, вводимом в реакционную среду, имели вид одной или нескольких из следующих далее химических форм: ионный бром, альфа-бром-пара-толуиловая кислота и бромуксусная кислота.

Несмотря на то, что важность и значение регулирования общей среднemasсовой степени чистоты образуемого растворителем исходного подаваемого материала при поддержании в описанных желательных диапазонах настоящего изобретения до настоящего момента не были раскрыты и/или описаны, подходящие способы регулирования степени чистоты образуемого растворителем исходного подаваемого материала могут быть скомпонованы из различных способов, уже известных на современном уровне техники. Во-первых, любой растворитель, испарившийся из реакционной среды, обычно характеризуется подходящей степенью чистоты при том условии, что жидкая или твердая фаза из реакционной среды не будут захватываться испарившимся растворителем. В соответствии с описанием в настоящем документе такой захват надлежащим образом ограничивает подача капель растворителя флегмы в пространство отделения отходящего газа над реакционной средой; и из такого отходящего газа может быть сконденсирован возвращаемый на рецикл растворитель с подходящей степенью чистоты в отношении ароматического соединения. Во-вторых, более трудная и дорогостоящая очистка возвращаемого на рецикл образуемого растворителем исходного подаваемого материала обычно относится к растворителю, отбираемому из реакционной среды в жидкой форме, и к растворителю, который впоследствии вступает в контакт с жидкой и/или твердой фазами реакционной среды, отбираемой из реакционной емкости (то есть возвращаемому на рецикл растворителю, получаемому из фильтра, в котором твердую фазу концентрируют и/или промывают, возвращаемому на рецикл растворителю, получаемому из центрифуги, в которой твердую фазу концентрируют и/или промывают, возвращаемому на рецикл растворителю, отбираемому с операции кристаллизации, и тому подобному). Однако на современном уровне техники также известны и способы проведения необходимой очистки данных возвращаемых на рецикл потоков растворителя при использовании одного или нескольких описаний предшествующего уровня техники. Что касается регулирования уровня содержания осажденной твердой фазы в возвращаемом на рецикл растворителе при поддержании в пределах указанных диапазонов, то подходящие способы регулирования включают нижеследующее, но не ограничиваются только этим: гравиметрическая седиментация, механическое фильтрование при использовании фильтровального полотна на вращающихся ленточных фильтрах и вращающихся барабанных фильтрах, механическое фильтрование при использовании стационарной фильтрующей среды внутри емкостей, работающих под давлением, гидроциклонов и центрифуг. Что касается регулирования уровня содержания растворенных ароматических соединений в возвращаемом на рецикл растворителе при поддержании в пределах указанных диапазонов, то способы регулирования включают нижеследующее, но не ограничиваются только этим:

способы, описанные в патенте США № 4939297 и публикации патентной заявки США № 2005-0038288, включаемых в настоящий документ в качестве ссылки. Однако ни одно из данных изобретений предшествующего уровня техники не раскрывает и не описывает предпочтительные уровни степени чистоты в совокупном образуемом растворителем исходном подаваемом материале, как это описывается в настоящем документе. Вместо этого данные изобретения предшествующего уровня техники просто предлагают способы очистки избранных и частных потоков возвращаемого на рецикл растворителя без выведения оптимальных значений настоящего изобретения для состава общего среднemasсового образуемого растворителем исходного подаваемого материала, вводимого в реакционную среду.

Обращаясь теперь к степени чистоты исходного подаваемого материала, образуемого окисляемым соединением, можно сказать, что известно, что в данном случае имеют место определенные уровни содержания изофталевой кислоты, фталевой кислоты и бензойной кислоты, и при низких уровнях содержания присутствие данных соединений в очищенной ТРА, используемой для получения полимера, является допустимым. Кроме того, известно, что данные соединения являются относительно более растворимыми во многих растворителях, и в выгодном случае их можно удалить из очищенной ТРА при использовании способов кристаллизации. Однако из варианта реализации изобретения, описанного в настоящем документе, на данный момент известно, что регулирование уровня содержания нескольких относительно растворимых ароматических соединений, а именно, соединений, включающих изофталевую кислоту, фталевую кислоту и бензойную кислоту, в жидкой фазе реакционной среды, как это ни удивительно, является важным при регулировании уровня содержания полициклических и окрашенных ароматических соединений, образующихся в реакционной среде, при регулировании уровня содержания соединений, имеющих в молекуле более чем 2 функциональности карбоновой кислоты, при регулировании активности в реакции в реакционной среде для частичного окисления и при регулировании потерь выхода в отношении окислителя и ароматического соединения.

На современном уровне техники известно, что изофталевая кислота, фталевая кислота и бензойная кислота образуются в реакционной среде следующим образом. Примесный мета-ксилол из исходного подаваемого материала при хороших степенях превращения и выходе окисляется до IPA. Примесный орто-ксилол из исходного подаваемого материала при хороших степенях превращения и выходе окисляется до фталевой кислоты. Примесные этилбензол и толуол из исходного подаваемого материала при хороших степенях превращения и выходе окисляются до получения бензойной кислоты. Однако изобретатели обнаружили, что в реакционной среде, содержащей параксилол, значительные количества изофталевой кислоты, фталевой кислоты и бензойной кислоты образуются также и по механизмам, отличным от окисления мета-ксилола, орто-ксилола, этилбензола и толуола. Данные другие присущие природе системы химические маршруты возможно включают декарбонилирование, декарбоксилирование, реорганизацию переходных состояний и присоединение метильных и карбонильных радикалов к ароматическим кольцам.

При определении предпочтительных диапазонов уровней содержания примесей в исходном подаваемом материале, образуемом окисляемым соединением, значение имеет множество факторов. Любая примесь в исходном подаваемом материале вероятно будет связана с прямой потерей выхода и затратами на очистку продукта, если требования по степени чистоты к продукту окисления будут достаточно

жесткими (например, в случае реакционной среды для частичного окисления параксилола толуол и этилбензол, обычно обнаруживаемые в параксилоле технической чистоты, приводят к образованию бензойной кислоты, и данную бензойную кислоту в основном удаляют из большинства коммерческих вариантов ТРА). В случае участия продукта частичного окисления примеси из исходного подаваемого материала в дополнительных реакциях при рассмотрении вопроса величины необходимых затрат на очистку исходного подаваемого материала существенными становятся факторы, отличные от простой потери выхода и удаления (например, в случае реакционной среды для частичного окисления параксилола, помимо прочего, этилбензол приводит к получению бензойной кислоты, а бензойная кислота после этого приводит к получению интенсивно окрашенной 9-флуоренон-2-карбоновой кислоты, к получению изофталевой кислоты, к получению фталевой кислоты и к получению повышенных количеств оксидов углерода). В случае самообразования в реакционной среде дополнительных количеств примеси при помощи химических механизмов, не связанных непосредственно с примесями в исходном подаваемом материале, анализ становится еще более сложным (например, в случае реакционной среды для частичного окисления параксилола бензойная кислота также самообразуется из самого параксилола). В дополнение к этому, переработка сырого неочищенного продукта окисления на последующих стадиях технологической схемы может оказать влияние на соображения в отношении предпочтительной степени чистоты исходного подаваемого материала. Например, затраты, необходимые для удаления прямой примеси (бензойной кислоты) и последующих примесей (изофталевой кислоты, фталевой кислоты, 9-флуоренон-2-карбоновой кислоты и тому подобного) до подходящих уровней содержания, могут быть одними и теми же, могут быть отличными друг от друга и могут быть отличными от требований по удалению в основном неродственной примеси (например, продукт частичного окисления 4-СВА при окислении параксилола до ТРА).

Следующие далее описанные диапазоны степени чистоты для исходного подаваемого материала в случае параксилола предпочитаются тогда, когда параксилон подают в реакционную среду совместно с растворителем и окислителем в целях частичного окисления до ТРА. Данные диапазоны являются более предпочтительными в способе получения ТРА, включающем стадии последующего окисления в целях удаления из реакционной среды примесей, отличных от окислителя и растворителя (например, металлов катализатора). Данные диапазоны являются еще более предпочтительными в способах получения ТРА, которые обеспечивают удаление из СТА дополнительных количеств 4-СВА (например, в результате превращения СТА в диметилтерефталат плюс примесные сложные эфиры и последующего отделения сложного метилового эфира 4-СВА перегонкой, в результате реализации способов окислительной утилизации, предназначенных для превращения 4-СВА в ТРА, в результате реализации способов гидрирования, предназначенных для превращения 4-СВА в пара-толуиловую кислоту, которую после этого отделяют при использовании способов частичной кристаллизации). Данные диапазоны являются наиболее предпочтительными в способах получения ТРА, которые обеспечивают удаление дополнительных количеств 4-СВА от СТА в результате реализации способов окислительной утилизации, предназначенных для превращения 4-СВА в ТРА.

При использовании новых знаний о предпочтительных диапазонах для ароматических соединений, возвращаемых на рецикл, и об относительных количествах ароматических соединений, образующихся непосредственно в результате окисления

примесей из исходного подаваемого материала по сравнению с другими присущими природе системы химическими маршрутами, были выявлены улучшенные диапазоны для уровней содержания примесей, соответствующих загрязненному параксилолу, подаваемому в технологический процесс частичного окисления для получения ТРА.

Приведенная далее таблица 2 представляет предпочтительные значения для количества мета-ксилола, орто-ксилола и этилбензола + толуола в образуемом параксилолом исходном подаваемом материале.

Компоненты загрязненного образуемого параксилолом исходного подаваемого материала				ТАБЛИЦА 2
Идентификация компонента	Предпочтительное количество (м.д. масс.)	Более предпочтительное количество (м.д. масс.)	Наиболее предпочтительное количество (м.д. масс.)	
Мета-ксилол	20-800	50-600	100-400	
Орто-ксилол	10-300	20-200	30-100	
Этилбензол + толуол *	20-700	50-500	100-300	
Итого	50-900	100-800	200-700	
*Технические условия для системы этилбензол + толуол относятся к каждому компоненту в отдельности и к сумме.				

Специалисты в соответствующей области техники на данный момент должны осознать, что вышеупомянутые примеси в загрязненном параксилоле могут оказывать свое наибольшее воздействие на реакционную среду после того, как продукты их частичного окисления накопятся в возвращаемом на рецикл растворителе. Например, подача по количеству верхнего предела из наиболее предпочтительного диапазона для мета-ксилола - 400 м.д. масс. - в жидкой фазе реакционной среды будет незамедлительно приводить к получению приблизительно 200 м.д. масс. изофталевой кислоты при функционировании при уровне содержания твердой фазы в реакционной среде, равном приблизительно 33% массовым. Это сопоставимо с введением по количеству верхнего предела из наиболее предпочтительного диапазона для уровня содержания изофталевой кислоты в возвращаемом на рецикл растворителе, равного 400 м.д. масс., когда после обеспечения охлаждения реакционной среды в результате испарения типичного растворителя достигают приблизительно 1200 м.д. масс. изофталевой кислоты в жидкой фазе реакционной среды. Таким образом, именно накопление с течением времени продуктов частичного окисления в возвращаемом на рецикл растворителе обнаруживает наибольшее из возможных влияние примесных мета-ксилола, орто-ксилола, этилбензола и толуола из исходного подаваемого материала, образуемого загрязненным параксилолом. В соответствии с этим, предпочтительно, чтобы вышеупомянутые диапазоны примесей в образуемом загрязненным параксилолом исходном подаваемом материале выдерживались в течение, по меньшей мере, половины каждого дня функционирования при любой реакционной среде для частичного окисления в конкретной производственной установке, более предпочтительно в течение, по меньшей мере, трех четвертей каждого дня в течение, по меньшей мере, семи последовательных дней функционирования, а наиболее предпочтительным является случай, когда средне-взвешенные величины для состава образуемого загрязненным параксилолом исходного подаваемого материала находятся в пределах предпочтительных диапазонов в течение, по меньшей мере, 30 последовательных дней функционирования.

Способы получения загрязненного параксилола предпочтительной степени чистоты уже известны на современном уровне техники, и они включают нижеследующее, но не ограничиваются только этим: перегонка, способы частичной

кристаллизации при температурах, меньших температуры окружающей среды, способы применения молекулярных сит с использованием селективной адсорбции, определяемой размером пор. Однако предпочтительные диапазоны степени чистоты, указанные в настоящем документе, у верхней границы требуют приложения больших усилий и затрат по сравнению с тем, что является характерным при использовании на практике коммерческими поставщиками параксилола; и, вместе с тем, на нижнем краю предпочтительные диапазоны избегают вариантов чрезмерно дорогостоящей очистки параксилола, предназначенного для подачи в реакционную среду для частичного окисления, вследствие раскрытия и описания того, что объединенное действие самообразования примесей из самого параксилола и реакций расходования примесей в реакционной среде становится более существенным параметром по сравнению со скоростями подачи примесей совместно с загрязненным параксилолом.

В случае содержания в потоке ксилолсодержащего исходного подаваемого материала избранных примесей, таких как этилбензол и/или толуол, окисление данных примесей может привести к образованию бензойной кислоты. В соответствии с использованием в настоящем документе, термин «бензойная кислота, образованная из примесей», должен обозначать бензойную кислоту, получаемую во время окисления ксилола из любого источника, отличного от ксилола.

Как описывается в настоящем документе, часть бензойной кислоты, получаемой во время окисления ксилола, образуется из самого ксилола. Данное получение бензойной кислоты из ксилола явно происходит в дополнение к получению любой части бензойной кислоты, которая может представлять собой бензойную кислоту, образованную из примесей. Не в порядке связывания себя теорией представляется, что бензойная кислота образуется в реакционной среде из ксилола тогда, когда различные промежуточные продукты окисления ксилола самопроизвольно претерпевают декарбонилирование (потерю монооксида углерода) или декарбоксилирование (потерю диоксида углерода) с получением, таким образом, арильных радикалов. После этого данные арильные радикалы могут отщеплять атом водорода от одного из множества доступных источников в реакционной среде и приводить к получению самообразующейся бензойной кислоты. Вне зависимости от химического механизма термин «самообразующаяся бензойная кислота» в соответствии с использованием в настоящем документе должен обозначать бензойную кислоту, во время окисления ксилола полученную из ксилола.

Как также описывается в настоящем документе, в случае окисления параксилола до терефталевой кислоты (ТРА) получение самообразующейся бензойной кислоты приводит к потере выхода в отношении параксилола и потере выхода в отношении окислителя. В дополнение к этому, присутствие самообразующейся бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды коррелирует с увеличением роли многих нежелательных побочных реакций, а именно, реакций, включающих образование интенсивно окрашенных соединений, называемых монокарбоксифлуоренонами. Самообразующаяся бензойная кислота также вносит свой вклад в нежелательное накопление бензойной кислоты в возвращаемом на рецикл фильтрате, что дополнительно увеличивает концентрацию бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды. Таким образом, образование самообразующейся бензойной кислоты желательно свести к минимуму, но данную ситуацию надлежащим образом также рассматривают одновременно и в связи с бензойной кислотой, образованной из примесей, с факторами, оказывающими влияние на расходование бензойной кислоты, с факторами, связанными с другими моментами, определяющими селективность

реакции, и с общими экономическими показателями.

Изобретатели обнаружили, что самообразование бензойной кислоты можно регулировать при поддержании на низких уровнях в результате надлежащего выбора, например, температуры, распределения ксилола и доступности кислорода в реакционной среде во время окисления. Без желания связывать себя теорией можно сказать, что пониженные температуры и улучшенная доступность кислорода, по-видимому, приводят к уменьшению скоростей декарбонилирования и/или декарбоксилирования, что, таким образом, устраняет аспект потери выхода в связи с самообразующейся бензойной кислотой. Достаточная доступность кислорода, по-видимому, направляет реакцию арильных радикалов в направлении образования других более безопасных продуктов, в частности, гидроксibenзойных кислот. На баланс между степенью превращения арильных радикалов в бензойную кислоту или в гидроксibenзойную кислоту также может оказывать влияние и распределение ксилола в реакционной среде. Вне зависимости от химических механизмов изобретатели выявили условия проведения реакции, которые, несмотря на свою достаточную мягкость в отношении уменьшения эффективности образования бензойной кислоты, являются достаточно жесткими в отношении окисления большей доли полученной гидроксibenзойной кислоты до получения монооксида углерода и/или диоксида углерода, которые легко удаляются из продукта окисления.

В предпочтительном варианте реализации настоящего изобретения реактор окисления, сконфигурированный и работающий таким образом, чтобы свести к минимуму образование самообразующейся бензойной кислоты и довести до максимума окисление гидроксibenзойных кислот до получения монооксида углерода и/или диоксида углерода. В случае использования реактора окисления для окисления параксилола до терефталевой кислоты предпочтительно, чтобы параксилол составлял, по меньшей мере, приблизительно 50% массовых от общего ксилола в потоке исходного подаваемого материала, вводимого в реактор. Более предпочтительно параксилол составляет, по меньшей мере, приблизительно 75% массовых от общего ксилола в потоке исходного подаваемого материала. Еще более предпочтительно параксилол составляет, по меньшей мере, 95% массовых от общего ксилола в потоке исходного подаваемого материала. Наиболее предпочтительно параксилол составляет по существу все количество общего ксилола в потоке исходного подаваемого материала.

В случае использования реактора для окисления параксилола до терефталевой кислоты предпочтительно, чтобы скорость образования терефталевой кислоты была доведена до максимума, в то время как скорость образования самообразующейся бензойной кислоты была сведена к минимуму. Предпочтительно соотношение между скоростью образования (при расчете на массу) терефталевой кислоты и скоростью образования (при расчете на массу) самообразующейся бензойной кислоты составляет, по меньшей мере, приблизительно 500:1, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 1000:1, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 1500:1. Как будет продемонстрировано далее, скорость образования самообразующейся бензойной кислоты предпочтительно измеряют тогда, когда концентрация бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды составляет величину, меньшую 2000 м.д. масс., более предпочтительно меньшую 1000 м.д. масс., а наиболее предпочтительно меньшую 500 м.д. масс., поскольку данные низкие концентрации обеспечивают подавление реакций, которые превращают бензойную кислоту в другие соединения, до подходящих низких скоростей.

Если объединить самообразующуюся бензойную кислоту и бензойную кислоту, образованную из примесей, то соотношение между скоростью образования (при расчете на массу) терефталевой кислоты и скоростью образования (при расчете на массу) общей бензойной кислоты предпочтительно составляет, по меньшей мере, 5 приблизительно 400:1, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 700:1, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 1100:1. Как будет продемонстрировано далее, общую скорость образования самообразующейся бензойной кислоты плюс бензойной кислоты, образованной из примесей, 10 предпочтительно измеряют тогда, когда концентрация бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды составляет величину, меньшую 2000 м.д. масс., более предпочтительно меньшую 1000 м.д. масс., а наиболее предпочтительно меньшую 500 м.д. масс., поскольку данные низкие концентрации обеспечивают подавление реакций, которые превращают бензойную кислоту в другие соединения, до подходящих низких 15 скоростей.

Как описывается в настоящем документе, повышенные концентрации бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды приводят к увеличению эффективности образования множества других ароматических соединений, некоторые из которых 20 являются вредными примесями в ТРА; и, как описывается в настоящем документе, повышенные концентрации бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды приводят к увеличению эффективности образования газообразных оксидов углерода, образование которых соответствует потере выхода в отношении окислителя и в отношении ароматических соединений и/или растворителя. Кроме того, в данный 25 момент следует раскрыть, что изобретатели обнаружили, что значительная доля данной увеличенной эффективности образования других ароматических соединений и оксидов углерода своим источником имеет реакции, которые обеспечивают превращение некоторого количества самих молекул бензойной кислоты, в 30 противоположность случаю катализирования бензойной кислотой других реакций без расходования ее самой. В соответствии с этим, «результатирующее образование бензойной кислоты» определяют в настоящем документе как усредненную по времени массу всего количества бензойной кислоты, покидающей реакционную среду, минус усредненную по времени массу всего количества бензойной кислоты, поступающей в 35 реакционную среду в течение того же самого промежутка времени. Данное результирующее образование бензойной кислоты зачастую является положительным, движущей силой для чего являются скорости образования бензойной кислоты, образованной из примесей, и самообразующейся бензойной кислоты. Однако 40 изобретатели обнаружили, что скорость превращения бензойной кислоты в оксиды углерода и в несколько других соединений, по-видимому, приблизительно линейно увеличивается по мере того, как в жидкой фазе реакционной среды будет увеличиваться концентрация бензойной кислоты, при проведении измерения тогда, когда другие условия проведения реакции, включающие температуру, доступность 45 кислорода, значение STR и активность в реакции, надлежащим образом поддерживают постоянными. Таким образом, если концентрация бензойной кислоты в жидкой фазе реакционной среды будет достаточно большой, может быть, в связи с повышенной концентрацией бензойной кислоты в возвращаемом на рецикл растворителе, то тогда степень превращения молекул бензойной кислоты в другие 50 соединения, в том числе оксиды углерода, может стать равной или большей величины, соответствующей химическому образованию новых молекул бензойной кислоты. В данном случае для результирующего образования бензойной кислоты баланс может

быть достигнут в области нуля или даже отрицательных величин. Изобретатели обнаружили, что, если результирующее образование бензойной кислоты является положительным, тогда соотношение между скоростью образования (при расчете на массу) терефталевой кислоты в реакционной среде и скоростью результирующего образования бензойной кислоты в реакционной среде предпочтительно превышает приблизительно 700:1, более предпочтительно превышает приблизительно 1100:1, а наиболее предпочтительно превышает 4000:1. Изобретатели обнаружили, что если результирующее образование бензойной кислоты является отрицательным, тогда соотношение между скоростью образования (при расчете на массу) терефталевой кислоты в реакционной среде и скоростью результирующего образования бензойной кислоты в реакционной среде предпочтительно превышает приблизительно 200:(-1), более предпочтительно превышает приблизительно 1000:(-1), а наиболее предпочтительно превышает 5000:(-1).

Изобретатели также выявили предпочтительные диапазоны для состава суспензии (жидкая фаза + твердая фаза), отбираемой из реакционной среды, и образуемой твердой СТА части суспензии. Предпочтительные составы суспензии и предпочтительные составы СТА, как это ни удивительно, являются превосходными и подходящими для использования. Например, очищенная ТРА, полученная из данной предпочтительной СТА в результате проведения окислительной утилизации, характеризуется достаточно низким уровнем содержания общего количества примесей и окрашенных примесей, так что очищенная ТРА является подходящей для использования, без гидрирования дополнительных количеств 4-СВА и/или окрашенных примесей, для широкого диапазона сфер применения, связанных с волокнами из ПЭТФ, и сфер применения, связанных с упаковкой из ПЭТФ. Например, предпочтительный состав суспензии обеспечивает получение жидкой фазы реакционной среды, которая характеризуется относительно низкой концентрацией существенных примесей, и это значащим образом приводит к уменьшению эффективности образования других даже более нежелательных примесей, описанных в настоящем документе. В дополнение к этому, в соответствии с другими вариантами реализации настоящего изобретения предпочтительный состав суспензии существенным образом способствует проведению последующей переработки жидкости из суспензии, которая становится возвращаемым на рецикл растворителем с подходящей степенью чистоты.

СТА, получаемая в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, содержит меньше примесей, относящихся к избранным типам, по сравнению с СТА, получаемой при использовании обычных способов и аппаратуры, а именно, тех, которые используют растворитель, возвращаемый на рецикл. Примеси, которые могут присутствовать в СТА, включают нижеследующее: 4-карбоксибензальдегид (4-СВА), 4,4'-дикарбоксистильбен (4,4'-DCS), 2,6-дикарбоксиантрахинон (2,6-DCA), 2,6-дикарбоксифлуоренон (2,6-DCF), 2,7-дикарбоксифлуоренон (2,7-DCF), 3,5-дикарбоксифлуоренон (3,5-DCF), 9-флуоренон-2-карбоновая кислота (9F-2CA), 9-флуоренон-4-карбоновая кислота (9F-4CA), 4,4'-дикарбоксибифенил (4,4'-DCB), 2,5,4'-трикарбоксибифенил (2,5,4'-TCB), фталевая кислота (РА), изофталевая кислота (IPA), бензойная кислота (ВА), тримеллитовая кислота (ТМА), пара-толуиловая кислота (PTAC), 2,6-дикарбоксибензокумарин (2,6-DCBC), 4,4'-дикарбоксибензил (4,4'-DCBZ), 4,4'-дикарбоксибензофенон (4,4'-DCBP), 2,5,4'-трикарбоксибензофенон (2,5,4'-TCBP). Приведенная далее таблица 3 представляет предпочтительные величины для уровней

содержания данных примесей в СТА, полученной в соответствии с вариантом реализации настоящего изобретения.

ТАБЛИЦА 3

5

Примеси в СТА

Идентификация примеси	Предпочтительное количество (м.д. масс.)	Более предпочтительное количество (м.д. масс.)	Наиболее предпочтительное количество (м.д. масс.)
4-CBA	<15000	100-8000	400-2000
4,4'-DCS	<12	<6	<3
2,6-DCA	<9	<6	<2
2,6-DCF	<100	2-50	5-25
2,7-DCF	<30	<15	<5
3,5-DCF	<16	<8	<2
9F-2CA	<16	<8	<4
9F-4CA	<8	<4	<2
Общий ассортимент флуоренонов	<100	2-60	4-35
4,4'-DCB	<64	1-32	2-8
2,5,4'-TCB	<24	<12	<8
PA	<200	3-100	5-50
IPA	<800	10-400	20-200
BA	<600	5-300	15-100
TMA	<800	10-400	20-200
PTAC	<2000	10-1000	50-500
2,6-DCBC	<64	<32	<8
4,4'-DCBZ	<12	<8	<4
4,4'-DCBP	<40	<30	<20
2,5,4'-TCBP	<32	<16	<4

В дополнение к этому, предпочтительно, чтобы СТА, получаемая в соответствии с вариантом реализации настоящего изобретения, характеризовалась пониженным уровнем содержания окрашенных соединений по сравнению с СТА, получаемой при использовании обычных способов и аппаратуры, а именно, тех, которые используют растворитель, возвращаемый на рецикл. Таким образом, предпочтительно, чтобы СТА, получаемая в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, характеризовалась бы процентным пропусканием в области 340 нм, равным, по меньшей мере, приблизительно 25%, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 50%, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 60%. Кроме того, предпочтительно, чтобы СТА, получаемая в соответствии с одним вариантом реализации настоящего изобретения, характеризовалась процентным пропусканием в области 400 нм, равным, по меньшей мере, приблизительно 88%, более предпочтительно, по меньшей мере, приблизительно 90%, а наиболее предпочтительно, по меньшей мере, 92%.

Испытание с определением процентного пропускания представляет собой способ измерения количества окрашенных светопоглощающих примесей, присутствующих в ТРА или СТА. В соответствии с использованием в настоящем документе, испытание относится к измерениям, проводимым для части раствора, полученного в результате растворения 2,00 г сухих твердых ТРА или СТА в 20,0 мл диметилсульфоксида (ДМСО) аналитической или еще более высокой чистоты. После этого часть данного раствора помещают в полумикропроточную кювету Hellma, PN 176.700, которую изготавливают из кварца и которая характеризуется оптическим путем 1,0 см и объемом 0,39 мл (компания Hellma USA, 80 Скайлайн-Драйв, Плейнвью, Нью-Йорк 11803). Для измерения пропускания при различных длинах волн для

данной проточной кюветы используют спектрофотометр Agilent 8453 Diode Array Spectrophotometer (компания Agilent Technologies, 395 Пэйдж-Милл-Роуд, Пало-Альто, Калифорния 94303). После надлежащей коррекции оптической плотности для учета поглощения фона, в том числе для использованных кюветы и растворителя, но не ограничиваясь только этим, результаты по процентному пропусканию, характеризующему долю падающего света, который проходит через раствор, машина выдает непосредственно. Значения процентного пропускания при длинах волн света в области 340 нм и 400 нм являются в особенности подходящими для использования при дифференциации вклада чистой ТРА от вклада множества примесей, обычно обнаруживаемых в ней.

Предпочтительные диапазоны для уровней содержания различных ароматических примесей в фазе суспензии (твердая фаза + жидкая фаза) реакционной среды представлены далее в таблице 4.

ТАБЛИЦА 4			
Примеси в суспензии			
Идентификация примеси	Предпочтительное количество (м.д. масс.)	Более предпочтительное количество (м.д. масс.)	Наиболее предпочтительное количество (м.д. масс.)
4-CBA	<8000	<5000	<2500
4,4'-DCS	<4	<2	<1
2,6-DCA	<6	<3	<1
2,6-DCF	<70	2-40	4-20
2,7-DCF	<12	<8	<4
3,5-DCF	<12	<8	<4
9F-2CA	<12	<8	<4
9F-4CA	<8	<4	<2
Общий ассортимент флуоренонов	<90	2-60	5-30
4,4'-DCB	<64	1-16	2-4
2,5,4'-TCB	<60	2-40	4-20
РА	<3000	25-1500	75-500
IPA	9000	75-4500	225-1500
BA	<15000	100-6000	300-2000
TMA	<3000	25-1500	75-500
PTAC	<8000	100-4000	200-2000
4,4'-DCBZ	<5	<4	<3
4,4'-DCBP	<240	<160	<80
2,5,4'-TCBP	<120	<80	<40

Данные предпочтительные составы для суспензии представляют собой вариант реализации предпочтительного состава жидкой фазы реакционной среды при одновременном подходящем устранении экспериментальных трудностей, относящихся к осаждению дополнительных компонентов жидкой фазы из реакционной среды с получением компонентов твердой фазы во время отбора образцов из реакционной среды, разделению жидкой фазы и твердой фазы, и смещении условий к условиям анализа.

В фазе суспензии реакционной среды и в СТА реакционной среды обычно также присутствует и множество других ароматических примесей в общем случае при варьировании содержания на еще более низких уровнях и/или в виде доли от содержания одного или нескольких из описанных ароматических соединений. Регулирование уровней содержания описанных ароматических соединений при поддержании в предпочтительных диапазонах будет обеспечивать поддержание на подходящих уровнях содержания и других ароматических примесей. Данные

выгодные составы для фазы суспензии в реакционной среде и для твердой СТА, отбираемой непосредственно из суспензии, становятся возможными в результате проведения операций при использовании вариантов реализации изобретения, описанных в настоящем документе для частичного окисления параксилола до

Измерение концентрации компонентов низкого уровня содержания в растворителе, растворителе, возвращаемом на рецикл, СТА, суспензии из реакционной среды и РТА проводят при использовании методов жидкостной хроматографии. В данный момент

Метод, обозначаемый в настоящем документе как ВЭЖХ-ДМД, включает жидкостную хроматографию высокого давления (ВЭЖХ) в сочетании с диодно-матричным детектором (ДМД), что обеспечивает разделение и получение количественных характеристик для различных молекулярных соединений в заданном образце. Прибор, используемый при данном измерении, представляет собой модель 1100 HPLC, оборудованную устройством ДМД, поставляемую компанией Agilent Technologies (Пало-Альто, Калифорния), хотя коммерчески доступными являются также и другие подходящие приборы. Как известно на современном уровне техники, как время элюирования, так и отклик детектора калибруют при использовании известных соединений, присутствующих в известных количествах, при этом соединения и количества являются соответствующими соединениям и количествам, присутствующим в фактических неизвестных образцах.

Метод, обозначаемый в настоящем документе как ВЭЖХ-МС, включает жидкостную хроматографию высокого давления (ВЭЖХ) в сочетании с масс-спектрометрией (МС), что обеспечивает разделение, идентификацию и получение количественных характеристик для различных молекулярных соединений в заданном образце. Приборы, используемые при данном измерении, представляют собой Alliance HPLC и ZQ MS, поставляемые компанией Waters Corp. (Милфорд, Массачусетс), хотя коммерчески доступными являются также и другие подходящие приборы. Как известно на современном уровне техники как время элюирования, так и отклик масс-спектрометра калибруют при использовании известных соединений, присутствующих в известных количествах, при этом соединения и количества являются соответствующими соединениям и количествам, присутствующим в фактических неизвестных образцах.

Еще один вариант реализации настоящего изобретения относится к частичному окислению ароматического окисляемого соединения при надлежащем установлении баланса между подавлением образования вредных ароматических примесей, с одной стороны, и получением диоксида углерода и монооксида углерода, совокупно называемых оксидами углерода (СОх), с другой. Данные оксиды углерода обычно покидают реакционную емкость в отходящем газе, и они соответствуют обусловленной деструкцией потере растворителя и окисляемого соединения, в том числе, в конечном счете, предпочтительных производных окисленных соединений (например, уксусной кислоты, параксилола и ТРА). Изобретатели выявили нижние границы для образования оксидов углерода, ниже которых, как представляется, высокая эффективность образования вредных ароматических примесей, описанных далее, и низкий уровень общей степени превращения неизбежно становятся слишком неудовлетворительными для того, чтобы иметь привлекательность с точки зрения экономики. Изобретатели также выявили верхние границы содержания для оксидов углерода, выше которых образование оксидов углерода продолжает нарастать при

малой дополнительной ценности, обеспечиваемой уменьшением эффективности образования вредных ароматических примесей.

Изобретатели обнаружили, что уменьшение концентраций в жидкой фазе реакционной среды для образуемого ароматическим окисляемым соединением исходного подаваемого материала и ароматических промежуточных соединений приводит к уменьшению скоростей образования вредных примесей во время частичного окисления ароматического окисляемого соединения. Данные вредные примеси включают сопряженные ароматические кольца и/или ароматические молекулы, имеющие большее, чем желательное, количество групп карбоновой кислоты (например, в случае окисления параксилола вредные примеси включают 2,6-дикарбоксиантрахинон, 2,6-дикарбоксифлуоренон, тримеллитовую кислоту, 2,5,4'-трикарбоксибифенил и 2,5,4'-бензофенон). Ароматические промежуточные соединения включают ароматические соединения, происходящие из исходного подаваемого материала, образуемого окисляемым ароматическим соединением, и все еще сохраняющие неароматические углеводородные группы (например, в случае окисления параксилола ароматические промежуточные соединения включают пара-толуальдегид, терефталальдегид, пара-толуиловую кислоту, 4-СВА, 4-гидроксиметилбензойную кислоту и альфа-бром-пара-толуиловую кислоту). Образуемый ароматическим окисляемым соединением исходный подаваемый материал и ароматические промежуточные соединения, сохраняющие неароматические углеводородные группы, в случае их присутствия в жидкой фазе реакционной среды, по-видимому, приводят к получению вредных примесей по способу, подобному тому, что уже был описан в настоящем документе для растворенных ароматических соединений, не имеющих неароматических углеводородных групп (например, изофталевой кислоты).

Будучи поставленными перед фактом данной потребности в повышенной активности в реакции для подавления образования вредных ароматических примесей во время частичного окисления окисляемого ароматического соединения, изобретатели обнаружили, что нежелательным сопутствующим результатом является увеличение эффективности образования оксидов углерода. Важно осознавать, что данные оксиды углерода представляют собой потерю выхода в отношении окисляемого соединения и окислителя, а не только растворителя. Очевидно, что существенная, а иногда и основная доля оксидов углерода своим происхождением имеет окисляемое соединение и его производные, а не растворитель; и зачастую на единицу углерода окисляемое соединение стоит больше, чем растворитель. Кроме того, важно осознавать, что желательный продукт в виде карбоновой кислоты (например, ТРА) также подвержен избыточному окислению до получения оксидов углерода в случае его присутствия в жидкой фазе реакционной среды.

Также важно осознавать и то, что настоящее изобретение относится к реакциям в жидкой фазе реакционной среды и к концентрациям реагентов в ней. Это отличает его от некоторых изобретений предшествующего уровня техники, которые непосредственно относятся к получению ароматического соединения, сохраняющего неароматические углеводородные группы, в форме осажденной твердой фазы. Говоря конкретно, в случае частичного окисления параксилола до получения ТРА определенные изобретения предшествующего уровня техники относятся к количеству 4-СВА, осажденного в твердой фазе СТА. Однако для соотношения между количествами 4-СВА в твердой фазе и 4-СВА в жидкой фазе изобретатели настоящего изобретения обнаружили вариантность порядка более двух к одному при

использовании тех же самых технических условий в отношении температуры, давления, катализа, состава растворителя и скорости реакции за один проход в единицу времени для параксилола в зависимости от того, будут ли частичное окисление проводить в хорошо перемешиваемом автоклаве или в реакционной среде с
5 разбиением на ступени в отношении кислорода и параксилола в соответствии с настоящим изобретением. Кроме того, изобретатели наблюдали, что соотношение между количествами 4-СВА в твердой фазе и 4-СВА в жидкой фазе также может варьироваться в области более двух к одному либо в хорошо перемешанной
10 реакционной среде, либо в реакционной среде с разбиением на ступени в зависимости от скорости реакции за один проход в единицу времени для параксилола при прочих подобных технических условиях в отношении температуры, давления, катализа и состава растворителя. В дополнение к этому, 4-СВА в твердой фазе СТА, по-видимому, не вносит свой вклад в образование вредных примесей, и 4-СВА в
15 твердой фазе можно без проблем и с высоким выходом извлечь и подвергнуть окислению до получения ТРА (например, в результате проведения окислительной утилизации для суспензии СТА, как это описывается в настоящем документе); в то время как удалене вредных примесей является намного более трудным и
20 дорогостоящим по сравнению с удалением 4-СВА твердой фазы, а получение оксидов углерода соответствует необратимой потере выхода. Таким образом, важно осознавать то, что данный аспект настоящего изобретения относится к жидкофазным составам реакционной среды.

Изобретатели обнаружили, что вне зависимости от того, будет ли источником
25 являться растворитель или окисляемое соединение, при степенях превращения, обеспечивающих достижение экономической привлекательности, получение оксидов углерода тесно связано с уровнем общей активности в реакции, несмотря на наличие широкой вариантности для конкретной комбинации температуры, содержания
30 металлов, галогенов, температуры, кислотности реакционной среды согласно измерению показателя рН, концентрации воды, используемых для достижения уровня общей активности в реакции. Изобретатели обнаружили, что в случае частичного окисления ксилола полезно провести оценку уровня общей активности в реакции при
35 использовании концентрации в жидкой фазе толуиловых кислот на середине высоты реакционной среды, в области низа реакционной среды и в области верха реакционной среды.

Таким образом, формируется важный одновременный баланс, позволяющий свести к минимуму образование вредных примесей в результате увеличения активности в
40 реакции и, вместе с тем, свести к минимуму образование оксидов углерода в результате уменьшения активности в реакции. То есть, если общее образование оксидов углерода будет подавляться слишком мало, тогда будут формироваться избыточные уровни содержания вредных примесей, и наоборот.

Кроме того, изобретатели обнаружили, что растворимость и относительная
45 реакционная способность желательной карбоновой кислоты (например, ТРА) и присутствие других растворенных ароматических соединений, не имеющих неароматических углеводородных групп, обеспечивают введение очень важной точки опоры рычага при достижении данного баланса между оксидами углерода и
50 вредными примесями. Желательный продукт в виде карбоновой кислоты обычно растворяется в жидкой фазе реакционной среды даже и при наличии его также и в твердой форме. Например, при температурах в предпочтительных диапазонах ТРА является растворимой в реакционной среде, содержащей уксусную кислоту и воду, при

уровнях содержания от приблизительно 1000 м.д. масс. до более 1% массового, при этом по мере увеличения температуры растворимость увеличивается. Несмотря на существование различий в скоростях реакций, приводящих к образованию различных вредных примесей из образуемого окисляемым ароматическим соединением исходного подаваемого материала (например, параксилола), из ароматических промежуточных соединений в реакции (например, пара-толуиловой кислоты), из желательного продукта в виде ароматической карбоновой кислоты (например, ТРА) и из ароматических соединений, не имеющих неароматических углеводородных групп (например, изофталевой кислоты), наличие и реакционная способность двух последних групп определяет область понижения эффекта в том, что касается дополнительного подавления для первых двух групп - образуемого окисляемым ароматическим соединением исходного подаваемого материала и ароматических промежуточных соединений в реакции. Например, если в случае частичного окисления параксилола до ТРА количество растворенной ТРА будет составлять 7000 м.д. масс. в жидкой фазе реакционной среды при заданных условиях, количество растворенной бензойной кислоты будет составлять 8000 м.д. масс., количество растворенной изофталевой кислоты будет составлять 6000 м.д. масс., а количество растворенной фталевой кислоты будет составлять 2000 м.д. масс., тогда тенденция в направлении дополнительного уменьшения общего содержания вредных соединений начнет снижаться по мере того, как активность в реакции будет увеличиваться, обеспечивая подавление концентрации в жидкой фазе для пара-толуиловой кислоты и 4-СВА до значений, меньших подобных уровней. То есть, присутствие и концентрация в жидкой фазе реакционной среды ароматических соединений, не имеющих неароматических углеводородных групп, подвергаются очень незначительным изменениям в результате увеличения активности в реакции, и их присутствие служит расширению вверх области понижения эффекта при уменьшении концентрации промежуточных соединений в реакции в целях подавления образования вредных примесей.

Таким образом, один вариант реализации настоящего изобретения обеспечивает достижение предпочтительных диапазонов оксидов углерода, ограниченных у нижней границы низкой активностью в реакции и избыточным образованием вредных примесей, а с верхнего уровня - избыточными степенями потери углерода, но на уровнях, меньших по сравнению с ранее раскрытыми и описанными как коммерчески подходящие для использования. В соответствии с этим, образование оксидов углерода предпочтительно регулируют следующим образом. Соотношение между количествами молей полученных совокупных оксидов углерода и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,02:1, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,04:1, еще более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,05:1, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,06:1. В то же самое время соотношение между количествами молей полученных совокупных оксидов углерода и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,24:1, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,22:1, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,19:1, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,15:1. Соотношение между количествами молей полученного диоксида углерода и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,01:1, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,03:1, еще более предпочтительно

большую, чем приблизительно 0,04:1, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,05:

1. В то же самое время соотношение между количествами молей полученного диоксида углерода и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,21:

1, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,19:1, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,16:1, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,11. Соотношение между количествами молей полученного монооксида углерода и количествами молей подаваемого окисляемого

ароматического соединения предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,005:1, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,010:1, еще более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,015:1, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,020:1. В то же самое время соотношение между

количествами молей полученного монооксида углерода и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,09:1, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,07:1, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,05:1, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,04:1.

Уровень содержания диоксида углерода в сухом отходящем газе из реактора окисления предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,10%

мольного, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,20% мольного, еще более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,25% мольного, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,30% мольного. В то же самое время уровень

содержания диоксида углерода в сухом отходящем газе из реактора окисления предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 1,5% мольного, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 1,2% мольного, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,9% мольного, а наиболее

предпочтительно меньшую, чем 0,8% мольного. Уровень содержания монооксида углерода в сухом отходящем газе из реактора окисления предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,05% мольного, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,10% мольного, еще более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,15, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,18% мольного.

В то же самое время уровень содержания монооксида углерода в сухом отходящем газе из реактора окисления предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,60% мольного, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,50% мольного, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,35% мольного, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,28% мольного.

Изобретатели обнаружили, что важным фактором при уменьшении эффективности образования оксидов углерода до данных предпочтительных диапазонов является улучшение степени чистоты возвращаемого на рецикл фильтрата и исходного

подаваемого материала, образуемого окисляемым соединением, за счет уменьшения концентрации ароматических соединений, не имеющих неароматических углеводородных групп, в соответствии с описанием настоящего изобретения - это

одновременно приводит к уменьшению эффективности образования оксидов углерода

и вредных примесей. Еще одним фактором является улучшение распределения параксилола и окислителя в реакционной емкости в соответствии с описанием настоящего изобретения. Другие факторы, делающие возможным достижение вышеупомянутых предпочтительных уровней содержания оксидов углерода,

закljučаются в функционировании при наличии градиентов в реакционной среде, описанных в настоящем документе в отношении давления, в отношении температуры, в отношении концентрации окисляемого соединения в жидкой фазе и в отношении окислителя в газовой фазе. Другие факторы, делающие возможным достижение
5 вышеупомянутых предпочтительных уровней содержания оксидов углерода, заключаются в функционировании в рамках описания настоящего документа в отношении параметров, предпочтительных для скорости реакции за один проход в единицу времени, давления, температуры, состава растворителя, состава катализатора
10 и геометрии механики реакционной емкости.

Важное преимущество, вытекающее из функционирования в пределах предпочтительных диапазонов образования оксидов углерода, заключается в том, что может быть уменьшено использование молекулярного кислорода, хотя и не до стехиометрических значений. Несмотря на хорошее разбиение на ступени в отношении
15 окислителя и окисляемого соединения в соответствии с настоящим изобретением избыток кислорода необходимо сохранять на уровне, превышающем стехиометрическое значение, рассчитываемое для одного только исходного подаваемого материала, образуемого окисляемым соединением, что делает
20 возможными определенные потери в связи с оксидами углерода и обеспечивает наличие избыточного молекулярного кислорода, позволяющего регулировать образование вредных примесей. Говоря конкретно для случая, в котором исходный подаваемый материал, образуемый окисляемым соединением, представляет собой ксилол, соотношение в исходном подаваемом материале между массой молекулярного
25 кислорода и массой ксилола предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,91:1,00, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,95:1,00, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,99:1,00. В то же самое время соотношение в исходном подаваемом материале между массой молекулярного
30 кислорода и массой ксилола предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 1,20:1,00, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 1,12:1,00, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 1,06:1,00. Говоря конкретно для исходного подаваемого материала, образуемого ксилолом, усредненный по времени уровень содержания молекулярного кислорода в сухом отходящем газе из реактора
35 окисления предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,1% мольного, более предпочтительно большую, чем приблизительно 1% мольный, а наиболее предпочтительно большую, чем 1,5% мольного. В то же самое время усредненный по времени уровень содержания молекулярного кислорода в сухом
40 отходящем газе из реактора окисления предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 6% мольных, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 4% мольных, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 3% мольных.

Еще одно важное преимущество, вытекающее из функционирования в пределах предпочтительных диапазонов образования оксидов углерода, заключается в том, что
45 в оксиды углерода и другие менее ценные формы превращается меньшее количество ароматического соединения. Данное преимущество оценивают при использовании суммы молей всех ароматических соединений, покидающих реакционную среду, поделенной на сумму молей всех ароматических соединений, поступающих в
50 реакционную среду, в течение непрерывного периода времени продолжительностью предпочтительно в один час, более предпочтительно в один день, а наиболее предпочтительно в 30 последовательных дней. Данное соотношение здесь и далее в настоящем документе называют «молярной долей выживания» для ароматических

соединений при прохождении через реакционную среду и выражают через численное процентное соотношение. Если все поступающие ароматические соединения будут покидать реакционную среду в виде ароматических соединений, хотя в основном и в окисленных формах поступающих ароматических соединений, то тогда молярная доля выживания будет иметь свое максимальное значение, равное 100%. Если в точности 1 из каждых 100 поступающих ароматических молекул при прохождении через реакционную среду будет превращаться в оксиды углерода и/или другие неароматические молекулы (например, уксусную кислоту), тогда молярная доля выживания будет равна 99%. Говоря конкретно для случая, в котором основным исходным подаваемым материалом, образуемым окисляемым ароматическим соединением, является ксилол, молярная доля выживания для ароматических соединений при прохождении через реакционную среду предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 98%, более предпочтительно большую, чем приблизительно 98,5%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 99,0%. В то же самое время и в целях обеспечения наличия достаточной общей активности в реакции молярная доля выживания для ароматических соединений при прохождении через реакционную среду предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 99,9%, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 99,8%, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 99,7%, если основным исходным подаваемым материалом, образуемым окисляемым ароматическим соединением, является ксилол.

Еще один аспект настоящего изобретения включает получение метилацетата в реакционной среде, содержащей уксусную кислоту и одно или несколько окисляемых ароматических соединений. Данный метилацетат является относительно летучим соединением по сравнению с водой и уксусной кислотой, и, таким образом, он имеет тенденцию к следованию за отходящим газом, если только для его извлечения и/или деструкции перед высвобождением отходящего газа обратно в окружающую среду не будут использованы дополнительные операции в охлаждающей или другой установке. Таким образом, получение метилацетата осуществляют при наличии эксплуатационных расходов, а также капитальных затрат. Может оказаться так, что метилацетат будут получать в результате сначала объединения метильного радикала, может быть, образующегося в результате разложения уксусной кислоты, с кислородом с получением метилгидропероксида, в результате последующего разложения с получением метанола и, в конце концов, в результате проведения реакции между полученным метанолом и остаточной уксусной кислотой с получением метилацетата. Вне зависимости от пути химической реакции изобретатели обнаружили, что всякий раз, когда получение метилацетата происходит при чрезмерно малой скорости, эффективность образования оксидов углерода будет также чрезмерно малой, а эффективность образования вредных ароматических примесей будет чрезмерно большой. Если получение метилацетата будет происходить при чрезмерно большой скорости, тогда также излишне высоким будет и эффективность образования оксидов углерода, что приведет к потерям выхода в отношении растворителя, окисляемого соединения и окислителя. В случае использования предпочтительных вариантов реализации, описанных в настоящем документе, соотношение при получении между количествами молей полученного метилацетата и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, большую, чем приблизительно 0,005:1, более предпочтительно большую, чем приблизительно 0,010:1, а наиболее предпочтительно большую, чем 0,020:1. В то же

самое время соотношение при получении между количествами молей полученного метилацетата и количествами молей подаваемого окисляемого ароматического соединения предпочтительно составляет величину, меньшую, чем приблизительно 0,09:1, более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,07:1, еще более предпочтительно меньшую, чем приблизительно 0,05:1, а наиболее предпочтительно меньшую, чем 0,04:1.

Определенные варианты реализации данного изобретения могут быть дополнительно проиллюстрированы при использовании следующих далее примеров, хотя необходимо понимать то, что данные примеры включаются просто для целей иллюстрации и не подразумевают ограничения объема изобретения, если только обратное не будет указано конкретно.

ПРИМЕРЫ 1-10

Пример 1 представляет собой расчетный пример барботажной колонны реакторного типа окисления, предназначенной для окисления параксилола в жидкой фазе трехфазной реакционной среды. Барботажная колонна реакторного типа из примера 1 представляет собой оправдавшую себя промышленную конструкцию, характеризующуюся расходом для образуемого параксилолом исходного подаваемого материала, равным 7000 кг/час. Примеры от 2 до 10 представляют собой примеры барботажных колонн реакторного типа окисления, демонстрирующих рабочие производительности, в 7 раз превышающие соответствующую характеристику реактора из примера 1. Фиг.58 приводит таблицу, представляющую различные параметры барботажной колонны реакторного типа окисления, которые варьируются в примерах 1-10.

ПРИМЕР 1

В данном примере используют емкость барботажной колонны реакторного типа, включающую вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 2,44 м. Высота цилиндрической секции составляет 32 м от нижней линии начала изгиба (TL) до верхней TL цилиндрической секции. Емкость оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1 в областях верха и низа цилиндрической секции. Высота от низа реакционной среды до верха цилиндрической секции составляет приблизительно 32,6 м, а общая высота реакционной емкости составляет приблизительно 33,2 м. Рабочий уровень располагается приблизительно на 25,6 м выше низа реакционной среды.

Параксилон подают в реактор при стационарном расходе 7000 кг/час. Растворитель фильтрата, содержащий главным образом уксусную кислоту, подают тщательно перемешанным с параксилолом при стационарном расходе 70000 кг/час. Исходный подаваемый материал распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Концентрация компонентов катализатора в растворителе фильтрата такова, что состав жидкой фазы реакционной среды соответствует 1800 м.д. масс. кобальта, 1800 м.д. масс. брома и 100 м.д. масс. марганца. Отдельный поток растворителя флегмы подают в виде капель в зону отделения газа выше рабочего уровня реакционной среды при стационарном расходе 49000 кг/час и его распределяют по существу по всей площади поперечного сечения зоны отделения. Данный растворитель флегмы характеризуется отсутствием значительных уровней

содержания компонентов катализатора. Объединенный уровень содержания воды в образуемом растворителем фильтрата исходном подаваемом материале и образуемом растворителем флегмы исходном подаваемом материале является таким, что концентрация воды в жидкой фазе реакционной среды составляет 6% массовых.

Расход воздуха при подаче является стационарным и равным расходу 35000 кг/час при перепускании через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней TL цилиндрической секции. Рабочее давление для газа верха реакционной емкости имеет стационарную величину, равную 0,52 МПа избыточного давления. Реакционная емкость функционирует по существу в адиабатическом режиме таким образом, чтобы тепло реакции увеличивало температуру поступающих исходных подаваемых материалов и выпаривало большую часть поступающего растворителя. Измеренная вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды рабочая температура составляет приблизительно 160°C. Реакционную среду, содержащую сырую неочищенную терефталевую кислоту (СТА), удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 15 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Соотношение L:D равно 13,4, а соотношение H:W равно 10,5. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 118 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 58000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом для исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 8,3 часа. Интенсивность реакции за один проход в единицу времени составляет приблизительно 59 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,12 МПа. Расход газовой фазы на единицу сечения потока на середине высоты реакционной среды составляет приблизительно 0,8 м/с. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 197 м², что представляет собой приблизительно 3,16·W_{мин}·H. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 0,60 м. Согласно оценке в условиях примера 1 степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде составляет приблизительно 0,03 кг на 1 кг полученной СТА. Это значительные затраты в общей экономике производства.

Подходящими индикаторами расходов для сквозных потоков в емкости барботажной колонны реакторного типа являются максимальные усредненные по времени скорости перемещения снизу вверх для суспензии и фазы окислителя. В цилиндрической емкости барботажной колонны реакторного типа данные максимальные скорости перемещения снизу вверх имеют место вблизи вертикальной оси симметрии цилиндрической секции. При проведении вычисления в соответствии со способом, полученным из модели газожидкостной рециркуляции от Gupta (ссылка [Churn-turbulent bubble columns: experiments and modeling](#); Gupta, Puneet; Washington Univ., St. Louis, MO, USA. Avail. UMI, Order No. DA3065044; (2002), 357 p. Из Diss. Abstr. Int., В 2003, 63(9), 4269. Диссертация написана на английском языке. CAN 140:130325 AN 2003:424187 CAPLUS), и при использовании собственной базы данных установлено, что максимальная усредненная по времени скорость перемещения снизу вверх для газовой фазы вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды

составляет приблизительно 3,1 м/с. При подобном расчете установлено, что максимальная усредненная по времени скорость перемещения снизу вверх для суспензии вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды составляет приблизительно 1,4 м/с.

Еще одним подходящим индикатором расходов для сквозных потоков в емкости барботажной колонны реакторного типа является максимальная усредненная по времени скорость перемещения сверху вниз для суспензии в частях реакционной емкости, расположенных на удалении от центральной сердцевины. В цилиндрической реакционной емкости данная максимальная скорость перемещения сверху вниз обычно имеет место в области, расположенной вне радиуса 0,35* (внутренний диаметр), откладываемого от вертикальной оси симметрии цилиндрической секции. При проведении вычисления в соответствии со способом, полученным из модели газожидкостной рециркуляции от Gupta, и при использовании собственной базы данных установлено, что максимальная усредненная по времени скорость перемещения сверху вниз для суспензии во внешнем кольце вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды составляет приблизительно 1,4 м/с.

ПРИМЕР 2

В данном примере в барботажную колонну реакторного типа подают параксилон при повышенном расходе 49000 кг/час - в 7 раз большем, чем в примере 1. Расход газа на единицу сечения потока, зачастую рассматриваемый как важная переменная для масштабного увеличения барботажных колонн, выдерживают приблизительно равным величине из примера 1 в результате увеличения площади поперечного сечения реакционной емкости до уровня, приблизительно в 7 раз большего, чем в примере 1. Соотношения H:W и L:D, зачастую рассматриваемые как важные переменные для масштабного увеличения барботажных колонн, также выдерживают приблизительно равными величинам из примера 1.

Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 40 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 6,46 м.

Соотношение L:D выдерживают тем же самым, что и в примере 1, и, таким образом, высота от низа реакционной среды до верха цилиндрической секции составляет 86,3 м. Верх и низ цилиндрической секции оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1, а общая высота реакционной емкости является очень большой, составляя приблизительно 88,0 м. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения по существу однородного

высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней TL цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения зоны отделения.

Соотношение Н:W для реакционной среды выдерживают приблизительно равным тому, что имеет место в примере 1, и, таким образом, рабочий уровень составляет приблизительно 67,8 м реакционной среды. В результате остается высота для отделения, равная приблизительно 18,5 м в цилиндрической секции плюс приблизительно 1,6 м в эллиптической крышке. Данная высота для отделения является избыточной приблизительно на 10 м. Таким образом, масштабирование емкости при постоянном соотношении L:D приводит к получению механической установки, которая является чрезмерно дорогостоящей по капитальным затратам (например, избыточные затраты для емкости, работающей под давлением, для фундамента, обусловленного нагрузкой от собственной массы и ветровой нагрузкой, для конструкционной стали, для технологического трубопровода и трубопровода обеспечения и/или для кабелей приборного обеспечения и электрических кабелей).

Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 2200 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 1100000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 22 часа, что значительно больше того, что имеет место в примере 1. Интенсивность реакции за проход в единицу времени составляет только приблизительно 22 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час, что значительно меньше того, что имеет место в примере 1. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, увеличивается до приблизительно 0,33 МПа, что значительно превышает то, что имеет место в примере 1. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1393 м², что представляет собой приблизительно 3,18·W_{мин}·Н. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,58 м, что значительно больше того, что имеет место в примере 1.

Таким образом, масштабирование размеров реакционной среды в целях поддержания как расхода на единицу сечения потока, так и соотношения Н:W приблизительно постоянными и равными в данном примере тому, что имеет место в примере 1, привело к очень большим изменениям в условиях проведения реакции. В конечном счете, данные изменения являются в высшей степени неблагоприятными. В данном примере имеют место позитивные эффекты (например, более разбавленные концентрации окисляемого соединения, меньшие требования к скорости массопереноса на единицу объема для перехода молекулярного кислорода из газовой фазы в жидкую и тому подобное), что приводит к получению меньшего количества нежелательных, окрашенных побочных продуктов на единицу СТА. Однако существуют серьезные экономические потери, связанные с разложением уксусной кислоты и потребностью в давлении и энергии, требуемых для обеспечения подачи воздуха в низ емкости барботажной колонны реакторного типа. Степень разложения уксусной кислоты приблизительно пропорциональна массе уксусной кислоты в

реакционной среде всякий раз, когда рабочую температуру и состав жидкой фазы выдерживают приблизительно постоянными, и когда параксилол подают при избытке молекулярного кислорода. Благодаря намного большей массе уксусной кислоты в реакционной емкости по сравнению с количеством СТА, полученной в данном

5 примере, степень разложения уксусной кислоты согласно оценке увеличивается до приблизительно 0,09 кг на 1 кг полученной СТА. В дополнение к этому, воздушный компрессор должен обеспечивать подачу воздуха в реакционную среду при давлении, которое в данном примере составляет 0,85 МПа избыточного давления, в то время как

10 давление на выходе в примере 1 составляет 0,64 МПа избыточного давления. В случае производительности при нагнетании воздуха 245000 кг/час и при типичных допусках для различных коэффициентов полезного действия компрессора и эффективности подачи дополнительная требуемая мощность для повышения давления на выходе в данном примере составляет приблизительно 3000 кВт, постоянно. Таким образом,

15 масштабирование реакционной среды в данном примере при приблизительно постоянных расходе газа на единицу сечения потока и соотношении Н:W обеспечивает получение неприемлемых экономических показателей несмотря на хорошее качество ожидаемой СТА.

ПРИМЕР 3

20 Данный пример обеспечивает масштабирование способа из примера 1 при использовании расхода на единицу сечения потока и интенсивности реакции за один проход в единицу времени. Это приводит к получению неудовлетворительного качества продукта, говоря простыми словами, схемы течения при естественной

25 конвекции по своей природе приводят к получению неудовлетворительного профиля реакции по высоте.

В данном примере расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1.

30 Расход газа на единицу сечения потока опять-таки выдерживают приблизительно равным величине из примера 1, но соотношения L:D и Н:W не выдерживают равными. Вместо этого, приблизительно равным величине из примера 1 поддерживают значение STR. Это обеспечивает получение давления в основании колонны и степени разложения уксусной кислоты, которые приблизительно равны величинам из

35 примера 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и маргана в жидкой

40 фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на

45 уровне по высоте 15 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 6,46 м, что

50 обеспечивает поддержание расхода газовой фазы на единицу сечения потока приблизительно постоянной по сравнению с примерами 1 и 2. Для того, чтобы выдерживать то же самое значение STR, что и в примере 1, рабочий уровень несколько изменяют до получения приблизительно 26,1 м реакционной среды. Высота от

нижней TL до верхней TL цилиндрической секции составляет 32 м так же, как и в примере 1, что обеспечивает получение приблизительно того же самого соответствующего высоте для отделения превышения над уровнем жидкости, отсчитываемого от верха реакционной среды до выпускного отверстия для газа верха реактора. Верх и низ цилиндрической секции оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1. Высота от низа реакционной среды до верха цилиндрической секции составляет приблизительно 33,6 м, а общая высота реакционной емкости составляет приблизительно 35,2 м. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней TL цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения зоны отделения.

Соотношение H:W для реакционной среды значительно уменьшают до 4,0. Соотношение L:D для реакционной емкости значительно уменьшают до 5,2. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 828 м^3 , а реакционная емкость содержит приблизительно 410000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 8,3 часа. Значение STR составляет приблизительно 59 кг параксилола, подаваемого на 1 м^3 реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,13 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 546 м^2 , что представляет собой приблизительно $3,24 \cdot W_{\text{мин}} \cdot H$. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,52 м. В условиях данного примера степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде согласно оценке желательным образом возвращается к более низкому уровню примера 1, равному приблизительно 0,03 кг на 1 кг полученной СТА.

Однако больший диаметр реакционной емкости, использованной в данном примере, в сочетании с ее меньшим соотношением H:W приводит к получению очень нежелательных сдвигов в отношении скоростей течения, перемешивания и разбиения на ступени в реакционной среде. Это приводит к значительному увеличению потерь параксилола в отходящем газе верха реактора и эффективности образования нежелательных окрашенных побочных продуктов. Говоря простыми словами, скорости осевого течения, получаемые в результате действия сил естественной конвекции, в барботажных колоннах большего диаметра становятся больше, даже если расход на единицу сечения потока будут выдерживать постоянной. При проведении вычисления в соответствии со способом, полученным из модели газожидкостной рециркуляции от Gupta, и при использовании собственной базы данных установлено, что максимальные усредненные по времени скорости перемещения снизу вверх для газовой фазы вблизи позиции на срединном уровне по

высоте для реакционной среды составляет приблизительно 3,9 м/с. При подобном расчете установлено, что максимальная усредненная по времени скорость перемещения снизу вверх для суспензии вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды составляет приблизительно 2,2 м/с. При подобном

5 расчете установлено, что максимальная усредненная по времени скорость перемещения сверху вниз для суспензии во внешнем кольце вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды составляет приблизительно 2,3 м/с.

10 Поскольку высота реакционной среды при переходе от примера 1 к данному примеру изменяется незначительно, данные увеличенные усредненные по времени вертикальные скорости в данном примере приводят к значительному уменьшению времен сквозного перемешивания по сравнению с примером 1. Это приводит к

15 нежелательному увеличению величины миграции параксилола в направлении верха емкости до окисления. Это приводит к нежелательной потере выхода в связи с параксиолом, покидающим верх реакционной емкости вместе с отходящим газом, и происходит сдвиг большей потребности в растворенном молекулярном кислороде к области, более близкой к верху реактора, где мольная доля молекулярного кислорода

20 в газовой фазе является относительно обедненной. Кроме того, увеличенная усредненная по времени скорость перемещения сверху вниз для суспензии в областях, приближенных к стенке емкости, в данном примере приводит к тому, что большее количество, и при этом более крупных, пузырьков газовой фазы будет вовлекаться в

25 перемещение сверху вниз вопреки действию на них естественной подъемной силы в гравитационном поле. Это приводит к нежелательному увеличению степени рециркуляции газовой фазы, частично обедненной молекулярным кислородом, что, в свою очередь, приводит к пониженной доступности растворенного кислорода в

30 данных областях. В числе других эффектов данная пониженная доступность растворенного кислорода в различных областях реакционной среды в данном примере приводит к значительному увеличению уровня образования нежелательных окрашенных побочных продуктов по сравнению с примером 1, и данный

35 повышенный уровень содержания нежелательных окрашенных побочных продуктов делает продукт неподходящим для использования во многих сферах применения, связанных с ПЭТФ.

Таким образом, примеры 2 и 3 демонстрируют несоответствие предшествующего уровня техники проектированию крупномасштабных барботажных колонн окисления при использовании главным образом расхода газа на единицу сечения потока (U_g),

40 соотношения L:D и средней скорости реакции за один проход в единицу времени (STR).

ПРИМЕР 4

В данном примере работающие под давлением элементы емкости барботажной колонны реакторного типа представляют собой то же самое, что и в примере 3, но в реакционную среду добавляют вертикальные поверхности, придающие вертикальное

45 торможение для того, чтобы установить разбиение профиля реакции на ступени, более близкое к тому, что имеет место в примере 1, тем самым, происходит восстановление качества продукта и выхода в отношении параксилола, но без увеличения степени разложения уксусной кислоты, как в примере 2.

50 Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксиолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других сходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же

самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет

5 приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 15 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

10 Емкость барботажной колонны реакторного типа включает вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 6,46 м. Высота от нижней ТЛ до верхней ТЛ цилиндрической секции составляет 32 м, а рабочий уровень составляет приблизительно 26,3 м реакционной среды. Верх и низ цилиндрической секции оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1. Высота от низа

15 реакционной среды до верха цилиндрической секции составляет приблизительно 33,6 м, а общая высота реакционной емкости составляет приблизительно 35,2 м. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя,

20 разработанного для обеспечения по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя,

25 подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней ТЛ цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения зоны отделения.

30 Емкость барботажной колонны реакторного типа дополнительно включает две ортогональные плоскостные поверхности, расположенные при совпадении их линии взаимопересечения с вертикальной осью симметрии цилиндрической секции. Данные плоскостные поверхности в удобном случае включают тонколистовой металл одного типа и отделку поверхности, аналогичную использованной в цилиндрической секции

35 реакционной емкости. Каждая плоскостная поверхность начинается в позиции пониженного уровня расположения, на три 3 м превышающего нижнюю ТЛ, и проходит снизу вверх на 20 м. Каждая из двух плоскостных поверхностей проходит горизонтально по существу на всем своем протяжении до стенки цилиндрической

40 секции (то есть ширина каждой равна внутреннему диаметру) и в качестве опоры имеет цилиндрическую секцию. Толщина и опора плоскостных поверхностей спроектированы обеспечивающими поддержание воздействия различных сил, которые могут возникать в обычных и нештатных рабочих условиях. Вследствие занятия

45 объема тонколистовым металлом рабочий уровень изменяют, несколько перемещая его вверх до уровня, расположенного на 26,3 м выше низа реакционной среды, для того, чтобы обеспечить поддержание того же самого значения STR, что и в примере 1.

Таким образом, в данном примере реакционную среду на 20 м общей высоты реакционной среды подразделяют на 4 подобъема равных размера и формы. Данные 4

50 подобъема сообщаются друг с другом как ниже, так и выше плоскостных поверхностей. Благодаря относительно равномерному распределению образуемого окислителем и параксилолом исходного подаваемого материала ниже нижнего уровня плоскостных поверхностей каждый из 4 подобъемов характеризуется подобным

расходом газовой фазы на единицу сечения потока и подобным профилем интенсивности реакции. 4 подобьема можно воспринимать в качестве подобия 4 емкостям барботажных колонн реакторного типа меньшего размера в пределах одного корпуса, работающего под давлением.

Соотношение Н:W для реакционной среды составляет 4,1. Соотношение L:D для реакционной емкости составляет 5,2. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 828 м^3 , а реакционная емкость содержит приблизительно 410000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 8,3 часа. Значение STR составляет приблизительно 59 кг параксилола, подаваемого на 1 м^3 реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,13 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1066 м^2 , что представляет собой приблизительно $6,29 \cdot W_{\text{мин}} \cdot H$. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 0,78 м. Данное значение является промежуточным между соответствующими значениями примеров 1 и 3 и располагается в целом ближе к значению примера 1. В условиях данного примера степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде согласно оценке жеательным образом возвращается к более низкому уровню примера 1, равному приблизительно 0,03 кг на 1 кг полученной СТА.

Максимальные усредненные по времени скорости перемещения снизу вверх и сверху вниз для газовой фазы и суспензии в данном примере уменьшаются по сравнению с примером 3. Это обеспечивает достижение полезного улучшения вертикального профиля параксилола, и это приводит к достижению улучшенной доступности растворенного кислорода в жидкой фазе вблизи поверхностей вертикальных стенок. Действуя совместно, данные изменения в данном примере улучшают выход в отношении параксилола и уменьшают эффективность образования нежелательных окрашенных побочных продуктов по сравнению с примером 3.

ПРИМЕР 5

В данном примере работающие под давлением элементы реакционной емкости представляют собой то же самое, что и в примере 3, но в реакционную среду добавляют элементы необрастающих перегородок для повторного установления разбиения профилей реакции на ступени, более близкого к тому, что имеет место в примере 1, тем самым, происходит восстановление качества продукта и выхода в отношении параксилола, но без увеличения степени разложения уксусной кислоты, как в примере 2.

Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи середины по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны

реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 15 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 6,46 м. Высота от нижней TL до верхней TL цилиндрической секции составляет 32 м, а рабочий уровень составляет приблизительно 26,1 м реакционной среды. Верх и низ цилиндрической секции оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1. Высота от низа реакционной среды до верха цилиндрической секции составляет приблизительно 33,6 м, а общая высота реакционной емкости составляет приблизительно 35,2 м. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней TL цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения зоны отделения.

Емкость барботажной колонны реакторного типа дополнительно включает сборный модуль горизонтальной перегородки, расположенный в барботажной колонне на высоте 12 м над нижней TL реакционной емкости. Это приводит к размещению сборного модуля перегородки приблизительно на 13,6 м или на 2,1·D выше низа реакционной среды. Данный сборный модуль перегородки состоит из 15 индивидуальных элементов перегородки. Каждый элемент перегородки состоит из экструдированного или смонтированного L-образного элемента, где обе полки L-образного элемента имеют ширину 0,15 м, а внутренний угол между двумя полками составляет 90°. Все L-образные элементы располагаются горизонтально, параллельно друг другу, при этом вершины углов обращены кверху и расположены на одном и том же уровне по высоте. Две концевые кромки у каждого L-образного элемента всегда располагаются на одном и том же уровне по высоте ниже обращенных кверху вершин углов. При взгляде с торца каждый элемент имеет форму перевернутой буквы V. Таким образом, процентная доля включения в сборный модуль перегородки обращенных кверху плоскостных поверхностей, наклоненных менее, чем на 5° к горизонтали, практически является нулевой. Просвет между нижними кромками каждого элемента и его близкого соседа всегда составляет 0,21 м. Самый длинный из элементов имеет длину, эффективно равную внутреннему диаметру цилиндрической емкости, проходя по диаметру поперек емкости от стенки до стенки. Все другие 14 индивидуальных элементов перегородки обязательно будут иметь меньшую длину. Все элементы перегородки имеют опоры с каждого края вследствие прохождения вплоть до цилиндрической стенки и прикрепления к ней. Таким образом, реальное сечение на уровне по высоте, соответствующем сборному модулю перегородки, составляет приблизительно 16 м², что составляет приблизительно 50% от площади поперечного сечения реакционной емкости на данном уровне по высоте. Элементы перегородки спроектированы в целях обеспечения противодействия различным силам, которые могут существовать в обычных и нестандартных рабочих условиях. Элементы сконструированы из того же самого металла, что и компоненты трубопровода,

используемые в сборном модуле барботера воздуха, где данный металл выбирают надлежащим образом, добиваясь создания сопротивления коррозии и эрозии. Однако поверхности элементов перегородки полируют до достижения уровня отделки поверхности 125 СКЗ или лучшего. Несмотря на осаждение в реакционной емкости

приблизительно 76000 кг СТА в час, сборный модуль перегородки не подвергается избыточному обрастанию и демонстрирует отторжение кусков твердой фазы.

Соотношение Н:W для реакционной среды составляет 4,0. Соотношение L:D для реакционной емкости составляет 5,2. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 828 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 410000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 8,3 часа. Значение STR составляет приблизительно 59 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,13 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 546 м², что представляет собой приблизительно 3,24·W_{мин}·Н. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,52 м. В условиях данного примера степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде согласно оценке желательным образом возвращается к более низкому уровню примера 1, равному приблизительно 0,03 кг на 1 кг полученной СТА.

Влияние сборного модуля горизонтальной перегородки заключается в препятствовании развитию вертикальной скорости газовой фазы и суспензии внутри реакционной емкости. Это предотвращает продвижение параксилола в направлении к верхнему уровню поверхности реакционной среды, что приводит к выгодному уменьшению потерь выхода в связи с параксилолом в отходящем газе верха реактора. В дополнение к этому, разбиение на ступени в отношении молекулярного кислорода и окисляемого соединения является улучшенным, что в данном примере обеспечивает уменьшение эффективности образования нежелательных окрашенных побочных продуктов по сравнению с примером 3.

ПРИМЕР 6

В данном примере реакционная емкость спроектирована для получения очень высоких величин расхода газа на единицу сечения потока и удержания газа в соответствии с настоящим изобретением. Использование меньшей величины D делает возможным получение более высокого значения соотношения L:D без необходимости прибегать к использованию избыточно высокой реакционной емкости и без сопутствующего избыточного разложения растворителя в виде уксусной кислоты.

Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи середины по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны

реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 28 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 5,00 м. Высота от нижней TL до верхней TL цилиндрической секции составляет 70 м. Верх и низ цилиндрической секции оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1. Высота от низа реакционной среды до верха цилиндрической секции составляет приблизительно 71,3 м, а общая высота реакционной емкости составляет приблизительно 72,5 м. Рабочий уровень располагается приблизительно на 61,3 м выше низа реакционной среды. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней TL цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения зоны отделения.

Соотношение Н:W для реакционной среды составляет 12,3. Соотношение L:D для реакционной емкости составляет 14,3. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 1190 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 420000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 8,7 часа. Значение STR составляет приблизительно 41 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,21 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 975 м², что представляет собой приблизительно 3,18·W_{мин}·Н. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,22 м. Относительно небольшая величина D приводит к получению расхода газовой фазы на единицу сечения потока на середине высоты реакционной среды, который приблизительно в 1,7 раза превышает расход на единицу сечения потока, используемый в примерах от 1 до 5. Величина удержания газа в позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды превышает 0,6. В условиях примера 6 степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде согласно оценке желательным образом уменьшается до уровня, меньшего 0,03 кг на 1 кг полученной СТА. Это обуславливается пониженным количеством суспензии, говоря более конкретно, уксусной кислоты, в реакционной емкости по сравнению с примером 3.

В данном примере благоприятным для уменьшения сквозного перемешивания и для выгодного разбиения на ступени в отношении молекулярного кислорода и окисляемого соединения является соотношение Н:W. Однако по сравнению с примером 1 осевые скорости являются более высокими, что ускоряет сквозное перемешивание для заданного соотношения Н:W. К счастью, меньшее значение STR

приводит к уменьшению объемной потребности в переносе молекулярного кислорода из газа в жидкость; а повышенная величина удержания газа служит для увеличения способности к переносу молекулярного кислорода из газа в жидкость. В конечном
 5 счете, уровень получения нежелательных окрашенных побочных продуктов согласно оценке является сопоставимым с тем, что имеет место в примере 1.

ПРИМЕР 7

В данном примере реакционная емкость спроектирована для получения еще более
 10 высоких величин расхода газа на единицу сечения потока и удержания газа в соответствии с настоящим изобретением. Для ограничения захвата суспензии в отходящем газе верха реактора используют увеличенную увенчивающую зону отделения.

Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки
 15 составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в
 20 примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой
 25 стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 28 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает вертикальную цилиндрическую секцию, имеющую внутренний диаметр, равный 4,60 м. Высота от
 30 нижней TL до верхнего уровня цилиндрической секции составляет 60 м. На верхнем краю данной цилиндрической секции имеется коническая секция, которая расходится до внутреннего диаметра 7 м при одновременном подъеме на высоту 2 м. Таким образом, наклон конической стенки составляет приблизительно 31е от вертикали. Коническую секцию увенчивает цилиндрическая секция отделения газа со внутренним
 35 диаметром 7 м. Высота верхней цилиндрической секции составляет 7 м. Емкость сверху и снизу оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1. Таким образом, объединенная высота реакционной емкости составляет приблизительно 71,9 м. Рабочий уровень располагается приблизительно на 61,2 м выше низа реакционной
 40 среды, что приводит к его нахождению вблизи места сопряжения основного цилиндрического тела и расходящейся конической секции. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения
 45 по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя
 50 располагаются ниже нижней TL нижней цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения расширенной секции отделения.

Соотношение H:W для реакционной среды и соотношение L:D для реакционной

емкости составляют 13,3. Соотношение X:D для реакционной емкости составляет 1,5. Соотношение L:Y для реакционной емкости составляет 5,7. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 1000 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 320000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 6,5 часа. Значение STR составляет приблизительно 49 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,19 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 896 м², что представляет собой приблизительно 3,19·W_{мин}·H. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,12 м. Относительно небольшая величина D приводит к получению расхода газовой фазы на единицу сечения потока на середине высоты реакционной среды, который приблизительно в 2 раза превышает расход на единицу сечения потока, используемый в примерах от 1 до 5. Однако расход газовой фазы на единицу сечения потока в расширенной секции отделения уменьшается до величины, приблизительно 0,85-кратной расходу на единицу сечения потока, использованному в примерах от 1 до 5. Величина удержания газа в позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды составляет приблизительно 0,7. В условиях данного примера степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде согласно оценке желательным образом уменьшается до уровня, меньшего 0,03 кг на 1 кг полученной СТА. Это обуславливается пониженным количеством суспензии, говоря более конкретно, уксусной кислоты, в реакционной емкости по сравнению с примером 3. Уровень содержания нежелательных окрашенных побочных продуктов согласно оценке составляет величину, меньшую, чем в примере 6, благодаря улучшенному разбиению на ступени и повышенному удержанию газа.

ПРИМЕР 8

В данном примере реакционная емкость представляет собой то же самое, что и в примере 7, но рабочий уровень поднят до уровня, расположенного приблизительно на 63,2 м выше низа реакционной среды, что приводит к его нахождению вблизи места сопряжения расходящейся конической секции и расширенной цилиндрической секции отделения газа. Это обеспечивает достижение различных преимуществ по сравнению с регулированием уровня в секции основного цилиндрического тела, включающих пониженную тенденцию к вспениванию и чрезмерно неудовлетворительной циркуляции в области верха реакционной среды.

Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 28 м при стационарном

расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Соотношение Н:W для реакционной среды составляет приблизительно 13,7, а соотношение L:D для реакционной емкости составляет 13,3. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 1060 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 330000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 6,8 часа. Значение STR составляет приблизительно 46 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,20 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 953 м², что представляет собой приблизительно 3,39·W_{мин}·Н. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,11 м. Расход газовой фазы на единицу сечения потока на середине высоты реакционной среды приблизительно в 2 раза превышает расход на единицу сечения потока, используемый в примерах от 1 до 5. Величина удержания газа в позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды составляет приблизительно 0,7. В условиях данного примера степень разложения уксусной кислоты в реакционной среде согласно оценке желательным образом уменьшается до уровня, меньшего 0,03 кг на 1 кг полученной СТА. Это обуславливается пониженным количеством суспензии, говоря более конкретно, уксусной кислоты, в реакционной емкости по сравнению с примером 3. Уровень содержания нежелательных окрашенных побочных продуктов согласно оценке составляет величину, меньшую, чем в примере 6, благодаря улучшенным разбиению на ступени и удержанию газа.

ПРИМЕР 9

В данном примере элементы, работающие под давлением, в реакционной емкости представляют собой то же самое, что и в примере 7, но внутренние элементы, используемые для введения окислителя и параксилола, существенно модифицированы для обеспечения наличия множества разделенных по высоте позиций ввода для каждого.

Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 28 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает тот же самый распределитель окислителя, в днище реакционной емкости, что и в примере 8. Однако через данный нижний распределитель вводят только 70% от общего потока газофазного окислителя. Другие 30% газофазного окислителя вводят через распределитель с впускными отверстиями для окислителя повышенного уровня

расположения. Данное соотношение расходов задают контуры регулирования расхода, использующие регулирующие клапаны и датчики расхода, удобным образом расположенные на каналах подачи для сжатого воздуха вне реакционной емкости.

Распределитель окислителя повышенного уровня расположения включает
 5 горизонтальный, соединенный под углом в 45° канал для течения квадратной формы вместо восьмиугольного канала, используемого в эллиптическом днище. Канал квадратной формы в удобном случае включает материалы трубопровода Schedule 10S с номиналом 14 дюймов. Расстояние от центра тяжести одной стороны до центра
 10 тяжести противоположной стороны составляет 1 м. Распределитель окислителя повышенного уровня расположения включает приблизительно шестьдесят отверстий для высвобождения газофазного окислителя, из которых все имеют диаметр 0,03 м и располагаются вблизи низа канала приблизительно на 14 м выше низа реакционной среды. Данный распределитель окислителя повышенного уровня расположения
 15 выполняет, по меньшей мере, две полезные функции. Во-первых, поток окислителя, выпускаемый сверху вниз в реакционную среду, разрушает профиль осевой скорости, поднимающийся вдоль вертикальной оси симметрии цилиндрической секции. Это оказывает действие подходящей гидравлической перегородки, замедляющей
 20 распределение параксилола в верхних областях реакционной среды, которое связано с потерей выхода в области верха реактора и с уменьшением потребности в растворенном кислороде в верхних областях. В позиции, расположенной на несколько метров выше впускного отверстия для окислителя повышенного уровня
 25 расположения, схема течения при естественной конвекции перестраивается до формирования стремительного движения снизу вверх вдоль центральной оси симметрии, но гидравлическая перегородка, тем не менее, является эффективной. Во-вторых, основную долю тепла реакции отводят из реакционной среды в результате испарения растворителя, а основная доля данного испарения имеет место вблизи
 30 позиций подачи образуемого окислителем исходного подаваемого материала. В результате разделения по высоте позиции введения частей потока газофазного окислителя в реакционной среде регулируют вертикальный профиль температуры.

Емкость барботажной колонны реакторного типа включает два распределителя с впускными отверстиями для параксилола, подобные распределителю в примере 8.

35 Нижний распределитель с впускными отверстиями для параксилола располагают, обеспечивая по существу однородное высвобождение 50% жидкофазного исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр) на уровне пониженного
 40 расположения, находящемся на 2 м выше низа реакционной среды. Верхний распределитель с впускными отверстиями для параксилола располагают, обеспечивая по существу однородное высвобождение 50% жидкофазного исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр) на уровне повышенного расположения,
 45 находящемся на 10 м выше низа реакционной среды. Данное соотношение расходов задают контуры регулирования расхода, использующие регулирующие клапаны и датчики расхода, удобным образом расположенные на каналах подачи для жидкофазного исходного подаваемого материала вне реакционной емкости.

50 В данном примере рабочий уровень поднят до позиции, расположенной приблизительно на 63,7 м выше низа реакционной среды, что приводит к его нахождению непосредственно над расходящейся конической секцией и в расширенной цилиндрической секции отделения газа. Соотношение H:W для реакционной среды

составляет приблизительно 13,8, а соотношение L:D для реакционной емкости составляет 13,3. Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 1070 м³, а реакционная емкость содержит приблизительно 340000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 6,9 часа.

Значение STR составляет приблизительно 46 кг параксилола, подаваемого на 1 м³ реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,20 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 975 м², что представляет собой приблизительно 3,47·W_{мин}·Н. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,10 м. Расход газовой фазы на единицу сечения потока на середине высоты реакционной среды приблизительно в 2 раза превышает расход на единицу сечения потока, используемый в примерах от 1 до 5.

ПРИМЕР 10

В данном примере реакционная емкость спроектирована имеющей на различных уровнях по высоте три различных диаметра цилиндра, при этом диаметр на среднем уровне по высоте является наименьшим. Данная конфигурация позволяет воспользоваться преимуществами нижней цилиндрической секции, где поток жидкого исходного подаваемого материала и газовой фазы окислителя впервые поступают в реактор, характеризующейся относительно большей массой жидкой фазы в связи с первоначальным разбавлением и проведением реакции для параксилола там, где содержание кислорода все еще является более обогащенным; средней цилиндрической секции, где содержание молекулярного кислорода все более и более обедняется, характеризующейся относительно большими величиной удержания газа и скоростью массопереноса между газом и жидкостью; и верхней цилиндрической секции, которая представляет собой зону отделения газа, характеризующейся относительно пониженной скоростью газовой фазы в целях ограничения захвата суспензии в отходящем газе верха реактора.

Расход исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, опять-таки составляет 49000 кг/час - в 7 раз больше, чем в примере 1. Расходы для других исходных подаваемых материалов увеличивают при том же самом соотношении 7:1, что и в примере 1. Составы исходных подаваемых материалов представляют собой то же самое, что и в примере 1, что обеспечивает получение тех же самых концентраций воды, кобальта, брома и марганца в жидкой фазе реакционной среды, что и в примере 1. Рабочее давление газа верха реакционной емкости опять-таки составляет 0,52 МПа избыточного давления, а рабочая температура опять-таки составляет приблизительно 160°C при измерении вблизи позиции на срединном уровне по высоте для реакционной среды. Реакционную среду, содержащую СТА, удаляют из боковой стороны реакционной емкости в позиции на уровне по высоте 28 м при стационарном расходе с использованием внешней деаэрационной емкости.

Барботажная колонна включает три вертикальные цилиндрические секции различных диаметров. Самая нижняя цилиндрическая секция имеет внутренний диаметр, равный 6,46 м, что дает в результате расход газовой фазы на единицу сечения потока в данной секции, приблизительно равный расходу на единицу сечения потока из примера 1. Высота данной нижней цилиндрической секции от нижней TL до верхнего уровня составляет 8 м. На верхнем краю данной нижней цилиндрической

секции имеется коническая секция, которая сходится до внутреннего диаметра 4,5 м при одновременном подъеме на высоту 1 м. Таким образом, наклон конической стенки составляет приблизительно 44° от вертикали. Коническую секцию увенчивает средняя цилиндрическая секция, которая имеет внутренний диаметр, равный 4,5 м, что дает в результате расход газовой фазы на единицу сечения потока в данной секции, приблизительно в два раза превышающий расход на единицу сечения потока в самой нижней цилиндрической секции. Высота средней цилиндрической секции составляет 45 м. На верхнем краю средней цилиндрической секции имеется коническая секция, которая расходится до внутреннего диаметра 7 м при одновременном подъеме на высоту 2 м. Таким образом, наклон конической стенки составляет приблизительно 32° от вертикали. Верхнюю коническую расходящуюся секцию увенчивает цилиндрическая секция отделения газа со внутренним диаметром 7 м. Высота верхней цилиндрической секции составляет 7 м. Емкость сверху и снизу оборудуют эллиптическими крышкой и днищем 2:1. Таким образом, объединенная высота реакционной емкости составляет приблизительно 66,4 м. Рабочий уровень располагается приблизительно на 57,6 м выше низа реакционной среды, что приводит к его нахождению вблизи места сопряжения расходящейся конической секции и верхней цилиндрической секции. Исходный подаваемый материал опять-таки распределяют в реакционной емкости вблизи позиции на уровне по высоте, расположенном на 2 м выше низа реакционной среды, при использовании сборного модуля горизонтального распределителя, разработанного для обеспечения по существу однородного высвобождения исходного подаваемого материала по площади поперечного сечения, попадающего в пределы, очерченные радиусом 0,45* (внутренний диаметр). Подачу воздуха опять-таки осуществляют через распределитель с впускными отверстиями для окислителя, подобный тому, что продемонстрирован на фиг. 12-15, а все отверстия для впуска окислителя располагаются ниже нижней ТЛ нижней цилиндрической секции. Растворитель флегмы распределяют в виде капель по существу по всей площади поперечного сечения верхней цилиндрической секции.

Объем, занимаемый реакционной средой, составляет приблизительно 1080 м^3 , а реакционная емкость содержит приблизительно 400000 кг суспензии. Соотношение между массой суспензии и расходом исходного подаваемого материала, образуемого параксилолом, составляет приблизительно 8,1 часа. Значение STR составляет приблизительно 45 кг параксилола, подаваемого на 1 м^3 реакционной среды в час. Разница давлений между низом реакционной среды и отходящим газом верха реактора, покидающим реакционную емкость, составляет приблизительно 0,20 МПа. Площадь вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 944 м^2 , что представляет собой приблизительно $3,64 \cdot W_{\text{мин}} \cdot H$ и приблизительно $2,34 \cdot W_{\text{макс}} \cdot H$. Соотношение между объемом реакционной среды и площадью вертикальной поверхности, находящейся в контакте с реакционной средой, составляет приблизительно 1,14 м. Соотношение $L_1:D_1$ составляет приблизительно 1,5:1. Соотношение $L_u:D_u$ составляет приблизительно 10:1. Соотношение $L_1:L_u$ составляет приблизительно 0,21:1. Соотношение $X:D_1$ составляет приблизительно 1,1:1. Соотношение $L_u:Y$ составляет приблизительно 4,2:1. Соотношение $L_1:D_1$ составляет приблизительно 0,15:1.

Большой диаметр в основании реактора обеспечивает нахождение большой массы суспензии вблизи зоны введения исходного подаваемого материала, образуемого

паракилолом, где течение жидкости и перемешивание имеют достаточно важное значение для обеспечения разбавления исходного подаваемого материала во избежание образования сопряженных окрашенных ароматических примесей. Кроме того, данный большой диаметр обеспечивает нахождение большей доли реакционной среды под действием большего гидростатического давления столба суспензии, расположенной выше, что стимулирует увеличение парциального давления кислорода и массоперенос молекулярного кислорода из газа в жидкость. Удлиненная средняя цилиндрическая секция, характеризующаяся меньшим диаметром, обеспечивает разбиение на ступени в отношении реагентов и достижение большой величины удержания газа; это улучшает соответствие между потребностью в растворенном кислороде в реакции и подачей за счет массопереноса из поднимающейся газовой фазы, в которой кислород все более и более расходуется, а его парциальное давление уменьшается.

Изобретение было подробно описано с конкретной ссылкой на его предпочтительные варианты реализации, но необходимо понимать то, что в рамках объема и сущности изобретения возможна реализация и его вариаций и модификации.

Формула изобретения

1. Способ, включающий окисление окисляемого соединения в жидкой фазе многофазной реакционной среды, содержащейся в зоне реакции барботажной колонны реакторного типа, где упомянутая реакционная среда включает нижнюю часть, имеющую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения, и верхнюю часть, имеющую минимальную площадь горизонтального поперечного сечения, где упомянутая максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает упомянутую минимальную площадь поперечного сечения.

2. Способ по п.1, где упомянутая максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 20% превышает упомянутую минимальную площадь поперечного сечения.

3. Способ по п.1, где упомянутая зона реакции включает нижнюю секцию, содержащую упомянутую нижнюю часть, и верхнюю секцию, содержащую упомянутую верхнюю часть, где упомянутая нижняя секция характеризуется максимальной высотой L_1 , максимальным диаметром D_1 и соотношением $L_1:D_1$, равным, по меньшей мере, приблизительно 0,5:1, где упомянутая верхняя секция характеризуется максимальной высотой L_u , минимальным диаметром D_u и соотношением $L_u:D_u$, равным, по меньшей мере, приблизительно 2:1.

4. Способ по п.3, где упомянутое соотношение $L_1:D_1$ находится от приблизительно 1:1 до приблизительно 10:1, а упомянутое соотношение $L_u:D_u$ находится от приблизительно 2,5:1 до приблизительно 20:1.

5. Способ по п.3, где упомянутая L_1 равна, по меньшей мере, приблизительно 2 м, а упомянутая L_u равна, по меньшей мере, приблизительно 4 м, где соотношение $L_1:L_u$ находится в диапазоне от приблизительно 0,05:1 до приблизительно 5:1.

6. Способ по п.3, где упомянутая L_1 находится в диапазоне от приблизительно 4 до приблизительно 50 м, а упомянутая L_u находится в диапазоне от приблизительно 5 до приблизительно 80 м, где упомянутое соотношение $L_1:L_u$ находится в диапазоне от приблизительно 0,1:1 до приблизительно 2,5:1.

7. Способ по п.3, где упомянутые верхняя и нижняя секции являются, по существу, цилиндрическими.

8. Способ по п.7, где упомянутые верхняя и нижняя секции являются, по существу, выровненными относительно общей центральной вертикальной оси.

9. Способ по п.8, где упомянутая максимальная площадь поперечного сечения превышает упомянутую минимальную площадь поперечного сечения на величину от 30 до 150%, где упомянутое соотношение $L_1:D_1$ находится в диапазоне от 1,5:1 до 8:1, а упомянутое соотношение $L_u:D_u$ находится в диапазоне от 3:1 до 15:1, где упомянутая L_1 находится в диапазоне от 6 до 40 м, а упомянутая L_u находится в диапазоне от 10 до 60 м.

10. Способ по п.7, где упомянутая зона реакции дополнительно включает переходную секцию, расположенную между упомянутыми верхней и нижней секциями, где упомянутая переходная секция имеет максимальный диаметр D_1 , минимальный диаметр D_u и максимальную высоту L_1 , где соотношение $L_1:D_1$ находится в диапазоне от приблизительно 0,05:1 до приблизительно 5:1.

11. Способ по п.7, где упомянутый реактор определяет зону отделения, расположенную над упомянутой зоной реакции, где упомянутая секция отделения имеет максимальный диаметр X , где упомянутый реактор характеризуется соотношением $X:D_1$ от приблизительно 0,8:1 до приблизительно 4:1.

12. Способ по п.1, где усредненный по времени расход газовой фазы упомянутой реакционной среды на единицу сечения потока на половине высоты упомянутой верхней части, по меньшей мере, приблизительно на 15% превышает усредненный по времени расход газовой фазы упомянутой реакционной среды на единицу сечения потока на половине высоты упомянутой нижней части.

13. Способ по п.1, где усредненное по времени и объему удержание газа упомянутой реакционной среды в упомянутой верхней части, по меньшей мере, приблизительно на 4% превышает усредненное по времени и объему удержание газа упомянутой реакционной среды в упомянутой нижней части.

14. Способ по п.1, где усредненный по времени расход газовой фазы упомянутой реакционной среды на единицу сечения потока на половине высоты упомянутой верхней части, по меньшей мере, приблизительно на 25% превышает максимальный усредненный по времени расход газовой фазы упомянутой реакционной среды на единицу сечения потока на половине высоты упомянутой нижней части, где усредненное по времени и объему удержание газа упомянутой реакционной среды в упомянутой верхней части, по меньшей мере, приблизительно на 8% превышает усредненное по времени и объему удержание газа упомянутой реакционной среды в упомянутой нижней части.

15. Способ по п.1, где упомянутым окисляемым соединением является ароматическое соединение.

16. Способ по п.1, где упомянутым окисляемым соединением является пара-ксилол.

17. Способ по п.1, где упомянутое окисление в упомянутой реакционной среде приводит к образованию твердой фазы, по меньшей мере, приблизительно из 10 мас.% упомянутого окисляемого соединения.

18. Способ по п.1, где упомянутое окисление проводят в присутствии системы катализатора, содержащей кобальт.

19. Способ по п.18, где упомянутая система катализатора дополнительно содержит бром и марганец.

20. Способ по п.1, где упомянутое окисление в упомянутой барботажной колонне реакторного типа в упомянутой реакционной среде приводит к образованию терефталевой кислоты, где упомянутый способ дополнительно включает проведение, по меньшей мере, для части упомянутой терефталевой кислоты окисления в реакторе вторичного окисления.

21. Способ по п.20, где упомянутое окисление в упомянутом реакторе вторичного окисления проводят при средней температуре, по меньшей мере, приблизительно на 10°C превышающей температуру упомянутого окисления в упомянутой барботажной колонне реакторного типа.

22. Способ по п.21, где упомянутое окисление в упомянутом реакторе вторичного окисления проводят при средней температуре, превышающей среднюю температуру для упомянутой барботажной колонны реакторного типа на величину от приблизительно 20 до приблизительно 80°C , где упомянутое окисление в упомянутой барботажной колонне реакторного типа проводят при средней температуре от приблизительно 140 до приблизительно 180°C , где упомянутое окисление в упомянутом реакторе вторичного окисления проводят при средней температуре от приблизительно 180 до приблизительно 220°C .

23. Барботажная колонна реакторного типа, включающая корпус, определяющий зону реакции, где упомянутая зона реакции включает нижнюю секцию, имеющую первую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения, и верхнюю секцию, имеющую вторую максимальную площадь горизонтального поперечного сечения, где упомянутая первая максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 10% превышает упомянутую вторую максимальную площадь поперечного сечения.

24. Барботажная колонна реакторного типа по п.23, где упомянутая первая максимальная площадь поперечного сечения, по меньшей мере, приблизительно на 20% превышает упомянутую вторую максимальную площадь поперечного сечения.

25. Барботажная колонна реакторного типа по п.23, где упомянутая первая максимальная площадь поперечного сечения превышает упомянутую вторую максимальную площадь поперечного сечения на величину от 30 до 150% .

26. Барботажная колонна реакторного типа по п.23, где упомянутая нижняя секция характеризуется максимальной высотой L_1 , максимальным диаметром D_1 и соотношением $L_1:D_1$, равным, по меньшей мере, приблизительно $0,5:1$, где упомянутая нормально верхняя секция характеризуется максимальной высотой L_u , минимальным диаметром D_u и соотношением $L_u:D_u$, равным, по меньшей мере, приблизительно $2:1$.

27. Барботажная колонна реакторного типа по п.26, где упомянутое соотношение $L_1:D_1$ находится в диапазоне от приблизительно $1:1$ до приблизительно $10:1$, а упомянутое соотношение $L_u:D_u$ находится в диапазоне от приблизительно $2,5:1$ до приблизительно $20:1$.

28. Барботажная колонна реакторного типа по п.26, где упомянутая L_1 равна, по меньшей мере, приблизительно 4 м, и упомянутая L_u равна, по меньшей мере, приблизительно 4 м, где соотношение $L_1:L_u$ находится в диапазоне от приблизительно $0,05:1$ до приблизительно $5:1$.

29. Барботажная колонна реакторного типа по п.26, где упомянутая L_1 находится в диапазоне от приблизительно 4 до приблизительно 50 м, а упомянутая L_u находится в диапазоне от приблизительно 5 до приблизительно 80 м, где соотношение $L_1:L_u$

находится в диапазоне от приблизительно 0,1:1 до приблизительно 2,5:1.

30. Барботажная колонна реакторного типа по п.26, где упомянутые верхняя и нижняя секции являются, по существу, цилиндрическими.

5 31. Барботажная колонна реакторного типа по п.30, где упомянутые верхняя и нижняя секции являются, по существу, выровненными относительно общей центральной вертикальной оси.

32. Барботажная колонна реакторного типа по п.30, где упомянутая зона реакции дополнительно включает переходную секцию, расположенную между упомянутыми
10 верхней и нижней секциями, где упомянутая переходная секция имеет максимальный диаметр D_1 и минимальный диаметр D_u .

33. Барботажная колонна реакторного типа по п.32, где упомянутый реактор определяет зону отделения, расположенную над упомянутой зоной реакции, где
15 упомянутая секция отделения имеет максимальный диаметр X , где упомянутый реактор характеризуется соотношением $X:D_1$ от приблизительно 0,8:1 до приблизительно 4:1.

20

25

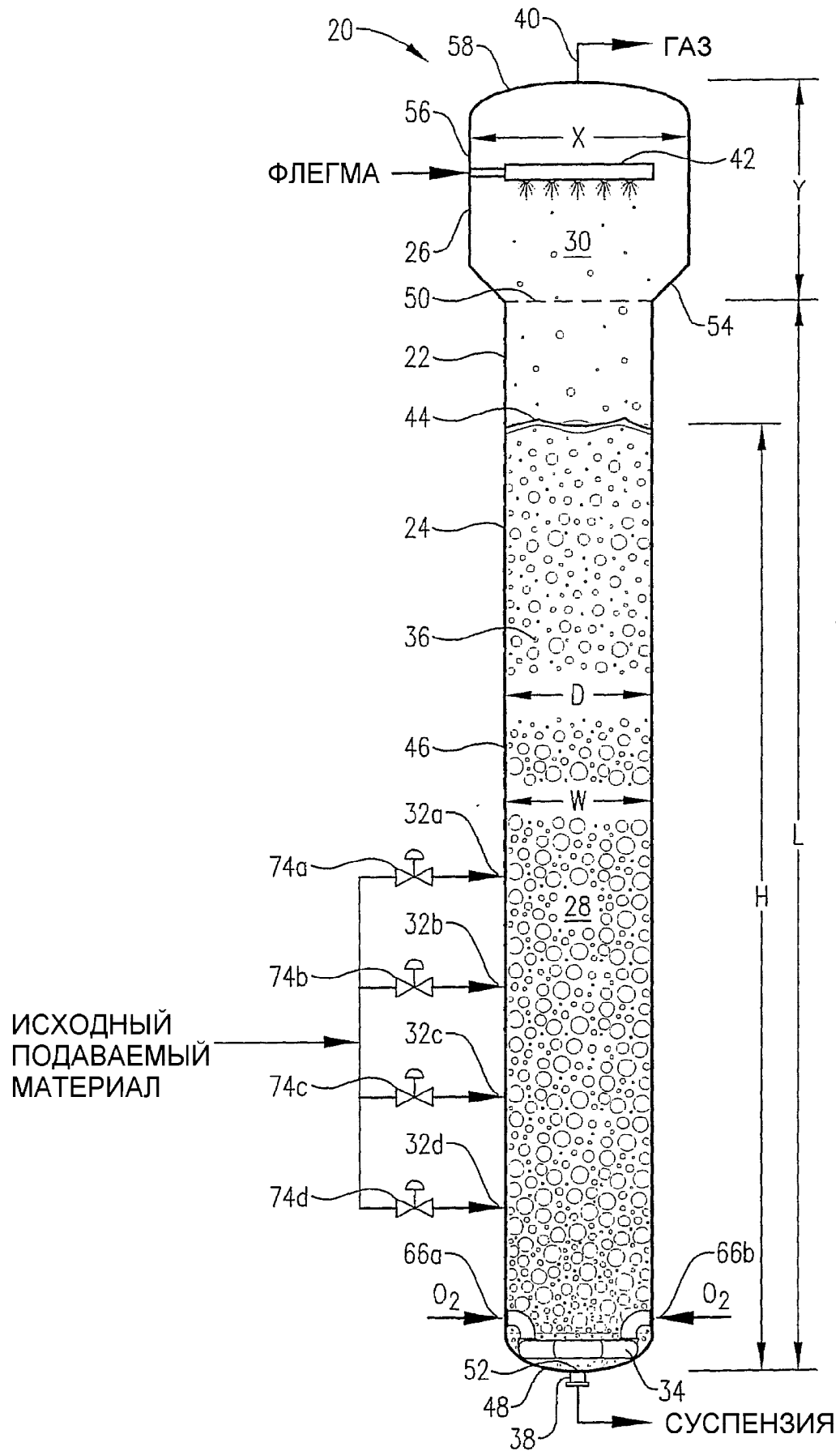
30

35

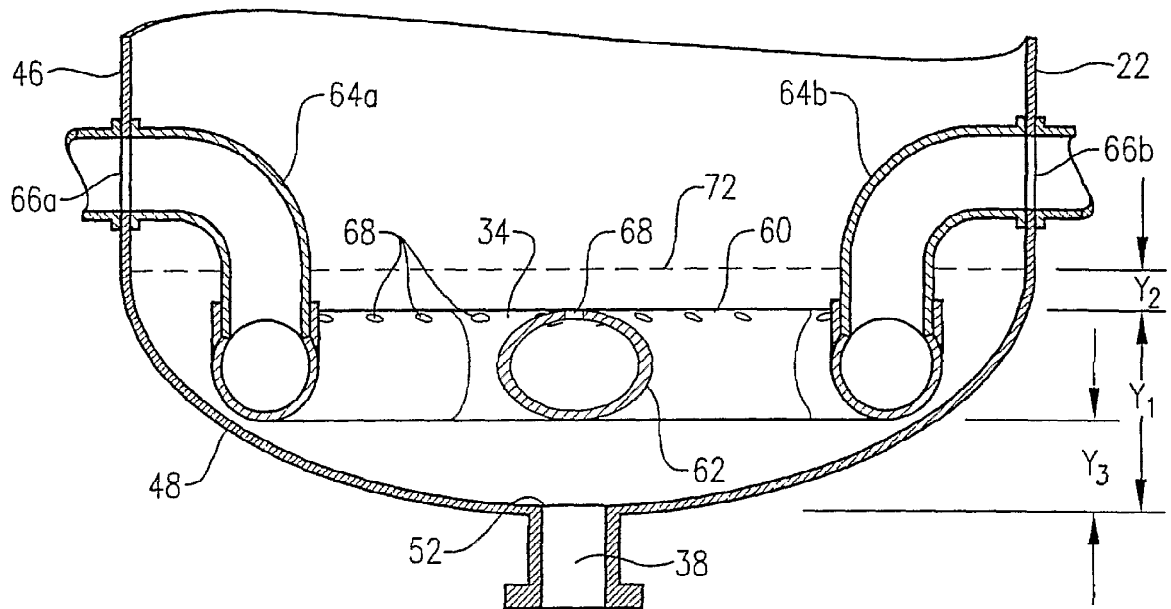
40

45

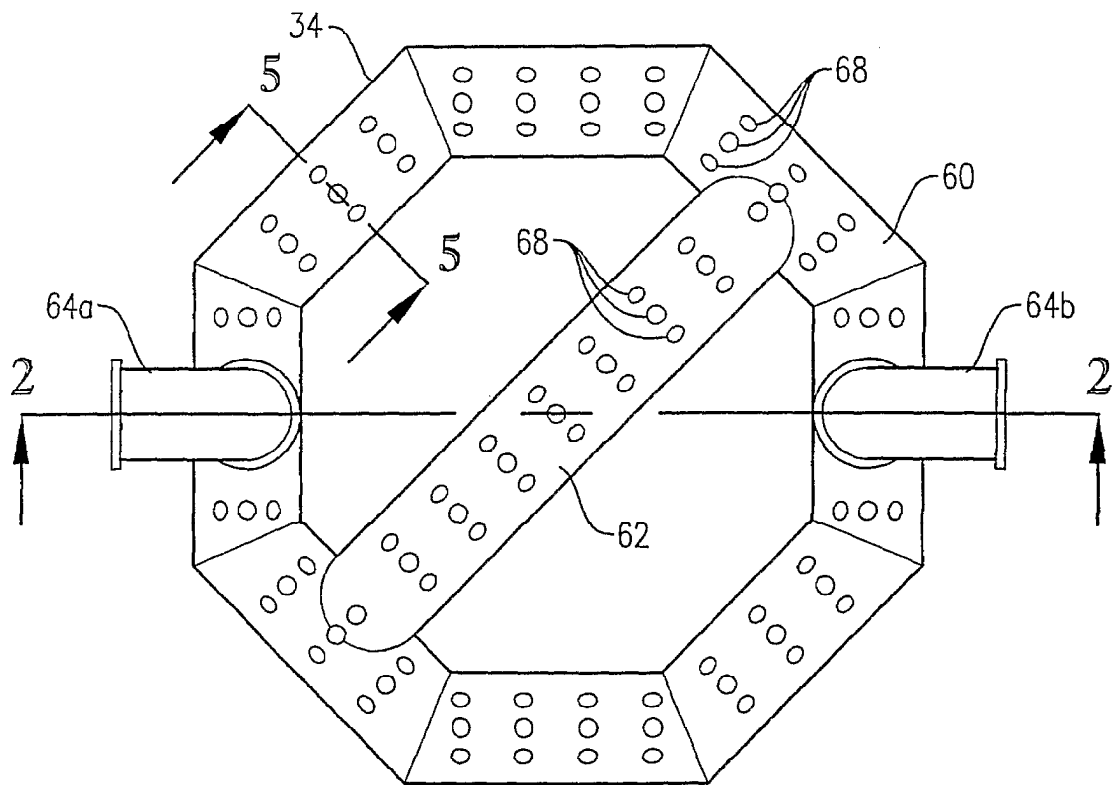
50



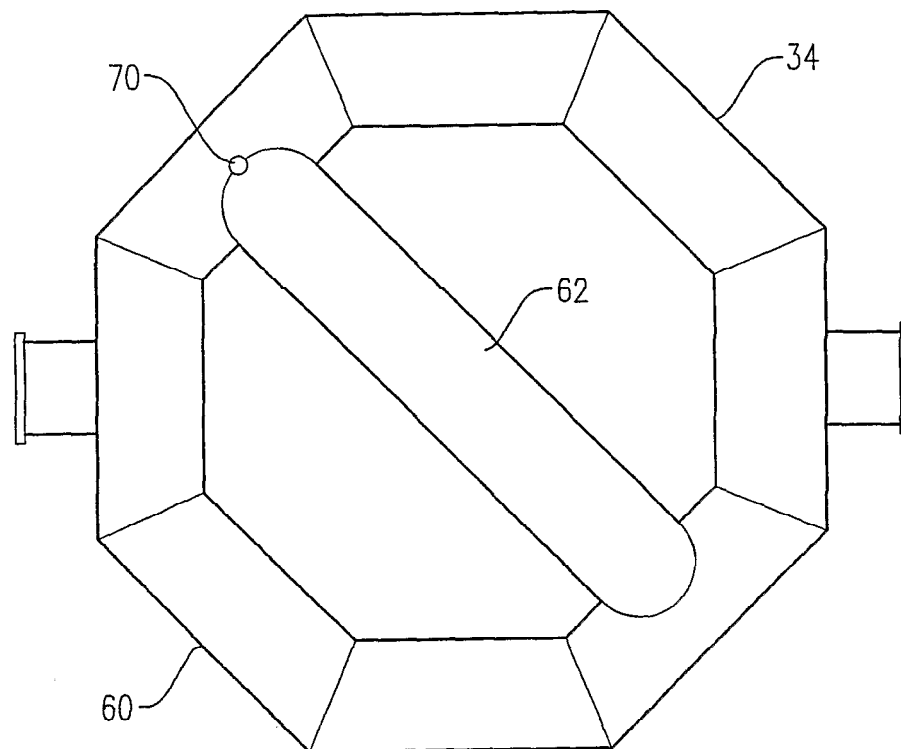
ФИГ. 1



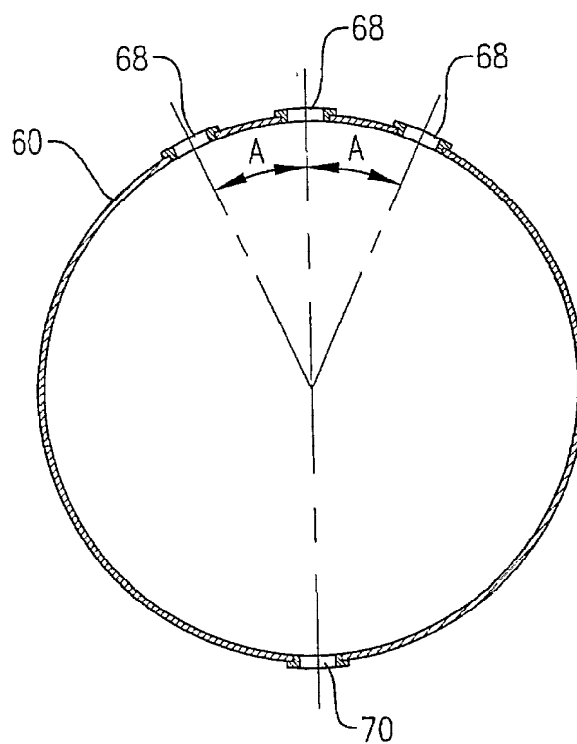
ФИГ. 2



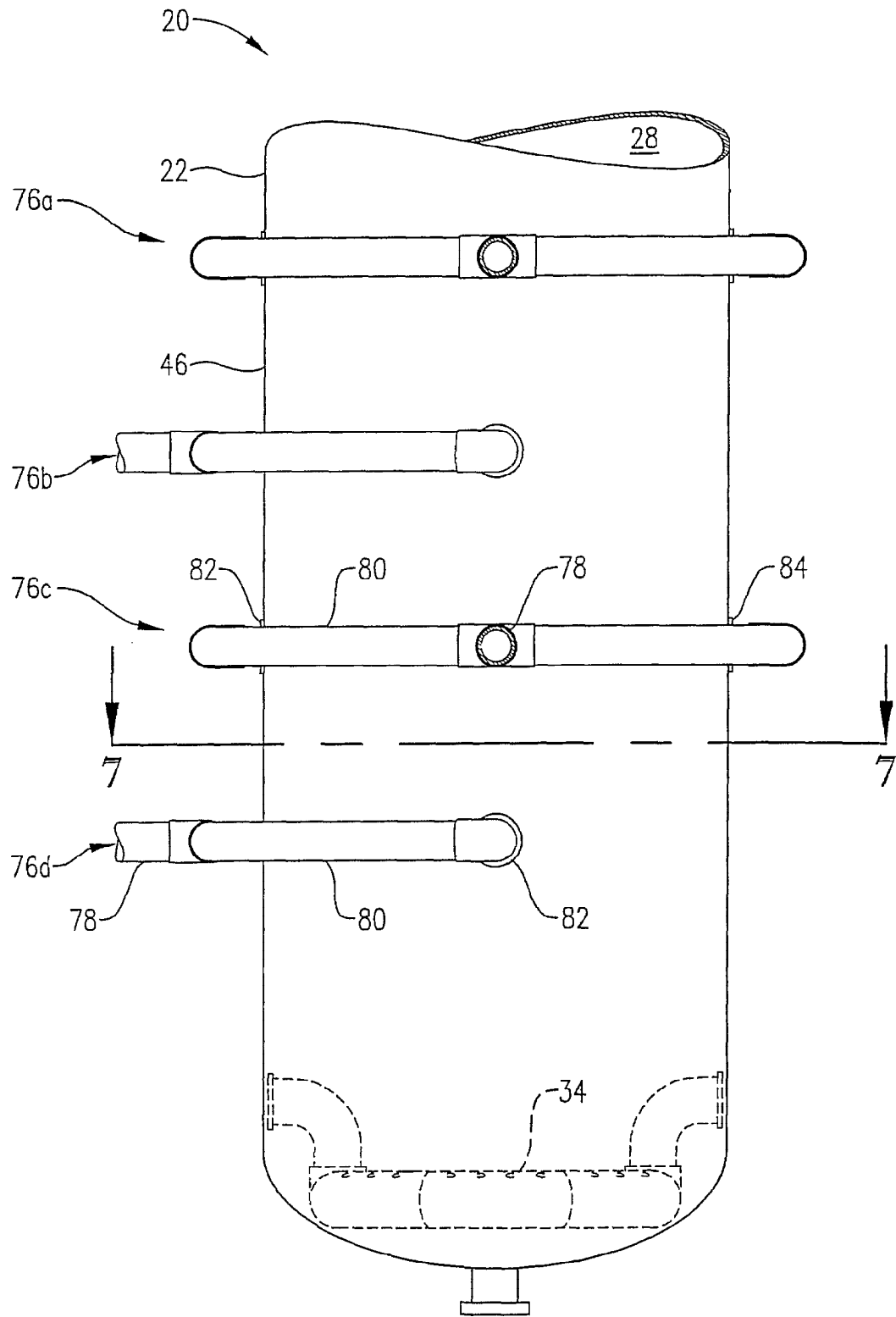
ФИГ. 3



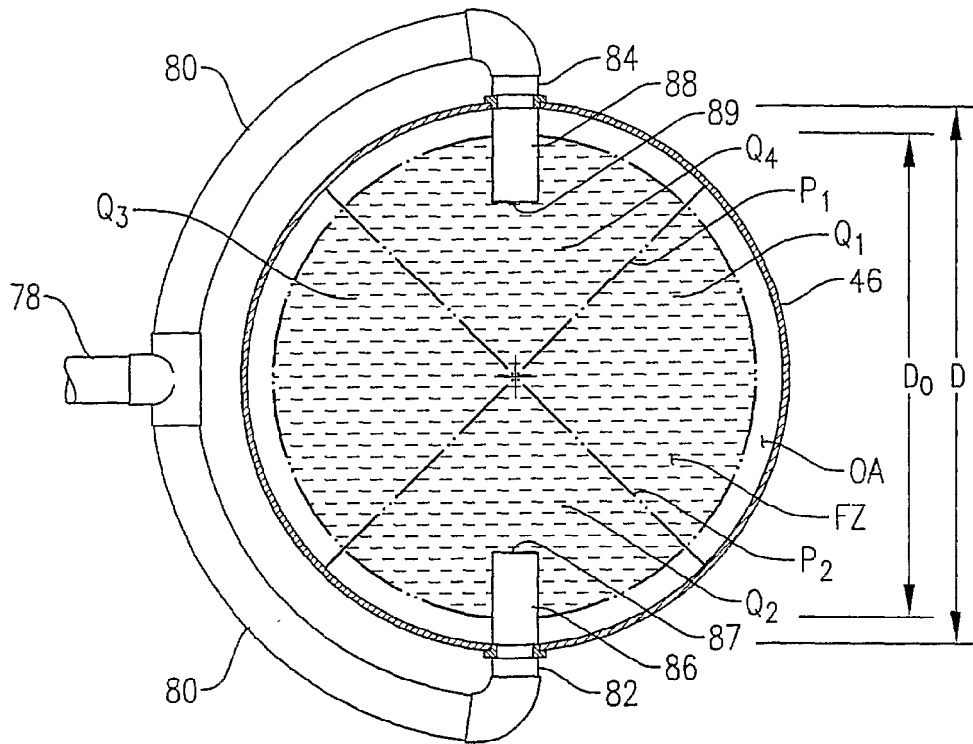
ФИГ. 4



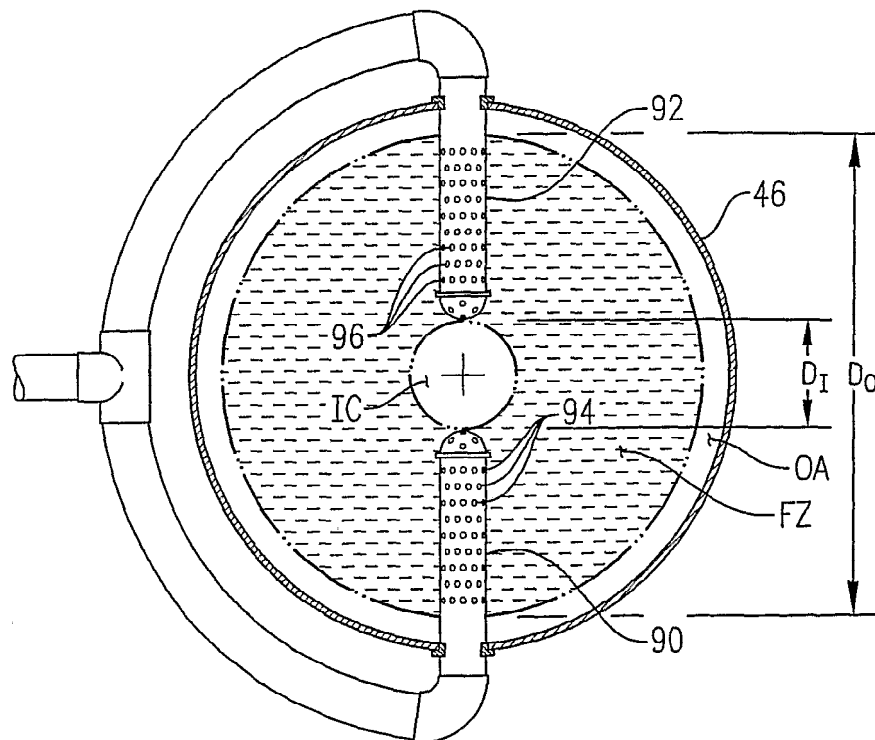
ФИГ. 5



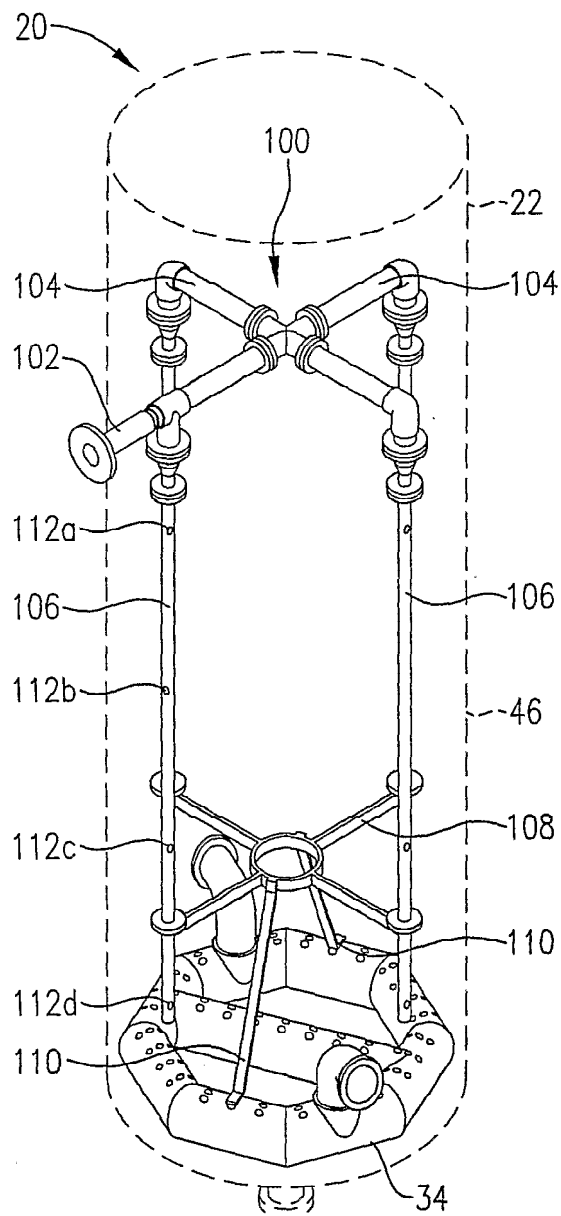
ФИГ. 6



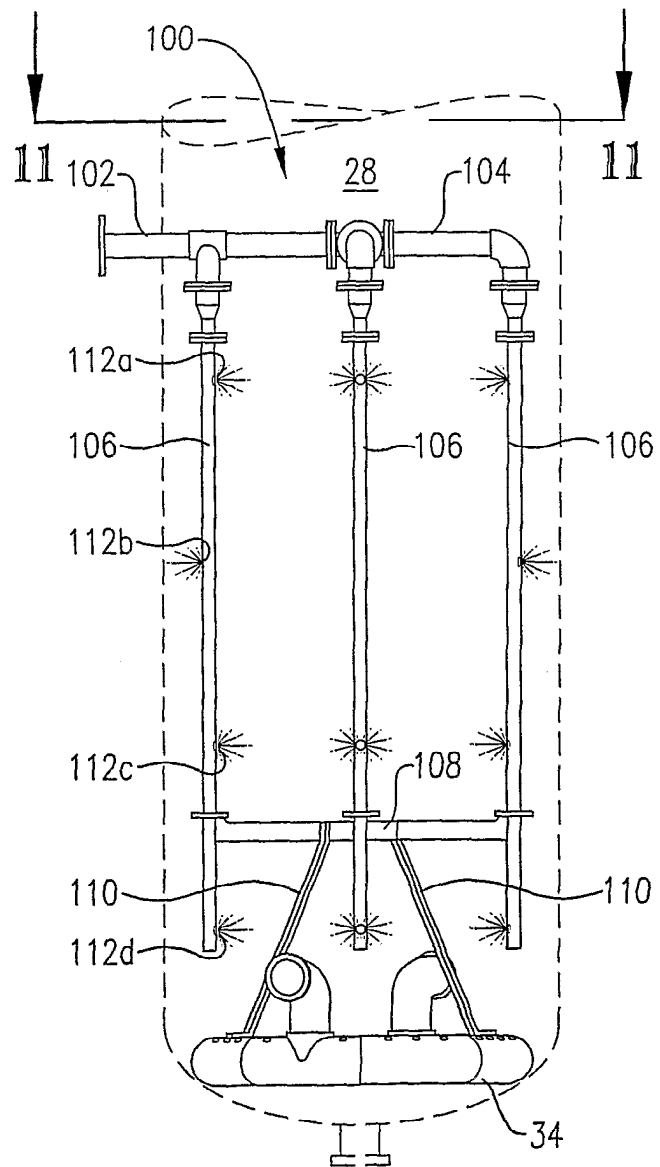
ФИГ. 7



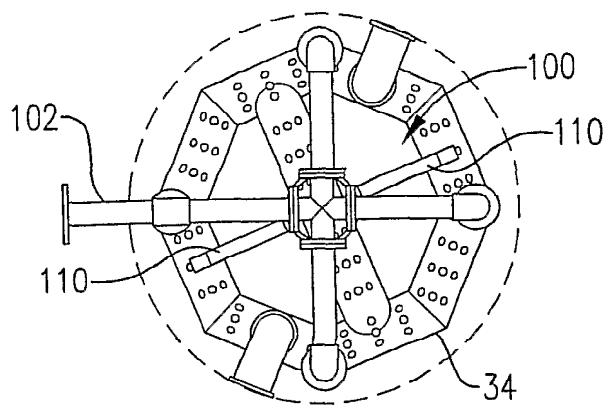
ФИГ. 8



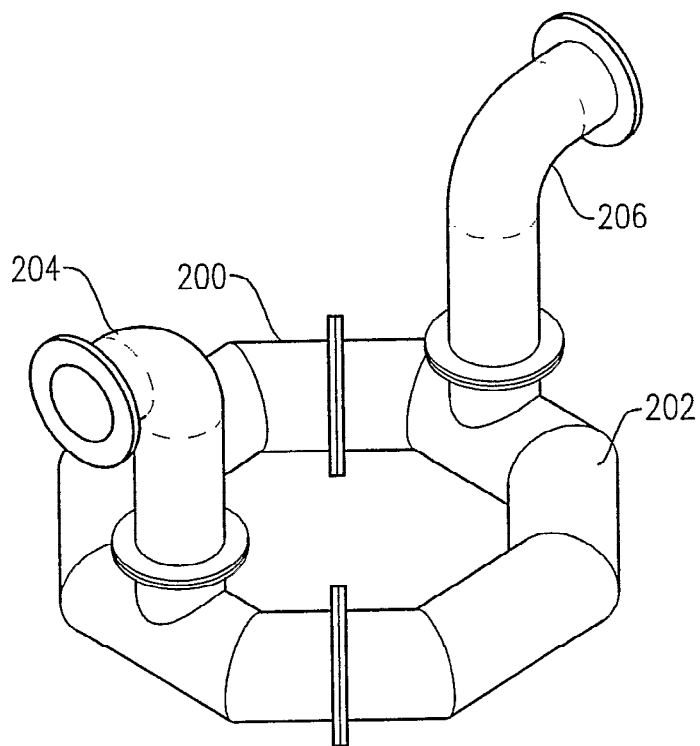
ФИГ. 9



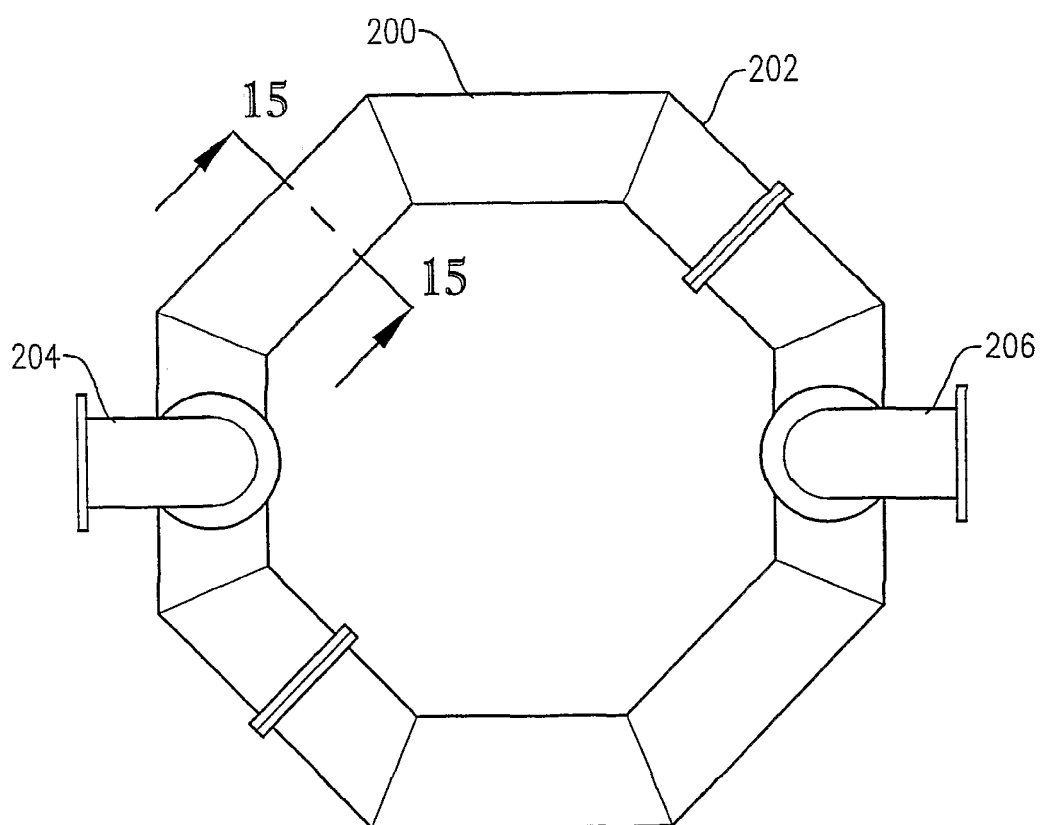
ФИГ. 10



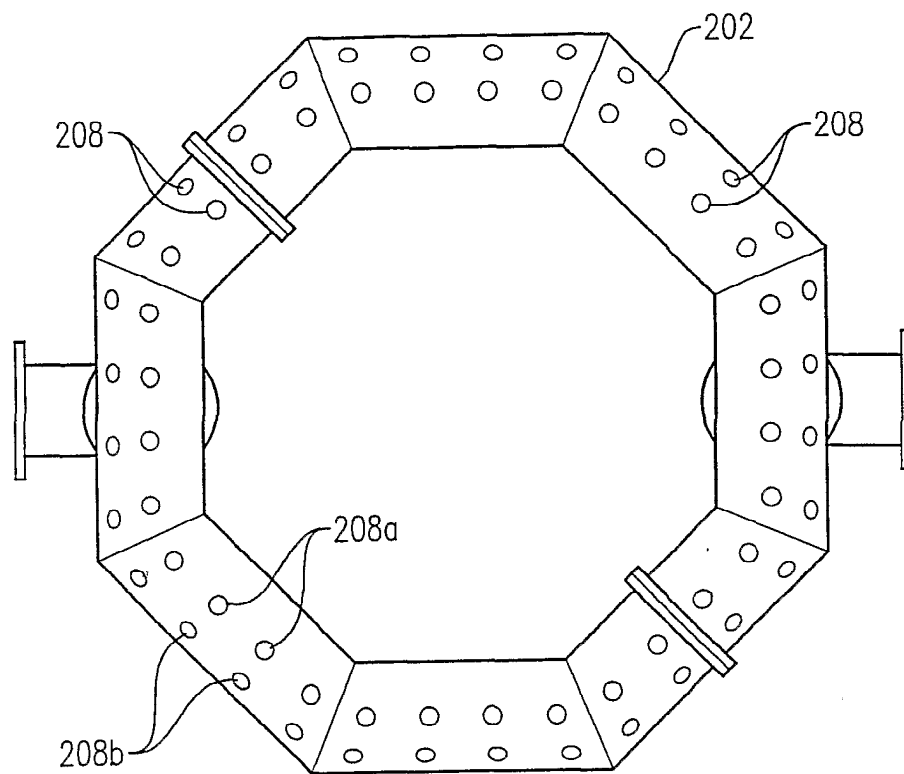
ФИГ. 11



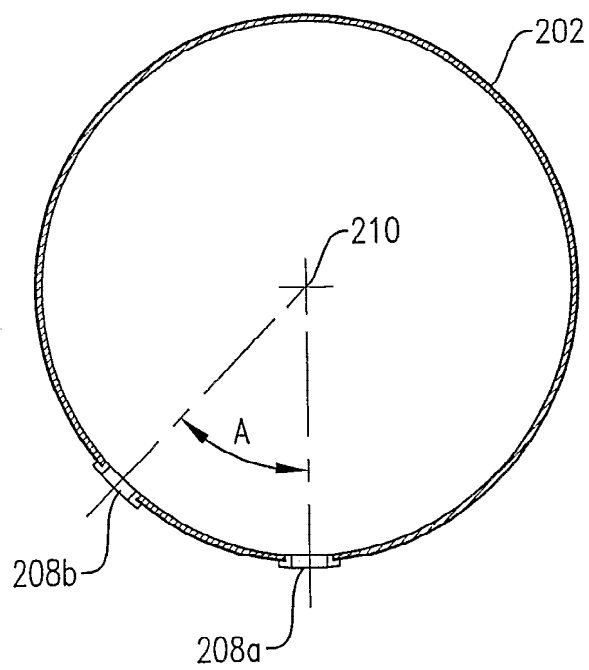
ФИГ. 12



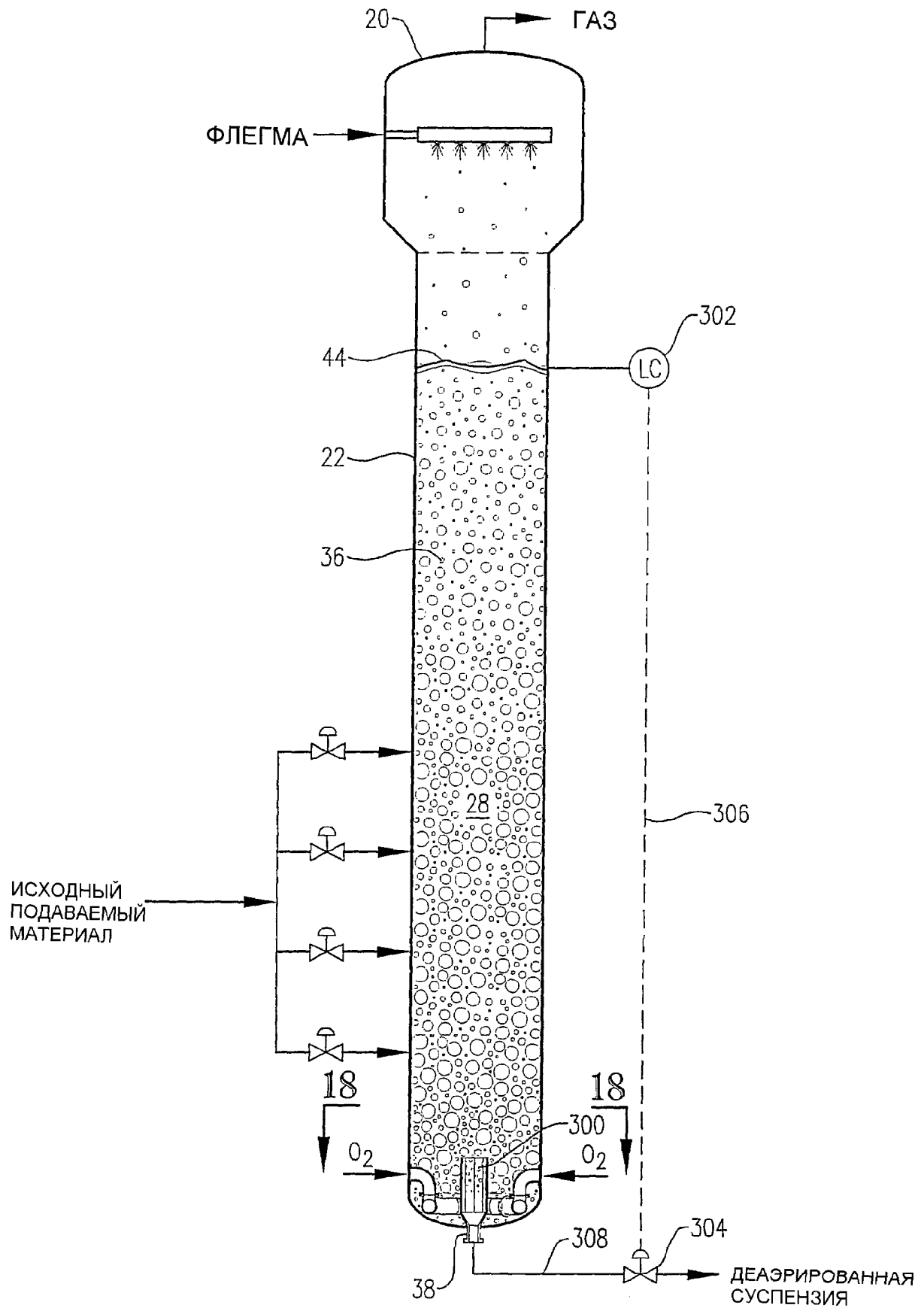
ФИГ. 13



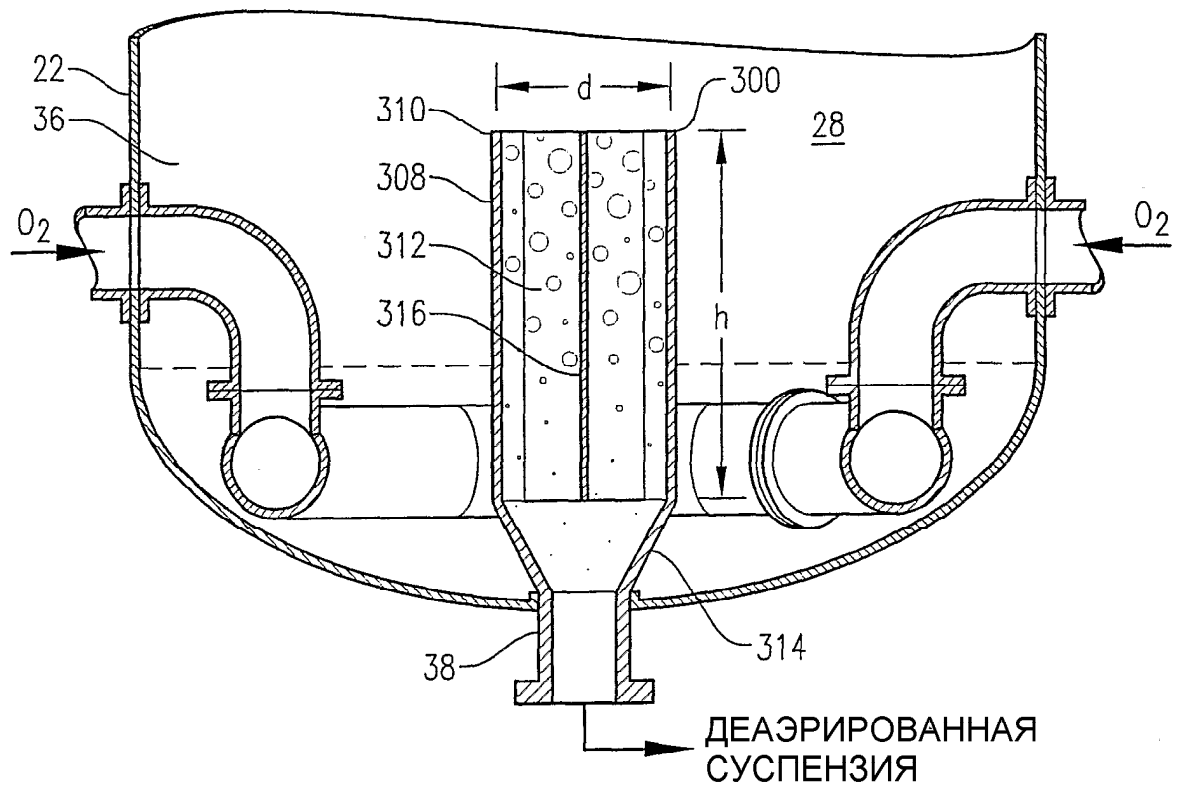
ФИГ. 14



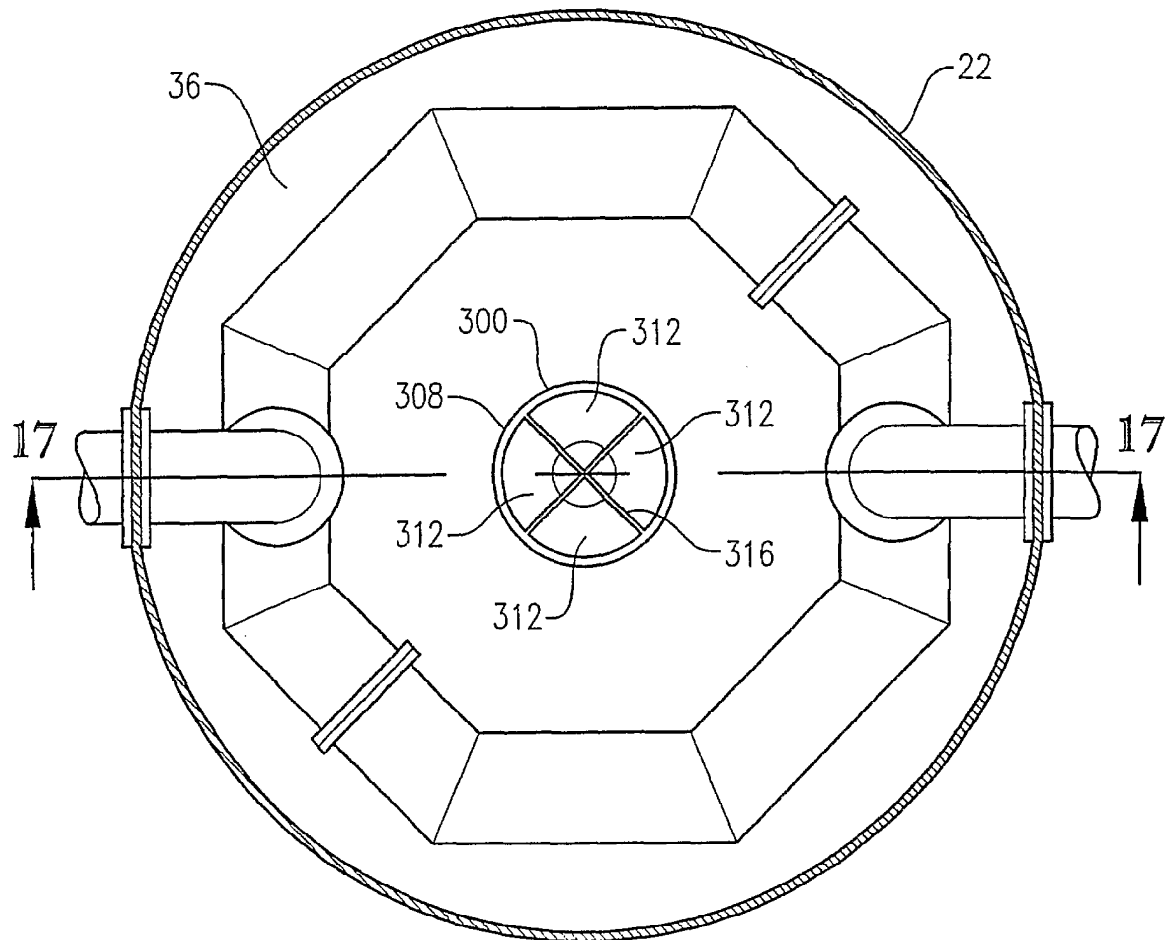
ФИГ. 15



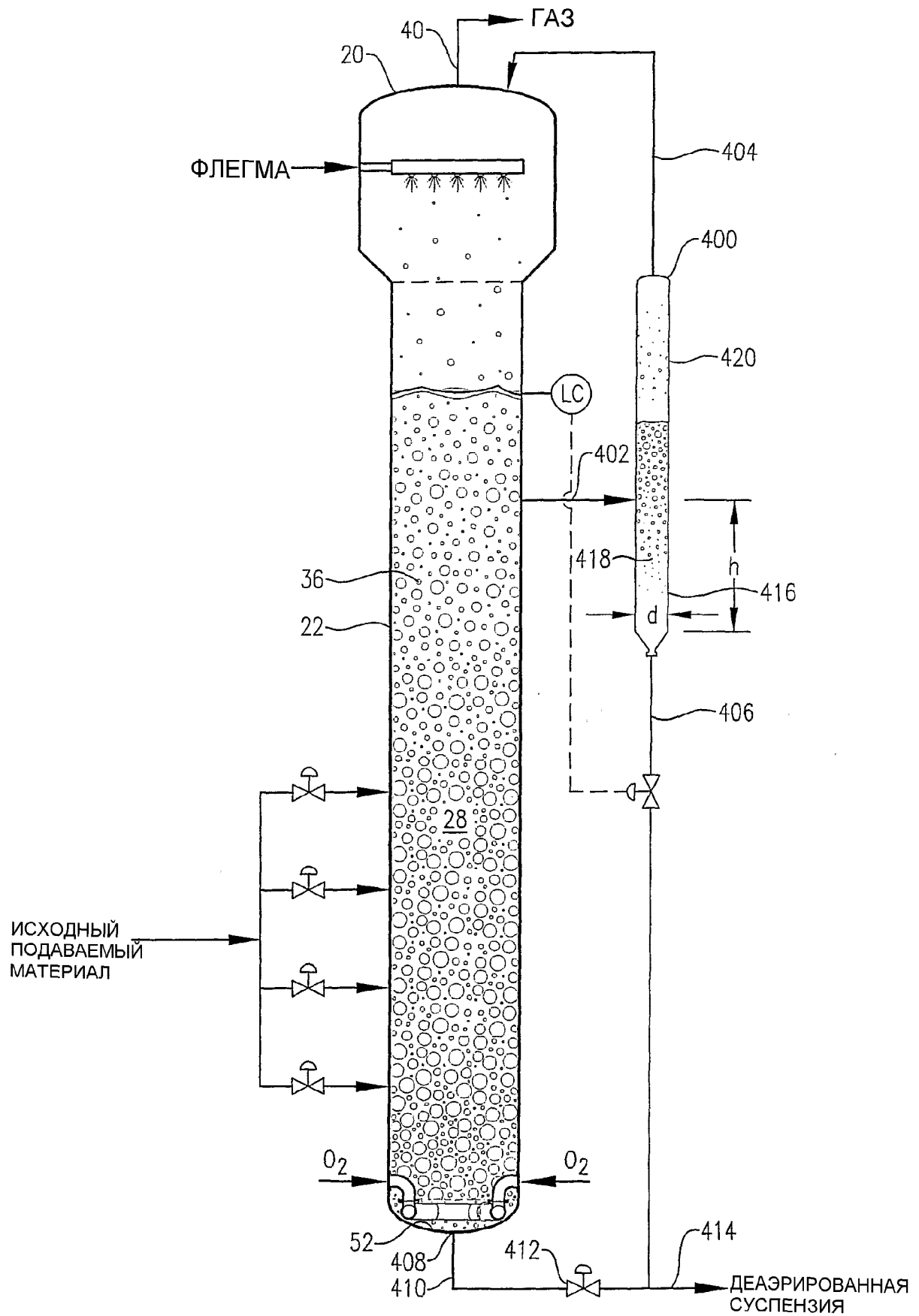
ФИГ. 16



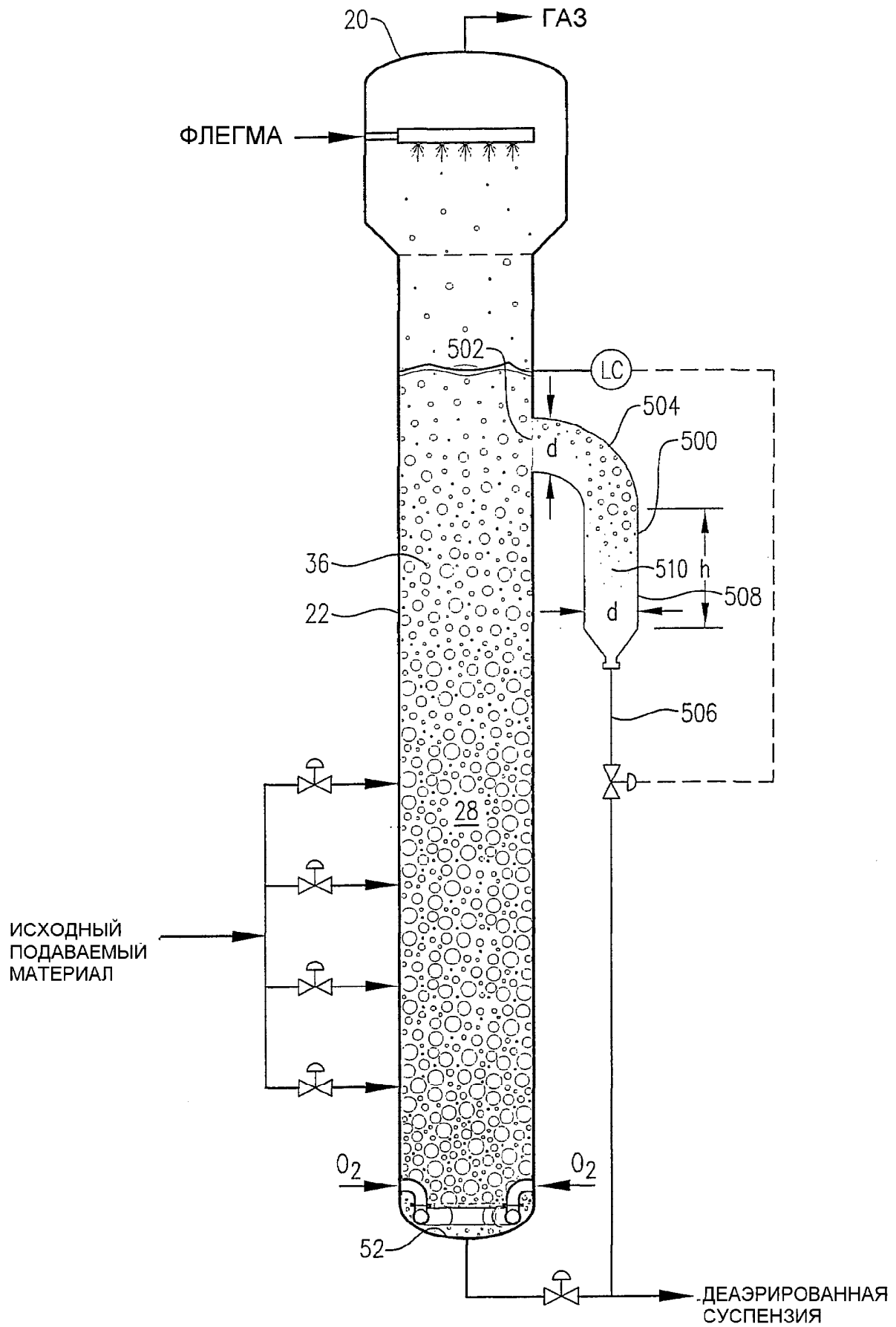
ФИГ. 17



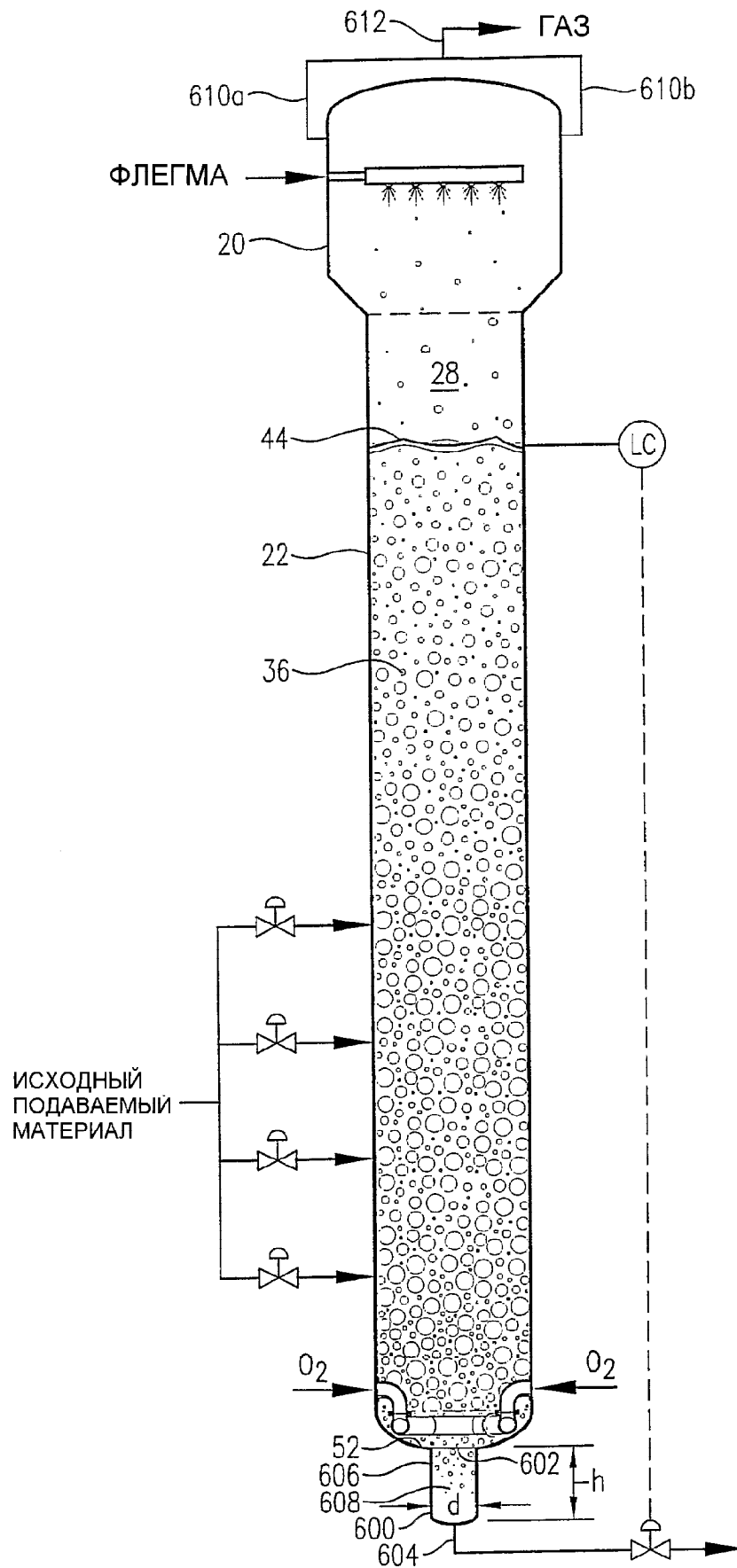
ФИГ. 18



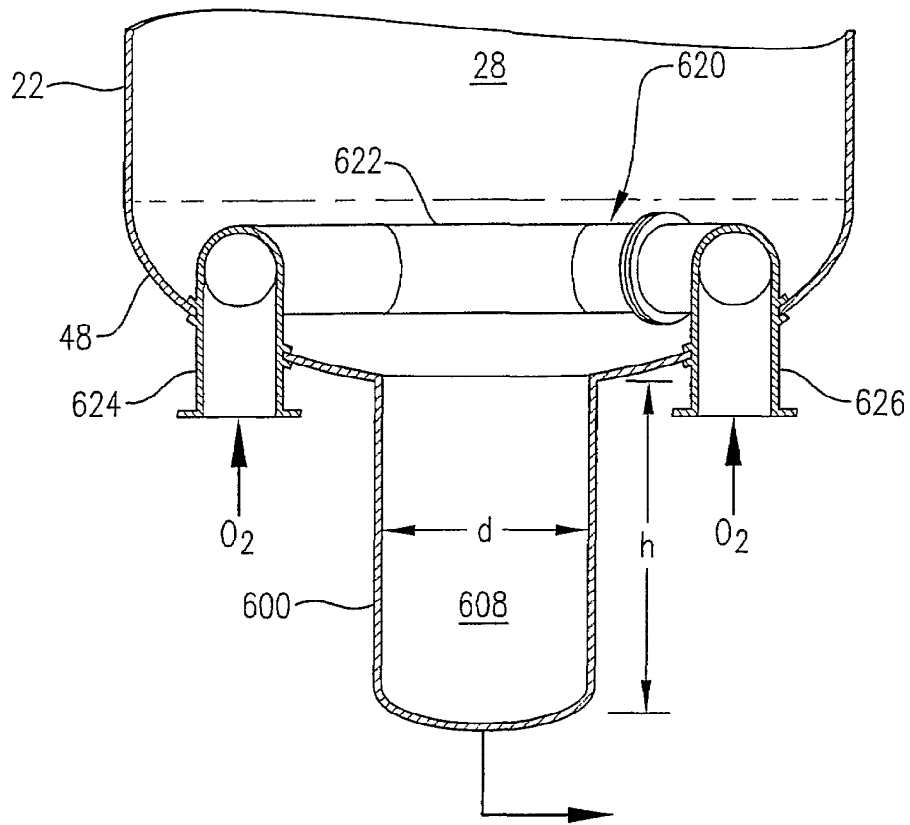
ФИГ. 19



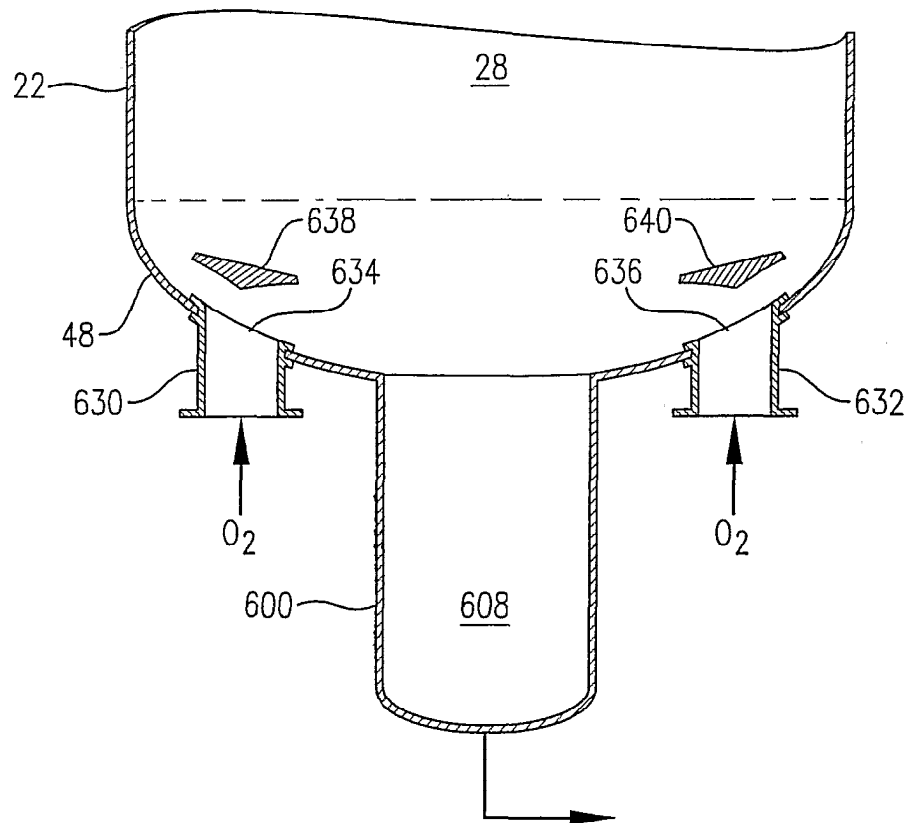
ФИГ. 20



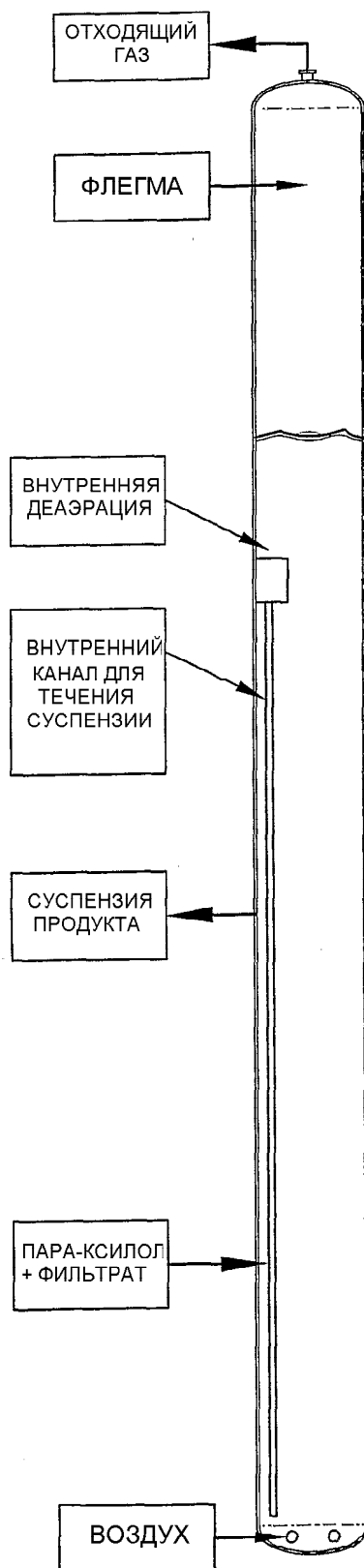
ФИГ. 21



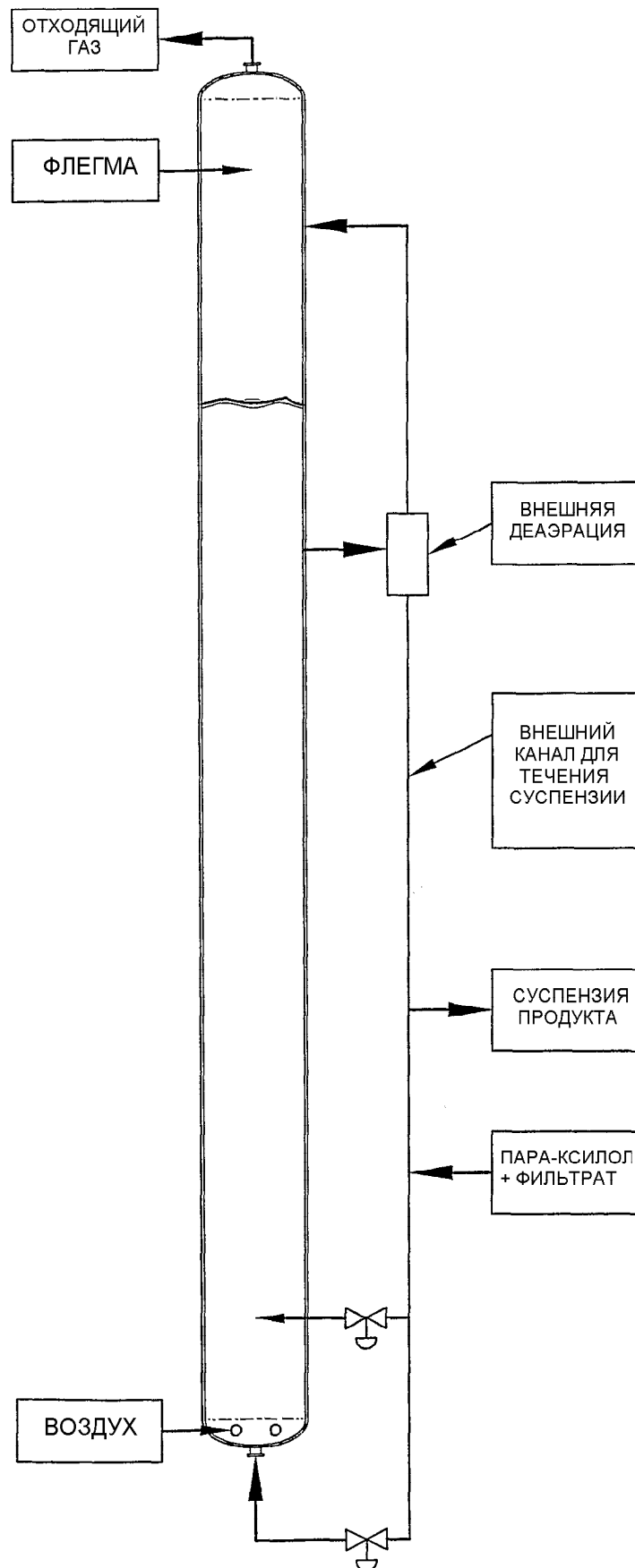
ФИГ. 22



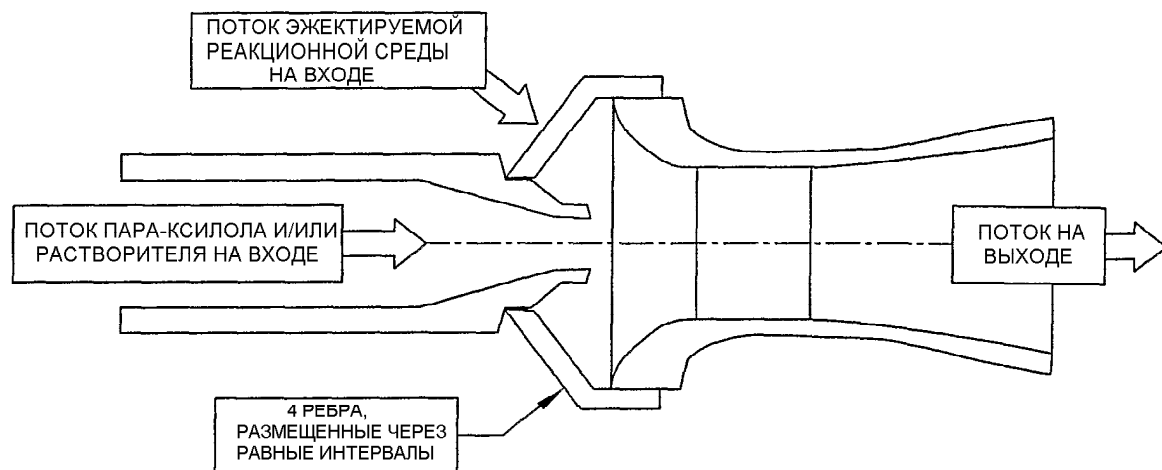
ФИГ. 23



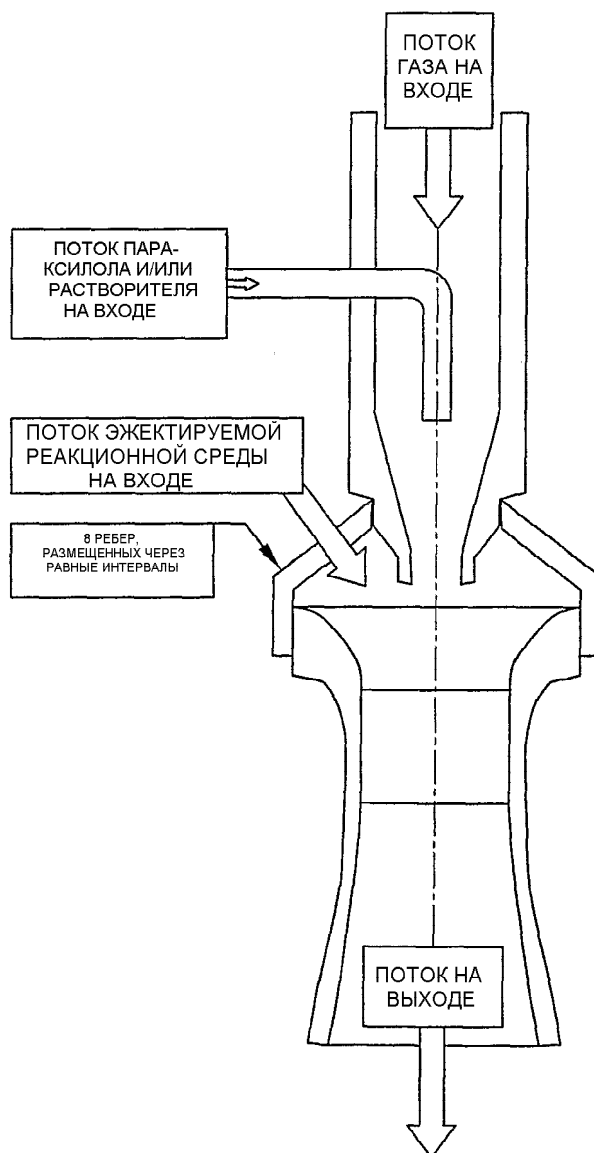
ФИГ. 24



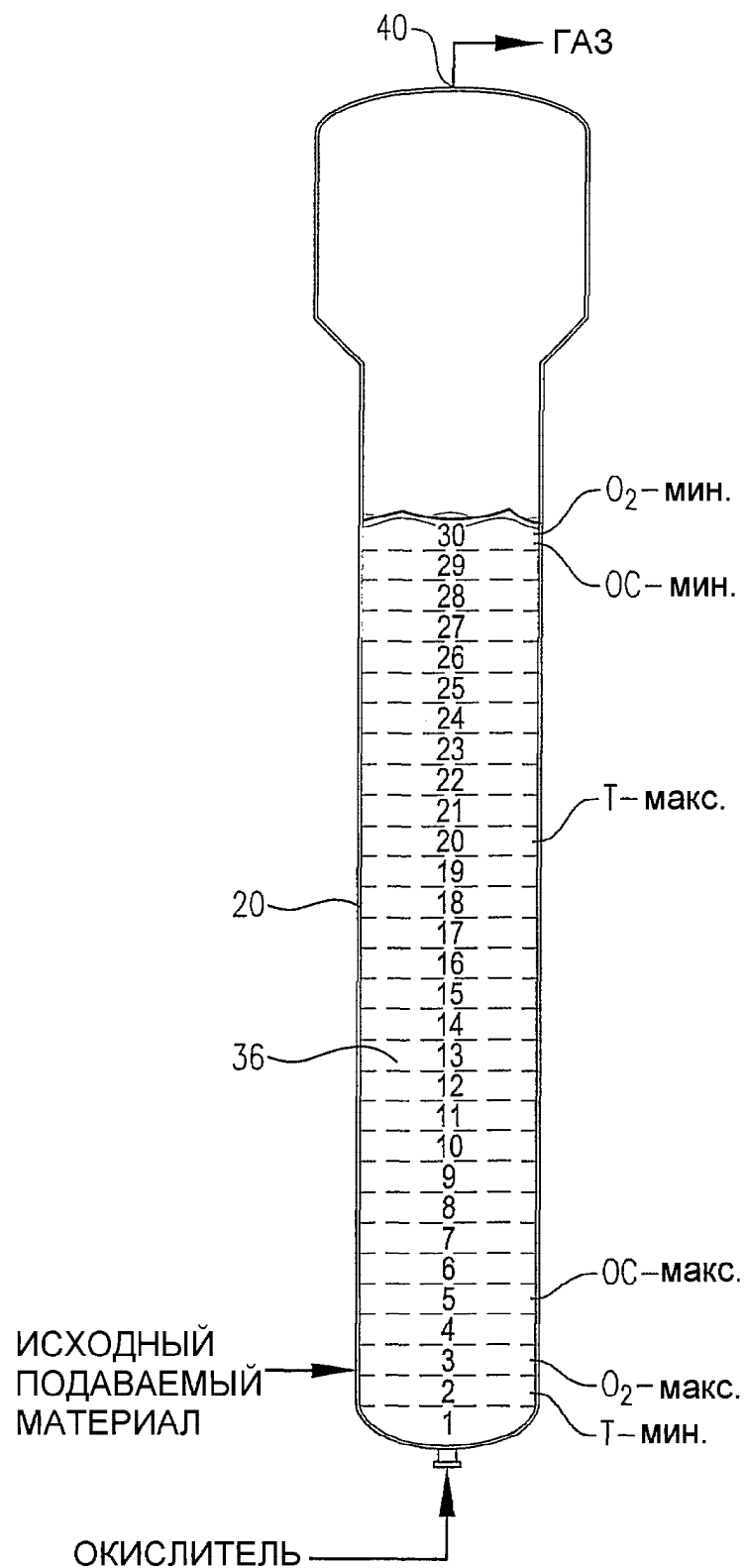
ФИГ. 25



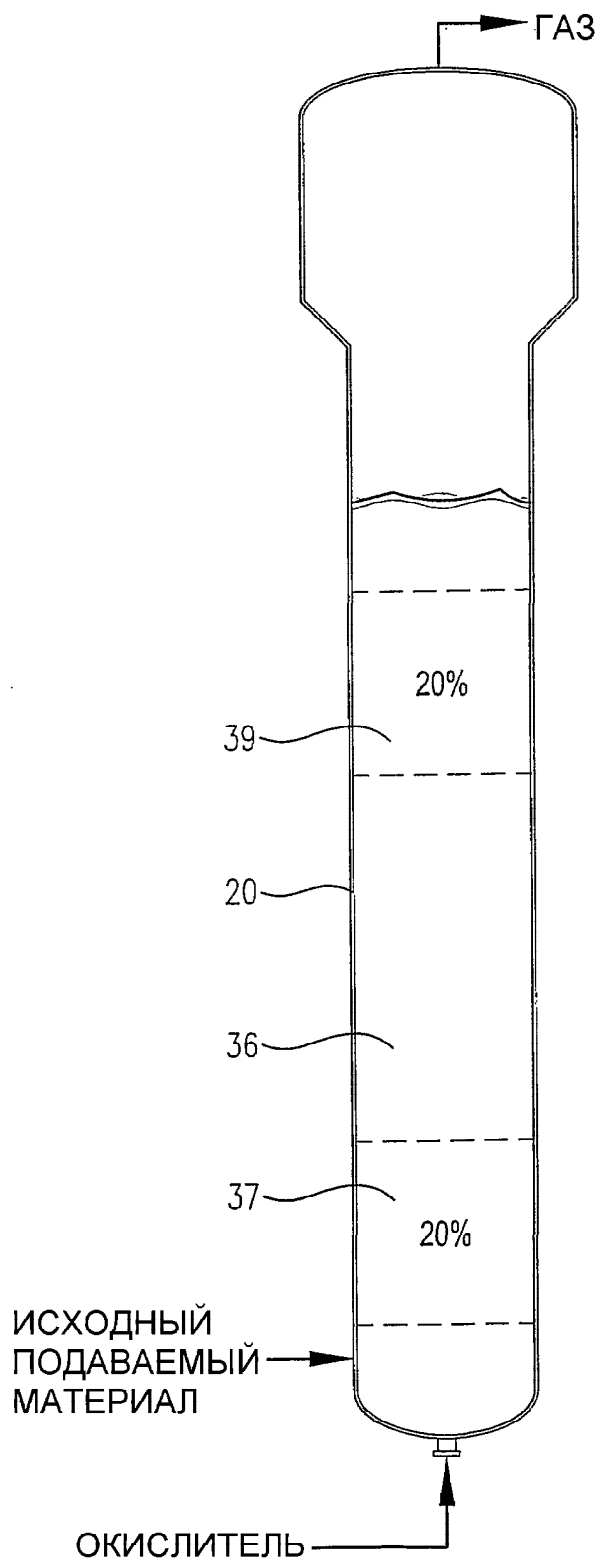
ФИГ. 26



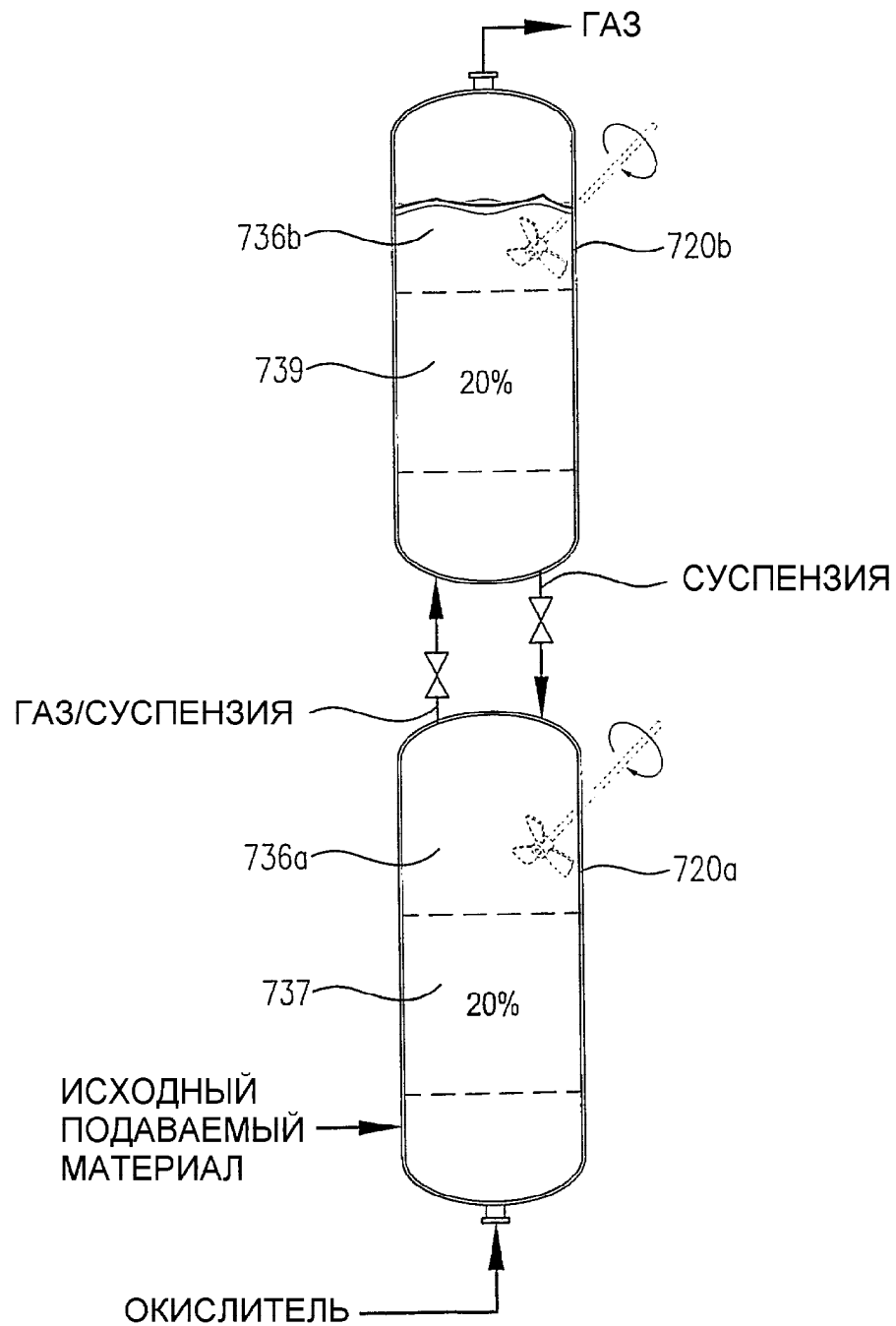
ФИГ. 27



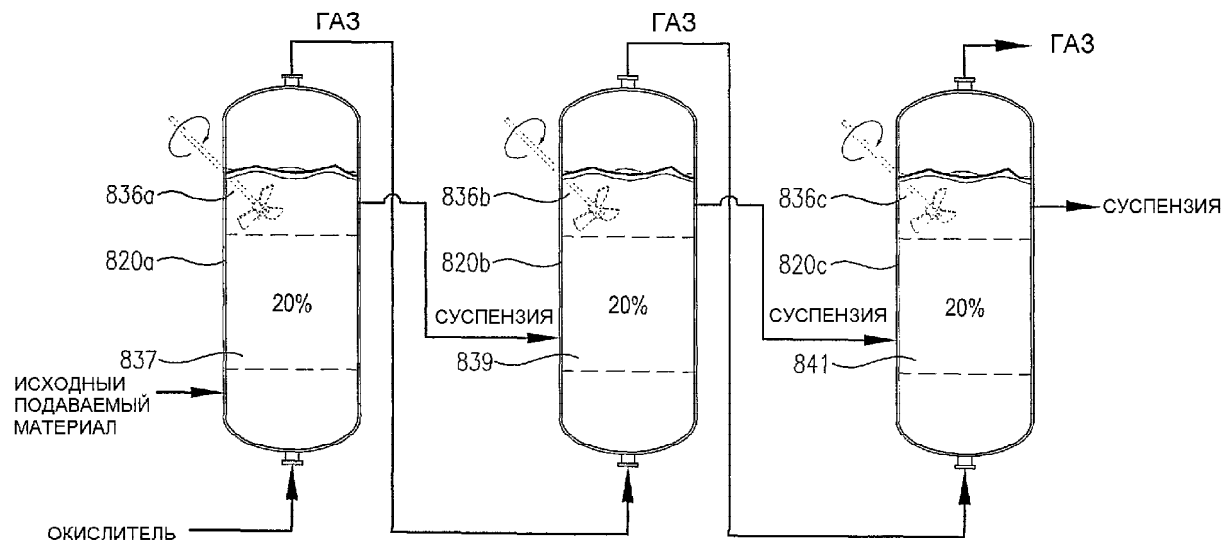
ФИГ. 28



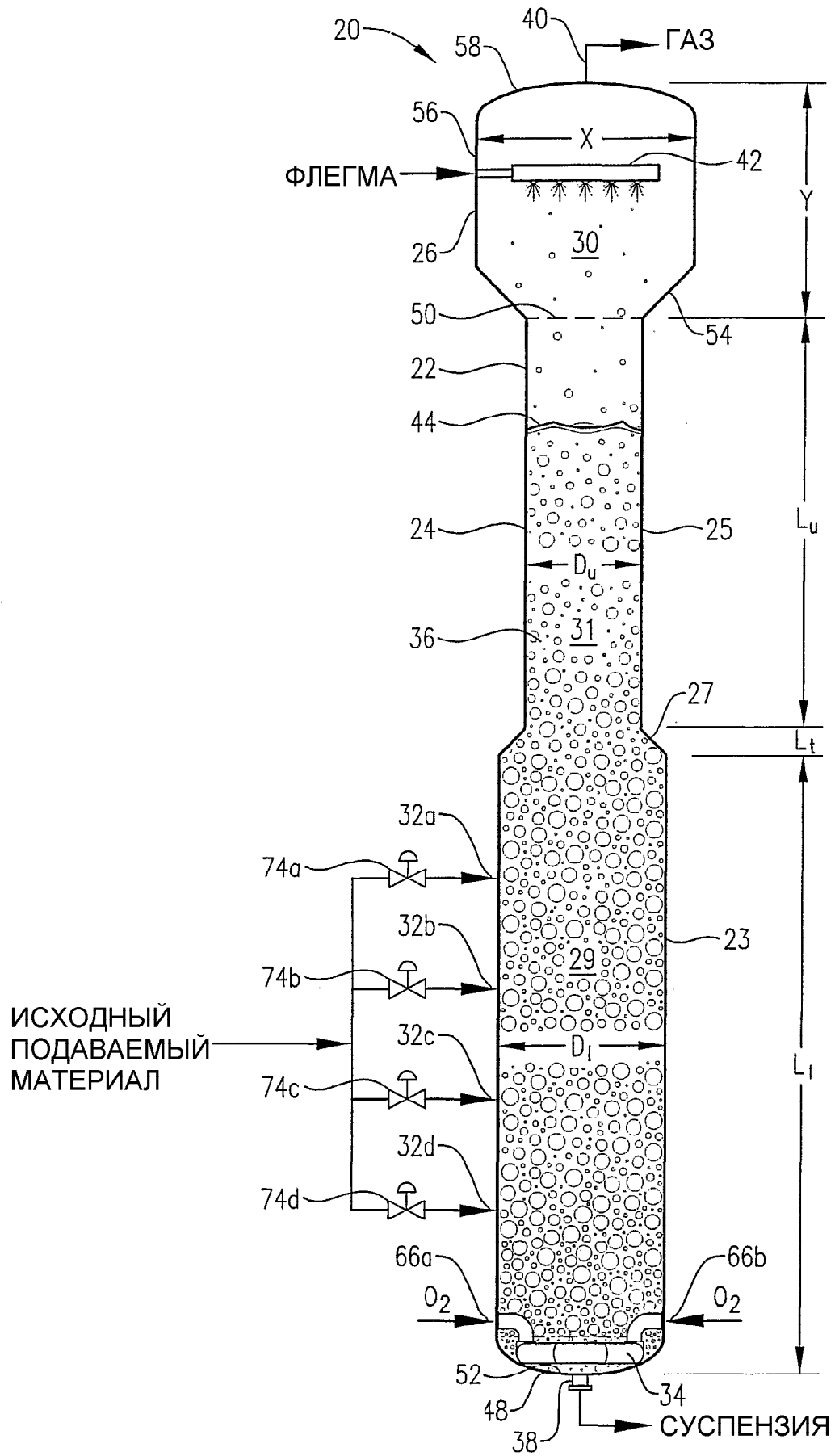
ФИГ. 29



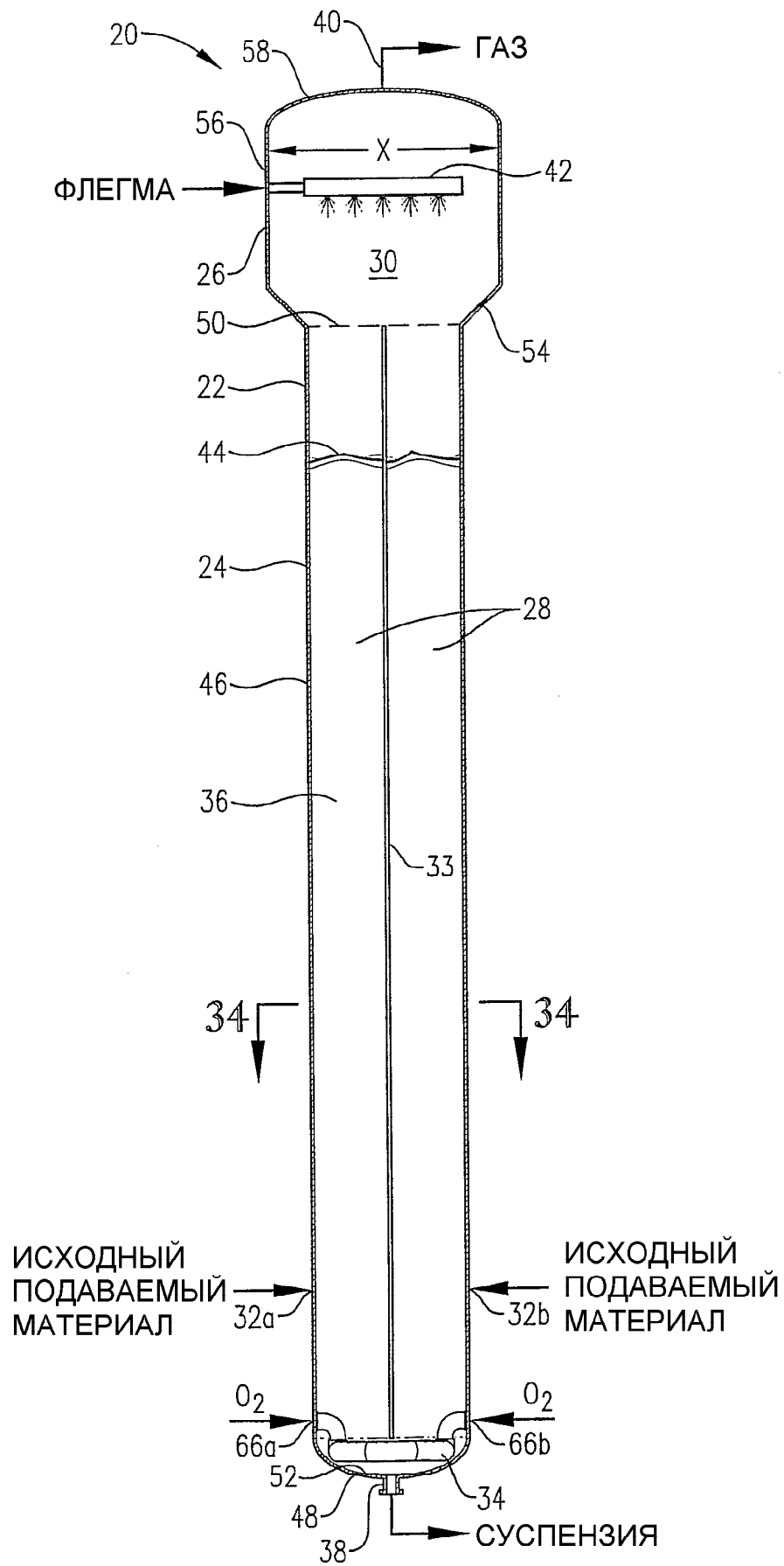
ФИГ. 30



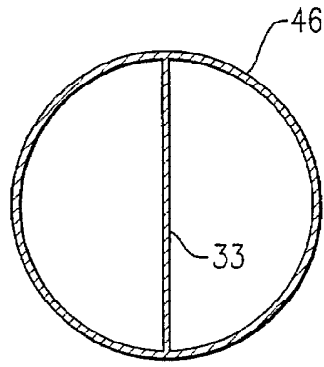
ФИГ. 31



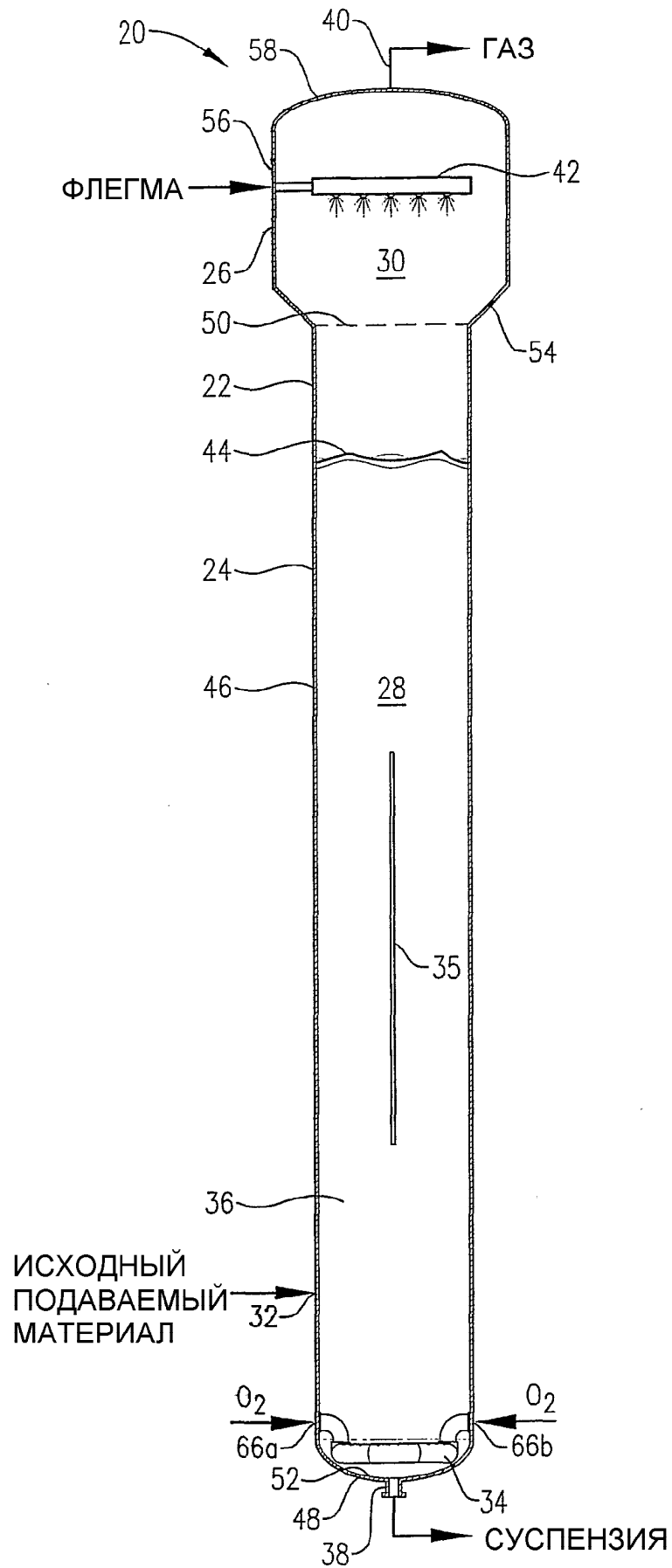
ФИГ. 32



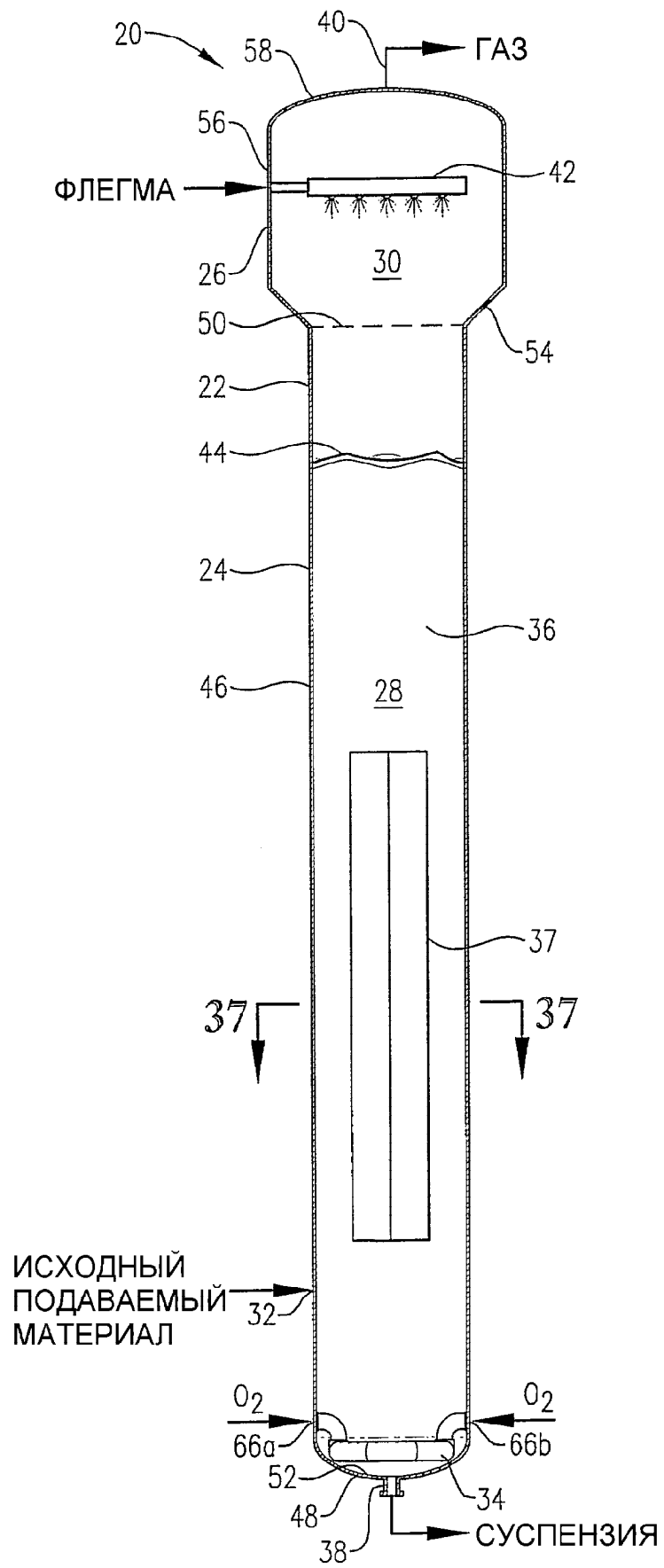
ФИГ. 33



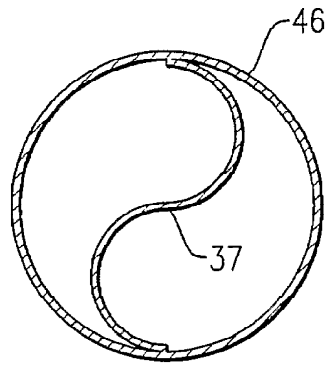
ФИГ. 34



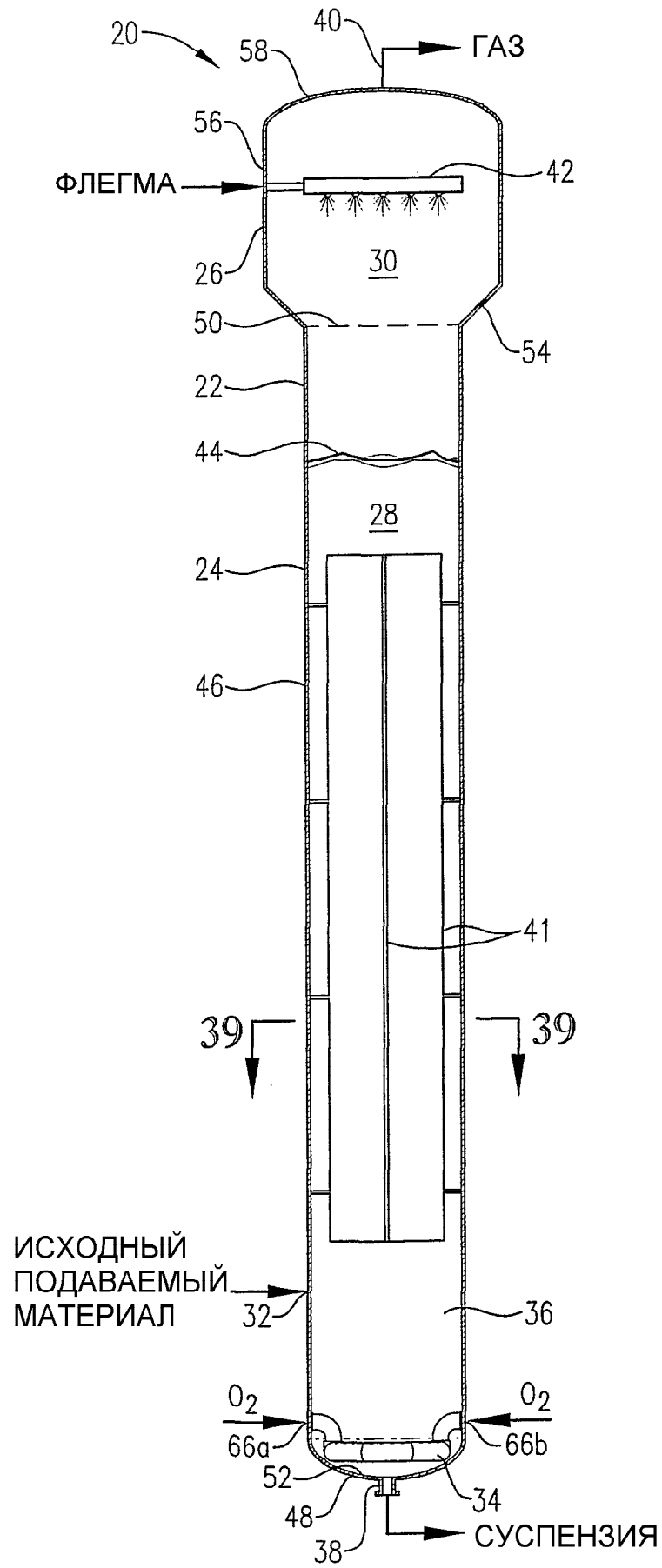
ФИГ. 35



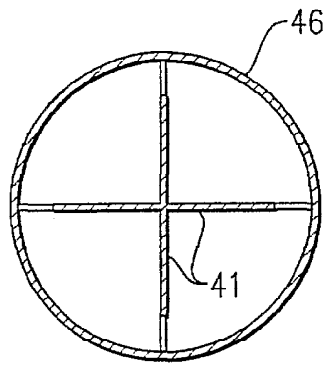
ФИГ. 36



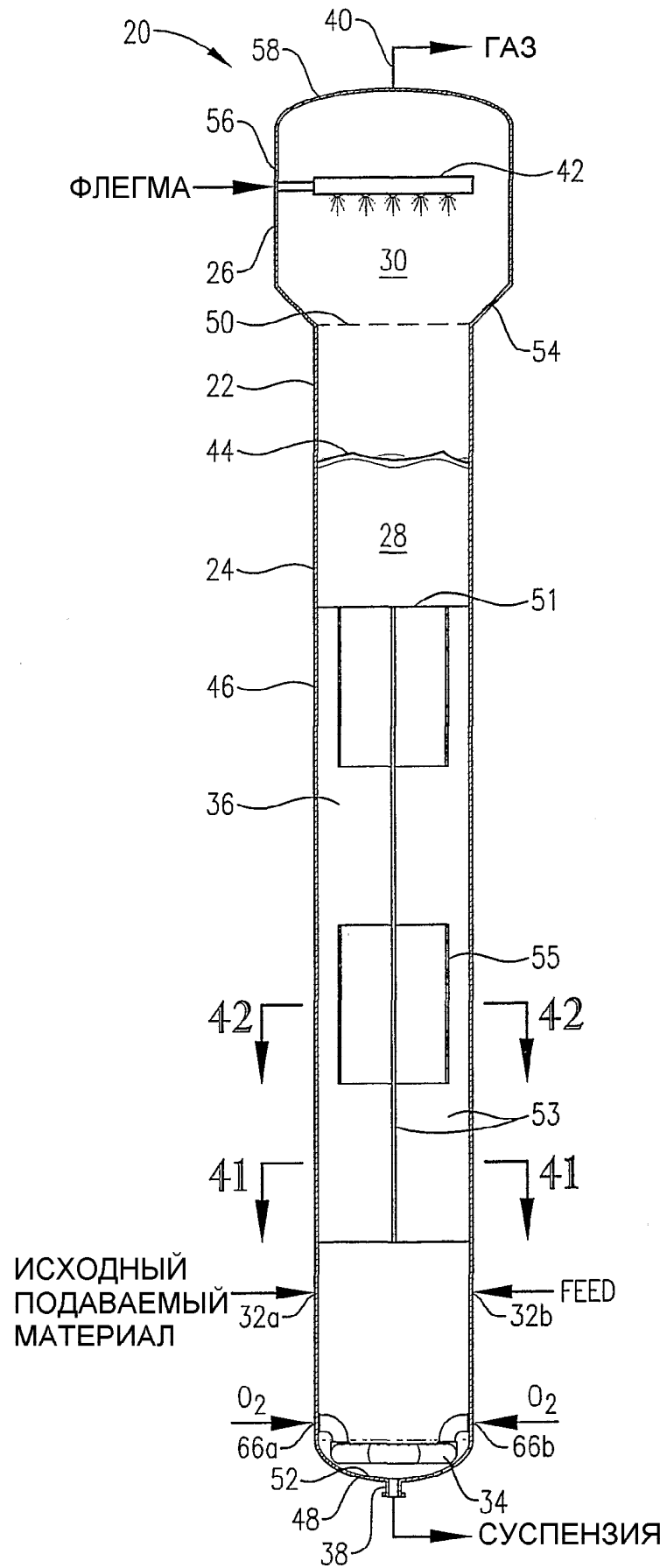
ФИГ. 37



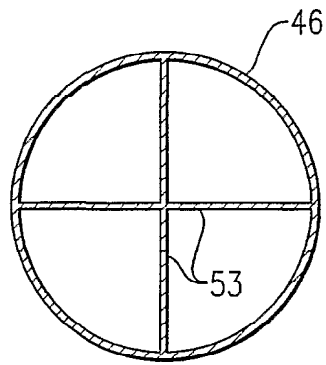
ФИГ. 38



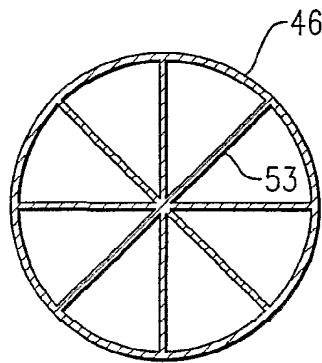
ФИГ. 39



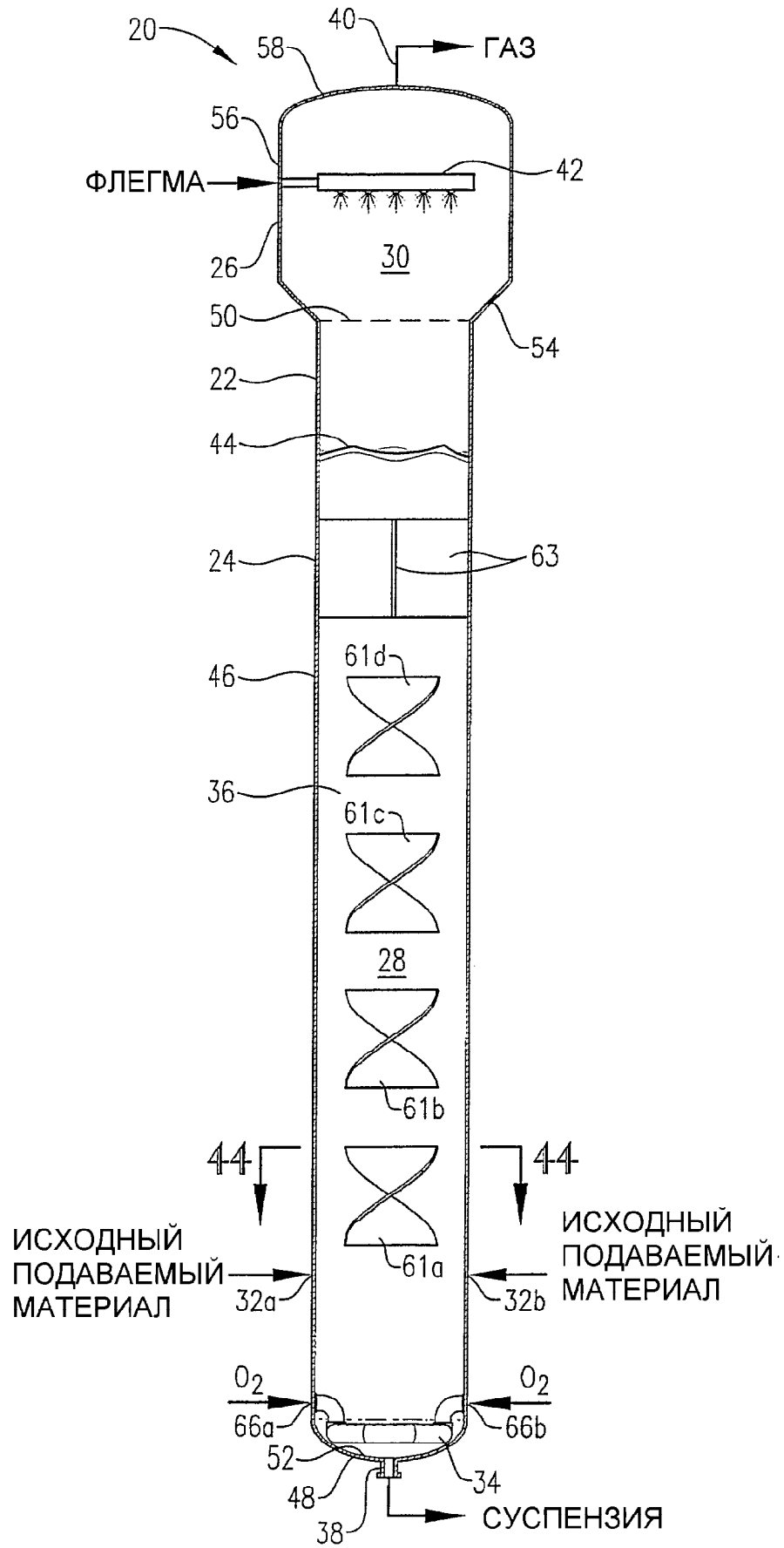
ФИГ. 40



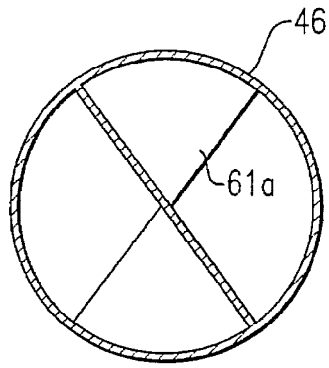
ФИГ. 41



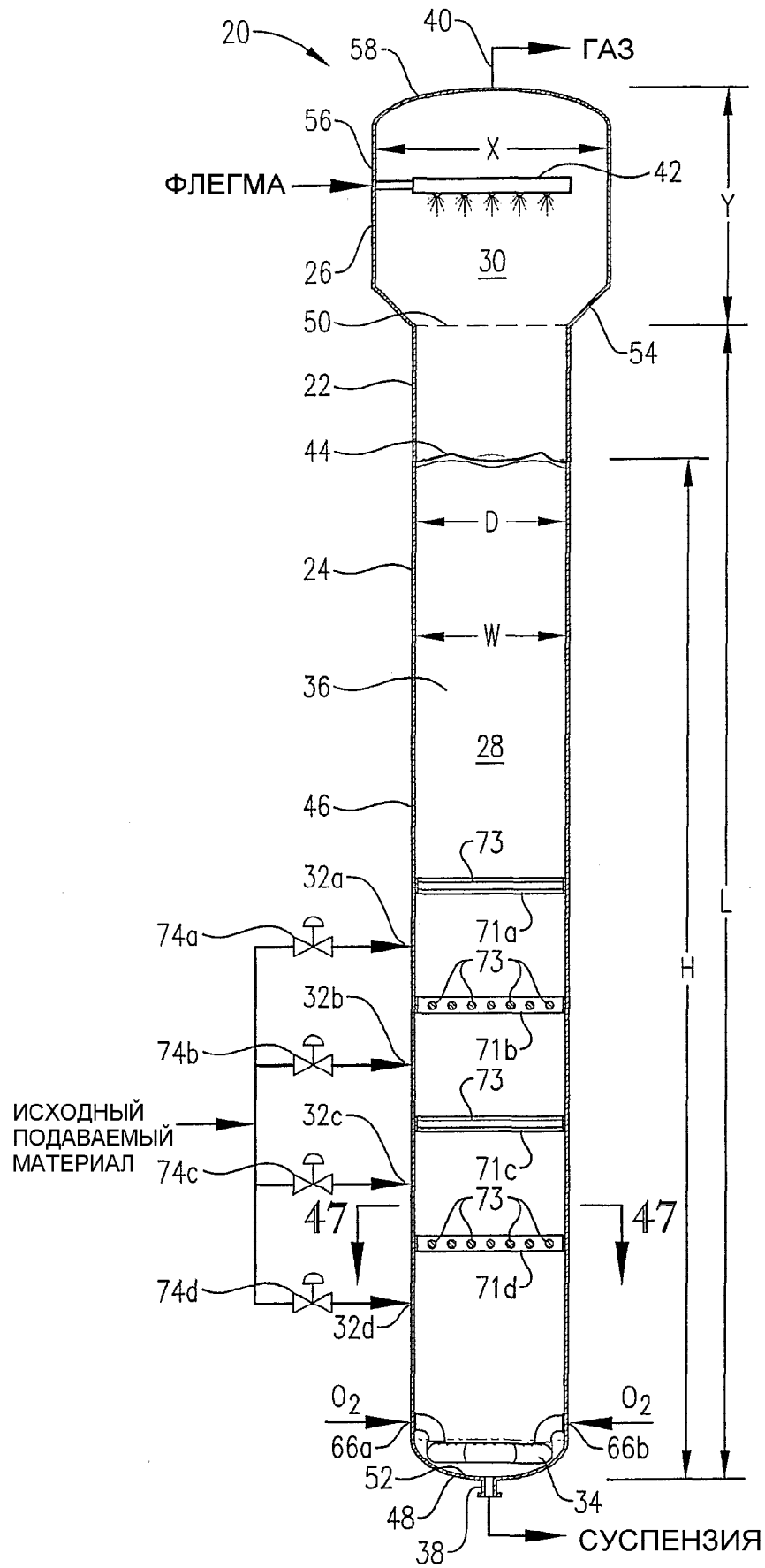
ФИГ. 42



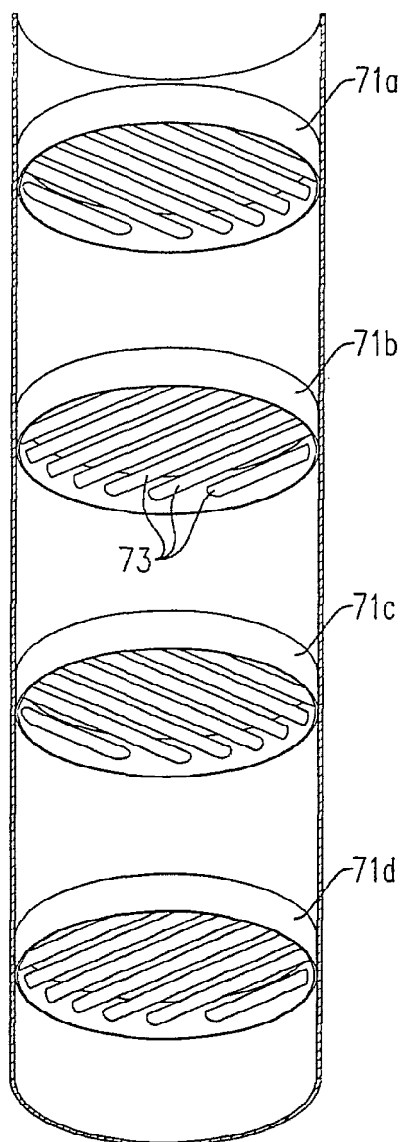
ФИГ. 43



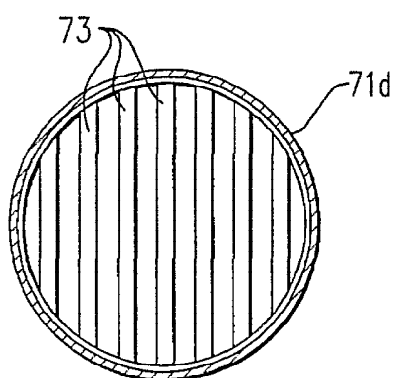
ФИГ. 44



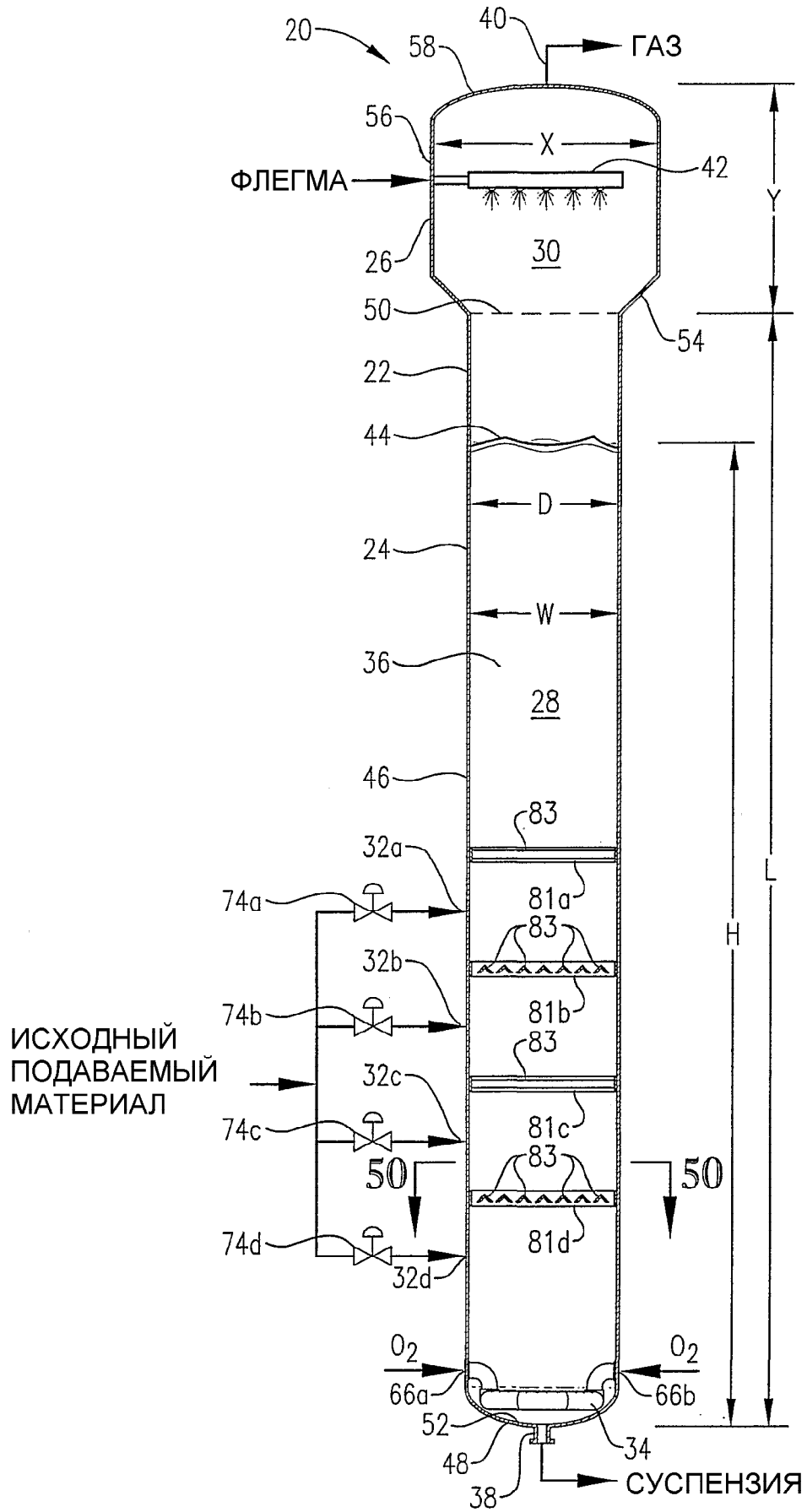
ФИГ. 45



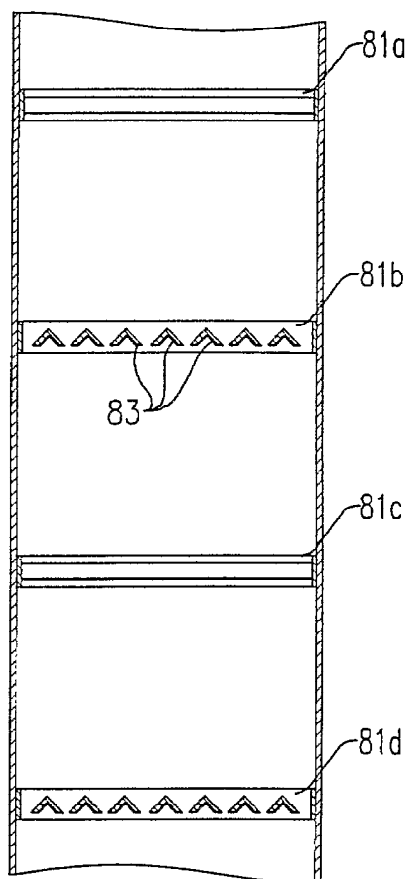
ФИГ. 46



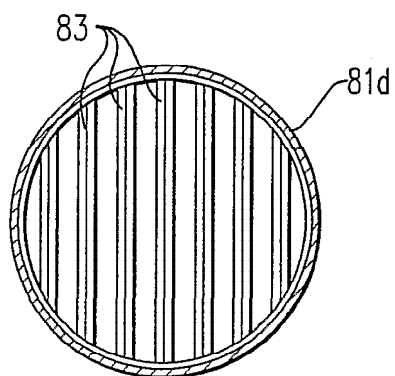
ФИГ. 47



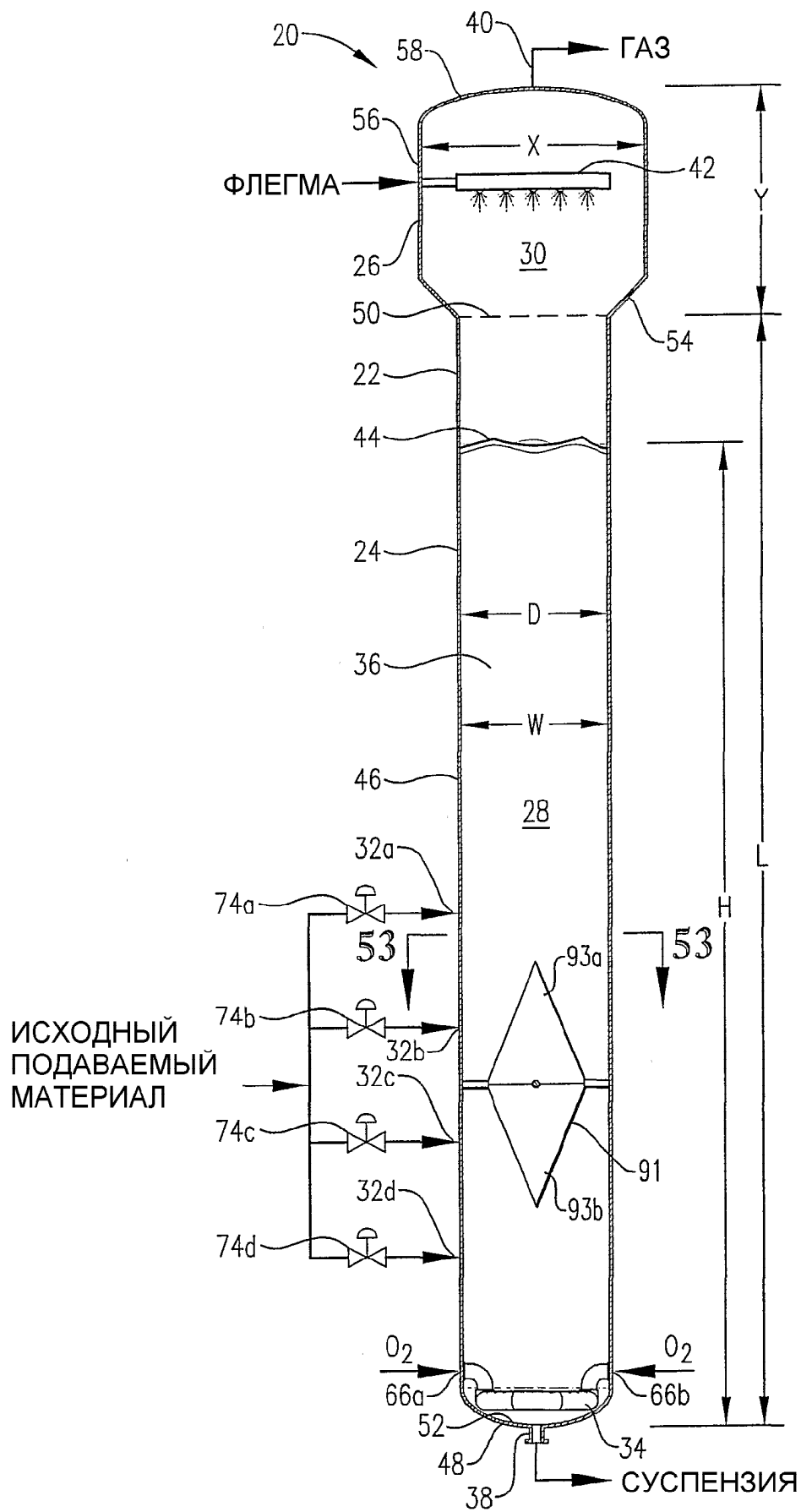
ФИГ. 48



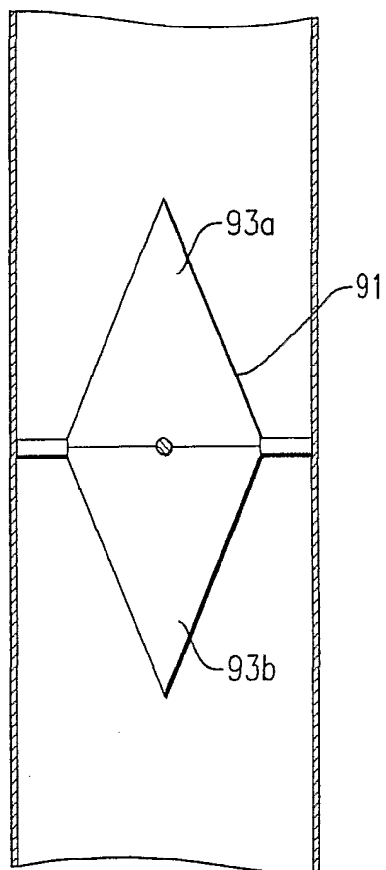
ФИГ. 49



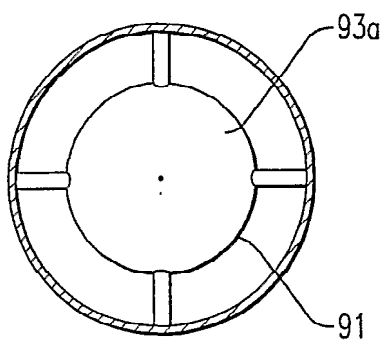
ФИГ. 50



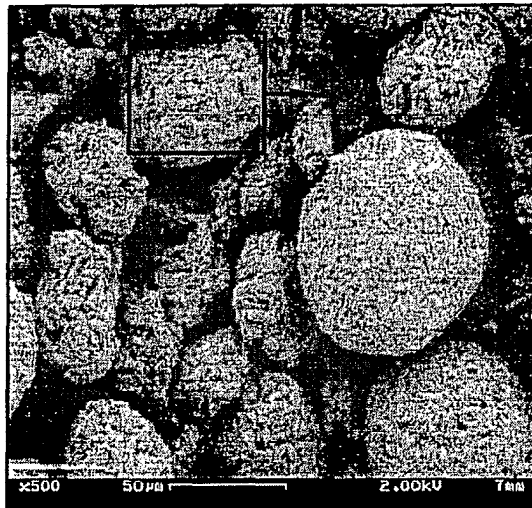
ФИГ. 51



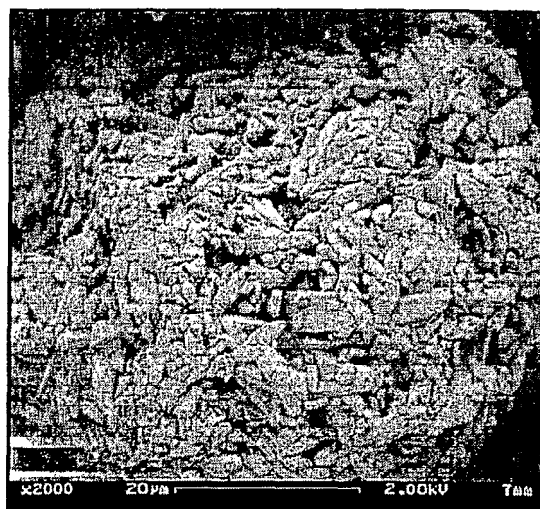
ФИГ. 52



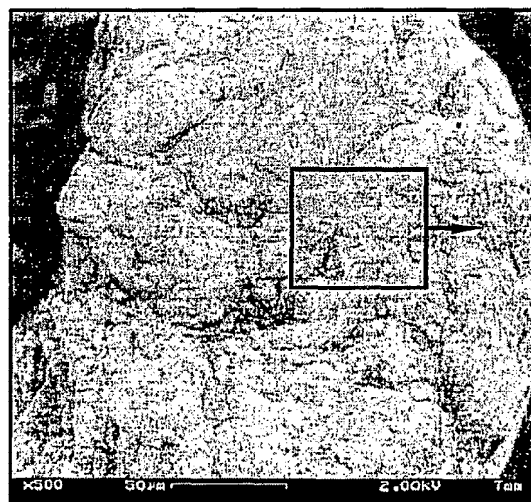
ФИГ. 53



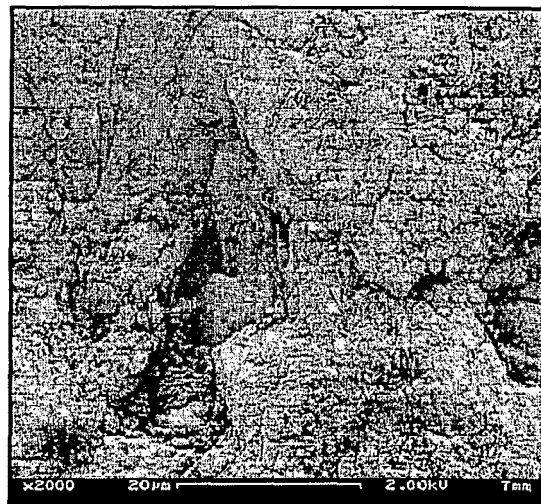
ФИГ. 54А



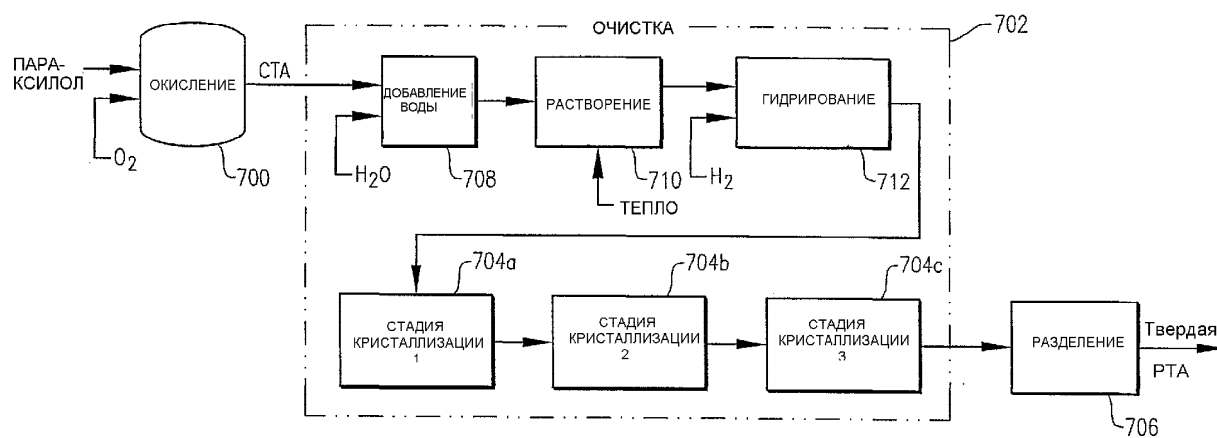
ФИГ. 54В



ФИГ. 55А

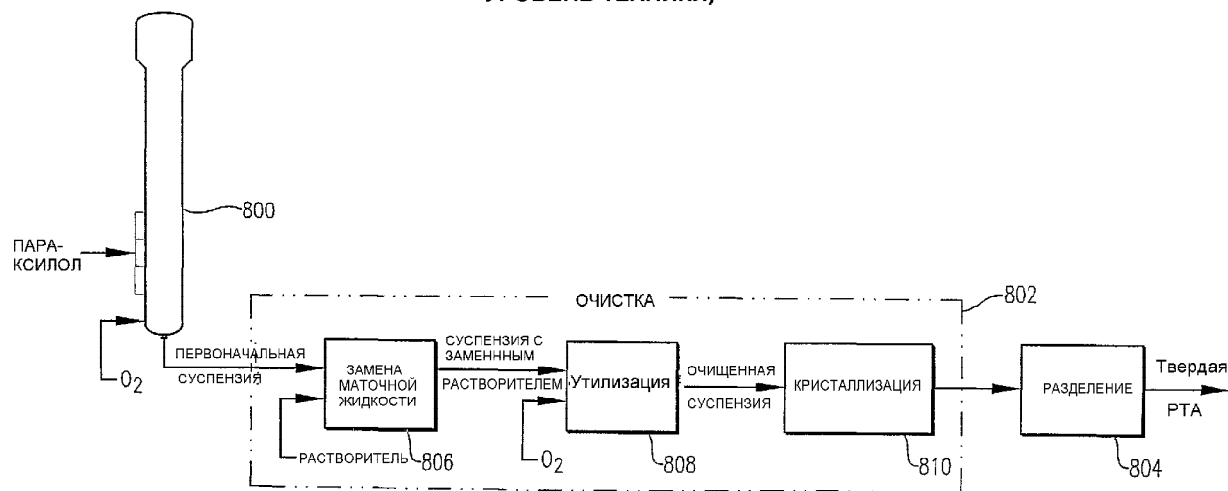


ФИГ. 55В



ФИГ. 56

(ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ
УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ)



ФИГ. 57

Пример	Образующий пара-кислород исходный подаваемый материал, кг/час	Комментарий	D, W, м	Проиндексирован под № 1	Общая высота, м	L, м	L/D	H, м	H/W	Объем среды, м ³	STR, кг/час пара-кислорода на м ³ среды	Масса суспензии, кг	Масса суспензии/расход, образующего пара-кислородом исходного подаваемого материала, час	Падение давления в колонне, МПа
1	7,000	Известная конструкция	2.44	1.0	33.2	32.6	13.4	25.6	10.5	118	59	58,000	8.3	0.12
2	49,000	Предшествующий уровень техники, масштабирование для № 1 за счет Ug, L/D	6.46	1.0	88.0	86.3	13.4	67.8	10.5	2,200	22	1,100,000	22	0.33
3	49,000	Предшествующий уровень техники, масштабирование для № 1 за счет Ug, STR	6.46	1.0	35.2	33.6	5.2	26.1	4.0	828	59	410,000	8.3	0.13
4	49,000	№ 3 плюс торможение на новых вертикальных элементах	6.46	1.0	35.2	33.6	5.2	26.3	4.1	828	59	410,000	8.3	0.13
5	49,000	№ 3 плюс новая перегородка	6.46	1.0	35.2	33.6	5.2	26.1	4.0	828	59	410,000	8.3	0.13
6	49,000	Меньший D; более высокий новый Ug	5.00	1.7	72.5	71.3	14.3	61.3	12.3	1,190	41	420,000	8.7	0.21
7	49,000	Еще более высокий Ug	4.60	2.0	71.9	61.2	13.3	61.2	13.3	1,000	49	320,000	6.5	0.19
8	49,000	№ 7 + более высокий уровень	4.60	2.0	71.9	61.2	13.3	63.2	13.7	1,060	46	330,000	6.8	0.20
9	49,000	№ 7 + двухпозиционная подача исходного подаваемого материала	4.60	2.0	71.9	61.2	13.3	63.7	13.8	1,070	46	340,000	6.9	0.20
10	49,000	Ступенчатое изменение Ug	-----несколько диаметров, смотрите текст-----							1,080	45	400,000	8.1	0.20

Ug = расход газовой фазы на единицу потока на середине высоты реакционной среды

ФИГ. 58