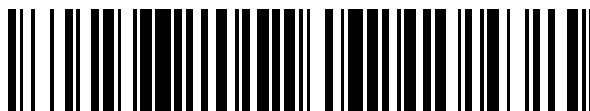


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 523 643**

51 Int. Cl.:

C07C 51/43 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.05.2007 E 07742823 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.08.2014 EP 2017254**

54 Título: **Método de cristalización**

30 Prioridad:

08.05.2006 JP 2006129158

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.11.2014

73 Titular/es:

MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.
(33.3%)
5-2, Marunouchi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-8324 , JP;
TOYOBO CO., LTD. (33.3%) y
MIZUSHIMA AROMA COMPANY, LTD. (33.3%)

72 Inventor/es:

ZAIMA, FUMIYA y
HOSHISHIMA, NIROU

74 Agente/Representante:

URÍZAR ANASAGASTI, Jesús María

ES 2 523 643 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método de cristalización

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso de cristalización en el que una solución de ácido tereftálico o una suspensión que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado se utiliza como materia prima, y más particularmente a un proceso de cristalización multietapa que emplea una pluralidad de recipientes de cristalización en el que una solución de ácido tereftálico o una suspensión que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado se utiliza como materia prima.

Antecedentes de la técnica

15 En general, el ácido tereftálico se produce mediante una reacción de oxidación en fase líquida de compuestos que contienen un grupo p-fenileno, por ejemplo, p-dialquil-bencenos, tales como generalmente p-xileno y después se purifica por diversos métodos. La reacción de oxidación en fase líquida se lleva a cabo normalmente en un disolvente ácido acético en presencia de un catalizador tal como cobalto y manganeso o el catalizador y un promotor tal como un compuesto de bromo y acetaldehído. Como método de purificación de ácido tereftálico en bruto producido por la reacción de oxidación en fase líquida, se conocen diversos métodos tales como el método de disolver el ácido tereftálico en bruto en ácido acético, agua o un disolvente mixto de los mismos en condiciones de alta temperatura y de alta presión y después someter la solución resultante a un tratamiento de hidrogenación catalítica, tratamiento de descarbonilación, tratamiento de oxidación o tratamiento de recristalización y el método de someter una suspensión que contiene cristales de ácido tereftálico parcialmente disueltos en la misma a un tratamiento de inmersión a alta temperatura.

El ácido tereftálico puede ser purificado por combinación de una pluralidad de estos tratamientos. Por ejemplo, una solución de ácido tereftálico o una suspensión que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado que se ha purificado mediante el tratamiento de hidrogenación catalítica, etc., se somete además a tratamiento de cristalización para obtener un ácido tereftálico de gran pureza.

En el tratamiento de cristalización, se puede utilizar en algunos casos la evaporación instantánea de un disolvente. En este caso, una suspensión a baja presión y baja temperatura obtenida por evaporación instantánea del disolvente se somete a separación sólido-líquido para obtener un ácido tereftálico de gran pureza. Además, el tratamiento de cristalización también puede ser realizado mediante un método de cristalización multietapa. En este caso, se puede disponer en serie de una pluralidad de recipientes de cristalización, estando conectados entre sí a través de un conducto de suministro provisto de una válvula de control para controlar una caudal de la suspensión alimentada a través del mismo.

En los tratamientos tales como el tratamiento de cristalización en el que se manipula y trata una suspensión, es importante controlar la solubilidad del ácido tereftálico. Más específicamente, con el fin de mejorar el rendimiento del ácido tereftálico, es importante utilizar las condiciones en las que los mismos cristales precipitan fácilmente. Sin embargo, por otro lado, a menudo es deseable que los cristales se precipiten fuera de los recipientes de cristalización. Por esta razón, en cuanto a las etapas de tratamiento en las que se manipula y trata una suspensión de este tipo, se conocen varias técnicas para evitar la precipitación de los cristales. Por ejemplo, en el documento JP 2004-315456A, se divulga la técnica en la que un aparato de tratamiento de la suspensión dispuesto en una etapa de cristalización de un proceso para producir un ácido tereftálico de gran pureza, se carga con una solución de sellado que tiene una temperatura que varía desde una temperatura 30 °C más baja que la temperatura de la suspensión en el aparato (temperatura de la suspensión - (menos) 30 °C) hasta la temperatura de la suspensión. En la técnica descrita en el documento JP 2004-315456A, se evita que los cristales se depositen sobre los equipos de tratamiento de la suspensión, los cuales incluyen medidores, tales como un medidor de nivel, un medidor de presión y un medidor de flujo, válvulas, tales como una válvula de control, un cojinete agitador y los equipos dispuestos en una línea de extracción de la suspensión tales como una bomba, etc. Asimismo, en el documento JP 2000-86577A se divulga el proceso para producir un ácido tereftálico de gran pureza en el que el ácido tereftálico se cristaliza mediante la adición de una gran cantidad de agua a baja temperatura a una solución acuosa obtenida después de un tratamiento de hidrogenación para reducir la temperatura de la solución acuosa. En la técnica descrita en el documento JP 2000-86577A, se evita la precipitación o deposición de los cristales y se facilita la manipulación de los cristales durante el transporte, etc.

Especialmente en el proceso de cristalización multietapa, es importante controlar la solubilidad del ácido tereftálico y es sabido que un problema así implica que un conducto de suministro sufra una obstrucción debido a la deposición de los cristales de ácido tereftálico precipitados. Esto es debido a que la suspensión que contiene ácido tereftálico a alta presión y alta temperatura experimenta disminución de la presión y la temperatura cuando fluye a través del conducto de suministro. Los cristales de ácido tereftálico precipitados se depositan sobre una superficie de la pared interior del conducto de suministro, estrechando de ese modo la trayectoria de flujo de la suspensión y, finalmente, la obstrucción de la vía de flujo.

El problema anterior relativo a la obstrucción del conducto de suministro puede ser resuelto mediante la interrupción de la etapa de cristalización y la limpieza del interior del conducto de suministro. Sin embargo, este método tiene todavía problemas relativos a la estabilidad del rendimiento o la calidad de los productos. Además, puesto que la precipitación de los cristales es causada en el conducto de suministro dispuesto entre los recipientes de cristalización, el método de prevención de la obstrucción de la vía de flujo simplemente disolviendo los cristales de ácido tereftálico depositados sobre la superficie de la pared interior del conducto de suministro, tiende a reducir el rendimiento de un ácido tereftálico de alta pureza y, por lo tanto, es desventajoso en cuanto a la productividad del mismo. Por lo tanto, a fin de evitar no sólo la obstrucción del conducto de suministro, sino también de lograr un rendimiento estable o la calidad de los productos, la técnica descrita en el documento JP 2004-315456A que se refiere a una técnica de este tipo para evitar la precipitación de los cristales en una posición distinta a la del conducto de suministro y la técnica descrita en el documento JP 2000-86577A utilizando una gran cantidad de agua son ambos insatisfactorias. Por lo tanto, existe una demanda para el desarrollo de técnicas más eficaces.

Descripción de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso de cristalización multietapa utilizando una solución de ácido tereftálico o una suspensión que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado como una materia prima, que no provoca la obstrucción de un conducto de suministro que conecta recipientes de cristalización entre sí incluso después de que el proceso se realice de forma continua durante un período tan largo como de 2 a 6 meses.

Los inventores han probado varios métodos para la prevención de la obstrucción del conducto de suministro tales como la reducción de la longitud del conducto de suministro, el calentamiento del conducto de suministro, el aumento en la caudal de la suspensión que fluye a través del conducto de suministro y el cambio en el patrón de descenso de la temperatura del proceso de cristalización multietapa. Sin embargo, ninguno de estos métodos logra evitar completamente la obstrucción del conducto de suministro.

Como resultado de otras investigaciones intensivas y extensivas para resolver los problemas anteriores, los inventores han descubierto que cuando se realiza el suministro continuo de un disolvente de limpieza a un conducto de suministro que conecta los recipientes de cristalización respectivos entre sí, se puede evitar que el conducto de suministro se obstruya por los cristales de ácido tereftálico precipitados en la etapa de cristalización. La presente invención se ha realizado sobre la base del hallazgo anterior.

Por lo tanto, la presente invención proporciona un proceso de cristalización multietapa que comprende las etapas de:

introducir una solución de ácido tereftálico o una suspensión (suspensión en bruto) que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado a un primer recipiente de cristalización para precipitar el ácido tereftálico en el mismo; e introducir una suspensión (suspensión de cristalización) que contiene el ácido tereftálico precipitado de este modo secuencialmente a los recipientes segundo y posteriores de cristalización, en el que mientras se suministra de forma continua un disolvente de limpieza a un conducto de suministro que conecta el recipiente de cristalización de la etapa anterior con el siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior, la suspensión de cristalización se alimenta a través del conducto de suministro, en el que el disolvente de limpieza se suministra por medio de una boquilla de limpieza, con una velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza en un orificio de alimentación de la boquilla de limpieza de 40 a 200 m/s y el disolvente de limpieza se suministra en una pluralidad de posiciones del circuito de suministro en una posición de 0,3 a 1,5 m de la longitud del circuito de suministro.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso de cristalización multietapa en el que cuando se suministra de forma continua un disolvente de limpieza a un conducto de suministro que conecta dos recipientes de cristalización entre sí, es posible llevar a cabo una operación estable continua sin la obstrucción del conducto de suministro y mejorar la estabilidad del rendimiento o la calidad de un ácido tereftálico de gran pureza.

Realizaciones preferidas para realizar la invención

La presente invención se describe en detalle a continuación.

La presente invención se refiere a un proceso para la cristalización de ácido tereftálico usando un método de cristalización multietapa que se aplica adecuadamente a una etapa de purificación en la producción de un ácido tereftálico de alta pureza a partir de un ácido tereftálico en bruto, caracterizándose el método por la introducción de una suspensión que contiene un ácido tereftálico entre recipientes de cristalización.

El ácido tereftálico en bruto puede ser producido por métodos conocidos convencionalmente, por ejemplo, por una reacción de oxidación en fase líquida de compuestos que contienen un grupo p-fenileno, por ejemplo, p-dialquil bencenos tales como típicamente p-xileno.

El proceso de cristalización de la presente invención se aplica a una etapa de purificación en la producción de un ácido tereftálico de alta pureza a partir del ácido tereftálico en bruto como se describe anteriormente. En la etapa de purificación, los métodos de purificación conocidos convencionalmente se utilizan preferiblemente en combinación de cualesquiera dos o más de los mismos. Por lo tanto, el proceso de cristalización de la presente invención se aplica a una solución de ácido tereftálico o una suspensión que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado (en la presente memoria, la "suspensión" se refiere a veces a una "suspensión cruda"), que se purifica por los métodos de purificación conocidos convencionalmente. Los métodos de purificación conocidos convencionalmente incluyen, por ejemplo, el método de disolver el ácido tereftálico en bruto en ácido acético, agua o un disolvente mixto de los mismos en condiciones de alta temperatura y alta presión y luego someter la solución resultante a tratamiento de hidrogenación catalítica, tratamiento de descarbonilación, tratamiento de oxidación o tratamiento de recristalización, el método de someter a una suspensión que contiene cristales de ácido tereftálico parcialmente disueltos en la misma a un tratamiento de inmersión a alta temperatura, etc. Entre estos métodos de purificación, son preferidos aquellos métodos que utilizan un tratamiento de hidrogenación catalítica desde los puntos de vista de eficacia de la purificación y una calidad estable del ácido tereftálico de alta pureza resultante. El tratamiento de hidrogenación catalítica se lleva a cabo normalmente disolviendo el ácido tereftálico en bruto en agua y sometiendo luego la solución acuosa obtenida a una reacción de hidrogenación catalítica. Al llevar a cabo el tratamiento de hidrogenación catalítica, se produce una solución de ácido tereftálico que tiene una temperatura de aproximadamente 270 °C a aproximadamente 300 °C.

El proceso de cristalización de la presente invención es un proceso de cristalización multietapa en el que se cristaliza una solución o suspensión de ácido tereftálico en bruto a alta presión y alta temperatura en forma de múltiples etapas usando de 2 a 6 recipientes de cristalización dispuestos en serie. Con el fin de cristalizar el ácido tereftálico en los recipientes de cristalización respectivos, se puede utilizar el método de enfriamiento de la solución o suspensión en bruto por evaporación instantánea de un disolvente contenido en el mismo. En el primer recipiente de cristalización (que implica un recipiente de cristalización en el que se carga la solución o suspensión de ácido tereftálico en bruto), el ácido tereftálico se cristaliza mediante un método de enfriamiento de este tipo, produciendo de ese modo una suspensión que contiene el ácido tereftálico así cristalizado (en la presente memoria descriptiva, la "suspensión" se refiere a una "suspensión de cristalización", para distinguirla de la suspensión en bruto).

Los recipientes de cristalización están conectados entre sí a través de un conducto de suministro, de modo que la suspensión de cristalización fluye continuamente desde el recipiente de cristalización de la etapa anterior hasta el siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior a través del conducto de suministro. El conducto de suministro está equipado preferiblemente con una válvula de control para controlar el caudal de la suspensión de cristalización que fluye a través del mismo. La válvula de control se acciona preferiblemente de modo que se determina un grado de apertura de la misma de acuerdo con una señal de salida de operación generada sobre la base de control de retroalimentación de un controlador, controlando de este modo un caudal de la suspensión de cristalización que fluye a través del conducto de suministro. El control de retroalimentación no está particularmente limitado. Por ejemplo, se puede utilizar generalmente el control PID como el control de retroalimentación. El control PID utilizado en la presente memoria significa un control tal en el que el grado de apertura de la válvula de control como un objeto a controlar se aproxima a un valor objetivo mediante el uso de variables de control, incluyendo P (acción proporcional), I (acción integral) y D (acción derivativa). Además, el controlador para controlar la válvula de control es preferiblemente un medidor de nivel proporcionado en el recipiente de cristalización de la etapa anterior.

En el proceso de cristalización multietapa, en general, el primer recipiente de cristalización se mantiene a una temperatura más alta y una presión más alta, y tanto la temperatura como la presión de los recipientes de cristalización respectivos disminuyen en el orden del segundo y tercer recipientes de cristalización (el segundo y tercer recipientes de cristalización son los vasos situados en la segunda posición y la tercera posición, respectivamente, cuando están dispuestos en serie). Por lo tanto, la temperatura interior y la presión dentro del conducto de suministro que conecta los dos recipientes de cristalización adyacentes no son uniformes a lo largo de toda la longitud del mismo y tanto la temperatura como la presión dentro del conducto de suministro disminuyen a medida que la posición en el conducto de suministro se acerca al siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior.

Hasta ahora, si la suspensión de cristalización se suministraba a través de un conducto de suministro que tiene un gradiente de temperatura y presión así, los cristales de ácido tereftálico adicionales tienden a precipitar en el conducto de suministro debido a la disminución de la temperatura y la presión y se depositan sobre la superficie interna de la pared del conducto de suministro.

En la presente invención, mediante el suministro de forma continua de un disolvente de limpieza en el conducto de suministro, la cantidad de los cristales de ácido tereftálico depositados puede reducirse y los cristales de ácido tereftálico, si se depositan, se pueden disolver y separarse del mismo.

En la presente invención, la condición entre el primero y segundo recipientes de cristalización es como sigue. Es decir, en el proceso de cristalización continua multietapa de la presente invención, la solución de ácido tereftálico o de la suspensión que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado se alimenta al recipiente de cristalización de la etapa anterior para precipitar el ácido tereftálico en el mismo, produciendo de esta manera una suspensión que

contiene el ácido tereftálico precipitado y un disolvente, y después la suspensión producida de este modo se alimenta al siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior, en el que mientras continúa el suministro de un disolvente de limpieza al conducto de suministro que conecta el recipiente de cristalización de la etapa anterior y el siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior entre sí, la suspensión que contiene el ácido tereftálico precipitado y el disolvente se alimenta a través del conducto de suministro.

Con el fin de reducir la cantidad de disolvente de limpieza utilizado, el disolvente de limpieza puede ser introducido intermitentemente. Cuando se introduce de forma intermitente, el disolvente de limpieza puede ser suministrado por un período de desde 10 s hasta 1 h a intervalos de desde 10 min hasta 12 h y preferiblemente durante un período de desde 15 s hasta 20 min a intervalos de desde 10 min hasta 6 h.

El disolvente de limpieza tiene preferiblemente la misma composición que la del disolvente contenido en la suspensión de cristalización que fluye a través del conducto de suministro. Como disolvente de limpieza, el agua puede usarse adecuadamente.

La temperatura del disolvente de limpieza es preferiblemente no mayor que una temperatura del recipiente de cristalización de la etapa anterior, pero no inferior a una temperatura del siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior y más preferiblemente no mayor que la temperatura del recipiente de cristalización de la etapa anterior, pero no inferior a una temperatura más alta en 5 °C a la temperatura del siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior (la temperatura del siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior + (más) 5 °C). Cuando la temperatura del disolvente de limpieza se encuentra dentro del intervalo especificado anteriormente, se puede evitar que el ácido tereftálico se deposite en el conducto de suministro y se puede conseguir el efecto de disolver el ácido tereftálico depositado y se puede prevenir un mayor deterioro en el rendimiento del ácido tereftálico.

La cantidad del disolvente de limpieza suministrado es preferiblemente de 0,5 a 15 % en peso, más preferiblemente de 0,5 a 10 % en peso y aún más preferiblemente de 1 a 8 % en peso sobre la base de la cantidad (en una base en peso) de la suspensión de cristalización que fluye a través del conducto de suministro.

El disolvente de limpieza se suministra en el conducto de suministro desde una boquilla de limpieza dispuesta en una dirección horizontal del conducto de suministro y se mezcla con la suspensión de cristalización. El disolvente de limpieza se suministra en una pluralidad de posiciones del conducto de suministro en una posición d 0,3 a 1,5 m de longitud del conducto de suministro. De esa manera, se puede conseguir un excelente efecto de separar los cristales de ácido tereftálico depositados sobre la superficie de la pared interior del conducto de suministro, de manera que se puede evitar que el conducto de suministro se obstruya en una amplia región de una superficie interior del mismo. La válvula de control está dispuesta preferiblemente en el conducto de suministro en su porción más cercana al recipiente de cristalización de la etapa posterior. Por lo tanto, la boquilla de limpieza está generalmente dispuesta en una posición del conducto de suministro entre el recipiente de cristalización de la etapa anterior y la válvula de control.

El disolvente de limpieza se suministra preferiblemente en un ángulo constante φ respecto a la dirección de un flujo de la suspensión de cristalización alimentada a través del conducto de suministro desde un lado en sentido ascendente hasta un lado en sentido descendente del mismo (ángulo φ significa un ángulo entre la dirección de flujo de la suspensión de cristalización y la dirección de alimentación del disolvente de limpieza). Cuando el ángulo φ se mantiene constante, el disolvente de limpieza puede ser suministrado convenientemente en el conducto de suministro sin perturbar el flujo de la suspensión de cristalización dentro del conducto de suministro en mayor medida de lo necesario. El ángulo φ es preferiblemente de 30 a 60° y más preferiblemente de 35 a 55°.

La boquilla de limpieza utilizada para suministrar el disolvente de limpieza en el conducto de suministro se proporciona preferiblemente con un orificio de alimentación estrangulado en su posición muy cerca del conducto de suministro con el fin de aumentar de manera efectiva una velocidad de avance lineal del disolvente de limpieza. Con el fin de separar principalmente los cristales de ácido tereftálico depositados sobre la superficie de la pared interior del conducto de suministro, la velocidad de avance lineal del disolvente de limpieza es de 40 a 200 [m/s].

Ejemplos de un material del conducto de suministro incluyen los utilizados generalmente en una etapa de purificación de un proceso para producir un ácido tereftálico de alta pureza, tal como un material de acero inoxidable, un material Hastelloy y un material de titanio. Entre estos materiales, se prefiere el material de titanio capaz de formar una superficie dura y lisa que tiene una fuerte propiedad de anti-corrosión, ya que los cristales de ácido tereftálico apenas se depositan sobre el mismo en las condiciones durante el uso.

El contenido del ácido tereftálico en la suspensión de cristalización fluye a través del conducto de suministro que conecta los recipientes de cristalización entre sí, se puede determinar de acuerdo con la cantidad de ácido tereftálico en bruto mezclado en la etapa de purificación, la temperatura de la reacción de hidrogenación catalítica, las condiciones de cristalización (tales como número de etapas de cristalización, los patrones de temperatura de cristalización y la cantidad del disolvente que se hace pasar a través de recipientes de cristalización respectivos), etc. El contenido del ácido tereftálico en la suspensión de cristalización es preferiblemente de 5,0 a 45,0 % en peso y

más preferiblemente de 10,0 a 37,0 % en peso.

El caudal de la suspensión de cristalización que fluye a través del conducto de suministro que conecta los recipientes de cristalización entre sí se puede ajustar a fin de no provocar la precipitación de los cristales de ácido tereftálico en el conducto de suministro y es preferiblemente de 0,5 a 4,0 m/s⁻¹ y más preferiblemente de 0,7 a 3,0 [m/s].

La longitud del conducto de suministro que conecta los recipientes de cristalización entre sí es preferiblemente lo más corta posible desde el punto de vista de evitar la obstrucción del mismo. Sin embargo, no es posible reducir extremadamente una longitud del conducto de suministro, debido a las limitaciones de espacio para la instalación de los recipientes de cristalización dentro de la planta. La longitud del conducto de suministro es preferiblemente de 1,0 a 15,0 M y más preferiblemente de 2,0 a 10,0 m.

Ejemplos

La presente invención se describe con más detalle haciendo referencia a los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1

Utilizando un aparato de producción de ácido tereftálico de alta pureza a escala comercial, el ácido tereftálico en bruto fue producido por un método de oxidación en fase líquida. En la etapa de purificación, el ácido tereftálico en bruto obtenido por el método de oxidación en fase líquida se sometió a reacción de hidrogenación catalítica a 281 °C y la solución de ácido tereftálico como la solución de reacción resultante se introdujo en el primer recipiente de cristalización donde el agua como disolvente se evaporó por evaporación instantánea para producir una suspensión de cristalización que tenía una temperatura de aproximadamente 250 °C. La suspensión de cristalización obtenida de este modo que tiene una temperatura de aproximadamente 250 °C se introdujo continuamente al segundo recipiente de cristalización manteniendo la temperatura a aproximadamente 220 °C a través de un conducto de suministro (hecho de titanio y que tiene una longitud de 6,5 m) equipado con una válvula de control a un caudal de 127,0 toneladas por hora de flujo (contenido de ácido tereftálico en la suspensión: 27,4 % en peso). En este momento, el agua caliente calentada a 235 °C se suministró continuamente en el conducto de suministro de cinco boquillas de limpieza a un caudal de 5,1 toneladas por hora (4,0 % en peso del caudal de la suspensión de cristalización).

(Velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza en un orificio de alimentación de cada boquilla de limpieza: 110 [m/s]; ángulo de alimentación del disolvente de limpieza: 45°; caudal de la suspensión: 2,5 [m/s])

Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado de forma continua durante 4 meses de una manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

EJEMPLO 2

El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto que el agua caliente calentada a 230 °C se suministró a un caudal de 9,2 toneladas por hora (7,3 % en peso del caudal de la suspensión; velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza a un orificio de alimentación de cada boquilla de limpieza: 199 [m/s]). Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado continuamente durante 6 meses de una manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

EJEMPLO 3

El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto para el uso de un conducto de suministro de acero inoxidable. Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado continuamente durante 3 meses de una manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

EJEMPLO 4

El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto que se utilizaron 10 boquillas de limpieza (velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza en un orificio de alimentación de cada boquilla de limpieza: 55 [m/s]). Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado continuamente durante 5 meses de una manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

EJEMPLO 5

El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto que el agua caliente calentada a 230 °C se suministró a un caudal de 2,5 toneladas por hora (2,0 % en peso del caudal de la suspensión; velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza a un orificio de alimentación de cada boquilla de limpieza: 55 [m/s]). Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado de forma continua durante 4 meses de una

manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

EJEMPLO 6 (no es parte de la invención)

5 El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto para el uso de sólo una boquilla de limpieza (velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza en un orificio de alimentación de la boquilla de limpieza: 138 [m/s]). Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado continuamente durante 2 meses de una manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

10 EJEMPLO 7 (no es parte de la invención)

El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto que la velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza en un orificio de alimentación de cada boquilla de limpieza se cambió a 18 [m/s]. Como resultado, se confirmó que el proceso fue capaz de ser operado continuamente durante 2 meses de una manera estable sin que se produjese la obstrucción del conducto de suministro.

EJEMPLO COMPARATIVO 1

20 El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto que en la alimentación no se utilizó disolvente de limpieza y se usó un conducto de suministro de acero inoxidable. Como resultado, se confirmó que cuando se operaba durante 5 días, el conducto de suministro se obstruía.

EJEMPLO COMPARATIVO 2

25 El mismo proceso operativo que en el Ejemplo 1 se repitió excepto que en la alimentación no se utilizó disolvente de limpieza. Como resultado, se confirmó que cuando se operaba durante 7 días, el conducto de suministro sufría obstrucción.

Aplicabilidad industrial

30 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso de cristalización multietapa que puede ser operado de forma continua de una manera estable sin la obstrucción de un conducto de suministro que conecta dos recipientes de cristalización entre sí y es capaz de mejorar una estabilidad de rendimiento o calidad de un ácido tereftálico de alta pureza producido.

35

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de cristalización multietapa que comprende las etapas de:

- 5 introducir una solución de ácido tereftálico o una suspensión (suspensión en bruto) que contiene ácido tereftálico parcialmente precipitado a un primer recipiente de cristalización para precipitar el ácido tereftálico en el mismo; e
- 10 introducir una suspensión (suspensión de cristalización) que contiene el ácido tereftálico precipitado de este modo secuencialmente a los recipientes segundo y posteriores de cristalización, suministrar de forma continua un disolvente de limpieza a un conducto de suministro que conecta el recipiente de cristalización de la etapa anterior con el siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior, mientras que la suspensión de cristalización se alimenta a través del conducto de suministro, en el que el disolvente de limpieza se suministra por medio de una boquilla de limpieza, con una velocidad de alimentación lineal del disolvente de limpieza en un orificio de alimentación de la boquilla de limpieza de 40 a 200 m/s y
- 15 suministrar el disolvente de limpieza en una pluralidad de posiciones del circuito de suministro en una posición de 0,3 a 1,5 m de la longitud del circuito de suministro.
- 20 2. El proceso de cristalización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ácido tereftálico precipita en los recipientes de cristalización respectivos por enfriamiento usando un método de evaporación instantánea de un disolvente contenido en la solución o suspensión.
- 25 3. El proceso de cristalización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente de limpieza tiene la misma composición que la de un disolvente contenido en la suspensión de cristalización.
4. El proceso de cristalización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la temperatura del disolvente de limpieza no es mayor que la temperatura del recipiente de cristalización de la etapa anterior, pero no inferior a una temperatura del siguiente recipiente de cristalización de la etapa posterior.
- 30 5. El proceso de cristalización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la cantidad de disolvente de limpieza suministrado es de 1 a 8 % en peso sobre la base de la cantidad de la suspensión de cristalización que fluye a través del conducto de suministro.
- 35 6. El proceso de cristalización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente de limpieza se suministra al conducto de suministro en un ángulo de 30 a 60° respecto a la dirección del flujo de la suspensión de cristalización alimentada a través del conducto de suministro desde un lado en sentido ascendente a un lado en sentido descendente del mismo.
- 40 7. El proceso de cristalización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el conducto de suministro está fabricado de un material de titanio.