



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК
C07C 51/47 (2006.01)
B01D 24/38 (2006.01)
B01D 33/06 (2006.01)
B01D 33/70 (2006.01)
C07C 63/26 (2006.01)
C07C 51/42 (2006.01)
C07C 51/43 (2006.01)
C07C 63/04 (2006.01)
C07C 63/15 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007119558/04, 12.10.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.10.2005

(30) Конвенционный приоритет:
 28.10.2004 US 10/975,256
 28.10.2004 US 10/975,252

(43) Дата публикации заявки: 10.12.2008

(45) Опубликовано: 20.07.2010 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 2964559 A, 13.12.1960. US 3950409 A,
13.04.1976. US 4356319 A, 26.10.1982. RU
2128641 C1, 10.04.1999.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: 28.05.2007

(86) Заявка РСТ:
US 2005/036541 (12.10.2005)

(87) Публикация РСТ:
WO 2006/049818 (11.05.2006)

Адрес для переписки:
129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пov. Е.Е.Назиной

(72) Автор(ы):

ГИБСОН Филип Эдвард (US),
ПАРКЕР Кенни Рандольф (US),
ДЖЕНКИНС Хауард Вуд мл. (US)

(73) Патентообладатель(и):
ИСТМАН КЕМИКАЛ КОМПАНИ (US)

2 3 9 4 8 0 8
C 2

R U

R U
2 3 9 4 8 0 8
C 2

(54) СПОСОБ УДАЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ ИЗ ОКИСЛЕННОГО ПОТОКА СБРОСА

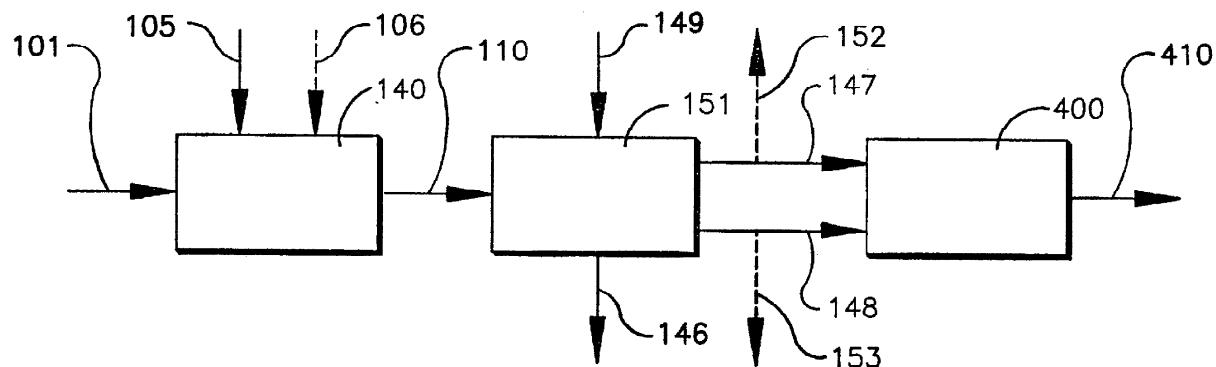
(57) Реферат:

Изобретение относится к усовершенствованному способу, который относится к удалению примесей и извлечению маточного раствора и промывного фильтрата из отводимого потока реактора окисления, образующегося при синтезе карбоновой кислоты, обычно терефталевой кислоты. Способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса, представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической карбоновой кислоты из

образованной в зоне окисления суспензии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего ароматическую карбоновую кислоту, воду, растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включает (а) направление окисленного потока сброса в зону обогащения твердыми частицами для осаждения твердых частиц с образованием суспензии потока сброса посредством охлаждения суспензии потока сброса, добавления осаждающего агента, удаления растворителя или сочетания охлаждения и добавления осаждающего

агента, (б) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для образования фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, причем зона разделения включает по меньшей мере

одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма), (с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления. 3 н. и 41 з.п. ф-лы, 4 ил.



ФИГ.2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
C07C 51/47 (2006.01)
B01D 24/38 (2006.01)
B01D 33/06 (2006.01)
B01D 33/70 (2006.01)
C07C 63/26 (2006.01)
C07C 51/42 (2006.01)
C07C 51/43 (2006.01)
C07C 63/04 (2006.01)
C07C 63/15 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 2007119558/04, 12.10.2005

(24) Effective date for property rights:
12.10.2005

(30) Priority:

(43) Application published: 10.12.2008

(45) Date of publication: 20.07.2010 Bull. 20

(85) Commencement of national phase: **28.05.2007**

(86) PCT application:
US 2005/036541 (12.10.2005)

(87) PCT publication:
WO 2006/049818 (11.05.2006)

Mail address:
129090, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. E.E.Nazinoj

(72) Inventor(s):

GIBSON Filip Ehdvard (US),
PARKER Kenni Randol'f (US),
DZhENKINS Khauard Vud ml. (US)

(73) Proprietor(s):

R U 2 3 9 4 8 0 8 C 2

(54) METHOD OF SEPARATING IMPURITIES FROM OXIDISED FLOW OF DUMP

(57) Abstract:

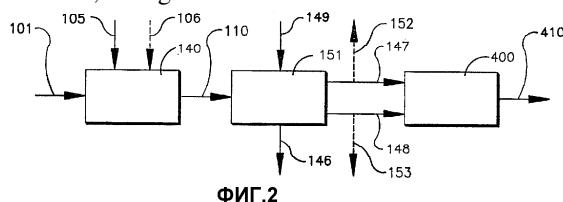
FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to removal of impurities and mother solution and wash filtrate extraction from oxidising reactor discharge flow formed in synthesis of carboxylic acid, usually, terephthalic acid. Proposed method comprises: (a) directing oxidised flow in zone of enrichment by solid particles to settle solid particles and form dumping flow suspension via cooling it, adding settling agent, removing solvent or combining said cooling and adding; (b) separating dumping flow suspension in separation zone to form filter pad and mother solution and forced flushing of said filter pad at high pressure in said separation zone by flushing fluid flow comprising water and, not

obligatorily, solvent to form washed pad. Note here that said separation zone comprises at least one filter device operated at pressure and comprising at least one filter cell. Note also that said filter cell accumulates layer of filter pad with depth of at least 0.635 cm (0.25 inch), "c" directing at least a portion of flushing filtrate and at least a portion of mother solution to oxidising zone.

EFFECT: higher efficiency.

44 cl, 4 dwg



ОБЛАСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

5 Данное изобретение относится к удалению примесей и извлечению маточного раствора и промывного фильтрата из окисленного потока сброса, произведенных в синтезе карбоновой кислоты, обычно терефталевой кислоты, и затем к последующему направлению по меньшей мере части маточного раствора и/или промывного фильтрата обратно в зону окисления, включающую по меньшей мере один реактор окисления.

ПРЕДПОСЫЛКИ СОЗДАНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

10 Терефталевую кислоту получают в промышленности окислением параксилола в присутствии катализатора, такого как, например, Co, Mn, Br, и растворителя. Терефталевая кислота используется в производстве полиэфирных волокон, пленок и смол и должна быть дополнительна обработана для удаления примесей, образованных в результате окисления параксилола.

15 20 Терефталевая кислота (ТФК) является промежуточным продуктом в производстве полиэфиров для применения в пластиках и волокнах. Пример способа производства ТФК показан на фиг.1. Промышленные способы производства ТФК часто основаны на катализируемом тяжелыми металлами окислении параксилола, обычно с бромидным промотором в растворителе - уксусной кислоте, или комбинации этих веществ, известных как реакционная смесь 405. Вследствие ограниченной растворимости ТФК в уксусной кислоте при практических условиях окисления, обычно образованной в реакционной зоне 400, которая содержит по меньшей мере один реактор окисления, обычно образуется суспензия кристаллов ТФК. Обычно 25 30 суспензию ТФК 410 реактора окисления выводят из зоны окисления 400, и затем твердая ТФК может быть отделена от окисленного маточного раствора 415 в зоне разделения 430 твердое-жидкость с использованием обычных способов разделения твердое-жидкость. Маточный раствор окислителя 415, который содержит большую часть катализатора и промотора, использованных в способе, возвращают в цикл в зону окисления 400, включающую по меньшей мере один реактор. Кроме катализатора и промотора маточный раствор окислителя 415 содержит также растворенную ТФК и много побочных продуктов и примесей. Эти побочные 35 40 продукты и примеси возникают частично из незначительных примесей, присутствующих в потоке параксилольного сырья. Другие примеси возникают вследствие неполного окисления параксилола, в результате чего образуются продукты частичного окисления. При окислении параксилола в терефталевую кислоту образуются и другие побочные продукты в результате конкурирующих побочных реакций. В патентах США 4158738 и 3996271 описано получение терефталевой 45 кислоты, которые включены посредством ссылки во всей их полноте в той степени, которая не противоречит заявленному здесь.

Твердая ТФК может быть подвергнута разделению твердое-жидкость, при котором используют свежий растворитель 420 для того, чтобы вытеснить основную часть 45 жидкого компонента маточного раствора окислителя 415. После сушки твердые частицы ТФК загрязняются примесями, которые присутствовали в маточном растворе окислителя 415, поскольку эти примеси могут быть включены в твердые частицы ТФК.

50 Примеси присутствуют также вследствие окклюзии в кристаллическую структуру ТФК и вследствие неполного удаления маточного раствора окислителя 415 промывкой свежим растворителем 420.

Многие из примесей в потоке маточного раствора окислителя 415, который возвращают в цикл, являются относительно инертными к дальнейшему окислению.

5 Такие примеси включают, например, изофталевую кислоту, фталевую кислоту и тримеллитовую кислоту. Присутствуют также примеси, которые могут подвергаться дальнейшему окислению, такие как, например, 4-карбоксибензальдегид, п-толуоловая кислота и п-толуальдегид. Инертные к окислению примеси имеют тенденцию накапливаться в маточном растворе окислителя 415 при рециркуляции. Концентрация этих инертных примесей в маточном растворе окислителя 415 будет возрастать до тех пор, пока не будет достигнуто равновесие, при котором скорость удаления каждой примеси из продуктовой ТФК балансируется со скоростью образования и скоростью накопления в процессе окисления. Обычный уровень содержания примесей в технической терефталевой кислоте делает ее непригодной для непосредственного использования в большинстве применений для полимеров.

10 Обычно терефталевую кислоту очищают или превращением в диметиловый эфир, или растворением в воде с последующим гидрированием на стандартных 15 катализаторах гидрирования. В последнее время для получения ТФК полимерной кондиции используют вторичные окислительные обработки. Желательно минимизировать концентрацию примесей в маточном растворе и тем самым облегчить последующую очистку ТФК. В некоторых случаях невозможно получить очищенную 20 ТФК полимерной кондиции, если не используют определенные средства удаления примесей из маточного раствора окислителя 415.

25 Одним способом удаления примесей из рециклового потока, широко используемым в химической технологии, является отбор или отвод некоторой части рециркулирующего маточного раствора окислителя 415. Обычно сбросовый (отводимый) поток просто выводят в стоки, но если это экономически оправдано, подвергают различным обработкам, чтобы удалить нежелательные примеси, извлекая в то же время ценные компоненты. Одним примером является патент США 4939297, 30 включенный посредством ссылки во всей его полноте в той степени, которая не противоречит заявленному здесь. Количество отвода, требуемое для контроля загрязнений, является зависимым от способа, однако отводимое количество, равное 10-40% от суммарного потока рециркулирующего маточного раствора окислителя 415, называемое здесь далее окисленный поток 101 сброса, обычно является достаточным 35 для получения ТФК, пригодной в качестве сырья для промышленного производства полимеров. Однако в осуществлении изобретения может быть использовано отводимое количество до 100%.

40 В производстве ТФК процент отвода маточного раствора окислителя 415, необходимый для поддержания приемлемых концентраций примесей, в сочетании с экономической ценностью металлического катализатора и компонентов растворителя в окисленном потоке 101 сброса делает простое удаление окисленного потока 101 сброса экономически невыгодным. Таким образом, имеется потребность в способе, 45 при котором извлекают основную часть ценных металлических катализаторов и уксусной кислоты, содержащихся в окисленном потоке 101 сброса, в то же время удаляя основную часть примесей, присутствующих в окисленном потоке 101 сброса. Металлический катализатор может быть извлечен в активной форме, пригодной для повторного использования, прямым возвратом на стадию окисления п-ксилола.

50 В изобретении предложено извлекать промывной фильтрат 148 и маточный раствор 47 из окисленного потока 101 сброса. Окисленный поток 101 сброса направляют в зону разделения и затем маточный раствор и/или промывной фильтрат возвращают в реактор окисления. Следует отметить, что вышеописанный способ ТФК является только примером. Описанное изобретение может быть применено во многих

различных способах ТФК, при которых производят окисленный поток 101 сброса. Поэтому следует отметить, что данное изобретение применимо не только в способе получения терефталевой кислоты, но в любом способе, при котором производят окисленный поток 101 сброса, где требуется извлечение маточного раствора 147 и промывного фильтрата 148, включающих металлический катализатор.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Данное изобретение относится к удалению примесей и извлечению по меньшей мере части маточного раствора и промывного фильтрата из окисленного потока сброса, образующегося при синтезе карбоновых кислот, обычно терефталевой кислоты.

Задачей настоящего изобретения является обеспечение способа удаления примесей и извлечения маточного раствора и промывного фильтрата из окисленного потока сброса.

Еще одной задачей данного изобретения является обеспечение способа удаления примесей и извлечения маточного раствора и промывного фильтрата из окисленного потока сброса, образующегося при синтезе карбоновой кислоты, и направления по меньшей мере части маточного раствора и/или промывного фильтрата в зону окисления.

В первом варианте осуществления данного изобретения способ включает:

- (а) направление окисленного потока сброса в зону обогащения твердыми частицами для образования суспензии потока сброса;
- (б) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для получения промытой лепешки, маточного раствора и промывного фильтрата;
- (с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

В другом варианте осуществления данного изобретения способ включает:

- (а) добавление осаждающего агента к окисленному потоку сброса в зоне обогащения твердыми частицами для образования суспензии потока сброса;
- (б) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для получения промытой лепешки, маточного раствора и промывного фильтрата;
- (с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

В другом варианте осуществления данного изобретения способ включает:

- (а) охлаждение окисленного потока сброса в зоне обогащения твердыми частицами для образования суспензии потока сброса;
- (б) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для получения промытой лепешки, маточного раствора и промывного фильтрата;
- (с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Согласно одному варианту осуществления изобретения предложен способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса,

представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической карбоновой кислоты из образованной в зоне окисления суспензии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего ароматическую карбоновую кислоту, воду, растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включающий:

- (а) направление окисленного потока сброса в зону обогащения твердыми частицами для осаждения твердых частиц с образованием суспензии потока сброса посредством охлаждения суспензии потока сброса, добавления осаждающего агента,

удаления растворителя или сочетания охлаждения и добавления осаждающего агента,

(b) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для образования фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, где зона разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма),

(c) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 5 атм.

Предпочтительно обезвоживание обеспечивает образование обезвоженной лепешки, имеющей содержание влаги от примерно 10% до примерно 50%.

Предпочтительно устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

Предпочтительно промывка является противоточной.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

Согласно другому варианту осуществления изобретения заявлен способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса, представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической кислоты из образованной в зоне окисления суспензии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего ароматическую карбоновую кислоту, воду, растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включающий:

(а) добавление осаждающего агента к окисленному потоку сброса в зоне обогащения твердыми частицами для осаждения твердых частиц с образованием суспензии потока сброса,

(b) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для образования фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, где зона разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма),

(c) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

Предпочтительно стадия (с) включает направление по меньшей мере 10% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

10 Предпочтительно устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

Предпочтительно промывка является противоточной.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

15 Предпочтительно по меньшей мере 25% массы промывного фильтрата и по меньшей мере 25% массы маточного раствора направляют в зону окисления.

Предпочтительно зона разделения включает по меньшей мере одно устройство для фильтрации под давлением.

20 Предпочтительно устройство для фильтрации под давлением включает по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,25 дюйма.

25 Предпочтительно подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

30 Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

Предпочтительно стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата и по меньшей мере 50% массы маточного раствора в зону окисления.

35 Предпочтительно устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

Предпочтительно промывка является противоточной.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

40 Согласно еще одному варианту осуществления изобретения заявлен способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса, представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической кислоты из образованной в зоне окисления суспензии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего ароматическую карбоновую кислоту, воду, 45 растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включающий:

(а) охлаждение окисленного потока сброса в зоне обогащения твердыми частицами для осаждения твердых частиц с образованием суспензии потока сброса,

50 (б) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для образования фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно

растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, где зона разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма),

(с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

Предпочтительно стадия (с) включает направление по меньшей мере 10% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

Предпочтительно промывка является противоточной.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

Предпочтительно по меньшей мере 25% от массы промывного фильтрата и по меньшей мере 25% от массы маточного раствора направляют в зону окисления.

Предпочтительно зона разделения включает по меньшей мере одно устройство для фильтрации под давлением, работающее под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

Предпочтительно устройство для фильтрации под давлением включает по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,25 дюйма.

Предпочтительно подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

Предпочтительно стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата и по меньшей мере 50% массы маточного раствора в зону окисления.

Предпочтительно устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

Предпочтительно промывка является противоточной.

Предпочтительно устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

Эти задачи и другие задачи станут более понятны специалистам после прочтения данного описания.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

На фиг.1 показана схема осуществления способа производства ТФК, где по меньшей мере часть объединенных промывного фильтрата 148 и/или маточного раствора 147 возвращают в рецикл в зону окисления 400 по линии 154.

На фиг.2 показана схема осуществления способа, происходящего в зоне разделения 151, в которой образуются маточный раствор 147 и промывной фильтрат 148, и затем часть маточного раствора 147 и/или промывного фильтрата 148 направляют в зону окисления, включающую по меньшей мере один реактор окисления.

На фиг.3 показан другой вариант осуществления изобретения, где супензию 110 потока сброса направляют в зону разделения, включающую зону фильтрации 153, зону промывки 155 и необязательно зону сушки 157.

На фиг.4 показан другой вариант осуществления изобретения, где в качестве устройства для способа фильтрации используют ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением, при этом ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением, включает зону 153 фильтрации, зону 155 промывки, необязательно зону 157 обезвоживания, зону 164 выгрузки и зону промывки 162 ткани.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В одном варианте осуществления данного изобретения предложен способ удаления примесей и извлечения маточного раствора 147 и промывного фильтрата 148 из окисленного потока 101 сброса, который показан на фиг.1-4. Общие ссылочные позиции на чертежах показывают одни и те же продуктные потоки. Способ включает следующие стадии.

Окисленный поток 101 сброса удаляют из способа окислительного синтеза карбоновой кислоты. Окисленный поток 101 сброса служит потоком питания для настоящего способа. Окисленный поток 101 сброса включает карбоновую кислоту, воду, растворитель, металлический катализатор и по меньшей мере одну примесь. Примеси включают по меньшей мере одну примесь, выбранную из группы, состоящей из органических бромидов, металлов коррозии, побочных продуктов окисления п-ксилола и примесей, образованных от загрязнений в п-ксилоле.

Органические бромиды могут быть использованы как промоторы в реакции окисления. Примерами металлов коррозии являются соединения железа и хрома, которые ингибируют, понижают или полностью уничтожают активность металлического катализатора. Кроме катализатора и промотора поток маточного раствора окислителя 415 содержит также побочные продукты и примеси. Эти побочные продукты и примеси частично образуются из незначительных примесей, присутствующих в потоке исходного п-ксилола. Другие примеси образуются вследствие неполного окисления п-ксилола, дающего в результате частично окисленные продукты. Другие побочные продукты являются результатом конкурирующих побочных реакций при окислении п-ксилола в терефталевую кислоту.

Карбоновые кислоты включают ароматические карбоновые кислоты, полученные при регулируемом окислении органической основы. Такие ароматические карбоновые кислоты включают соединения с по меньшей мере одной карбоновокислотной группой, присоединенной к атому углерода, который является частью ароматического кольца, предпочтительно имеющего по меньшей мере 6 атомов углерода, еще более предпочтительно имеющего только атомы углерода. Подходящие примеры таких ароматических колец включают, но не ограничиваются этим, бензольное, бифенильное, терфенильное, нафтилиновое и другие конденсированные ароматические кольца на углеродной основе. Примеры подходящих карбоновых кислот включают, но не ограничиваются этим, терефталевую кислоту, бензойную

кислоту, п-толуиловую кислоту, изофталевую кислоту, тримеллитовую кислоту, нафталиндикарбоновую кислоту, 2,5-дифенилтерефталевую кислоту и их смеси.

Подходящие растворители включают, но не ограничиваются этим, алифатические монокарбоновые кислоты, предпочтительно содержащие от 2 до примерно 6 атомов углерода, или бензойную кислоту и их смеси и смеси этих соединений с водой.

Предпочтительно растворителем является уксусная кислота, смешанная с водой в соотношении от примерно 5:1 до примерно 25:1, предпочтительно между примерно 8:1 и примерно 20:1. В продолжении описания уксусная кислота будет называться растворителем.

Однако должно быть ясно, что могут быть использованы также другие подходящие растворители, такие как описанные ранее.

Стадия (а) включает направление окисленного потока 101 сброса в зону обогащения твердыми частицами 140 для образования суспензии 110 потока сброса.

В одном варианте осуществления изобретения зона обогащения твердыми частицами 140 включает аппарат, пригодный для того, чтобы сделать возможным охлаждение окисленного потока 101 сброса для образования суспензии 110 потока сброса. К этому аппарату не предъявляются особые требования кроме того, что он должен обеспечить достаточное время пребывания для охлаждения окисленного потока 101 сброса до желаемой температуры для образования суспензии 110 потока сброса. Это может быть осуществлено, например, путем использования емкости с перешиванием, имеющей охлаждающий змеевик, или использования различных известных в технике теплообменников. Зона обогащения 140 твердыми частицами может включать любое известное в технике устройство, достаточное для того, чтобы охлаждать окисленный поток 101 сброса в достаточной степени для образования суспензии 110 потока сброса реактора окисления, где окисленный поток 101 сброса был бы охлажден от по меньшей мере на 5°C до по меньшей мере на 90°C. Величина охлаждения должна зависеть от желаемой величины осаждения. Например, окисленный поток 101 сброса может быть охлажден по меньшей мере на 5°C, что является разностью температур в градусах Цельсия между окисленным потоком 101 сброса и суспензией 110 потока сброса. Другим интервалом может быть по меньшей мере 10°C, по меньшей мере 15°C, по меньшей мере 20°C, по меньшей мере 25°C, по меньшей мере 30°C, по меньшей мере 35°C, по меньшей мере 40°C, по меньшей мере 45°C, по меньшей мере 50°C, по меньшей мере 55°C, по меньшей мере 60°C, по меньшей мере 65°C, по меньшей мере 70°C, по меньшей мере 75°C, по меньшей мере 80°C, по меньшей мере 85°C и по меньшей мере 90°C. В другом варианте осуществления изобретения окисленный поток 101 сброса находится при температуре от примерно 80°C до примерно 150°C. Другим интервалом является интервал от примерно 80°C до примерно 140°C, и еще одним интервалом является интервал от примерно 85°C до примерно 100°C.

В другом варианте осуществления окисленный поток 101 сброса подают в зону обогащения твердыми частицами 140 для того, чтобы вызвать осаждение твердых частиц из окисленного потока 101 сброса. Осаждение может осуществляться любыми известными в технике способами. Одним способом, например, является добавление к отводу из реактора окисления потока осаждающего агента 105. Осаждающий агент 105 вводится в зону обогащения твердыми частицами 140 и вызывает осаждение твердых частиц из окисленного потока 101 сброса. Осаждающий агент 105 включает любое соединение, пригодное для осаждения твердых частиц из окисленного потока 101 сброса. Подходящие соединения включают, но не ограничиваются этим,

воду, метанол, изопропанол, н-бутанол и изобутанол. Другими осаждающими агентами, которые могут быть использованы, являются С₁-С₆-алкилацетаты, такие как, но не ограниченные этим, н-пропилацетат, изопропилацетат, изобутилацетат, втор-бутилацетат, этилацетат, вода и н-бутилацетат.

5 В другом варианте осуществления изобретения для стадии (а) окисленный поток 101 сброса концентрируют посредством удаления уксусной кислоты. Концентрирование осуществляют любым известным в практике способом. Это осуществляют путем выкипания уксусной кислоты до такой степени, чтобы было недостаточно

10 уксуснокислого растворителя для удержания растворенных твердых веществ в растворе. Другим способом удаления растворителя является использование системы мембран перекрестного тока, которая обеспечивает прохождение уксусной кислоты через мембрану в качестве пермеата, приводя в результате к концентрированию ретентата.

15 В другом варианте осуществления изобретения для стадии (а) твердые частицы генерируют в зоне обогащения твердыми частицами любым сочетанием охлаждения и добавления осаждающего агента.

20 В другом варианте осуществления изобретения количество твердых частиц в процессе обогащения твердыми частицами может привести в результате к супензии 110 потока сброса, имеющей от по меньшей мере 1% масс. до по меньшей мере 30% масс. твердых частиц. Другим интервалом является интервал от по меньшей мере 1% масс. до по меньшей мере 25% масс. твердых частиц, и еще одним интервалом является интервал от по меньшей мере 1% масс. до по меньшей мере 20% масс.

25 25 твердых частиц. Обогащение твердыми частицами может быть осуществлено описанным ранее способом охлаждения, или в другом варианте осуществления изобретения супензия 110 потока сброса может быть образована из окисленного потока 101 сброса путем использования выпаривания растворителя. Выпарным 30 аппаратом может быть такой выпарной аппарат, как описанный в патенте США 4939297 или в патентных заявках США 10/455016, 10/455018 и 10/874419, которые включены посредством ссылки в той степени, которая не противоречит заявленному здесь. В другом варианте осуществления изобретения могут быть использованы любые известные в технике средства до тех пор, пока достигается 35 желаемое содержание твердых частиц в супензии 110 потока сброса.

Стадия (б) включает разделение супензии 110 потока сброса в зоне 151 разделения для образования фильтровальной лепешки 154 и маточного раствора 147, промывку фильтровальной лепешки 154 потоком промывочной жидкости 149 в зоне 151 разделения для образования промытой лепешки 146 и промывного фильтрата 148 и необязательно обезвоживание промытой лепешки 146 в зоне 151 разделения для образования обезвоженной лепешки 159, при этом зона 151 разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации под давлением.

40 В другом варианте осуществления изобретения супензию 110 потока сброса вводят в зону 151 разделения, где зона разделения включает зону 153 фильтрации, зону 155 промывки и необязательно зону 157 сушки, как показано на фиг.3. Зона 153 фильтрации включает фильтрующую ячейку или ряд фильтрующих ячеек, физически расположенных так, чтобы обеспечить возможность фильтровальной лепешке 50 распределиться по поверхности фильтрующей ячейки, чтобы задержать или предотвратить канализирование промывочной жидкости 149 через фильтровальную лепешку 154.

Фильтровальная лепешка 154 по меньшей мере от 0,25 дюймов в глубину до

примерно 8 дюймов в глубину, предпочтительно по меньшей мере 0,5 дюймов в глубину, более предпочтительно по меньшей мере 1 дюйм в глубину и еще более предпочтительно от примерно 2 до примерно 4 дюймов в глубину распределяется по поверхности фильтрующей ячейки. Промытая лепешка 146 может быть извлечена или дополнительно обработана, возвращена в цикл и/или направлена в установку обработки отходов.

После достижения подходящей или предпочтительной высоты фильтровальной лепешки 154 от примерно 0,5 дюйма до примерно 4 дюймов фильтровальная лепешка 154 покидает зону 153 фильтрации, которая имеет фильтр или ряд фильтров, и поступает в зону 155 промывки, где фильтровальная лепешка контактирует с промывочной жидкостью 149. Имеется достаточный перепад давления через фильтровальную лепешку 154 для того, чтобы обеспечить возможность резервуару или накоплению сырья для промывки поверх фильтровальной лепешки 154 достигать подходящей глубины, предпочтительно минимальной глубины в 0,635 см (0,25 дюйма). Градиент давления на фильтровальной лепешке 154 по меньшей мере 3,447 кПа (0,5 фунт/кв. дюйм (абс.)), предпочтительно от примерно 34,47 кПа (5 фунт/кв. дюйм) до примерно 448,16 кПа (65 фунт/кв. дюйм) и резервуар промывочной жидкости 149 могут применяться для того, чтобы вытеснить любое растворенное вещество в фильтровальной лепешке 154 промывочной жидкостью 149.

Глубина фильтровальной лепешки 154 по меньшей мере 1,27 см (0,5 дюйма) является пригодной для получения фильтровальной лепешки 154 достаточной плотности для загрузки промывочного средства, т.е. это такая фильтровальная лепешка 154, из которой промывной фильтрат 148, содержащий растворенное вещество из фильтровальной лепешки 154, может быть эффективно удален вытеснительной промывкой. Если глубина фильтровальной лепешки 154 меньше чем примерно 0,635 см (0,25 дюйма), может произойти канализование промывочной жидкости 149 в фильтровальную 154, приводящее к неравномерной промывке фильтровальной лепешки 154.

Из-за потери эффективности вытеснительной промывки фильтровальной лепешки 154 предпочтительной является минимальная глубина фильтровальной лепешки очищенной терефталевой кислоты 154 по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма).

Для того чтобы происходила вытеснительная промывка, требуется минимальная высота слоя жидкости над поверхностью фильтровальной лепешки 154. Эта высота должна быть достаточной для того, чтобы гарантировать, что поверхность фильтровальной лепешки полностью покрыта промывочной жидкостью 149. Если поверхность фильтровальной лепешки не покрыта промывочной жидкостью 149, может произойти байпассирование промывочной жидкости 149 без достаточного вытеснения растворенного вещества в фильтровальной лепешке 154. Из-за неровностей поверхности фильтровальной лепешки 154 предпочтительна минимальная высота примерно 0,635 см (0,25 дюйма) над поверхностью фильтровальной лепешки 154.

Было найдено, что вытеснение растворенного вещества из фильтровальной лепешки 154 с использованием промывочной жидкости 149 под высоким давлением обеспечивает возможность эффективного отделения катализаторных металлов от фильтровальной лепешки 154. Другим достоинством высокого давления является снижение количества промывочной жидкости 149, требуемой для извлечения кобальта, как показано в примерах.

Применение дополнительных ступеней в зоне разделения 151 может уменьшить

количество промывочной жидкости 149, требуемой для снижения общего количества металлического катализатора, удерживаемого в фильтровальной лепешке 154.

Поэтому подходящее число ступеней принудительной вытеснительной промывки должно быть использовано для того, чтобы минимизировать суммарное количество промывочной жидкости 149, используемой при вытеснительной промывке, чтобы уменьшить нагрузку на установки последующей переработки отходов.

Понятно, что операция многоступенчатой вытеснительной промывки может заменить операцию одноступенчатой вытеснительной промывки, где количество промывочной жидкости 149 достаточно для получения по меньшей мере 80% извлечения металлического катализатора из суспензии 110 потока сброса в маточный раствор 147 и промывной фильтрат 148. Дополнительно операция, использующая несколько ступеней противоточной промывки, может быть полезна, если установлено, что снижение количества промывочной жидкости 149 должно быть выгодно.

В способе согласно настоящему изобретению суспензию 110 потока сброса вводят в один или в несколько рядов фильтрующих ячеек, физически расположенных так, чтобы обеспечить возможность образования фильтровальной лепешки 154 необходимой толщины.

После достижения минимальной высоты фильтровальной лепешки 154 около 0,635 см (0,25 дюйма) фильтровальная лепешка 154 покидает фильтр или ряд фильтров и входит в зону 155 промывки, где фильтровальную лепешку 154 промывают промывочной жидкостью 149. Затем к промывочной жидкости 149 может быть приложено давление для того, чтобы вытеснить растворенное вещество фильтровальной лепешки 154 (т.е. жидкость и любые растворенные в ней соединения, такие как металлический катализатор, в фильтровальной лепешке). После вытеснения растворенного вещества промывочной жидкостью фильтровальная лепешка может быть выгружена из зоны 155 фильтрации любым подходящим способом и цикл повторяется. В осуществлении изобретения отношение промывочной жидкости 149 к выгруженной фильтровальной лепешке находится в интервале от примерно 1:20 до примерно 20:1 для того, чтобы уменьшить концентрацию металлического катализатора в фильтровальной лепешке больше чем на 95%.

Оборудование для осуществления требуемого цикла промывки может включать ряд фильтрующих ячеек, удерживаемых в положении, подходящем для того, чтобы обеспечить возможность потоку промывочной жидкости 149 растекаться поверх фильтрующих ячеек. В одном варианте осуществления изобретения подходящее оборудование может включать ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением с множественными фильтрующими ячейками, снабженный устройством для выгрузки промытой лепешки 146 из фильтрующих ячеек. Фильтровальная лепешка 154 может быть промыта столько раз, сколько требуется для того, чтобы достигать минимальной концентрации металлического катализатора в промытой лепешке 146 перед выгрузкой промытой лепешки 146 из ротационного барабанного фильтра.

Подходящим фильтром под давлением, который может быть приспособлен к требованиям способа согласно настоящему изобретению, является работающий под давлением ротационный барабанный фильтр BHS-FEST™, BHS-WERK, Sonthofen, D-8972, Sonthofen, West Germany, хотя могут быть использованы другие работающие под давлением фильтры, которые могут осуществлять требуемую операцию. Примеры других устройств, которые могут быть использованы в зоне 151 разделения твердо-жидкость, включают, но не ограничиваются этим, работающие под давлением

5 ленточные фильтры, фильтр-пресссы, центрифуги, работающие под давлением листовые фильтры и перекрестно-точные фильтры. Работающий под давлением фильтр может работать при температуре и давлении, достаточных для достижения по меньшей мере 80% извлечения металлического катализатора из растворенного вещества маточного раствора 147. Предпочтительно работающий под давлением фильтр может работать при температуре от примерно 25°C до примерно 160°C и давлении от 1 атм до 50 атм.

При работе фильтра BHS-FEST™, как показано на фиг.4, ротационный барабан

10 содержит ряд фильтрующих ячеек, расположенных на периферии вращающегося барабана. Когда барабан вращается, фильтрующие ячейки принимают супензию 110 потока сброса, и фильтровальная лепешка 154 нарастает до нужной глубины.

15 Маточный раствор 147 получают фильтрацией супензии 110 потока сброса. После поворота барабана фильтровальная лепешка 154 входит в зону промывки 155, где над фильтровальной лепешкой 154 создают резервуар промывочной жидкости 149 до требуемой глубины. Приложенное к резервуару промывочной жидкости давление заставляет воду проходить через фильтровальную лепешку 154, чтобы вытеснить растворенное вещество (с растворенным металлическим катализатором),держанное в супензии 110 потока сброса, чтобы получить промытую лепешку 146. После следующего поворота барабана цикл промывки может быть повторен по меньшей мере три раза, если необходимо, противоточным образом, после чего давление системы сбрасывается сопутствующим понижением температуры до условий окружающей среды.

20 25 Промытая лепешка 146 может быть необязательно обезвожена в зоне 157 обезвоживания паром, подаваемым по линии 152, чтобы получить обезвоженную лепешку 159 и влажный пар 160. Полученная в результате обезвоженная лепешка 159 может быть затем выгружена из барабана любым известным способом.

30 На фиг.4 показан вариант осуществления изобретения, где в качестве устройства для процесса фильтрации использован ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением. Ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением, включает зону 153 фильтрации, зону 155 промывки, необязательно зону 157 обезвоживания, зону 164 выгрузки и зону 162 промывки ткани. Зона 164 выгрузки, 35 показанная на фиг.4, относится к варианту, в котором ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением, включает зону 162 промывки ткани, где фильтры промывают после выгрузки обезвоженной лепешки 159.

40 Промывной фильтрат 148 производят путем вытеснительной промывки фильтровальной лепешки промывочной жидкостью 149. Фильтровальную лепешку 154 в зоне 151 разделения подвергают экстракции металлического катализатора путем ввода промывной жидкости 149, чтобы образовать промывной фильтрат 148, при этом по меньшей мере 80% металлического катализатора извлекают в промывной фильтрат 148 и маточный раствор 147. В одном варианте осуществления 45 изобретения в промывной фильтрат 148 и маточный раствор 147 извлекают по меньшей мере 90% металлического катализатора. Маточный раствор 147 и промывной фильтрат 148 могут быть необязательно объединены перед выходом из зоны 151 разделения твердое-жидкость.

50 Промывочная жидкость 149 включает воду и необязательно дополнительный растворитель окисления.

Может быть, наиболее неожиданным оказалось то, что при использовании воды в качестве промывочной жидкости 149 при температурах в интервале от примерно 20°C

до примерно 70°C, предпочтительно от примерно 30°C до примерно 50°C, достаточное количество металлов коррозии задерживается в обезвоженной лепешке 159, благодаря чему устраняется необходимость в удалении металлов коррозии другими средствами. Обезвоженная лепешка 159, которая представляет твердые частицы, содранные с металлического катализатора, может быть выведена из системы.

Следует отметить, что осуществление изобретения, использующее в зоне 151 разделения ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением, может 10 включать любое известное в технике устройство, пригодное для того, чтобы получить маточный раствор 147 и промывной фильтрат 148 из суспензии 110 потока сброса. Например, такие устройства могут включать, но не ограничиваются этим, центрифугу, отстойную центрифугу, пакетно-дисковую центрифугу, фильтры под давлением, такие как фильтры-свечки, листовые фильтры, фильтр-пресс и т.п.

15 Стадия (с) включает направление по меньшей мере части промывного фильтрата и/или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

При осуществлении изобретения по меньшей мере часть маточного раствора 147 и/или по меньшей мере часть промывного фильтрата 148 на стадии (с) могут быть 20 возвращены в рецикл в зону окисления 400, включающую по меньшей мере один реактор окисления, в процессе получения терефталевой кислоты, включающем, но не ограниченным этим, такие как процесс, описанный на фиг.1. По меньшей мере часть может быть любым количеством, большим чем 1% масс. В другом интервале по меньшей мере часть может быть любым количеством, большим чем 50% масс. В 25 другом интервале по меньшей мере часть может быть любым количеством, большим чем 75% масс. В другом интервале по меньшей мере часть может составлять 100% масс. Линии 152 и 153 представляют ту часть, если она существует, маточного раствора 147 и промывного фильтрата 148 соответственно, которая не возвращается в 30 рецикл в зону окисления 400. Эти потоки могут быть использованы в других процессах или уничтожены путем сжигания или другими известными в технике способами.

Формула изобретения

35 1. Способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса, представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической карбоновой кислоты из образованной в зоне окисления суспензии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего 40 ароматическую карбоновую кислоту, воду, растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включающий:

(а) направление окисленного потока сброса в зону обогащения твердыми 45 частицами для осаждения твердых частиц с образованием суспензии потока сброса посредством охлаждения суспензии потока сброса, добавления осаждающего агента, удаления растворителя или сочетания охлаждения и добавления осаждающего агента,

(б) разделение суспензии потока сброса в зоне разделения для образования фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне 50 разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, причем зона разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом

по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма),

(с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата и по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

5 2. Способ по п.1, в котором подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

10 3. Способ по п.2, в котором устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

4. Способ по п.3, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 5 атм.

15 5. Способ по п.4, в котором обезвоживание обеспечивает образование обезвоженной лепешки, имеющей содержание влаги от примерно 10% до примерно 50%.

6. Способ по п.5, в котором устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

7. Способ по любому из пп.1-6, в котором промывка является противоточной.

20 8. Способ по пп.1-6, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

25 9. Способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса, представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической кислоты из образованной в зоне окисления сусpenзии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего ароматическую карбоновую кислоту, воду, растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включающий:

30 (а) добавление осаждающего агента к окисленному потоку сброса в зоне обогащения твердыми частицами для осаждения твердых частиц с образованием сусpenзии потока сброса,

35 (б) разделение сусpenзии потока сброса в зоне разделения для образования фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, причем зона разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма),

40 (с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

10. Способ по п.9, в котором подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

11. Способ по п.10, в котором устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

50 12. Способ по п.9, в котором стадия (с) включает направление по меньшей мере 10% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

13. Способ по п.9, в котором стадия (с) включает направление по меньшей мере 50%

5 массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

14. Способ по п.9 или 13, в котором устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

15. Способ по п.9 или 13, в котором промывка является противоточной.

16. Способ по п.9, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

17. Способ по п.9, в котором по меньшей мере 25% массы промывного фильтрата и 10 по меньшей мере 25% массы маточного раствора направляют в зону окисления.

18. Способ по п.17, в котором зона разделения включает по меньшей мере одно устройство для фильтрации под давлением.

19. Способ по п.18, в котором устройство для фильтрации под давлением включает 15 по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,25 дюйма.

20. Способ по п.19, в котором подаваемая на промывку жидкость образует 20 резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

21. Способ по п.20, в котором устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

22. Способ по п.21, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

25 23. Способ по п.22, в котором стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата и по меньшей мере 50% массы маточного раствора в зону окисления.

24. Способ по п.17 или 23, в котором устройством фильтрации под давлением 30 является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

25 25. Способ по любому из пп.17 или 23, в котором промывка является противоточной.

26. Способ по п.17, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

35 27. Способ удаления примесей и металлического катализатора из окисленного потока сброса, представляющего собой маточный раствор, полученный после отделения твердой ароматической кислоты из образованной в зоне окисления супензии ароматической карбоновой кислоты, и содержащего ароматическую карбоновую кислоту, воду, растворитель, побочные продукты, металлический катализатор и примеси, включающий:

(а) охлаждение окисленного потока сброса в зоне обогащения твердыми частицами для осаждения твердых частиц с образованием супензии потока сброса,

(б) разделение супензии потока сброса в зоне разделения для образования

45 фильтровальной лепешки и маточного раствора и вытеснительную промывку указанной фильтровальной лепешки под высоким давлением в указанной зоне разделения потоком промывочной жидкости, включающей воду и необязательно растворитель, для образования промытой лепешки и промывного фильтрата, где зона разделения включает по меньшей мере одно устройство фильтрации, работающее под давлением, включающее по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,635 см (0,25 дюйма),

(с) направление по меньшей мере части промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

28. Способ по п.27, в котором подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

29. Способ по п.28, в котором устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

30. Способ по п.27, в котором стадия (с) включает направление по меньшей мере 10% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

31. Способ по п.27, в котором стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата или по меньшей мере части маточного раствора в зону окисления.

32. Способ по п.27 или 31, в котором устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

33. Способ по п.27 или 31, в котором промывка является противоточной.

34. Способ по п.27, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

35. Способ по п.27, в котором по меньшей мере 25% от массы промывного фильтрата и по меньшей мере 25% от массы маточного раствора направляют в зону окисления.

36. Способ по п.27, в котором зона разделения включает по меньшей мере одно устройство для фильтрации под давлением, работающее под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

37. Способ по п.36, в котором устройство для фильтрации под давлением включает по меньшей мере одну фильтрующую ячейку, при этом по меньшей мере одна фильтрующая ячейка накапливает слой фильтровальной лепешки глубиной по меньшей мере 0,25 дюйма.

38. Способ по п.37, в котором подаваемая на промывку жидкость образует резервуар поверх фильтровальной лепешки, который имеет глубину по меньшей мере 0,25 дюйма.

39. Способ по п.38, в котором устройство фильтрации под давлением работает при температуре между примерно 25°C и примерно 160°C.

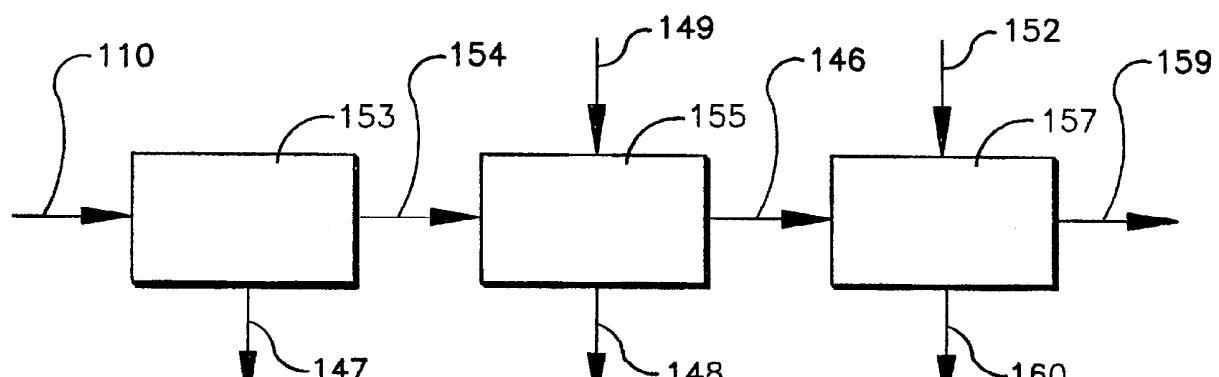
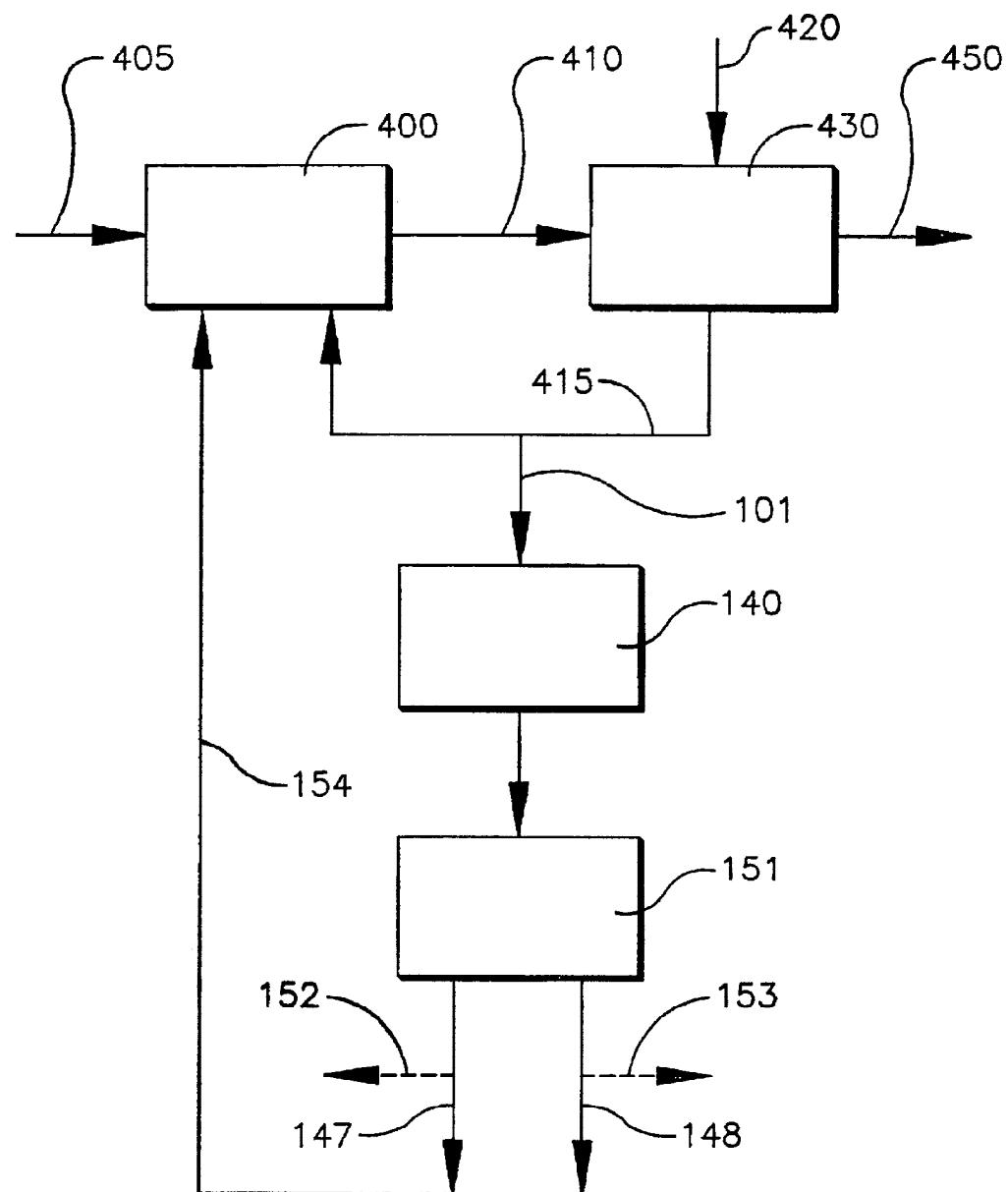
40. Способ по п.39, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.

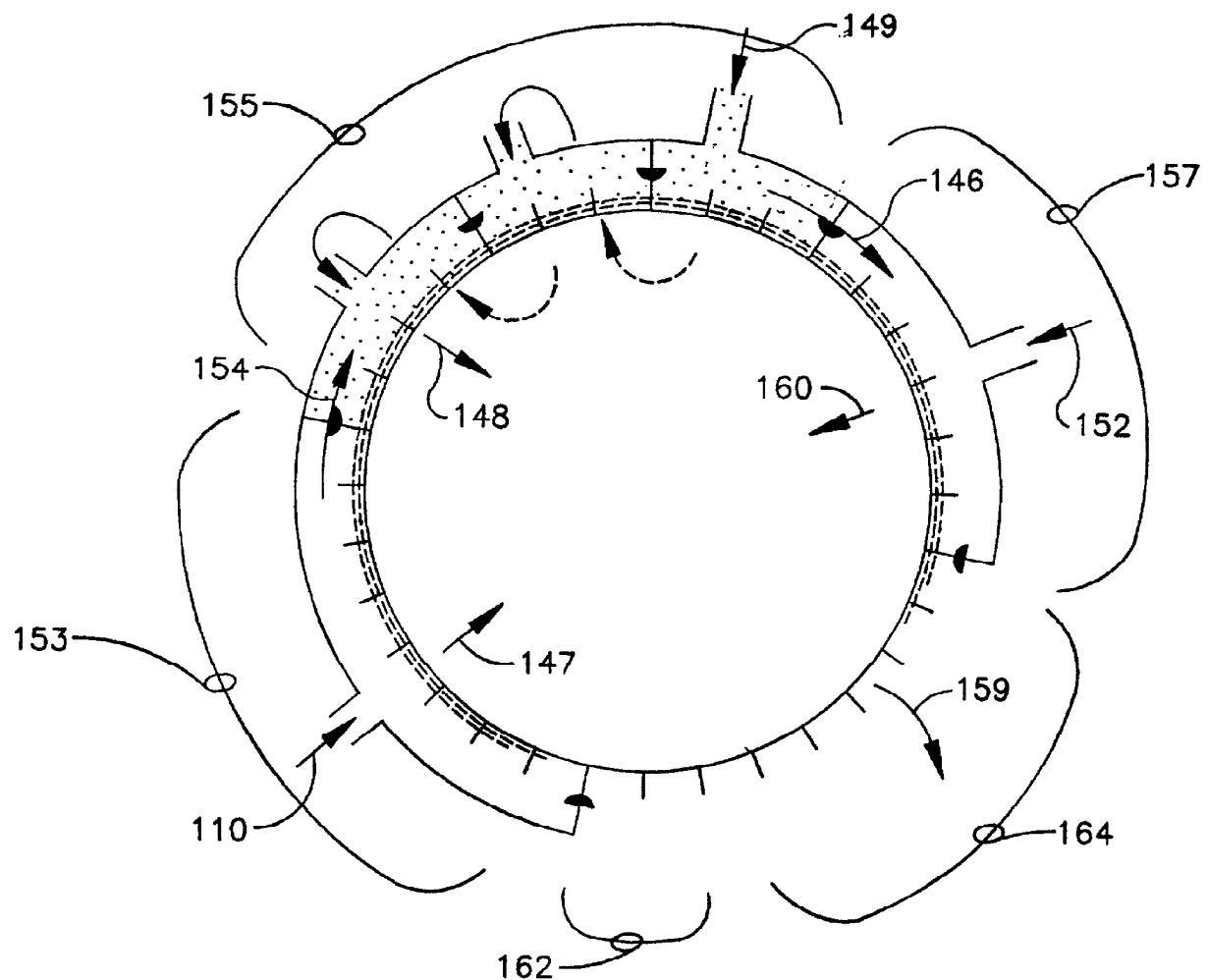
41. Способ по п.40, в котором стадия (с) включает направление по меньшей мере 50% массы промывного фильтрата и по меньшей мере 50% массы маточного раствора в зону окисления.

42. Способ по п.35 или 41, в котором устройством фильтрации под давлением является ротационный барабанный фильтр, работающий под давлением.

43. Способ по п.35 или 41, в котором промывка является противоточной.

44. Способ по п.35, в котором устройство фильтрации под давлением работает под давлением от примерно 1 атм до примерно 50 атм.





ФИГ.4