



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 274 036**

51 Int. Cl.:  
**C07C 51/265** (2006.01)  
**C07C 63/26** (2006.01)  
**C07C 63/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02737134 .3**  
86 Fecha de presentación : **23.05.2002**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1399407**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **24.03.2004**

54 Título: **Procedimiento para la producción de ácidos carboxílicos aromáticos con una técnica mejorada de eliminación de agua.**

30 Prioridad: **04.06.2001 US 873723**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.05.2007**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.05.2007**

73 Titular/es: **EASTMAN CHEMICAL COMPANY**  
**100 North Eastman Road**  
**Kingsport, Tennessee 37660, US**

72 Inventor/es: **Miller, Harold, David, Jr.;**  
**Lin, Robert y**  
**De Vreede, Marcel**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 274 036 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**

Procedimiento para la producción de ácidos carboxílicos aromáticos con una técnica mejorada de eliminación de agua.

5

**Campo de la invención**

Esta invención se refiere a un procedimiento mejorado para la producción continua de ácidos carboxílicos aromáticos mediante la oxidación en fase líquida de hidrocarburos alquilaromáticos con oxígeno molecular en presencia de un catalizador o sistema de catalizador de oxidación, en el cual un gas de ebullición derivado del recipiente de oxidación, que comprende principalmente vapor de agua y cantidades secundarias de componentes orgánicos, es tratado en un dispositivo de control de la contaminación, y el efluente del dispositivo de control de la contaminación es eliminado del sistema de producción. Más en particular, esta invención se refiere a tales procedimientos de oxidación llevados a cabo en un reactor de oxidación en columna provisto de medios para eliminar eficazmente agua generada por el proceso con pérdida mínima de disolvente utilizando la energía de oxidación, en los cuales la corriente efluente gaseosa procedente del medio de eliminación de agua es alimentada a un dispositivo de control de la contaminación, y el efluente del dispositivo de control de la contaminación es eliminado del sistema de producción.

10

15

**Antecedentes de la invención**

20

25

30

La oxidación en fase líquida de un hidrocarburo alquilaromático para proporcionar un ácido carboxílico aromático es una reacción sumamente exotérmica que se lleva a cabo usualmente en un reactor de oxidación en columna, de mezcla íntima, provisto de respiradero. El proceso de oxidación comprende alimentar continuamente, por separado o en mezcla, un hidrocarburo alquilaromático, disolvente fresco y/o reciclado o medio de reacción, y componentes de catalizador, al reactor, al cual se alimenta también un gas que contiene oxígeno molecular, normalmente en el fondo del reactor, o cerca del fondo. Este gas de ebullición asciende a través del contenido líquido del reactor produciendo una agitación vigorosa de la mezcla de reacción, y procurando un contacto íntimo entre el hidrocarburo alquilaromático y el disolvente de proceso que contiene, disueltos en el mismo, el catalizador o componentes de catalizador. El ácido carboxílico aromático producido es retirado de manera continua a través de una abertura de salida inferior situada en la base del reactor, o cerca de la misma, en forma de sólido en el disolvente que contiene también componentes de catalizador solubles. Tras separar el producto de ácido carboxílico aromático, el disolvente es devuelto al reactor.

35

40

A través de una abertura de salida superior situada en el extremo superior del reactor, o cerca del mismo, se retira gas de proceso empobrecido en oxígeno, con una pequeña cantidad de productos de descomposición del disolvente. También se sustrae el calor de reacción a través de la abertura de salida superior mediante la vaporización de disolvente de proceso y de agua generada por la reacción. El gas de proceso empobrecido en oxígeno y el disolvente de proceso y agua vaporizados constituyen el gas de ebullición del reactor, que típicamente se condensa por medio de uno o más condensadores a fin de separar el disolvente y el agua para reciclarlos al reactor. Se puede someter al disolvente acuoso condensado a un paso de eliminación de agua antes de ser reciclado.

45

50

El sistema de producción descrito puede ser empleado en la fabricación de ácidos carboxílicos aromáticos con excelentes tasas de producción en relación al volumen del reactor. Es necesario que el sistema de producción incluya medios para eliminar eficazmente el exceso de agua generado por la reacción, ya que se debe mantener la concentración de agua a un nivel aceptable, normalmente entre aproximadamente 3 y 20 por ciento en peso, con preferencia entre aproximadamente 3 y 10 por ciento en peso, para que la reacción continúe a una velocidad razonable. La reacción produce un mol de agua por mol de resto carboxilo producido. Además, existen otros subproductos de reacción que liberan agua, por ejemplo la oxidación directa del alquilaromático, o la oxidación directa del disolvente, y se puede añadir agua al proceso por otros motivos, tales como lavar el gas de ebullición para recuperar disolvente. Típicamente, se retira agua mediante métodos de destilación convencionales.

55

60

65

Para eliminar agua se ha empleado la destilación directa del gas de ebullición, utilizando el calor de reacción, tal como se describe en la memoria descriptiva de la patente británica 1,373,230 (Yokota y otros) y en las patentes de EE.UU. 4,914,230 (Abrams y otros), 5,723,656 (Abrams), y 5,463,113 (Yamamoto y otros). Sin embargo, existen limitaciones de proceso. Puesto que la cantidad de reflujo del destilado determina la pureza del destilado de cabeza y el aporte de calor al proceso de destilación determina la cantidad de reflujo que puede aceptar el proceso, el calor de reacción fija tanto la cantidad de reflujo como la pureza del destilado de cabeza. El calor de reacción es generalmente insuficiente por sí solo para obtener una pureza de cabeza deseable que minimice la pérdida de disolvente. Por tanto, la destilación directa requiere generalmente un aporte adicional de calor. La patente de EE.UU. 5,510,521 (McGehee y otros) describe un proceso mejorado en el cual se alimenta directamente gas de ebullición del reactor de oxidación, a la sección inferior de una columna de eliminación. Un líquido de colas de disolvente de proceso parcialmente deshidratado obtenido de la sección inferior de la columna de eliminación de agua es devuelto a la sección superior del reactor, usualmente en forma de una rociadura por encima de la separación de fases del contenido gaseoso/líquido del reactor. La pulverización de disolvente de proceso deshidratado enriquece el contenido de agua del gas de ebullición del reactor para mejorar la eficacia de la columna de eliminación de agua sin aporte de calor adicional que no sea el del calor de reacción.

Un problema que se presenta con la eliminación de agua en forma líquida empleando la destilación directa es que cualquier agua de este tipo contiene también pequeñas cantidades de subproductos de disolvente orgánico, lo cual

obliga a tratar esta corriente como agua residual, a fin de eliminar disolvente y subproductos orgánicos generados en las reacciones de oxidación antes mencionadas, antes de liberarla al ambiente. Los procedimientos descritos por Yokota y otros, McGehee y otros, Abrams y otros, Abrams, y Yamamoto y otros, eliminan en todos los casos el agua en forma líquida, y por lo tanto precisan tratamiento de aguas residuales para eliminar el disolvente.

5 Por tanto, existe la necesidad de un método para eliminar agua de un proceso de producción de ácido carboxílico por un medio que no se necesite tratamiento de aguas residuales para eliminar disolvente y subproductos orgánicos antes de liberarlo al ambiente. Proporcionar dicho medio de eliminar agua sería especialmente ventajoso si mejorase la eficacia del proceso recuperando energía adicional mediante el empleo de un dispositivo de recuperación de energía  
10 sobre corrientes de gas de proceso empobrecido en oxígeno, y de vapor de agua.

### Breve resumen de la invención

15 La presente invención prevé la eliminación y tratamiento de agua de reacción en forma de vapor en un dispositivo de control de la contaminación, disminuyendo o eliminando la necesidad de tratar como agua residual la corriente, a fin de eliminar disolvente y subproductos orgánicos antes de liberarla al ambiente. Estas ventajas y otras se consiguen llevando a cabo la oxidación de un hidrocarburo alquilaromático en un reactor en columna en el cual el gas de ebullición del reactor es alimentado directamente a una columna de eliminación de agua. De la parte superior de la  
20 columna de eliminación de agua se retira una parte de los vapores acuosos de cabeza de la mencionada columna de eliminación de agua, en forma de un destilado de vapor, siendo refluídos los restantes vapores acuosos de cabeza a la zona de fraccionamiento de la columna de eliminación de agua. El destilado de vapor y el gas de proceso empobrecido en oxígeno, combinados, son alimentados a un dispositivo de control de la contaminación para destruir el disolvente y subproductos orgánicos antes de salir del proceso. El hecho de alimentar una parte de los vapores acuosos de cabeza de la columna de agua directamente al dispositivo de control de la contaminación reduce el gasto de servicio refrigerante  
25 y la superficie de intercambio de calor requerida para condensar el agua de toda la corriente de vapor acuoso retirada de la columna de agua.

Así, la presente invención proporciona un procedimiento para la producción continua de un ácido carboxílico aromático en un reactor de oxidación a presión, mediante la oxidación exotérmica, en fase líquida, de un hidrocarburo alquilaromático con un gas que contiene oxígeno, en presencia de un catalizador de oxidación y disolvente ácido alifático monocarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> acuoso, que comprende los pasos de:

(1) alimentar de manera continua a un reactor hidrocarburo alquilaromático, disolvente ácido monocarboxílico acuoso que lleva disuelto en él catalizador de oxidación, y un gas que contiene oxígeno;

(2) retirar de manera continua de la parte inferior del reactor líquido con producto, que comprende ácido policarboxílico aromático y el disolvente ácido monocarboxílico acuoso que lleva disuelto en él el catalizador de oxidación;

(3) retirar de manera continua de la parte superior del reactor, y alimentar directamente a la parte inferior de una columna de eliminación de agua gas de ebullición del reactor que comprende gas de proceso empobrecido en oxígeno y disolvente ácido monocarboxílico acuoso vaporizado;

(4) retirar de manera continua de la parte inferior de la columna de eliminación de agua un líquido de colas que contiene disolvente ácido monocarboxílico parcialmente deshidratado y devolver al reactor al menos una porción del líquido de colas a la sección superior del reactor;

(5) retirar de manera continua de las cabezas de la columna de eliminación de agua una corriente de vapor compuesta por gas de ebullición empobrecido en oxígeno, agua, y pequeñas cantidades de disolvente ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos producidos en el reactor de oxidación;

(6) alimentar una porción de la corriente de vapor del paso (5) a un condensador, con el fin de obtener (a) un vapor que comprende gas de proceso empobrecido en oxígeno y (b) un líquido que comprende disolvente ácido monocarboxílico parcialmente deshidratado;

(7) alimentar el líquido del paso (6)(b) a la zona de fraccionamiento de la columna de eliminación de agua; y

(8) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en las corrientes de vapor (i) y (ii), para obtener un gas de ebullición empobrecido en oxígeno y una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

El gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y la corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos, obtenidos en el paso (8) pueden ser retirados, y normalmente lo son, del sistema de producción de ácido carboxílico aromático. La eliminación del agua de reacción fuera del proceso en forma de vapor de acuerdo con el paso (8), en el nuevo proceso de esta invención, evita la necesidad del tratamiento de depuración del agua de reacción a fin de eliminar disolvente y subproductos orgánicos, y reduce el gasto de servicio refrigerante y la superficie de intercambio de calor requeridos para condensar el agua de toda la corriente de vapor acuoso retirada de la columna de agua.

## ES 2 274 036 T3

Una segunda y preferida realización de la presente invención incluye la recuperación de energía de las corrientes de vapor a alta presión del paso (5) y del paso (6)(a), alimentando estas corrientes a un dispositivo recuperador de energía. Así, esta segunda realización proporciona un procedimiento para la producción continua de un ácido carboxílico aromático en un reactor de oxidación a presión, mediante la oxidación exotérmica, en fase líquida, de un hidrocarburo alquilaromático con un gas que contiene oxígeno, en presencia de un catalizador de oxidación y disolvente ácido alifático monocarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> acuoso, que comprende los pasos (1) a (7) antes descritos, en combinación con los pasos de:

(8.1) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un dispositivo recuperador de energía en el cual se reduce la presión de las corrientes de vapor (i) y (ii) y se recupera energía, dando como resultado recuperación de energía y una corriente efluente con presión reducida; y

(8.2) alimentar la corriente efluente del paso (8.1) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.1), para obtener un gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

La segunda realización de la presente invención proporciona la ventaja adicional de una recuperación incrementada de energía en el proceso, ya que el agua generada en el dispositivo de control de la contaminación, por ejemplo un reactor de oxidación, y que se presenta en forma de vapor acuoso adicional, es alimentada a un dispositivo recuperador de energía.

Una tercera y más preferida realización de la presente invención incluye precalentar las corrientes de vapor a alta presión del paso (5) y del paso (6)(a) antes de alimentar estas corrientes a un dispositivo recuperador de energía. Esta tercera realización proporciona un procedimiento para la producción continua de un ácido carboxílico aromático en un reactor de oxidación a presión, mediante la oxidación exotérmica, en fase líquida, de un hidrocarburo alquilaromático con un gas que contiene oxígeno, en presencia de un catalizador de oxidación y disolvente ácido alifático monocarboxílico C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> acuoso, que comprende los pasos (1) a (7) antes descritos, en combinación con los pasos de:

(8.3) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un precalentador para elevar la temperatura de las alimentaciones de vapor (i) y (ii) en al menos 200°C a fin de obtener un efluente de vapor del precalentador;

(8.4) alimentar el efluente de vapor del precalentador del paso (8.3) a un dispositivo recuperador de energía en el cual se reduce la presión del efluente de vapor del precalentador y se recupera energía, dando como resultado recuperación de energía y una corriente efluente con presión reducida; y

(8.5) alimentar la corriente efluente del paso (8.4) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.4), para obtener un gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

La tercera realización del presente procedimiento utiliza preferiblemente un reactor de oxidación catalítica como dispositivo de control de la contaminación, y el calor producido por la descomposición oxidativa exotérmica de material orgánico en el reactor de oxidación se utiliza para proporcionar el calor para el precalentador. Esta operación preferida de la tercera realización utiliza los pasos de:

(8.3) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un precalentador para elevar la temperatura de las alimentaciones de vapor (i) y (ii) en al menos 200°C a fin de obtener un efluente de vapor del precalentador;

(8.4) alimentar el efluente de vapor del precalentador del paso (8.3) a un dispositivo recuperador de energía en el cual se reduce la presión del efluente de vapor del precalentador y se recupera energía, dando como resultado recuperación de energía y una corriente efluente con presión reducida;

(8.6) alimentar la corriente efluente del paso (8.4) a un reactor de oxidación en el cual se eliminan el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.4) mediante descomposición oxidativa exotérmica, para producir un gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno, calentado, y una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos; y

(8.7) alimentar el gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno, calentado, y una corriente de vapor acuoso, del paso (8.6) al precalentador del paso (8.3), para aportar el calor requerido para el funcionamiento del precalentador.

La operación preferida de la tercera realización procura las siguientes ventajas adicionales: (1) recuperación de energía incrementada gracias a la recuperación de calor producido por la descomposición exotérmica de materiales orgánicos en el reactor de oxidación catalítica empleado como dispositivo de control de la contaminación y (2) facilidad de funcionamiento mejorada debido al sobrecalentamiento de la alimentación que entra al dispositivo recuperador de energía, que elimina o disminuye la posibilidad de condensación de vapor en el dispositivo recuperador de energía y los problemas mecánicos y de corrosión que pueden originarse por dicha condensación.

## Breve descripción de los dibujos

Las adjuntas Figuras 1, 2 y 3 son diagramas de flujo de proceso que ilustran un sistema que incorpora los principios de la presente invención. Aunque la invención es susceptible de ser realizada de diversas formas, en las Figuras adjuntas y en lo que sigue se describe con detalle una realización preferida de la invención. La Figura 1 ilustra un sistema que no utiliza ni un dispositivo recuperador de energía ni un precalentador de proceso. La Figura 2 ilustra un sistema que utiliza un dispositivo recuperador de energía, y corresponde a la segunda realización de la invención, antes descrita. La Figura 3 ilustra un sistema que utiliza tanto un precalentador de proceso como un dispositivo recuperador de energía, y corresponde a la tercera realización de la presente invención. La presente descripción debe ser considerada como una ilustración de la invención, sin quedar limitada a la realización específica mostrada.

## Descripción detallada

Haciendo referencia a la Figura 1 adjunta, se introduce al reactor de oxidación 12 mezcla de alimentación del reactor a través del conducto 10. La mezcla de alimentación del reactor comprende un hidrocarburo alquilaromático, un disolvente ácido alifático monocarboxílico  $C_2-C_6$  acuoso, y un catalizador de oxidación adecuado que típicamente está disuelto en el disolvente. La alimentación de disolvente ácido carboxílico alifático contiene típicamente hasta aproximadamente 10 por ciento de agua en peso. Si se desea, se pueden alimentar al reactor 12 los componentes de compuesto alquilaromático y/o disolvente ácido alifático que contiene catalizador, en una pluralidad de puntos distribuidos por la parte lateral del reactor. A través del conducto 14 se introduce, cerca del fondo del reactor 12, un gas que contiene oxígeno a presión. El gas que contiene oxígeno preferido es aire o aire enriquecido en oxígeno. El caudal de aporte de gas que contiene oxígeno al reactor 12 se controla a fin de mantener entre aproximadamente 2 y 9 por ciento de oxígeno en volumen (calculado sobre gas seco y sin disolvente) en el gas de ebullición que sale del reactor a través del conducto 16. Los reaccionantes presentes en el reactor 12 son mantenidos a una presión elevada suficiente para mantener en estado líquido a la temperatura de reacción el medio de reacción volatilizable contenido.

El reactor 12 es un recipiente de oxidación a presión, en columna, en el cual tiene lugar la oxidación exotérmica en fase líquida del hidrocarburo alquilaromático por el gas que contiene oxígeno, en presencia del catalizador de oxidación. Por tanto, el medio de reacción contenido por el reactor 12 comprende el gas que contiene oxígeno, el hidrocarburo alquilaromático que ha de ser oxidado a un producto de ácido carboxílico aromático, el catalizador, y el disolvente ácido alifático monocarboxílico  $C_2-C_6$  acuoso. Cuando se utiliza el método de la presente invención, la cantidad de agua dentro del reactor se sitúa con preferencia entre aproximadamente 3 y 20 por ciento en peso, y muy preferiblemente entre 3 y 10 por ciento en peso, respecto al peso del agua y del ácido carboxílico alifático. Típicamente, la temperatura y la presión dentro del reactor son aproximadamente 120 a 180°C, con preferencia aproximadamente 140 a 160°C, para la oxidación de un xileno a un ácido bencendicarboxílico, y aproximadamente 3,5 a 12,1 bares absolutos (abreviado bara), con preferencia aproximadamente 5,5 a 8,0 bara.

Durante el transcurso de la reacción de oxidación se retiran del reactor 12 calor exotérmico de reacción y agua generada por la oxidación del compuesto alquilaromático, mediante la vaporización de una parte del medio de reacción líquido. Estos vapores, denominados gas de ebullición del reactor, comprenden el disolvente acuoso que contiene aproximadamente 5 a 30 por ciento de agua en peso y gas de proceso empobrecido en oxígeno que contiene pequeñas cantidades de productos de descomposición, entre ellos residuo de catalizador. El gas de ebullición del reactor sube a través del reactor 12 y se envía a través del conducto 16 a la parte inferior de la columna 18 de eliminación de agua, para ser destilado. La columna de eliminación de agua puede ser una columna de destilación que tiene una zona de fraccionamiento con una pluralidad de bandejas o bien un relleno adecuado para realizar la transferencia de masa, y puede tener veinticinco (25) o más etapas de equilibrio, y una sección superior con reflujo. Normalmente, todo el calor requerido para hacer funcionar la columna de destilación 18 es aportado por el gas de ebullición del reactor. La presión dentro de la columna de eliminación de agua se sitúa típicamente en aproximadamente 3 a 11,5 bara, con preferencia aproximadamente 5 a 7,5 bara.

De la parte inferior de la columna 18 de eliminación de agua se retira, a través del conducto 20, un líquido de colas destilado que contiene disolvente ácido alifático monocarboxílico parcialmente deshidratado, por ejemplo disolvente ácido alifático monocarboxílico que contiene aproximadamente 4 a 12 por ciento de agua en peso. Se recicla directamente al reactor 12, a través de los conductos 20 y 22, todo o una parte del disolvente parcialmente deshidratado. La cantidad reciclada directamente al reactor 12 varía de aproximadamente 10 a 100 por ciento en peso, dependiendo de la cantidad de disolvente parcialmente deshidratado utilizada para extraer catalizador por lavado de un líquido que contiene producto, procedente del reactor 12 tal como se describirá más adelante. Se puede alimentar el disolvente parcialmente deshidratado al reactor 12 en cualquier punto. Preferiblemente se alimenta el disolvente parcialmente deshidratado por medio de la cabeza rociadora 24 situada debajo del conducto de salida y por encima de la separación de fases del contenido gaseoso/líquido del reactor 12. La cabeza rociadora 24 está diseñada para distribuir el disolvente parcialmente deshidratado en una forma finamente dividida, por ejemplo gotitas, sobre una porción sustancial de la superficie de la separación de fases de la mezcla gaseosa/líquida de reacción, preferiblemente sobre toda la superficie. El medio particular empleado para alimentar al reactor el disolvente parcialmente deshidratado, en forma de una rociadura, no es crítico en tanto que procure un contacto líquido-gas en la parte superior del reactor. En consecuencia, la rociadura se puede crear por medio de una única cabeza rociadora tal como se muestra en la Figura 1, o bien mediante una pluralidad de boquillas rociadoras.

## ES 2 274 036 T3

De la sección superior o del extremo superior de la columna de agua 18 se retira de manera continua una corriente de vapor acuoso que contiene una cantidad mínima de disolvente ácido monocarboxílico. Típicamente, esta corriente de vapor comprende aproximadamente 35 a 55 por ciento de agua en peso, aproximadamente 1 a 6 por ciento de disolvente ácido alifático monocarboxílico en peso, y aproximadamente 42 a 62 por ciento de gas de proceso empobrecido en oxígeno, en peso. Tal como se muestra en la Figura 1, se puede retirar una parte de la corriente de vapor acuoso desde la columna de agua 18, a través del conducto 26, y enviarla al condensador 28. Preferiblemente, la composición de los componentes condensables de los vapores acuosos (el reflujo) que se recogen en el condensador 28 es superior a 97 por ciento de agua en peso, muy preferiblemente superior a 99 por ciento de agua en peso. Este reflujo es devuelto a la zona de fraccionamiento de la columna de eliminación de agua 18 a través del conducto 30. La relación de reflujo en peso varía de aproximadamente 4 a 10 partes de reflujo por una parte de corriente de vapor acuoso. Se puede alimentar a la columna de eliminación de agua 18 una corriente adicional de agua (no representada) que contenga pequeñas cantidades de disolvente ácido, generada en otros procesos que utilicen agua, tales como cierres de bombas, lavadores de respiraderos y lavados con agua. El gas de proceso empobrecido en oxígeno, que no ha condensado, se deja salir del condensador 28 a través del conducto 32.

De acuerdo con la presente invención se lleva a un dispositivo de control de la contaminación una segunda porción, es decir el resto, de la corriente de gas de ebullición y la corriente de vapor acuoso, desprovista de oxígeno, retirada de la sección superior o del extremo superior de la columna de agua 18. Tal como se muestra en la Figura 1, se puede retirar de la columna de agua 18, a través del conducto 40, una segunda porción de la corriente de vapor acuoso, y llevarla al dispositivo de control de la contaminación 60. Para proporcionar un medio fiable de control del flujo de vapor acuoso a través de los conductos 26 y 40 se debe procurar una caída de presión suficiente, por ejemplo de aproximadamente 0,1 a 1,4 bares, entre la parte superior de la columna de eliminación de agua 18 y el dispositivo de control de la contaminación 60. Esto se puede lograr mediante el empleo de válvulas de control (no mostradas) en los conductos 32 y 40.

A través del conducto 40 se transportan gas de ebullición empobrecido en oxígeno y vapor acuoso, y a través de la línea 32 se transporta gas de proceso empobrecido en oxígeno, al dispositivo de control de la contaminación 60 en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en las corrientes de los conductos 32 y 40, para producir una corriente efluente de gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y vapor acuoso, que es retirada del dispositivo de control de la contaminación 60 a través del conducto 62. La corriente de vapor del conducto 62 está exenta o sustancialmente exenta de compuestos subproductos orgánicos. El dispositivo de control de la contaminación puede ser un quemador, una unidad de oxidación térmica regeneradora, un dispositivo de adsorción tal como uno o varios lechos de carbono, o una unidad de oxidación catalítica. Preferiblemente, el dispositivo de control de la contaminación 60 es un reactor de oxidación catalítica en el cual se somete el gas aportado al oxidador 60 a una reacción catalítica con el fin de oxidar por completo pequeñas cantidades, o trazas, de compuestos orgánicos, por ejemplo bromuro de metilo, ácido acético, acetato de metilo, para-xileno, monóxido de carbono y otros subproductos, producidos en el oxidador 12, presentes en el gas. El oxidador contiene un catalizador de oxidación tal como un metal noble, por ejemplo platino y paladio, depositado sobre un material de soporte para catalizador. Estas unidades de oxidación catalítica, y su funcionamiento, son bien conocidos para los especialistas en la técnica, tal como se describe en los documentos Kokai Sho JP 55-99517 y US 5,723,656 antes citados.

Cuando está funcionando, el reactor 12 produce de manera continua un producto de ácido carboxílico aromático que es retirado también de manera continua en forma de una suspensión en el seno del disolvente ácido alifático monocarboxílico acuoso, que contiene también catalizador disuelto. El líquido con producto es retirado de la base del reactor 12 y enviado, a través del conducto 70, a una zona de separación sólido/líquido 72 adecuada. Se puede enviar a la zona de separación 72, a través de las líneas 20 y 74, una parte del disolvente parcialmente deshidratado proporcionado por la columna de eliminación de agua, para extraer por lavado catalizador del producto o del líquido con producto. La fase líquida recuperada de la zona de separación 72, que comprende disolvente ácido alifático monocarboxílico acuoso que contiene componentes de catalizador disueltos, es reciclada a la sección inferior del reactor 12 a través del conducto 76. La fase sólida contiene el producto del proceso, compuesto ácido carboxílico aromático, y es retirada de la zona de separación 72 por medio del conducto 78.

Los ejemplos de hidrocarburos alquilaromáticos adecuados, útiles como componentes o ingredientes de la mezcla de alimentación al reactor en el procedimiento de la presente invención, y sus respectivos productos de ácido carboxílico aromático, incluyen:

<u>Hidrocarburo aromático</u>	<u>Ácido carboxílico</u>
Tolueno	Ácido benzoico
o-Xileno	Ácido ortoftálico
m-Xileno	Ácido isoftálico (IPA)
p-Xileno	Ácido tereftálico (TPA)
1,2,3-Trimetilbenceno	Ácido hemimelítico
1,2,4-Trimetilbenceno	Ácido trimelítico
1,2,5-Trimetilbenceno	Ácido trimésico
2,6- y 2,7-Dimetilnaftaleno	Ácidos 2,6- y 2,7-naftalendicarboxílicos

## ES 2 274 036 T3

El nuevo proceso de la presente invención es particularmente idóneo para la producción de IPA, ácido trimelítico, ácido trimésico, los ácidos naftalendicarboxílicos, y en especial TPA, que es producido en todo el mundo en cantidades sustanciales para ser empleado en la preparación de poliésteres tales como poli(tereftalato de etileno).

5 Los disolventes ácidos alifáticos acuosos adecuados útiles en el procedimiento de la presente invención son los fácilmente volatilizables a las temperaturas de reacción. Se cuentan entre estos disolventes los ácidos monocarboxílicos alifáticos C<sub>2</sub> a C<sub>6</sub>, acuosos, por ejemplo el ácido acético, ácido propiónico, ácido n-butírico, ácido isobutírico, ácido n-valérico, ácido trimetilacético, ácido caproico, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el disolvente ácido alifático monocarboxílico volatilizable es el ácido acético.

10 Los sistemas de catalizador que pueden ser empleados en el procedimiento de oxidación incluyen cualquier sistema de catalizador utilizado convencionalmente para la oxidación en fase líquida de un hidrocarburo alquilaromático. Un sistema de catalizador adecuado puede incluir una mezcla de compuestos o complejos de cobalto, manganeso y bromo, soluble en el disolvente acuoso volatilizable particular empleado.

15 En la segunda y preferida realización de la presente invención ilustrada en la Figura 2, se conducen a través de la línea 40 gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y vapor acuoso, y a través de la línea 32 se conduce gas de proceso empobrecido en oxígeno sin condensar hacia el dispositivo recuperador de energía 50, en el cual se genera energía gracias a la disminución de las presiones de la corriente y a la expansión del vapor asociada con ello. El gas expandido sale del dispositivo recuperador de energía 50 a través del conducto 52, y es alimentado al dispositivo  
20 de control de la contaminación 60 en el cual se destruyen el disolvente y los subproductos orgánicos antes de que la corriente salga al ambiente a través del conducto 62. El dispositivo recuperador de energía puede ser cualquier dispositivo empleado típicamente para recuperar potencia o energía de corrientes a alta presión y a alta temperatura en procesos de químicos de fabricación. Véanse por ejemplo los dispositivos descritos en la publicación de solicitud de patente japonesa Kokai Sho JP 55-99517, la patente de EE.UU. 5,723,656 y el artículo de J. Reumers, Energy Conservation at Amoco Chemicals, Journal A, volumen 25 número 3 de 1984, páginas 165-167. Preferiblemente, el dispositivo recuperador de energía es una turbina de gas o un expansor de gas.

30 La Figura 3 ilustra la tercera realización de la presente invención, en la cual se conducen a través de la línea 40 gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y vapor acuoso, y a través de la línea 32 se conduce gas de proceso empobrecido en oxígeno, sin condensar, hacia el precalentador 42, en el cual el vapor de las corrientes de alta presión 32 y 40 es calentado a una temperatura de al menos 300°C, con preferencia en el intervalo de aproximadamente 330 a 400°C. Tal como se ha señalado más arriba, el precalentador elimina o minimiza los problemas mecánicos y de corrosión que pueden presentarse si condensa vapor en el dispositivo recuperador de energía. El vapor calentado sale del precalentador 42 a través del conducto 44, y es alimentado al dispositivo recuperador de  
35 energía 50, en el cual se reduce la presión del efluente de vapor precalentado y se recupera energía tal como se ha descrito más arriba. El precalentador asegura que la temperatura de la corriente que sale del dispositivo de recuperador de energía sea al menos 225°C, y que con preferencia se encuentre en el intervalo de aproximadamente 225 a 345°C.

40 Tal como se muestra en la Figura 3 y se ha descrito más arriba, el efluente vapor del dispositivo recuperador de energía 50 es alimentado a través del conducto 52 al dispositivo de control de la contaminación 60 en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente 52, a fin de obtener una corriente de gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos. La tercera realización del presente procedimiento utiliza preferiblemente un reactor de oxidación como dispositivo de control de la contaminación, y el calor producido por la descomposición oxidativa exotérmica del material orgánico dentro del reactor de oxidación proporciona el calor para el precalentador 42. Esta operación preferida de la tercera realización queda ilustrada en la Figura 3, en la cual se transfiere a través del conducto 62, desde el reactor de oxidación 60, una corriente calentada de vapor acuoso exento o sustancialmente exento de  
45 compuestos orgánicos, hacia el precalentador 42, en donde se intercambia el calor del vapor del conducto 64 con la corriente de vapor de alta presión 40 y 32. La temperatura del vapor dentro del conducto 64 se sitúa típicamente en el intervalo de aproximadamente 420 a 480°C. A través del conducto 46 se retiran del precalentador 42 vapor y gas que han intercambiado calor, y pueden ser liberados al ambiente.

### 55 Ejemplo

Por medio del siguiente ejemplo se ilustra el procedimiento proporcionado por la presente invención, como se ilustra en la Figura 3. Todas las partes y porcentajes que se dan en el ejemplo son en peso, a menos que se especifique otra cosa.

60 Se alimentó ácido acético acuoso que contenía catalizador disuelto, a un ritmo de aproximadamente 30 partes por hora, y se alimentó p-xileno a un ritmo de aproximadamente 1000 partes por hora a través del conducto 10 al reactor 12. El reactor empleado era una columna de burbujas vertical con una relación altura:diámetro de 12:1. Se alimentó aire que contenía 0,5% de agua a través del conducto 14, con un caudal de aproximadamente 4900 partes de aire por hora. El medio de la reacción de oxidación llenaba aproximadamente 85% del volumen del reactor. La temperatura del medio de reacción vigorosamente mezclado era aproximadamente 140 a 160°C, y se controló la presión para que fuera aproximadamente 5,9 bara.

## ES 2 274 036 T3

Se retiraba de manera continua una corriente de gas de ebullición del reactor que comprendía gas de proceso empobrecido en oxígeno, ácido acético y agua, a través de una abertura situada en el extremo superior del reactor, y se transportó a través del conducto 16 hasta la parte inferior de la columna de eliminación de agua 18. La concentración de agua en el conducto 16 era aproximadamente 9,4%, con respecto al peso de los componentes condensables. A través del conducto 20 se retiraba de la columna de eliminación de agua un líquido de colas consistente en ácido acético parcialmente deshidratado, con una concentración de agua de aproximadamente 6% en peso, a un ritmo de aproximadamente 15.800 partes de ácido acético por hora. Una parte del disolvente parcialmente deshidratado era alimentada al reactor a través del conducto 22 y la cabeza rociadora 24, a un ritmo de aproximadamente 9.000 partes de ácido acético por hora. El resto del disolvente parcialmente deshidratado era alimentado al sistema de separación 72 a través del conducto 74.

Desde la sección superior de la columna de agua 18 se retiraba de manera continua una corriente de vapor acuoso que comprendía agua, ácido acético y gas de proceso empobrecido en oxígeno. Una porción de la corriente de vapor acuoso era enviada, a través de la línea 40, al precalentador 42, a un ritmo de aproximadamente 470 partes por hora. Una segunda porción (el resto) de la corriente de vapor acuoso retirada de la sección superior de la columna 18 era enviada, a través del conducto 26, al condensador 28. Los componentes líquidos condensables, que comprendían 99,5% de agua en peso y 0,5% de ácido acético en peso, salían del condensador 28 a través del conducto 30 a un ritmo de aproximadamente 3200 partes por hora, y eran refluídos hacia la columna de eliminación de agua 18. La relación de reflujo resultante en la columna de eliminación de agua era aproximadamente 6,8. Los no condensables abandonaban el condensador 28 a través del conducto 32 hacia el precalentador 42. Se alimentaba vapor calentado desde el precalentador 42 hacia el dispositivo recuperador de energía 50 a un ritmo de aproximadamente 4100 partes por hora. Se habían incluido válvulas de control en los conductos 32 y 40 para disponer de capacidad de control de la presión de proceso en el reactor 12 y del flujo de vapor acuoso a través del conducto 40, de manera independiente. Se recupera energía reduciendo la presión de las corrientes de proceso combinadas 32 y 40 en el dispositivo recuperador de energía 50. Típicamente, una presión de aproximadamente 4,5 a 5,5 bara dentro de los conductos 32 y 40 es reducida a aproximadamente 1 a 1,4 bara en el dispositivo recuperador de energía 50. La corriente de proceso con presión reducida sale del dispositivo recuperador de energía a través del conducto 52 en dirección al reactor de oxidación catalítica 60, en el cual se destruyen componentes orgánicos traza, es decir se oxidan componentes orgánicos a dióxido de carbono y agua. Después del tratamiento en el dispositivo de control de la contaminación 60 se transfieren el gas de proceso empobrecido en oxígeno y el vapor de agua al precalentador 42 a través del conducto 64. El calor del vapor extraído del reactor proporcionaba el calor requerido en el precalentador 42. El vapor que habían intercambiado calor, proporcionado por el conducto 64 se eliminada después del sistema de producción a través del conducto 46. En este ejemplo, el dispositivo recuperador de energía era un turboexpansor conectado a un generador.

El proceso de la presente invención fue evaluado en una instalación comercial en la cual se oxida p-xileno a ácido tereftálico tal como se ha descrito en esta memoria. Se comparó el funcionamiento del proceso descrito en la patente de EE.UU. 5,510,521 (en el cual se retira agua de reacción en forma líquida) con el procedimiento descrito en la presente memoria (en el cual se retira agua de reacción en forma de destilado de vapor). Los experimentos demostraron que, trabajando al 70% de la capacidad de la planta, la generación de agua residual se redujo en un 99%, y la recuperación de energía aumentó en 38%, en comparación con el funcionamiento en el cual no hay flujo a través del conducto 40. Como consecuencia de estos efectos, los costes de servicios asociados disminuyeron en 26%. Esta mejora de costes no refleja el impacto de los menores costes de tratamiento de aguas residuales. Además, los resultados de recuperación de energía deben mejorar cuando se aumente la tasa de producción de la planta, ya que la eficacia del dispositivo recuperador de energía mejora cuando se aumenta la carga.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción continua de un ácido carboxílico aromático en un reactor de oxidación a presión, mediante la oxidación exotérmica, en fase líquida, de un hidrocarburo alquilaromático con un gas que contiene oxígeno, en presencia de un catalizador de oxidación y disolvente ácido monocarboxílico alifático C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> acuoso, que comprende los pasos de:

(1) alimentar de manera continua a un reactor hidrocarburo alquilaromático, disolvente ácido monocarboxílico acuoso que lleva disuelto en él catalizador de oxidación, y un gas que contiene oxígeno;

(2) retirar de manera continua de la parte inferior del reactor líquido con producto, que comprende ácido policarboxílico aromático y el disolvente ácido monocarboxílico acuoso que lleva disuelto en él el catalizador de oxidación;

(3) retirar de manera continua de la parte superior del reactor, y alimentar directamente a la parte inferior de una columna de eliminación de agua, gas de ebullición del reactor que comprende gas de proceso empobrecido en oxígeno y disolvente ácido monocarboxílico acuoso vaporizado;

(4) retirar de manera continua de la parte inferior de la columna de eliminación de agua un líquido de colas que contiene disolvente ácido monocarboxílico parcialmente deshidratado y devolver al reactor al menos una porción del líquido de colas a la sección superior del reactor;

(5) retirar de manera continua de las cabezas de la columna de eliminación de agua una corriente de vapor que comprende gas de ebullición empobrecido en oxígeno, agua y pequeñas cantidades de disolvente ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos producidos en el reactor de oxidación;

(6) alimentar una porción de la corriente de vapor del paso (5) a un condensador, con el fin de obtener (a) un vapor que comprende gas de proceso empobrecido en oxígeno y (b) un líquido que comprende disolvente ácido monocarboxílico parcialmente deshidratado;

(7) alimentar el líquido del paso (6)(b) a la zona de fraccionamiento de la columna de eliminación de agua; y

(8) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en las corrientes de vapor (i) y (ii), para obtener una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

2. El procedimiento según la reivindicación 1 en el cual el disolvente ácido monocarboxílico es ácido acético, el hidrocarburo alquilaromático es p-xileno, y el ácido policarboxílico aromático es ácido tereftálico.

3. El procedimiento según la reivindicación 1 en el cual el disolvente ácido monocarboxílico es ácido acético, el hidrocarburo alquilaromático es m-xileno, y el ácido policarboxílico aromático es ácido isoftálico.

4. El procedimiento según la reivindicación 1 en el cual la cantidad de agua en el producto de destilado de vapor es igual o supera al agua generada en el reactor.

5. Procedimiento según la reivindicación 1 en el cual el paso (8) comprende:

(8.1) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un dispositivo recuperador de energía en el cual se reduce la presión de las corrientes de vapor (i) y (ii) y se recupera energía, dando como resultado recuperación de energía y una corriente efluente con presión reducida; y

(8.2) alimentar la corriente efluente del paso (8.1) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.1), para obtener un gas de ebullición de proceso empobrecido en oxígeno y una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

6. El procedimiento según la reivindicación 5 en el cual el disolvente ácido monocarboxílico es ácido acético, el hidrocarburo alquilaromático es p-xileno, y el ácido policarboxílico aromático es ácido tereftálico, y en el paso (8.1) la presión de (i) la corriente de vapor del paso (5) y de (ii) el vapor del paso (6)(a) ascienden a 4,5 a 5,5 bara, y en el dispositivo recuperador de energía se reduce la presión de las corrientes de vapor (i) y (ii) a 1,01 a 1,4 bara.

7. El procedimiento según la reivindicación 6 en el cual el dispositivo recuperador de energía comprende un turboexpansor.

8. Procedimiento según la reivindicación 1 en el cual el paso (8) comprende:

## ES 2 274 036 T3

(8.3) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un precalentador para elevar la temperatura de las alimentaciones de vapor (i) y (ii) en al menos 120°C a fin de obtener un efluente de vapor del precalentador;

5 (8.4) alimentar el efluente de vapor del precalentador del paso (8.3) a un dispositivo recuperador de energía en el cual se reduce la presión del efluente de vapor del precalentador y se recupera energía, dando como resultado recuperación de energía y una corriente efluente con presión reducida; y

10 (8.5) alimentar la corriente efluente del paso (8.4) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.4), para obtener una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

15 9. El procedimiento según la reivindicación 8 en el cual el disolvente ácido monocarboxílico es ácido acético, el hidrocarburo alquilaromático es p-xileno, el ácido policarboxílico aromático es ácido tereftálico, y en el paso (8.4) la presión de (i) la corriente de vapor del paso (5) y de (ii) el vapor del paso (6)(a) ascienden a 4,5 a 5,5 bara, y en el dispositivo recuperador de energía se reduce la presión de las corrientes de vapor (i) y (ii) a 1,01 a 1,4 bara.

20 10. El procedimiento según la reivindicación 9 en el cual el dispositivo recuperador de energía comprende un turboexpansor.

11. El procedimiento según la reivindicación 8 en el cual el paso (8.5) ha sido reemplazado por los pasos de:

25 (8.6) alimentar la corriente efluente del paso (8.4) a un reactor de oxidación en el cual se destruyen mediante descomposición oxidativa exotérmica el ácido monocarboxílico y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.4) para producir una corriente de vapor acuoso calentada exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos; y

30 (8.7) alimentar la corriente de vapor acuoso calentada del paso (8.6) al precalentador del paso (8.3), para aportar el calor requerido para el funcionamiento del precalentador.

35 12. Procedimiento según la reivindicación 1 para la producción continua de ácido tereftálico en un reactor de oxidación a presión, mediante la oxidación exotérmica, en fase líquida, de p-xileno con un gas que contiene oxígeno, en presencia de un catalizador de oxidación y disolvente ácido acético acuoso, que comprende los pasos de:

(1) alimentar de manera continua p-xileno, disolvente ácido acético acuoso que lleva disuelto en él catalizador de oxidación, y un gas que contiene oxígeno a un reactor mantenido a una temperatura de 120 a 180°C y una presión de 3,5 a 12,1 bar;

40 (2) retirar de manera continua de la parte inferior del reactor líquido con producto, que comprende ácido tereftálico y el disolvente ácido acético acuoso que lleva disuelto en él el catalizador de oxidación;

45 (3) retirar de manera continua de la parte superior del reactor, y alimentar directamente a la parte inferior de una columna de eliminación de agua mantenida a una presión de 3 a 11,5 bara, gas de ebullición del reactor que comprende gas de proceso empobrecido en oxígeno y disolvente ácido acético acuoso vaporizado;

50 (4) retirar de manera continua de la parte inferior de la columna de eliminación de agua un líquido de colas que contiene disolvente ácido acético parcialmente deshidratado que contiene 4 a 12 por ciento de agua en peso y devolver al reactor al menos una porción del líquido de colas a la sección superior del reactor;

(5) retirar de manera continua de las cabezas de la columna de eliminación de agua una corriente de vapor que comprende de 35 a 55 por ciento de agua en peso, 1 a 6 por ciento de ácido acético en peso, y 42 a 62 por ciento en peso de gas de proceso empobrecido en oxígeno;

55 (6) alimentar una porción de la corriente de vapor del paso (5) a un condensador, con el fin de obtener (a) un vapor que comprende gas de proceso empobrecido en oxígeno y (b) un líquido que comprende disolvente ácido acético parcialmente deshidratado;

60 (7) alimentar el líquido del paso (6)(b) a la zona de fraccionamiento de la columna de eliminación de agua;

(8.1) alimentar (i) la porción restante de la corriente de vapor del paso (5) y (ii) el vapor del paso (6)(a) a un dispositivo recuperador de energía en el cual se reduce la presión de las corrientes de vapor (i) y (ii) y se recupera energía, dando como resultado recuperación de energía y una corriente efluente con presión reducida; y

65 (8.2) alimentar la corriente efluente del paso (8.1) a un dispositivo de control de la contaminación en el cual se destruyen el ácido acético y subproductos orgánicos presentes en la corriente efluente del paso (8.1), para obtener una corriente de vapor acuoso exenta o sustancialmente exenta de compuestos orgánicos.

## ES 2 274 036 T3

13. Procedimiento según la reivindicación 12 en el cual se mantiene el reactor del paso (1) a una temperatura de 140 a 160°C y una presión de 5,5 a 8 bar; se mantiene la columna de eliminación de agua del paso (3) a una presión de 5 a 7,5 bara; y el paso (4) comprende devolver al reactor al menos una porción del líquido de colas en forma de una rociadura por encima de la separación de fases del contenido gaseoso/líquido del reactor.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

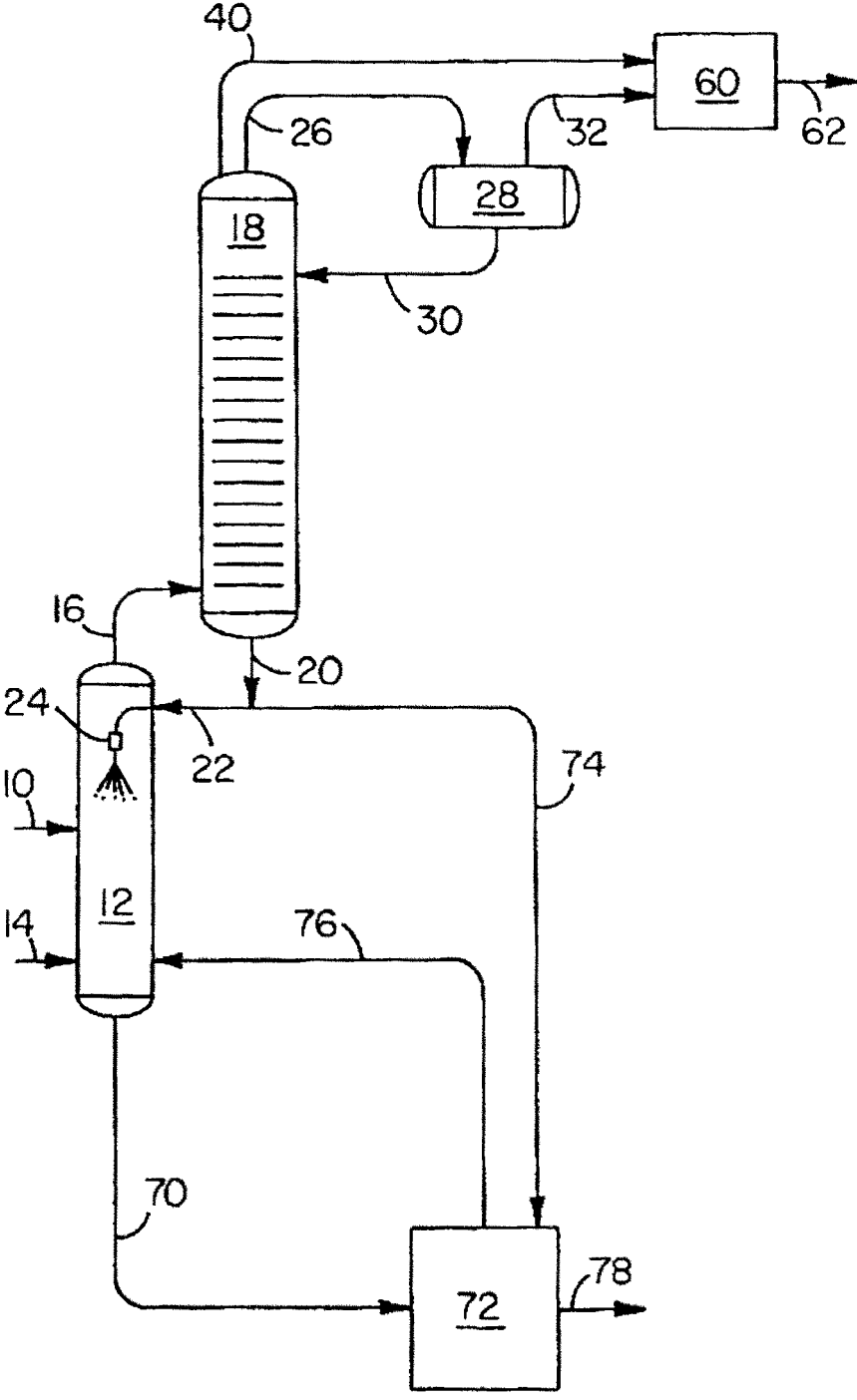


Fig. 1

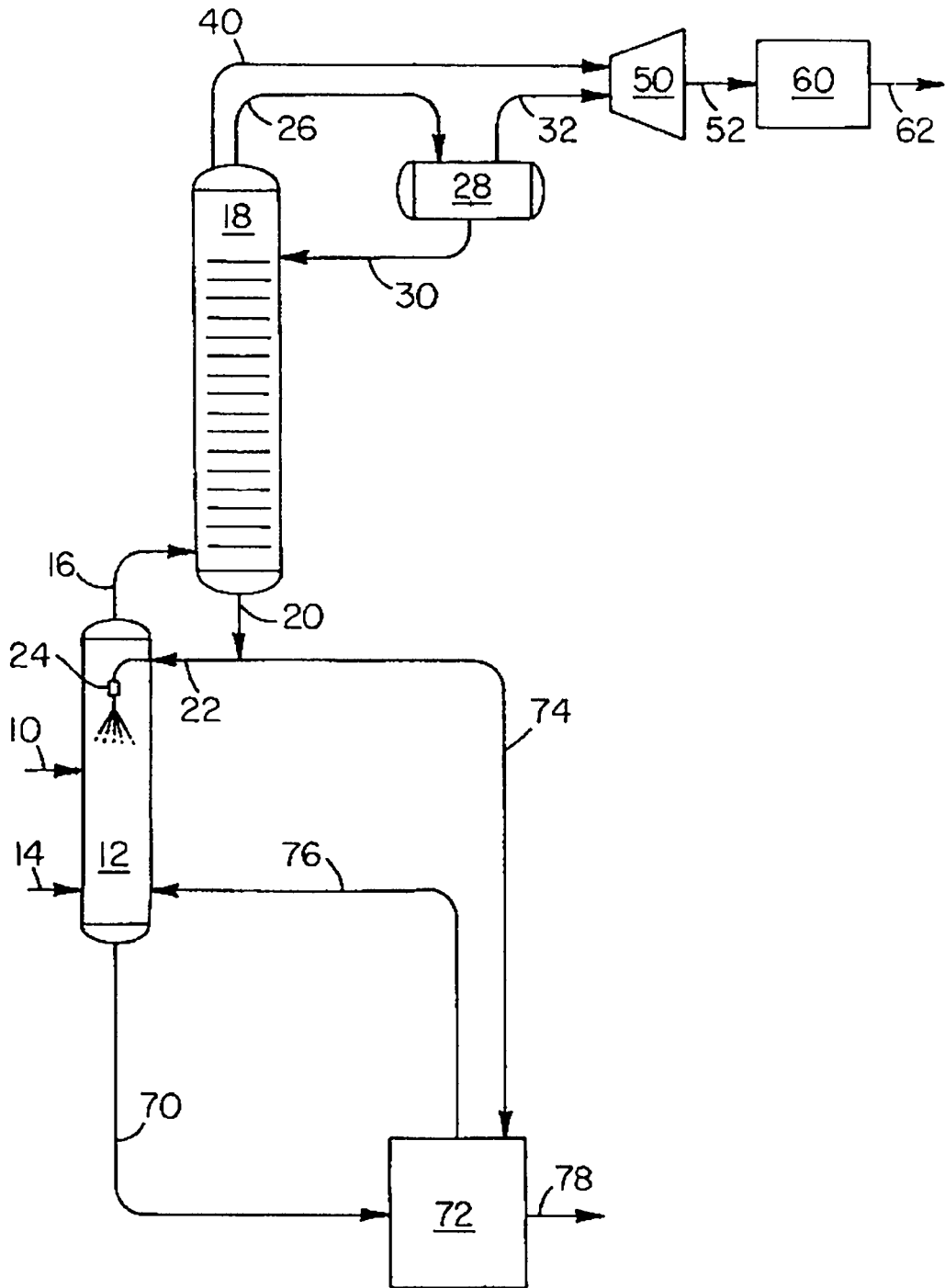


Fig. 2

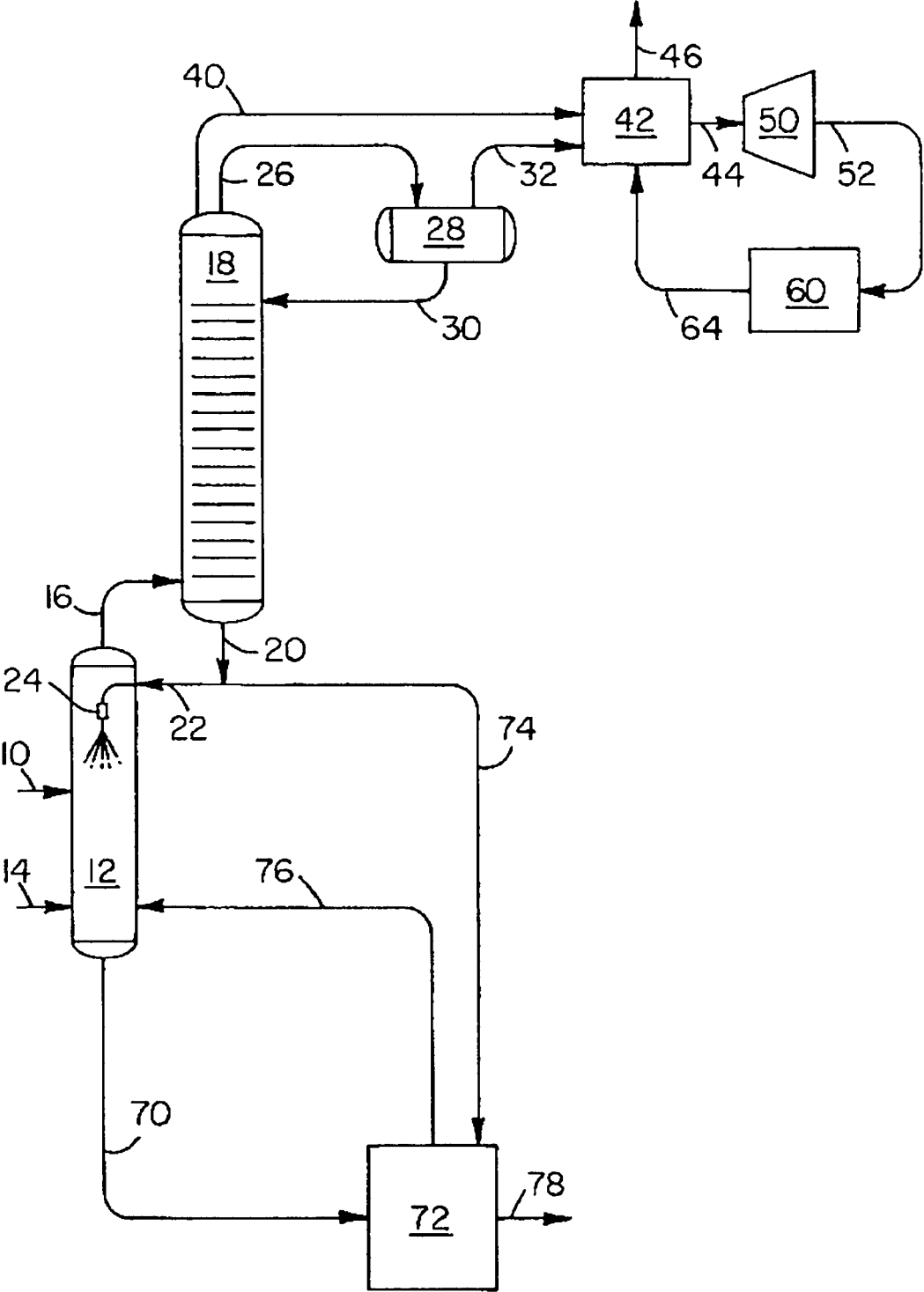


Fig. 3