

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 995 216**

(51) Int. Cl.:

C07C 51/265 (2006.01)
C07C 51/43 (2006.01)
C07C 51/47 (2006.01)
C07C 63/26 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.10.2020 PCT/US2020/058348**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2021 WO21087352**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.10.2020 E 20816324 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.09.2024 EP 4051658**

(54) Título: Procesos de separación sólido-líquido

(30) Prioridad:

31.10.2019 US 201962928407 P

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

07.02.2025

(73) Titular/es:

**INEOS US CHEMICALS COMPANY (100.00%)
150 West Warrenville Road
Naperville, IL 60563, US**

(72) Inventor/es:

KEYES, TIMOTHY, H.

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 995 216 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

Procesos de separación sólido-líquido

5 Solicitudes relacionadas

Campo

10 La presente descripción se refiere en general a separaciones sólido/líquido en procesos para la fabricación de ácidos carboxílicos aromáticos.

Antecedentes técnicos

15 En los procesos de las industrias química, alimentaria y farmacéutica, se utilizan diversas técnicas de separación para aislar un material de otro. Las técnicas comunes para separar materiales sólidos de un líquido incluyen filtración al vacío o a presión, secado, centrifugación, sedimentación y clarificación. Cuando se requiere un producto sólido muy puro, la separación puede ocurrir en múltiples etapas y puede combinarse con etapas de lavado. Por ejemplo, un sólido recuperado de una de las técnicas indicadas anteriormente puede lavarse o volver a suspenderse con líquidos adicionales para eliminar las impurezas antes de someterse a otra técnica de separación sólido/líquido para recuperar un producto final más puro.

20 Las técnicas de separación de etapas múltiples pueden dar como resultado una mayor pureza de los productos sólidos, pero pueden requerir sustancialmente más inversión en equipos. Un método altamente exitoso para reducir los gastos de capital en una separación de múltiples etapas es mediante el uso de un aparato de filtro de presión rotativa. Los aparatos de filtro de presión rotativa se han diseñado para realizar más de uno de los pasos de una técnica de separación de múltiples etapas en una sola pieza de equipo al hacer avanzar el material que se procesa a través de zonas de trabajo separadas. Por ejemplo, los aparatos de filtro de presión rotativa conocidos realizan una filtración en un filtro o zona de alimentación para formar una torta de filtro, seguida de un lavado de la torta de filtro en una o más zonas de lavado. La torta de filtro lavada se puede secar en una zona de secado antes de salir del filtro de presión giratorio. Los aparatos de filtro de presión giratoria son generalmente conocidos en la técnica y se describen, por ejemplo, en las patentes de EE. UU. No. 2,741,369, 7,807,060, y la publicación de solicitud de patente de EE. UU. No. 2005/0051473. Un proceso para fabricar un ácido carboxílico aromático se describe en WO 2019/019012 A1.

35 Sigue existiendo la necesidad de mejorar los procesos de separación para los efluentes de reacción de ácido carboxílico aromático que utilizan un aparato de filtro de presión giratoria.

Breve descripción de la invención

40 El alcance de la presente descripción no se ve afectado en ningún grado por las declaraciones dentro de la breve descripción de la invención.

De acuerdo con un aspecto de la descripción, un proceso para fabricar un ácido carboxílico aromático incluye

45 oxidar en una zona del reactor una materia prima que comprende un hidrocarburo aromático sustituido en presencia de un catalizador de oxidación y un disolvente de ácido monocarboxílico en condiciones de reacción adecuadas para formar ácido carboxílico aromático bruto; enfriar el efluente de la zona del reactor para formar una mezcla sólida/líquida que comprende un ácido carboxílico aromático bruto sólido, un disolvente de ácido monocarboxílico y cantidades menores del catalizador de oxidación; 50 filtrar la mezcla sólida/líquida en una zona de alimentación de un filtro giratorio (por ejemplo, un filtro de presión giratorio), la zona de alimentación tiene al menos dos zonas de filtro para formar

55 un primer filtrado de alimentación que comprende disolvente de ácido monocarboxílico y sólidos, y un segundo filtrado de alimentación separado del primer filtrado de alimentación, el segundo filtrado de alimentación comprende disolvente de ácido monocarboxílico y sólidos, el segundo filtrado de alimentación es más bajo en sólidos que el primer filtrado de alimentación;

transferir al menos una porción del primer filtrado de alimentación a la zona del reactor como reciclado; y recuperar el catalizador de oxidación del segundo filtrado de alimentación en una zona de recuperación de catalizador.

60 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, el catalizador de oxidación se recupera del segundo filtrado de alimentación en una zona de recuperación de catalizador.

65 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción del efluente de la zona de recuperación del catalizador se recicla a la zona del reactor.

En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, la relación del volumen del primer filtrado de alimentación al segundo filtrado de alimentación está en el intervalo de 1:20 a 3:1.

5 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, la relación del volumen del primer filtrado de alimentación al segundo filtrado de alimentación está en el intervalo de 1:5 a 2:1.

En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, el primer filtrado de alimentación incluye al menos 60% de la cantidad total de sólidos de todos los filtrados de la operación de filtración.

10 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, la mezcla sólida/líquida se transfiere al filtro de presión giratorio desde una zona de cristalización en la que se cristaliza el ácido carboxílico aromático.

15 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, la operación de filtración forma una torta de filtro, y en donde el proceso comprende además lavar la torta de filtro en una primera zona de lavado con un primer fluido de lavado para formar un primer filtrado de lavado.

En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, la relación del volumen del primer filtrado de lavado al primer filtrado de alimentación está en el intervalo de 1:2 a 5:1.

20 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción del primer filtrado de lavado se transfiere a la zona del reactor como reciclaje.

25 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción del primer filtrado de alimentación y, opcionalmente, al menos una porción del primer filtrado de lavado se transfiere directamente a la zona del reactor como reciclaje.

30 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción del primer filtrado de alimentación y, opcionalmente, al menos una porción del primer filtrado de lavado se transfiere indirectamente a la zona del reactor como reciclaje.

35 En determinadas modalidades de los procesos como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción del primer filtrado de alimentación, y opcionalmente, al menos una porción del primer filtrado de lavado se transfiere a un tambor, y después al menos una porción del filtrado se transfiere desde el tambor a la zona del reactor.

En determinadas modalidades de los procesos descritos de otro modo en la presente, el ácido carboxílico aromático comprende ácido tereftálico.

40 En determinadas modalidades de los procesos descritos de otro modo en la presente, el disolvente de ácido monocarboxílico comprende ácido acético.

Otros aspectos de la descripción serán evidentes para las personas normalmente versadas en la técnica en vista de la descripción que sigue.

45 Breve descripción de las figuras

La FIG. 1 es un diagrama de flujo del proceso para la fabricación y recuperación de formas purificadas de ácidos carboxílicos aromáticos de acuerdo con una realización de la presente descripción.

50 La FIG. 2 muestra una sección transversal de vista lateral de un filtro de presión giratorio de acuerdo con una realización de la presente descripción.

La FIG. 3 muestra una vista frontal en sección transversal de un filtro de presión giratorio que se muestra en la FIG. 2.

55 La FIG. 4 muestra una vista en perspectiva de una porción de un tambor giratorio del aparato de filtro de presión giratorio que se muestra en las FIGS. 2-3.

La FIG. 5 muestra una vista frontal en sección transversal de un filtro de presión giratorio que se muestra en las FIGS. 2-4.

60 Descripción detallada

65 En varios aspectos, los procesos de la descripción proporcionan una manera eficiente de recuperar componentes del filtrado de una filtración de mezcla sólida/líquida.

Las características adicionales de los procesos de la descripción se describirán ahora con referencia a las figuras de los dibujos.

Los presentes inventores han observado que el filtrado recogido de la filtración puede variar a medida que el material se procesa a través de zonas de trabajo separadas, lo que complica el tratamiento y/o la recuperación de los componentes del filtrado. Específicamente en el contexto de la separación de un ácido carboxílico aromático bruto sólido de un disolvente de ácido monocarboxílico (por ejemplo, formado por una reacción de oxidación en el

5 disolvente), los presentes inventores han observado que la torta de filtración del propio ácido carboxílico aromático bruto sólido puede proporcionar una funcionalidad de filtración considerable. Sin embargo, en la etapa inicial de filtración del ácido carboxílico aromático del disolvente, la torta de filtración aún no se ha fraguado, por lo que se puede incluir algo de ácido carboxílico aromático sólido con el filtrado. Esto es especialmente cierto cuando se utiliza un filtro con un tamaño de poro relativamente grande. Sin embargo, el uso de un tamaño de poro relativamente grande es ventajoso con el fin de aumentar la velocidad de flujo y simplificar el enjuague.

10 Los presentes inventores han determinado que se puede usar un filtro de presión giratorio para recolectar por separado los filtrados de diferentes zonas de filtro, de modo que en una etapa inicial de filtración en una zona dada (por ejemplo, una zona de alimentación) el primer filtrado de alimentación con mayor contenido de sólidos se recolecte y recicle a una zona del reactor, mientras que en una etapa posterior de filtración el segundo filtrado de alimentación con menor contenido de sólidos (o incluso sustancialmente libre de sólidos) se puede conducir a una zona de recuperación del catalizador, por ejemplo, para la eliminación de todo o parte de un catalizador de oxidación. Por consiguiente, un aspecto de la descripción proporciona un proceso que incluye filtrar una mezcla sólida/líquida que tiene un ácido carboxílico aromático bruto sólido y un disolvente de ácido monocarboxílico (por ejemplo, de una zona de cristalización) en una zona de alimentación de un filtro de presión giratorio que tiene al menos dos zonas de filtro para formar un primer filtrado de alimentación y después un segundo filtrado de alimentación separado del primer filtrado de alimentación, cada uno del primer filtrado de alimentación y el segundo filtrado de alimentación que comprende disolvente de ácido monocarboxílico, el segundo filtrado de alimentación es más bajo en sólidos que el primer filtrado de alimentación. Por "menor contenido en sólidos", se entiende que el segundo filtrado de alimentación tiene una menor cantidad absoluta de sólidos en masa que el primer filtrado de alimentación. En determinadas modalidades, el segundo filtrado de alimentación tiene no más del 50 %, no más del 25 % o incluso no más del 10 % de los sólidos del primer filtrado de alimentación como un porcentaje en masa. En este contexto, "sólidos" significa material que es realmente sólido en la mezcla (es decir, sólidos no disueltos).

15 30 La FIG. 1 es un diagrama de flujo del proceso para fabricar y recuperar ácidos carboxílicos aromáticos de acuerdo con una realización de la presente descripción. La FIG. 1 representa una cantidad de elementos adicionales para su uso en procesos de acuerdo con determinadas modalidades de la descripción. Un sistema para realizar un proceso **100** de la FIG. 1 incluye una zona de reacción que incluye un reactor de oxidación **110** configurado para la oxidación en fase líquida de la materia prima para proporcionar un efluente de la zona de reacción; una zona de cristalización **150** configurada para formar ácido carboxílico aromático bruto sólido a partir del efluente de la zona de reacción, y que comprende recipientes de cristalización **152** y **156**; un dispositivo de separación sólido/líquido **190** configurado para separar ácido carboxílico aromático bruto sólido (y subproductos de oxidación) del líquido; una zona de mezcla que incluye un recipiente de reposición de la mezcla de reacción de purificación **200** configurado para preparar mezclas de ácido carboxílico aromático bruto en disolvente de reacción de purificación; una zona de purificación que incluye un reactor de hidrogenación **210** configurado para poner en contacto el ácido carboxílico aromático bruto con hidrógeno en presencia de un catalizador para formar un ácido carboxílico aromático purificado; una zona de recuperación que comprende una zona de cristalización **220** que incluye al menos un cristalizador configurado para formar una corriente de suspensión que comprende ácido carboxílico aromático purificado sólido y una corriente de vapor, en donde la corriente de vapor comprende vapor e hidrógeno; y un dispositivo de separación sólido/líquido **230** configurado para separar ácido carboxílico aromático purificado del líquido.

20 35 40 45 50 Sin embargo, la persona normalmente versada en la técnica apreciará que la integración de procesos en la FIG. 1 pretende ser puramente representativa, y también se pueden utilizar otras configuraciones integradas y no integradas.

55 60 Las corrientes y materiales líquidos y gaseosos utilizados en el proceso representado en la FIG. 1 puede dirigirse y transferirse a través de líneas de transferencia, conductos y tuberías adecuados construidos, por ejemplo, a partir de materiales apropiados para el uso y la seguridad del proceso. Se entenderá que los elementos particulares pueden estar físicamente yuxtapuestos y, cuando corresponda, pueden tener regiones flexibles, regiones rígidas o una combinación de ambas. Al dirigir corrientes de compuestos, se pueden incluir aparatos intermedios y/o tratamientos opcionales. A modo de ejemplo, pueden estar presentes bombas, válvulas, colectores, medidores y distribuidores de flujo de gas y líquido, dispositivos de muestreo y detección y otros equipos (por ejemplo, para monitorear, controlar, ajustar y/o desviar presiones, flujos y otros parámetros operativos).

65 70 Como se describió anteriormente, la materia prima incluye un hidrocarburo aromático sustituido. Los materiales de materia prima representativos adecuados para su uso en los procesos de la descripción incluyen, pero que no se limita a hidrocarburos aromáticos sustituidos en una o más posiciones con al menos un sustituyente que es oxidable a un grupo ácido carboxílico. En algunas modalidades, las posiciones de los sustituyentes corresponden a las posiciones de los grupos ácido carboxílico del ácido carboxílico aromático que se está preparando. En algunas modalidades, los sustituyentes oxidables incluyen grupos alquilo (por ejemplo, grupos metilo, etilo y/o isopropilo).

- En otras modalidades, los sustituyentes oxidables incluyen grupos que contienen oxígeno, tales como grupos hidroxialquilo, formilo, aldehído y/o ceto. Los sustituyentes pueden ser iguales o diferentes. La porción aromática de los compuestos de materia prima puede ser un núcleo de benceno o puede ser bi- o policíclico (por ejemplo, un núcleo de naftaleno y/o antraceno). En algunas modalidades, la cantidad de sustituyentes oxidables en la porción aromática del compuesto de materia prima es igual a la cantidad de sitios disponibles en la porción aromática. En otras modalidades, la cantidad de sustituyentes oxidables en la porción aromática de la materia prima es menor que todos estos sitios (por ejemplo, en algunas modalidades 1 a 4 y, en algunas modalidades, 2). Los compuestos de alimentación representativos que se pueden usar de acuerdo con las presentes enseñanzas, solos o en combinaciones, incluyen, pero que no se limita a tolueno; etilbenceno y otros bencenos sustituidos con alquilo, o-xileno; p-xileno; m-xileno; tolualdehídos, ácidos toluicos, alcoholes bencílicos de alquilo, 1-formil-4-metilbenceno, 1-hidroximetil-4-metilbenceno; metilacetofenona; 1,2,4-trimetilbenceno; 1-formil-2,4-dimetil-benceno; 1,2,4,5-tetrametilbenceno; naftalenos sustituidos con alquilo, formilo, acilo e hidroxilmethyl (por ejemplo, 2,6-dimetilnaftaleno, 2,6-diethylnaftaleno, 2,7-dimetilnaftaleno, 2,7-diethylnaftaleno, 2-formil-6-metilnaftaleno, 2-acil-6-metilnaftaleno, 2-metil-6-ethylnaftaleno y similares); y similares; y derivados parcialmente oxidados de cualquiera de los anteriores; y combinaciones de los mismos. En algunas modalidades, el compuesto aromático sustituido comprende un hidrocarburo aromático sustituido con metilo, etilo y/o isopropilo. En algunas modalidades, el compuesto aromático sustituido comprende un benceno sustituido con alquilo, o-xileno, p-xileno, m-xileno o similares, o combinaciones de estos.
- Los ácidos carboxílicos aromáticos fabricados de acuerdo con la presente descripción no están restringidos e incluyen, pero que no se limita a especies mono- y policarboxiladas que tienen uno o más anillos aromáticos. En algunas modalidades, los ácidos carboxílicos aromáticos se fabrican mediante la reacción de reactivos gaseosos y líquidos en un sistema de fase líquida. En algunas modalidades, el ácido carboxílico aromático comprende solo un anillo aromático. En otras modalidades, el ácido carboxílico aromático comprende una pluralidad (por ejemplo, dos o más) de anillos aromáticos que, en algunas modalidades, están fusionados (por ejemplo, naftaleno, antraceno, etc.) y, en otras modalidades, no lo están. En algunas modalidades, el ácido carboxílico aromático comprende solo una fracción de ácido carboxílico (por ejemplo, -CO₂H) o una sal del mismo (por ejemplo, -CO₂X, donde X es una especie catiónica que incluye, pero que no se limita a cationes metálicos, iones de amonio y similares). En otras modalidades, el ácido carboxílico aromático comprende una pluralidad (por ejemplo, dos o más) de fracciones de ácido carboxílico o sales de estos. Los ácidos carboxílicos aromáticos representativos incluyen, pero que no se limita a ácido tereftálico, ácido trimésico, ácido trimelítico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido benzoico, ácidos naftalendicarboxílicos y similares, y combinaciones de estos. En algunas modalidades, las presentes enseñanzas se dirigen a la fabricación de formas puras de ácido tereftálico que incluyen ácido tereftálico purificado (PTA) y los llamados ácidos tereftálicos de pureza media.
- Un tipo representativo de oxidación que se puede realizar en la zona de oxidación (por ejemplo, el reactor de oxidación 110) es una oxidación en fase líquida que comprende poner en contacto gas oxígeno y un material de alimentación que comprende un hidrocarburo aromático que tiene uno o más sustituyentes oxidables a grupos ácido carboxílico en una mezcla de reacción en fase líquida. En algunas modalidades, la mezcla de reacción en fase líquida comprende un disolvente de ácido monocarboxílico (por ejemplo, ácido acético) y agua en presencia de un catalizador de oxidación que comprende al menos un componente de metal pesado (por ejemplo, Co, Mn, V, Mo, Cr, Fe, Ni, Zn, Ce, Hf o similares, y combinaciones de los mismos) y un promotor (por ejemplo, compuestos de halógeno, etc.). En algunas modalidades, la oxidación se lleva a cabo a temperatura y presión elevadas eficaces para mantener una mezcla de reacción en fase líquida y formar una fase de vapor a alta temperatura y alta presión. En algunas modalidades, la oxidación del material de alimentación aromático en la oxidación en fase líquida produce ácido carboxílico aromático, así como subproductos de reacción, tales como productos de oxidación parcial o intermedia del material de alimentación aromático y/o subproductos de disolvente. En algunas modalidades, el ácido carboxílico aromático comprende ácido tereftálico, y la oxidación comprende poner en contacto para-xileno con oxígeno gaseoso en una mezcla de reacción de oxidación en fase líquida que comprende ácido acético, agua y una composición de catalizador promovida por bromo. La oxidación en fase líquida y los procesos asociados pueden llevarse a cabo como un proceso discontinuo, un proceso continuo o un proceso semicontinuo. La oxidación puede llevarse a cabo en la zona de reacción, por ejemplo, en uno o más reactores.
- En una realización representativa, tal como se puede implementar como se muestra en la FIG. 1, el material de alimentación líquido que comprende al menos aproximadamente 99 % en peso de hidrocarburo aromático sustituido, solución acuosa de ácido acético (por ejemplo, que contiene aproximadamente 70 a aproximadamente 95 % en peso de ácido acético), compuestos solubles de cobalto y manganeso (por ejemplo, tales como sus respectivos acetatos) como fuentes de metales catalizadores, bromo (por ejemplo, bromuro de hidrógeno) como promotor de catalizador y aire, como fuente de oxígeno, puede cargarse continuamente en el recipiente de reacción de oxidación 110 a través de entradas, tales como la entrada 112. En algunas realizaciones, el recipiente 110 es un reactor de depósito de agitación continua con clasificación de presión.
- En algunas realizaciones, la agitación puede proporcionarse mediante la rotación de un agitador 120, cuyo árbol es accionado por una fuente de energía externa (no se muestra). Los impulsores montados en el árbol y ubicados dentro del cuerpo líquido están configurados para proporcionar fuerzas para mezclar líquidos y dispersar gases dentro del cuerpo líquido, evitando así la sedimentación de sólidos en las regiones inferiores del cuerpo líquido.

- En algunas realizaciones, el para-xileno se oxida en la zona de reacción, predominantemente a ácido tereftálico. Los subproductos que pueden formarse además del ácido tereftálico incluyen, pero no se limita a productos de oxidación parcial e intermedia (por ejemplo, 4-carboxibenzaldehído, ácido 1,4-hidroximetilbenzoico, ácido p-tolúico, ácido benzoico y similares, y combinaciones de los mismos). Dado que la reacción de oxidación es exotérmica, el calor generado por la reacción puede provocar la ebullición de la mezcla de reacción en fase líquida y la formación de una corriente gaseosa de cabeza que comprende ácido monocarboxílico vaporizado, vapor de agua, subproductos gaseosos de la reacción de oxidación, óxidos de carbono, nitrógeno del aire cargado en la reacción, oxígeno sin reaccionar y similares, y combinaciones de los mismos.
- 5 La corriente gaseosa puede retirarse del reactor a través del respiradero 116 y enviarse en una corriente 111 a una columna de destilación 170. La columna de destilación 170 está configurada para separar el agua del ácido monocarboxílico disolvente y devolver una fase líquida rica en ácido monocarboxílico al reactor en la corriente 171. Una corriente gaseosa rica en agua se retira de la columna de destilación 170 en la corriente 174 y se envía para su procesamiento adicional a una zona de tratamiento de gases residuales 180. El reflujo se devuelve a la columna de destilación 170 en la corriente 175. El líquido de reflujo puede incluir un componente de fase líquida condensado 182 de la corriente gaseosa rica en agua 174, o puede incluir fluido de otras fuentes, tal como la corriente líquida 234.
- 10 La persona normalmente versada en la técnica apreciará que la zona de tratamiento de gases residuales puede incluir una variedad de componentes, por ejemplo, uno o más de un condensador; un tambor de desacoplamiento configurado para separar el efluente del condensador en un componente en fase gaseosa y un componente en fase líquida; un depurador configurado para eliminar impurezas (por ejemplo, hidrocarburos alquil aromáticos, ácido monocarboxílico disolvente) del componente en fase gaseosa; una unidad de oxidación catalítica ("catox") configurada para eliminar impurezas (por ejemplo, componentes orgánicos, HBr) del componente en fase gaseosa; un depurador de bromo, configurado para eliminar bromo del efluente en fase gaseosa de la unidad catox; y un expansor y una turbina, configurados para convertir energía del componente en fase gaseosa en electricidad. Los componentes de la zona de tratamiento de gases de escape pueden disponerse en una serie de configuraciones. Por ejemplo, el efluente en fase gaseosa del depurador de bromo de alta presión puede enviarse al expansor y la turbina. En otro ejemplo, el efluente en fase gaseosa del absorbedor puede enviarse al expansor y la turbina. En 15 aun otro ejemplo, el efluente en fase gaseosa del tambor de desacoplamiento puede enviarse al expansor y la turbina. Un componente en fase líquida 182 se retira de la zona de tratamiento de gases residuales 180, y puede incluir el efluente en fase líquida del tambor de desacoplamiento o el depurador. Un componente en fase gaseosa 184 se retira de la zona de tratamiento de gases residuales 180 y puede incluir el efluente en fase gaseosa del tambor de desacoplamiento, el absorbedor, el depurador de bromo de alta presión o el expansor y la turbina.
- 20 La persona normalmente versada en la técnica apreciará que la zona de tratamiento de gases residuales puede incluir una variedad de componentes, por ejemplo, uno o más de un condensador; un tambor de desacoplamiento configurado para separar el efluente del condensador en un componente en fase gaseosa y un componente en fase líquida; un depurador configurado para eliminar impurezas (por ejemplo, hidrocarburos alquil aromáticos, ácido monocarboxílico disolvente) del componente en fase gaseosa; una unidad de oxidación catalítica ("catox") configurada para eliminar impurezas (por ejemplo, componentes orgánicos, HBr) del componente en fase gaseosa; un depurador de bromo, configurado para eliminar bromo del efluente en fase gaseosa de la unidad catox; y un expansor y una turbina, configurados para convertir energía del componente en fase gaseosa en electricidad. Los componentes de la zona de tratamiento de gases de escape pueden disponerse en una serie de configuraciones. Por ejemplo, el efluente en fase gaseosa del depurador de bromo de alta presión puede enviarse al expansor y la turbina. En otro ejemplo, el efluente en fase gaseosa del absorbedor puede enviarse al expansor y la turbina. En 25 aun otro ejemplo, el efluente en fase gaseosa del tambor de desacoplamiento puede enviarse al expansor y la turbina. Un componente en fase líquida 182 se retira de la zona de tratamiento de gases residuales 180, y puede incluir el efluente en fase líquida del tambor de desacoplamiento o el depurador. Un componente en fase gaseosa 184 se retira de la zona de tratamiento de gases residuales 180 y puede incluir el efluente en fase gaseosa del tambor de desacoplamiento, el absorbedor, el depurador de bromo de alta presión o el expansor y la turbina.
- 30 La persona normalmente versada en la técnica apreciará que la zona de tratamiento de gases residuales se puede configurar de varias maneras. Los ejemplos de procesamiento y tratamiento de la corriente de gas de escape de reacción y las fuentes de fluidos de reflujo se describen más detalladamente en las patentes de EE. UU. No. 5,723,656, 6,137,001, 7,935,844, 7,935,845, y 8,173,834.
- 35 En algunas realizaciones, el producto bruto sólido se puede recuperar del efluente de la zona de reacción mediante cristalización en una o más etapas, tal como en un único recipiente de cristalización o, como se muestra en la FIG. 1, en una serie de múltiples recipientes de cristalización agitados. En algunas realizaciones, el proceso de cristalización comprende reducciones secuenciales en la temperatura y la presión de las etapas anteriores a las posteriores para aumentar la recuperación del producto. En la realización que se muestra en la FIG. 1, los recipientes de cristalización 152 y 156 pueden proporcionarse en serie y en comunicación fluida, de modo que la suspensión de producto del recipiente 152 pueda transferirse al recipiente 156. El enfriamiento en los cristalizadores se puede lograr mediante la liberación de presión. Uno o más de los cristalizadores se pueden ventilar, como en los respiraderos 154 y 158, para eliminar el vapor resultante de la presión bajada y la generación de vapor desde el vapor vaporizado a un intercambiador de calor (no mostrado).
- 40 En determinadas realizaciones de los procesos como se describe de otro modo en la presente, el ácido carboxílico aromático preparado mediante el proceso comprende ácido tereftálico, y el hidrocarburo aromático sustituido de la materia prima comprende para-xileno. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el hidrocarburo aromático sustituido de la materia prima es al menos 99 % en peso de para-xileno.
- 45 En determinadas realizaciones de los procesos como se describe de otro modo en la presente, el ácido carboxílico aromático preparado mediante el proceso comprende ácido tereftálico, y el hidrocarburo aromático sustituido de la materia prima comprende para-xileno. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el hidrocarburo aromático sustituido de la materia prima es al menos 99 % en peso de para-xileno.
- 50 Se puede utilizar una variedad de operaciones de proceso en la recuperación del ácido carboxílico cristalizado. En determinadas realizaciones como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción de un efluente de un último cristalizador de la zona de cristalización se separa para formar una corriente rica en ácido carboxílico aromático y una corriente rica en disolvente. Por ejemplo, en el proceso representado en la FIG. 1, el recipiente de cristalización 156 está en comunicación fluida con un dispositivo de separación sólido/líquido 190. El dispositivo de separación sólido/líquido 190 está configurado para recibir una suspensión de producto sólido del recipiente de cristalización 156, y está configurado además para separar la suspensión de producto sólido para formar una corriente rica en ácido carboxílico aromático 197 y una o más corrientes ricas en disolvente (en la FIG. 1, 191 y 193). En una realización representativa, tal como se puede implementar como se muestra en la FIG. 1, la suspensión de producto sólido del recipiente de cristalización 156 incluye un ácido carboxílico aromático bruto
- 55
- 60
- 65

sólido, un disolvente de ácido monocarboxílico y cantidades menores de un catalizador de oxidación.

En particular, los métodos de separación descritos en la presente se pueden utilizar ventajosamente en la separación de al menos una porción de un último cristalizador de la zona de cristalización para formar una corriente rica en ácido carboxílico aromático y una o más corrientes ricas en disolvente. Por consiguiente, el dispositivo de separación sólido/líquido 190 puede ser un filtro giratorio tal como un filtro de presión giratorio. Los filtros de presión giratorios adecuados son vendidos por BHS-Sonthofen y se describen, por ejemplo, en las patentes de EE. UU. No. 2,741,369, 7,807,060, la solicitud de patente de EE. UU. 20050051473, la solicitud de patente de EE. UU. 20150182890 y WO 2016/014830.

La FIG. 2 es una sección transversal longitudinal de un aparato de filtro de presión giratorio de acuerdo con una realización de la presente descripción. La FIG. 3 muestra una vista frontal en sección transversal del filtro de presión giratorio que se muestra en la FIG. 2. Como se muestra en la FIG. 2, el aparato de filtro de presión giratorio 300 funciona bajo una presión positiva para filtrar y eliminar el líquido de una mezcla sólido/líquido y para recoger un producto sólido como producto final o como producto intermedio para su posterior procesamiento. El aparato de filtro de presión giratorio 300 incluye una carcasa estacionaria 302 capaz de soportar una presión interna por encima de la ambiente. La carcasa 302 está montada sobre un marco 304. Dentro de la carcasa 302 hay un tambor de filtro giratorio 306. Como se muestra en la FIG. 3, el tambor de filtro giratorio 306 gira como lo indica la flecha 308 aproximadamente un eje 310 (FIG. 2) a una velocidad de aproximadamente 0,4 a 2 RPM, y en algunas realizaciones a una velocidad de aproximadamente 0,8 a 1,5 RPM. El eje 310 define una dirección longitudinal del tambor giratorio 306 y el aparato de filtro de presión giratorio 300. El tambor de filtro giratorio 306 es accionado por un mecanismo de accionamiento 312, que también está montado en el marco 304. Un árbol 314 conecta el mecanismo de accionamiento 312 a una porción de cabezal de control 316 del tambor giratorio 306.

La superficie del tambor giratorio 306 está separada del interior de la carcasa 302 de tal manera que se forma una cámara impelente generalmente anular 318 entre ellas. Los pasajes de material 320a, 320b, 320c, 320d y 320e, tales como las tuberías de entrada y salida, están adaptados para permitir el paso de material entre la cámara impelente anular 318 y una ubicación fuera de la carcasa 302.

Uno o más miembros de sellado 322a, 322b, 322c, 322d, 322e están configurados para entrar en contacto con el tambor giratorio 306 y dividir la cámara impelente anular 318 en una pluralidad de zonas 324a, 324b, 324c, 324d, 324e. Los miembros de sellado 322 generalmente entran en contacto con el tambor giratorio con suficiente presión para sellar a presión las zonas 324 entre sí, pero aún permiten que el tambor giratorio 306 gire. Cada uno de los miembros de sellado 322 es parte de un dispositivo de sellado 326 que incluye un mecanismo de accionamiento adaptado a los miembros 322 en la dirección radial para ejercer fuerza contra el tambor giratorio 306. En la realización mostrada, el mecanismo de accionamiento es un dispositivo neumático que incluye una entrada 328 para introducir gas en una cámara impelente 330 para ejercer una fuerza de presión contra la superficie exterior del miembro de sellado 322 respectivo. Las fuerzas de presión adecuadas ejercidas por el dispositivo neumático incluyen aquellas de aproximadamente 80 a 200 kPa (0.8 a 2.0 bar) por encima de la presión más alta en cualquiera de las zonas 324a-324e del aparato de filtro de presión giratorio 300. Las personas normalmente versadas en la técnica reconocerán que el dispositivo neumático puede sustituirse por otros mecanismos de accionamiento.

Una pluralidad de compartimentos 332 están dispuestos aproximadamente la superficie exterior o circunferencia del tambor de filtro giratorio 306 y giran con el tambor de filtro 306. Cada uno de los compartimentos 332 incluye un miembro de filtro 334 (que se muestra en un compartimento en la FIG. 4) adyacente al tambor de filtro. En algunas realizaciones, el miembro de filtro comprende una lámina de filtro soportada en un alojamiento de filtro (no mostrado), por ejemplo, al colocarse sobre una pantalla metálica. En algunas realizaciones, la lámina de filtro se fabrica a partir de un polímero de poliéster cetona (PEEK) o un polímero de difluoruro de polivinilideno (PVDF). La lámina de filtro puede estar formada, por ejemplo, como un tejido o tela.

Los presentes inventores han observado que puede ser especialmente deseable utilizar los métodos descritos en la presente junto con un miembro de filtro que tenga un tamaño de poro relativamente grande. Si bien los tamaños de poro relativamente grandes pueden ser deseables desde el punto de vista del flujo mejorado y la resistencia al incrustado, pueden permitir el paso de partículas en la etapa inicial de la filtración, es decir, mientras se forma la torta de filtración. Los procesos descritos en la presente permiten ventajosamente el uso de un miembro de filtro con un tamaño de poro relativamente grande, debido a que el primer filtrado de alimentación (relativamente abundante en partículas de sólidos) se puede reciclar a la zona de reacción, con el segundo filtrado de alimentación (relativamente escaso de sólidos) siendo procesado adicionalmente, por ejemplo, pasando a una zona de recuperación de catalizador.

Cada compartimiento 332 también tiene asociado un tubería de salida correspondiente 336 que también gira con el tambor de filtro 306 y los compartimientos 332. Las tuberías de salida 336 están configuradas de tal manera que el filtrado recibido de cada compartimento 332 pasa a través de su miembro de filtro correspondiente 334 adyacente al tambor de filtro 306 y hacia su tubería de salida correspondiente 336. Las tuberías de salida 336 retiran el filtrado de los compartimentos 332 y entregan el filtrado al cabezal de

control **316**, donde se recoge a través de una o más zonas de filtro **364** (que se muestran en la FIG. 5), y se retira del aparato de filtro de presión giratorio **300**.

- 5 Los compartimentos **332** giran con el tambor giratorio **306** y, en consecuencia, pasan secuencialmente a través de cada una de las zonas **324a**, **324b**, **324c**, **324d**, **324e**. En la realización mostrada, los compartimentos **332** están dispuestos en filas de cuatro a lo largo de la dirección longitudinal **310**. Las personas normalmente versadas en la técnica reconocerán que también serían adecuadas otras configuraciones de los compartimentos.
- 10 En funcionamiento, una alimentación presurizada que contiene una mezcla sólida/líquida se introduce en el pasaje de material de entrada de alimentación **320a** y en la cámara impelente **318** en una primera zona designada como zona de alimentación **324a**. La mezcla sólido/líquido se distribuye en el compartimento **332**. En algunas realizaciones, la presión en la zona de alimentación se mantiene de aproximadamente 300 kPa(g) (3 bar(g)) a aproximadamente 700 kPa(g) (7 bar(g)), y en algunas realizaciones, de 500 kPa(g) (5 bar(g)) a 600 kPa(g) (6 bar(g)). Como resultado del diferencial de presión que se mantiene entre los compartimentos **332** y las tuberías de salida **336** y a través del miembro de filtro **334** en los compartimentos, el líquido y una porción de los componentes sólidos de la mezcla sólido/líquido se fuerzan a través del miembro de filtro **334** hacia las tuberías de salida **336**. Por lo tanto, el filtrado sale del aparato de presión giratorio **300** a través de las tuberías de salida **336** y se recoge en una zona de filtro **350**. Una porción de los componentes sólidos de la mezcla sólido/líquido permanece en los miembros de filtro **334** en forma de una torta de filtro.
- 15
- 20 A medida que el tambor giratorio **306** continúa hacia la siguiente zona **324b**, designada como zona de lavado, el fluido de lavado se introduce en la cámara impelente **318** para su distribución en los compartimentos **332** para lavar la torta que queda en los miembros de filtro **334**. En algunas realizaciones, el fluido de lavado se introduce a una velocidad de aproximadamente 0,5 kg a aproximadamente 1,5 kg de fluido de lavado por 1 kg de torta de filtro.
- 25 El fluido de lavado se retira, como filtrado de lavado, por la salida **336**. En la realización mostrada, el tambor giratorio después continúa a una segunda zona de lavado **324c**, donde se introduce fluido de lavado adicional en la zona **324c**, designada como una segunda zona de lavado, y la torta en los miembros de filtro **334** se lava nuevamente.
- 30 El fluido de lavado se selecciona para eliminar las impurezas de la torta de filtro sin interferir con el procesamiento adicional de la torta de filtro para recuperar el producto sólido final. En una realización, el fluido de lavado comprende agua. En otra realización, el fluido de lavado comprende condensado de otra porción de un proceso integrado.
- 35 El tambor giratorio **106** continúa su rotación hacia la zona de secado **324d**, donde se introduce un gas de secado inerte caliente en la cámara impelente **318** para secar la torta de filtro en los miembros de filtro **334**. A medida que el tambor giratorio completa su rotación hacia la zona de descarga **324e**, la torta de filtro seca cae desde los compartimentos **332** por gravedad hacia un pasaje de material **320e** designado como conducto de producto (aquí, proporcionando una corriente **197** rica en ácido carboxílico aromático). Se puede inyectar una solución de enjuague en la entrada **321** para limpiar los miembros de filtro de los compartimentos **332** antes de que continúen en el siguiente ciclo a través de las zonas.
- 40
- 45 En la realización que se muestra en la FIGS. 2-4, el aparato de filtro de presión giratorio **300** incluye una única zona de alimentación **324a**, dos zonas de lavado **324b**, **324c**, una única zona seca **324d** y una única zona de descarga **324e**. En otras realizaciones de la invención, el aparato de filtro de presión giratorio podría tener una zona de lavado, o más de dos, o más o menos que una sola zona seca.
- 50 La circunferencia del aparato de presión giratorio **100** define una circulación de trabajo de 360°, donde cada zona **324a**, **324b**, **324c**, **324d** y **324e** define una porción de la circulación de trabajo.
- 55 La FIG. 5 muestra una vista en sección transversal del cabezal de control **316** y la carcasa interior **350**. El cabezal de control **316** está separado del interior de la carcasa interior **350** de modo que se forme una cámara impelente generalmente anular **352** entre ellos. Los pasajes de material **360a**, **360b**, **360c**, **360d**, **360e** y **360f**, tales como las tuberías de entrada y salida, están adaptados para permitir el paso de material entre la cámara impelente anular **352** y una ubicación fuera de la carcasa **350**. Uno o más miembros de sellado **362a**, **362b**, **362c**, **362d**, **362e** y **362f** están configurados para entrar en contacto con el cabezal de control **316** y dividir la cámara impelente anular **352** en una pluralidad de zonas de filtro **364a**, **364b**, **364c**, **364d**, **364e** y **364f**. En la realización que se muestra en la FIG. 5, cada una de las zonas de filtro **364c**, **364d**, **364e** y **364f** comprenden una porción de la circulación de trabajo correspondiente a, respectivamente, la primera zona de lavado **324b**, la segunda zona de lavado **324c**, la zona seca **324d** y la zona de descarga **324e** del aparato de filtro giratorio, y las zonas de filtro **364a** y **364b** juntas comprenden una porción de la circulación de trabajo correspondiente a la zona de alimentación **324a** del aparato de filtro de presión giratorio. Los miembros de sellado **362** generalmente entran en contacto con el cabezal de control con suficiente presión para sellar a presión las zonas de filtro **364** entre sí, pero aún permiten que gire el tambor de control **316**.
- 60
- 65 El filtrado de los compartimentos **332** se retira del aparato de filtro de presión giratorio **300** a través de las tuberías

de salida **336** y se suministra a las zonas de filtro **364** que no giran con el tambor de filtro **306**. En determinadas realizaciones, el filtrado de las tuberías de salida **336** se recoge en seis zonas de filtro, **364a**, **364b**, **364c**, **364d**, **364e**, y **364f**.

- 5 La circunferencia del aparato de presión giratorio **300** define una circulación de trabajo de 360°, con cada zona de filtro **364** asociada con una porción de la circulación de trabajo. En la realización que se muestra en la FIG. 5, el filtrado de los compartimentos **332** ubicados en una primera porción de la zona de alimentación **324a** se suministrará a través de las tuberías de salida **336** a la zona de filtro **364a**, y se retirará del aparato de filtro de presión giratorio **300** a través de la tubería de salida **360a**, y el filtrado de los compartimentos **332** ubicados en una segunda porción de la zona de alimentación **324a** se suministrará a través de las tuberías de salida **336** a la zona de filtro **364b**, y se retirará del aparato de filtro de presión giratorio **300** a través de la tubería de salida **360b**. En determinadas realizaciones, la zona de filtro **364a** recogerá el filtrado de los compartimentos **332** ubicados en los primeros 40° de la zona de alimentación **324a** del aparato de presión giratorio **300** (es decir, que se origina en el miembro de sellado **322a**, en la dirección de rotación **308**), o en los primeros 60°, o en los primeros 80°, o en los primeros 100°, o en los primeros 120°, o en los primeros 140°, o en los primeros 160°, o en los primeros 180°, o en los primeros 200°, o en los primeros 220° de la zona de alimentación **324a** del aparato de presión giratorio **300**.

En la realización que se muestra en la FIG. 5, un primer filtrado de lavado de los compartimentos **332** ubicados en la primera zona de lavado **324b** se suministrará a través de las tuberías de salida **336** a la zona de filtro **364c**, y se retirará del aparato de filtro de presión giratorio **300** a través de la tubería de salida **360c**.

En determinadas realizaciones, el tamaño relativo y la orientación de una o más zonas de filtro **364** corresponden al tamaño y la orientación de una o más zonas **324**. Por ejemplo, en la realización que se muestra en la FIG. 5, el tamaño y la orientación de la zona de filtro **364c** corresponde a la de la primera zona de lavado **324b** y el tamaño y la orientación de la zona de filtro **364d** corresponde a la de la segunda zona de lavado **324c**. En otras realizaciones, el tamaño relativo y la orientación de las zonas de filtro **364** se seleccionan independientemente de la circulación de trabajo del aparato de presión giratorio **300**. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, la zona de filtro **364a** recogerá el filtrado de los compartimentos **332** de la primera porción de la circulación de trabajo del aparato de presión giratorio **300** de modo que aproximadamente el 5 % en volumen del filtrado total suministrado a la cámara impelente anular **352** se recoja en la zona de filtro **364a** o aproximadamente el 10 % en volumen, o aproximadamente el 15 % en volumen, o aproximadamente el 20 % en volumen, o aproximadamente el 30 % en volumen, o aproximadamente el 40% en volumen, o aproximadamente el 50 % en volumen, o aproximadamente el 60 % en volumen del filtrado total suministrado a la cámara impelente anular **352** se recoja en la zona de filtro **364a**.

En determinadas realizaciones, la relación del volumen del primer filtrado de alimentación (recogido en la zona de filtro **364a**) al segundo filtrado de alimentación (recogido en la zona de filtro **364b**) está en el intervalo de 1:20 a 3:1, o 1:10 a 3:1, o 1:5 a 3:1, o 1:20 a 2.5:1, o 1:20 a 2:1, o 1:10 a 2.5:1, o 1:5 a 2:1. En la realización que se muestra en la FIG. 5, el primer filtrado de alimentación recogido en la zona de filtro **364a** y el segundo filtrado de alimentación recogido en la zona de filtro **364b** comprenden cada uno disolvente de ácido monocarboxílico. La persona normalmente versada en la técnica apreciará que la torta de filtro de un compartimento **332** puede comprimirse más a medida que el compartimento **332** se mueve en la dirección de rotación **308** (por ejemplo, a través de la zona **324a**). Por consiguiente, la cantidad de sólidos forzados a través del miembro de filtro **334** hacia la tubería de salida **336** puede disminuir a medida que el compartimento **332** gira con el tambor giratorio **306**. En particular, entonces, los procesos descritos en la presente pueden proporcionar un segundo filtrado de alimentación sustancialmente más bajo en sólidos que el primer filtrado de alimentación.

En determinadas realizaciones deseables, el primer filtrado de alimentación incluye una alta proporción de la cantidad total de sólidos recogidos en las corrientes de filtrado de la operación de filtración. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el primer filtrado de alimentación incluye al menos 60 %, al menos 75 % o incluso al menos 90 % de la cantidad total de sólidos de todos los filtrados de la operación de filtración.

El primer filtrado de alimentación se transfiere a una zona de reacción como reciclaje. En determinadas realizaciones, el primer filtrado de alimentación se transfiere indirectamente al reactor de oxidación **110** como reciclado. Por ejemplo, en la realización que se muestra en la FIG. 5, el primer filtrado de alimentación se transfiere a través de la línea **191** al tambor de aguas madres **192**, y una porción de las aguas madres se transfiere desde el tambor **192**, a través de la línea **193**, al reactor de oxidación **110**. En otro ejemplo, en la realización que se muestra en la FIG. 5, una corriente gaseosa de cabeza del tambor de aguas madres **192** (es decir, que comprende el primer filtrado de alimentación) se puede condensar y transferir al tambor de disolvente **160** (por ejemplo, a través de la línea **161**) junto con una corriente gaseosa de cabeza condensada de un cristalizador (por ejemplo, de las líneas **154** y/o **158**, a través de la línea **163**) y/o disolvente de reposición (por ejemplo, a través de la línea **165**). En dichas realizaciones, una porción del disolvente se transfiere desde el tambor **160**, a través de la línea **167** y la línea **193**, al reactor de oxidación **110**. En otras realizaciones, el primer filtrado de alimentación se transfiere directamente a una zona de reacción.

En determinadas realizaciones, el segundo filtrado de alimentación se transfiere a través de la línea **193** a una

zona de recuperación de catalizador **240**. En particular, la segunda alimentación de filtrado, que tiene un bajo contenido de sólidos, puede ser especialmente adecuada para procesos de recuperación de catalizador. En la zona de recuperación del catalizador **240**, la totalidad o una parte de un catalizador de oxidación se puede retirar del segundo filtrado de alimentación para proporcionar una corriente escasa en catalizador **242**. Una porción de la corriente pobre en catalizador **242a** se purga, y una porción de la corriente pobre en catalizador **242b** se transfiere a una zona de reacción (aquí, indirectamente, con la corriente rica en disolvente **191** al tambor de aguas madres **192**, y después al reactor de oxidación **110**). En una realización representativa, tal como se puede implementar como se muestra en la FIG. 1, los compuestos de cobalto se recuperan del segundo filtrado de alimentación.

En determinadas realizaciones, la relación del volumen del primer filtrado de lavado (recogido en la zona de filtro **364c**) al primer filtrado de alimentación (recogido en la zona de filtro **364a**) está en el intervalo de 1:2 a 5:1, o 1:1 a 5:1, o 2:1 a 5:1, o 3:1 a 5:1, o 1:2 a 4:1, o 1:2 a 3:1, o 1:1 a 2:1, o 1:1 a 4:1, o 1:1 a 3:1. En determinadas realizaciones, el primer filtrado de lavado se transfiere a una zona de reacción como reciclaje. En particular, el primer filtrado de lavado, que tiene un bajo contenido de sólidos pero un contenido de agua relativamente alto, puede dirigirse deseablemente a una zona distinta de la zona de recuperación del catalizador, donde uno o más componentes del filtrado de lavado podrían interferir con los procesos de recuperación del catalizador. En determinadas realizaciones, el primer filtrado de lavado se combina con el primer filtrado de alimentación y se transfiere directamente a una zona de reacción. En determinadas realizaciones, el primer filtrado de lavado se combina con el primer filtrado de alimentación y se transfiere indirectamente a una reacción. Por ejemplo, en la realización que se muestra en la FIG. 5, el primer filtrado de lavado y el primer filtrado de alimentación se combinan y después se transfieren a través de la línea **191** al tambor de aguas madres **192**, y una porción de las aguas madres se transfiere desde el tambor **192**, a través de la línea **193**, al reactor de oxidación **110**.

Como se muestra en la FIG. 1, la corriente **197** rica en ácido carboxílico aromático del dispositivo de separación **190** que comprende el producto sólido bruto puede dirigirse a una zona de mezcla que incluye un recipiente de preparación de la mezcla de reacción **200**. El producto sólido bruto en la corriente **197** se puede mezclar y suspender en el recipiente de reposición **200** con un disolvente de reposición que entra en el recipiente **200** a través de la línea **202** para formar una mezcla de reacción de purificación que comprende ácido carboxílico aromático bruto. La mezcla de reacción de purificación preparada en el recipiente **200** se retira a través de la línea **204**. En algunas realizaciones, el disolvente de reposición de purificación contiene agua. En algunas realizaciones, la línea de disolvente **202** se conecta a un recipiente de retención (no se muestra) para contener disolvente de reposición. En otras realizaciones, el disolvente comprende agua desmineralizada fresca alimentada desde un desaireador. En otras realizaciones, el disolvente se suministra desde otra parte del proceso integrado **100**. Por ejemplo, en una realización, el disolvente comprende el componente en fase líquida **182** de la zona de tratamiento de gases residuales **180**. En otra realización, el disolvente comprende la corriente en fase líquida **234** que sale del separador sólido/líquido **230**. Las fuentes de disolvente de reposición de purificación se describen con más detalle, por ejemplo, en las patentes de E.E. UU. No. 5,723,656, 6,137,001, 7,935,844, 7,935,845 y 8,173,834.

En determinadas realizaciones como se describe de otro modo en la presente, al menos una porción de la corriente rica en ácido carboxílico aromático se purifica en una zona de purificación que comprende un catalizador de hidrogenación en condiciones de reacción adecuadas para formar un efluente de purificación que comprende ácido carboxílico aromático purificado. Por ejemplo, en el proceso representado en la FIG. 1, la mezcla de reacción de purificación que sale del recipiente **200** a través de la corriente **204** entra en el reactor de purificación **210** de la zona de purificación. La zona de purificación puede incluir además una bomba y uno o más intercambiadores de calor (no se muestran) configurados para precalentar la mezcla de purificación que sale del recipiente **200** antes de que entre en el reactor de purificación **210**. En algunas realizaciones, el reactor de purificación **210** es un reactor de hidrogenación y la purificación en el reactor de purificación **210** comprende poner en contacto la mezcla de reacción de purificación que comprende ácido carboxílico aromático bruto con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación. En algunas realizaciones, al menos una porción de un efluente de purificación que comprende ácido carboxílico aromático purificado puede retirarse continuamente del reactor de hidrogenación **210** en la corriente **211** y dirigirse a una zona de cristalización **220** aguas abajo de la zona de purificación. La zona de cristalización **220** puede comprender una pluralidad de cristalizadores. En algunas realizaciones, en la zona de cristalización **220**, el ácido carboxílico aromático purificado y los niveles reducidos de impurezas pueden cristalizarse a partir de la mezcla de reacción. La mezcla sólida/líquida resultante que comprende sólidos de ácido carboxílico purificado formados en la zona de cristalización **220** puede alimentarse, en la corriente **221**, a un dispositivo de separación sólido/líquido **230**, configurado para separar la mezcla sólida/líquida en una corriente en fase líquida **234** y una corriente rica en ácido carboxílico aromático **236** que comprende ácido carboxílico aromático purificado sólido.

La descripción detallada anterior y los dibujos adjuntos se han proporcionado a modo de explicación e ilustración, y no pretenden limitar el alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para fabricar un ácido carboxílico aromático que comprende oxidar en una zona del reactor una materia prima que comprende un hidrocarburo aromático sustituido en
 5 presencia de un catalizador de oxidación y un disolvente de ácido monocarboxílico en condiciones de reacción adecuadas para formar ácido carboxílico aromático bruto;
- enfriar el efluente de la zona del reactor para formar una mezcla sólida/líquida que comprende un ácido carboxílico aromático bruto sólido, un disolvente de ácido monocarboxílico y cantidades menores del catalizador de oxidación;
 10 filtrar la mezcla sólida/líquida en una zona de alimentación de un filtro de presión giratorio, la zona de alimentación tiene al menos dos zonas de filtro para formar
- un primer filtrado de alimentación que comprende disolvente de ácido monocarboxílico y sólidos; y
 15 un segundo filtrado de alimentación separado del primer filtrado de alimentación, el segundo filtrado de alimentación comprende disolvente de ácido monocarboxílico y sólidos, el segundo filtrado de alimentación es más bajo en sólidos que el primer filtrado de alimentación;
- transferir al menos una porción del primer filtrado de alimentación a la zona del reactor como reciclado; y recuperar el catalizador de oxidación del segundo filtrado de alimentación en una zona de recuperación de catalizador.
 20
2. El proceso de la reivindicación 1, en donde al menos una porción del efluente de la zona de recuperación del catalizador se recicla a la zona del reactor.
3. El proceso de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la relación del volumen del primer filtrado de alimentación al segundo filtrado de alimentación está en el intervalo de 1:20 a 3:1.
 25
4. El proceso de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la relación del volumen del primer filtrado de alimentación al segundo filtrado de alimentación está en el intervalo de 1:5 a 2:1.
 30
5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde el primer filtrado de alimentación incluye al menos 60 % de la cantidad total de sólidos de todos los filtrados de la operación de filtración.
6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la mezcla sólida/líquida se transfiere al filtro de presión rotatorio desde una zona de cristalización en la que se cristaliza el ácido carboxílico aromático.
 35
7. El proceso de la reivindicación 1-6, en donde la operación de filtración forma una torta de filtro, y en donde el proceso comprende además lavar la torta de filtro en una primera zona de lavado con un primer fluido de lavado para formar un primer filtrado de lavado.
8. El proceso de la reivindicación 7, en donde la relación del volumen del primer filtrado de lavado al primer filtrado de alimentación está en el intervalo de 1:2 a 5:1.
 40
9. El proceso de la reivindicación 7 o la reivindicación 8, que comprende además transferir al menos una porción del primer filtrado de lavado a la zona del reactor como reciclaje.
 45
10. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, que comprende transferir directamente al menos una porción del primer filtrado de alimentación y, opcionalmente, al menos una porción del primer filtrado de lavado a la zona del reactor como reciclaje.
11. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, que comprende transferir indirectamente al menos una porción del primer filtrado de alimentación y, opcionalmente, al menos una porción del primer filtrado de lavado a la zona del reactor como reciclaje.
 50
12. El proceso de la reivindicación 11, que comprende
- transferir al menos una porción del primer filtrado de alimentación y, opcionalmente, al menos una porción del primer filtrado de lavado a un tambor; y después
 55 transferir al menos una porción del filtrado del tambor a la zona del reactor.
13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en donde el ácido carboxílico aromático comprende ácido tereftálico.
 60
14. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en donde el disolvente de ácido monocarboxílico comprende ácido acético.

Figura 1

DIBUJOS

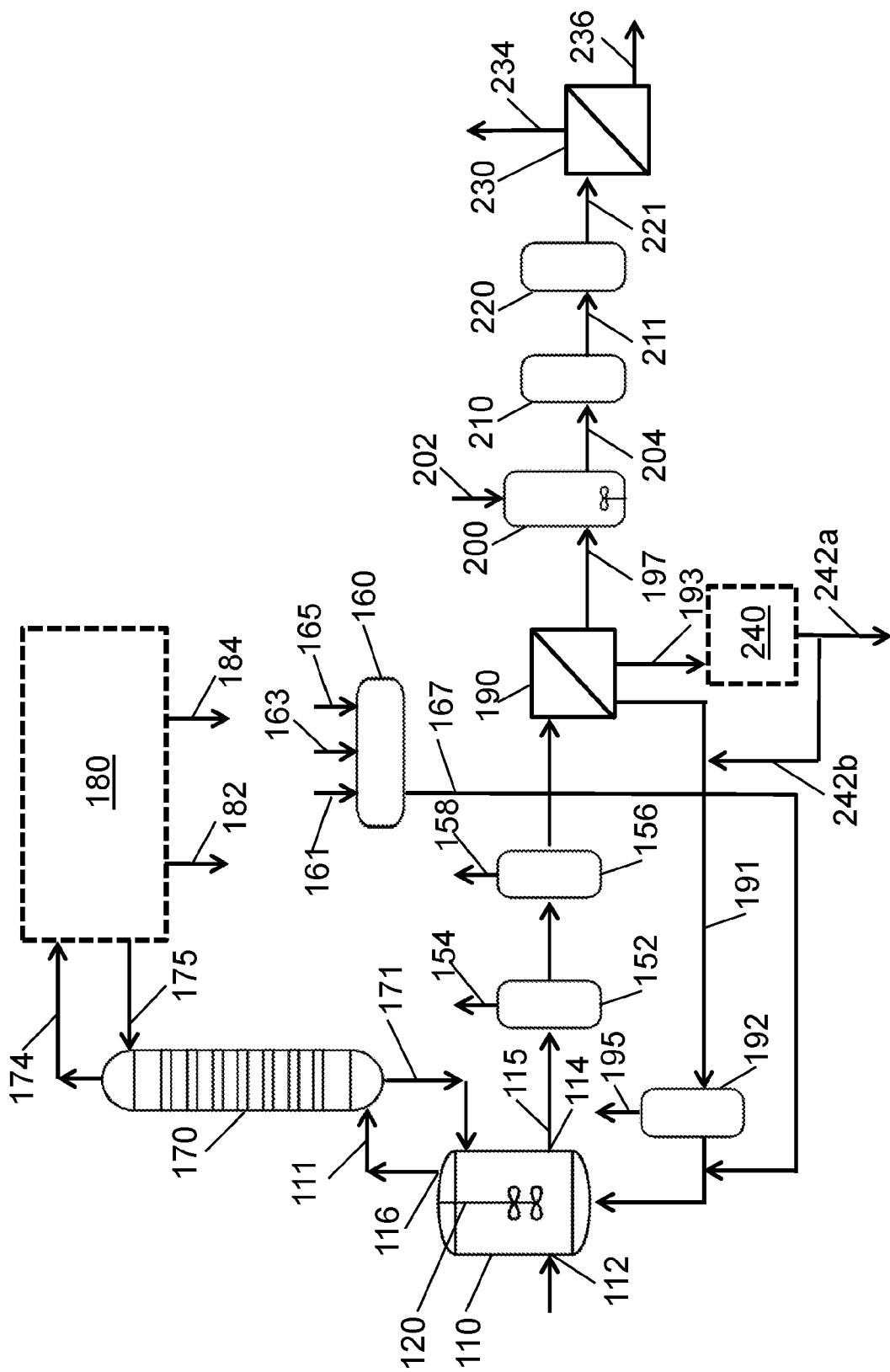


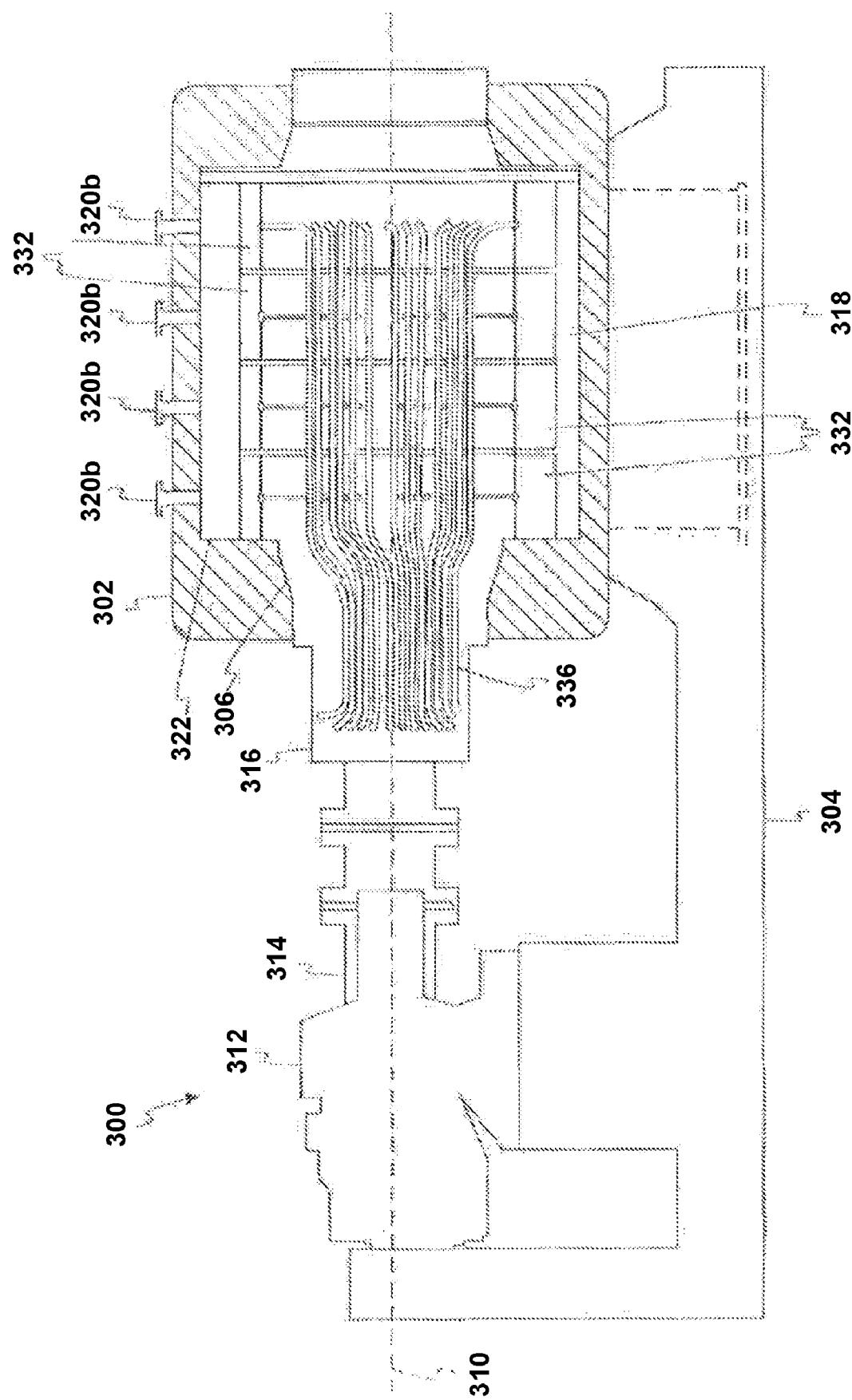
Figura 2

Figura 3

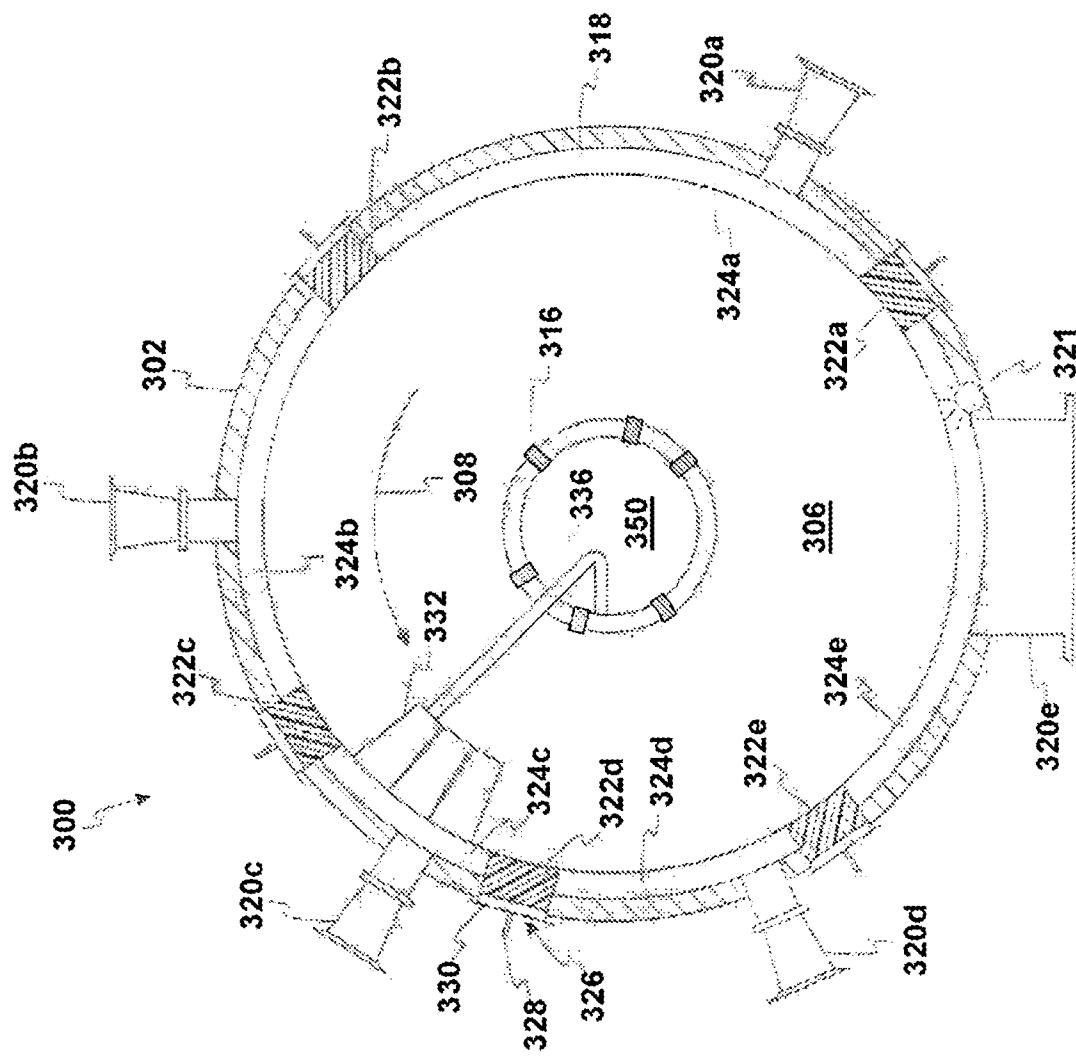


Figura 4

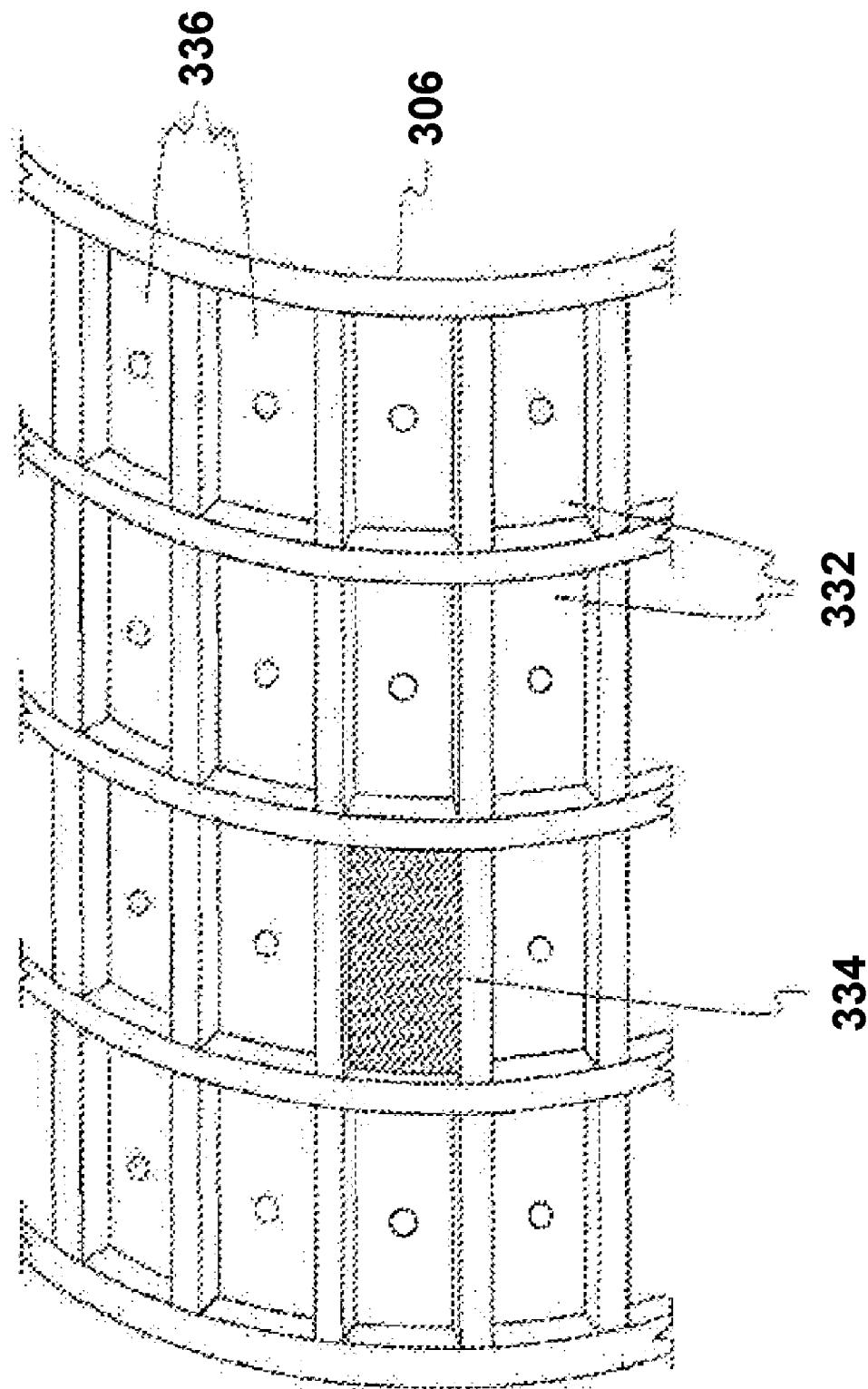


Figura 5

