

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 812 203**

51 Int. Cl.:

C07C 51/265 (2006.01)

C07C 51/43 (2006.01)

C07C 51/487 (2006.01)

C07C 63/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.07.2016 PCT/JP2016/071393**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.01.2017 WO17014264**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.07.2016 E 16827824 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.07.2020 EP 3326993**

54 Título: **Método para producir ácido tereftálico de alta pureza**

30 Prioridad:

22.07.2015 JP 2015144837
22.07.2015 JP 2015144838

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.03.2021

73 Titular/es:

MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.
(100.0%)
5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8324, JP

72 Inventor/es:

NAKAMURA, GOH;
FUJITA, HIDEAKI y
MURAKAMI, KOTARO

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 812 203 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para producir ácido tereftálico de alta pureza

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método para producir ácido tereftálico de alta pureza.

10 Antecedentes de la técnica

10 El ácido tereftálico se produce mediante la reacción de oxidación en fase líquida de compuestos de p-fenileno tales como p-alquilbencenos tipificados por p-xileno, normalmente usando ácido acético como disolvente, un catalizador tal como cobalto o manganeso, o un catalizador que se compone de cobalto o manganeso y adicionalmente un promotor tal como compuestos de bromo o acetaldehído. La reacción de oxidación en fase líquida usa ácido acético como
15 disolvente, y la suspensión de ácido tereftálico en bruto obtenida incluye, en grandes cantidades, impurezas tales como 4-carboxibenzaldehído (4CBA), ácido para-toluico (p-TOL) y ácido benzoico, u otras diversas impurezas colorantes. Además, el ácido tereftálico en bruto obtenido mediante su separación de la suspensión de ácido tereftálico en bruto también incluye estas impurezas mezcladas en el mismo y, por tanto, se requiere una técnica de purificación considerablemente más alta con el fin de obtener ácido tereftálico de alta pureza.

20 Como método para purificar ácido tereftálico en bruto, se han conocido diversos métodos tales como los siguientes: se disuelve ácido tereftálico en bruto en ácido acético o agua, o disolventes mixtos de ácido acético y agua, a alta temperatura y bajo alta presión, y luego se somete a un tratamiento de hidrogenación catalítica, un tratamiento de descarbonilación, un tratamiento de oxidación, un tratamiento de recristalización o un tratamiento de inmersión a alta
25 temperatura en un estado de suspensión en el que los cristales de ácido tereftálico están parcialmente disueltos. O bien en la producción de ácido tereftálico en bruto aplicando una reacción de oxidación en fase líquida o bien en la purificación del ácido tereftálico en bruto así obtenido, finalmente se requiere la operación de separar los cristales de ácido tereftálico del medio de dispersión.

30 Los productos intermedios de la oxidación, tales como 4CBA, p-TOL y ácido benzoico, o las sustancias que provocan coloración presentes como impurezas en la suspensión producida mediante la reacción de oxidación o en la suspensión obtenida mediante el tratamiento de purificación del ácido tereftálico en bruto se disuelven principalmente a alta temperatura en el medio de dispersión de la suspensión; sin embargo, cuando la suspensión se enfría hasta aproximadamente 100°C para formar una suspensión que contiene cristales de ácido tereftálico, estas impurezas se
35 incorporan en los cristales de ácido tereftálico, lo que dificulta la obtención de ácido tereftálico de alta pureza.

Por consiguiente, se requiere separar el medio de dispersión en las condiciones de alta temperatura y alta presión, con el fin de obtener ácido tereftálico de alta pureza a partir de la suspensión de ácido tereftálico en bruto después de la reacción de oxidación o de la suspensión después del tratamiento de purificación del ácido tereftálico en bruto. El
40 método más comúnmente usado para separar el medio de dispersión de la suspensión que contiene cristales de ácido tereftálico es un método de centrifugación; se usa ampliamente un método de centrifugación para el caso de la suspensión después de la reacción de oxidación o el caso de la suspensión después del tratamiento de purificación. La característica del método de centrifugación es tal que la disolución de la suspensión se introduce en una cesta que rota a alta velocidad, se deja que el medio de dispersión se desborde desde la parte superior de la cesta y los cristales se guían al fondo de la cesta; sin embargo, se sabe que en cuanto a las limitaciones debidas a la estructura y la función de la centrífuga, la operación continua a alta temperatura y a alta presión implica algunas dificultades.

En primer lugar, dado que el enjuague de cristales durante la centrifugación o después de la centrifugación es difícil, la cantidad del medio de dispersión adherido a los cristales tiende a aumentar; con el fin de resolver este problema, normalmente se adopta un método en el que las tortas centrifugadas de los cristales de ácido tereftálico se devuelven a la suspensión usando un disolvente nuevo a alta temperatura. Sin embargo, el método mencionado anteriormente deja el problema de que se requiere realizar una pluralidad de veces de operaciones de separación. Además, se realiza una rotación de alta velocidad a alta temperatura y a alta presión, por consiguiente, el mantenimiento y la protección de la centrífuga son complicados y difíciles, aumenta la inversión para el mantenimiento y la protección y, por tanto, el método mencionado anteriormente está lejos de ser sofisticado.

Como alternativa de método de separación a un método de centrifugación, se ha propuesto un aparato de reposición del medio de dispersión que aprovecha la sedimentación de cristales de ácido tereftálico debida a la gravitación. Por ejemplo, el documento de patente 1 divulga un aparato de reposición de medios de dispersión dentro del cual están
60 dispuestas plataformas laterales que tienen una pluralidad de orificios, y describe la aparición de la degradación de la eficiencia de la reposición debido a la canalización, o la remezcla del fluido en el aparato en el caso en el que el aparato no tenga una estructura de este tipo. Además, el documento de patente 2 describe la mejora del rendimiento de reposición debido a la disposición de las plataformas formando planos inclinados en el aparato.

65 El documento de patente 3 divulga un método en el que la suspensión en ácido acético como disolvente de los cristales de ácido tereftálico obtenidos mediante la oxidación en fase líquida de compuestos de p-alquilbenceno se somete a

una reposición de aguas madres con una suspensión en agua como disolvente, en el que una capa sedimentaria de cristales de ácido tereftálico se forma en el fondo de una torre de reposición de aguas madres, una unidad de paletas de agitación se dispone en la capa sedimentada, la unidad de paletas de agitación se hace rotar suavemente para mantener la fluidez en la capa sedimentada, la suspensión de ácido tereftálico purificada se retira de la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres a través de un transportador de tornillo, y se alimenta adicionalmente agua de reposición para formar un flujo ascendente de agua a través del transportador de tornillo.

Lista de referencias

Bibliografía de patentes

Documento de patente 1: publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 57-053431

Documento de patente 2: publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 55-087744

Documento de patente 3: publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 09-286758

El documento JP H09-286759 divulga un método para producir ácido tereftálico altamente purificado, comprendiendo el método las etapas de: obtener una suspensión en ácido acético como disolvente de cristal de ácido tereftálico en bruto mediante una oxidación en fase líquida de p-alquilbenceno; someter la suspensión a una reposición de aguas madres; y realizar una hidrogenación catalítica, en el que la reposición de aguas madres se lleva a cabo introduciendo la suspensión en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, poniendo en contacto la suspensión con una corriente ascendente de agua de reposición suministrada desde la parte inferior de la torre mientras se forma una capa sedimentaria de cristal de ácido tereftálico en la parte inferior de la torre y retirando el cristal de ácido tereftálico como una suspensión de la parte inferior de la torre, en el que una unidad de paletas de agitación se proporciona en la capa sedimentaria y la unidad de paletas de agitación se hace rotar suavemente para mantener la fluidez de la capa sedimentaria.

El documento WO2005/012218 A1 divulga un método para producir cristal de ácido tereftálico, en el que una disolución acuosa de ácido tereftálico se purifica con un catalizador de metal del grupo del platino y luego el ácido tereftálico se cristaliza a partir de la disolución acuosa resultante, que comprende llevar a cabo la cristalización en un recipiente con agitación que tiene, en la parte inferior del mismo, una paleta de agitación que puede cambiar el número de rotaciones.

Sumario de la invención

Problema técnico

Sin embargo, cuando tales plataformas, tal como se describen en el documento de patente 1 y el documento de patente 2, se disponen en el aparato de reposición de aguas madres, se produce la sedimentación en las plataformas o la obstrucción de las aberturas, por tanto la estabilización de la operación requiere mucho trabajo, y los métodos descritos en el documento de patente 1 y el documento de patente 2 están lejos de ser técnicas sofisticadas.

En el método descrito en el documento de patente 3, se alimenta agua de reposición localmente, y de ese modo la canalización del agua de reposición tiende a producirse en la capa sedimentada. Además, aunque se mejora la fluidez de la capa sedimentada al usar la torre de reposición de aguas madres equipada con la unidad de paletas de agitación, la suspensión se solidifica debido a la degradación de la fluidez de los cristales sedimentados provocada por deslizamiento con las paletas en la capa sedimentada debajo de la unidad de paletas de agitación, por tanto la abertura de descarga tiende a obstruirse mediante bloqueo o formación de puentes, y por tanto el método descrito en el documento de patente 3 tiene el inconveniente de requerir un aparato, tal como un transportador de tornillo, con el fin de retirar la suspensión sedimentada de cristales de ácido tereftálico.

En vista de las circunstancias descritas anteriormente, un objeto de la presente invención es proporcionar un método para producir ácido tereftálico de alta pureza en el que una suspensión de cristales de ácido tereftálico después de un tratamiento de hidrogenación catalítica de una disolución que contiene ácido tereftálico en bruto obtenida mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno se introduce en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y la reposición de aguas madres se realiza introduciendo agua limpia para reposición de la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, en el que se evita la canalización o la remezcla del fluido en la torre de reposición de aguas madres, además se evitan la solidificación y la adhesión de la suspensión en la capa de suspensión en la parte inferior de la torre y la obstrucción de la abertura de descarga de suspensión y, por consiguiente, la torre de reposición de aguas madres opera de manera estable a largo plazo.

Solución al problema

Los presentes inventores realizaron un estudio diligente continuo con el fin de resolver los problemas descritos anteriormente, y por consiguiente, han descubierto que una unidad de paletas de agitación se dispone en la parte inferior de una torre de reposición de aguas madres, una capa de suspensión en la parte inferior de la torre se agita

con una potencia de agitación apropiada, se alimenta agua de reposición a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en una unidad de paletas de agitación o en una parte de anillo de un difusor en forma de anillo y, por tanto, se evita la canalización o la remezcla del fluido, y una disolución acuosa de suspensión de cristales de ácido tereftálico después de un tratamiento de hidrogenación catalítica puede someterse de manera eficiente a una reposición de aguas madres para producir una suspensión de ácido tereftálico purificada que contiene agua limpia.

Específicamente, la presente invención es tal como sigue.

[1] Un método para producir ácido tereftálico de alta pureza, que comprende las siguientes etapas (a) a (c):

la etapa (a); obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno;

la etapa (b); obtener suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto; y

la etapa (c); introducir la suspensión de cristales de ácido tereftálico en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y poner en contacto la suspensión con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y retirar el cristal de ácido tereftálico como una suspensión con el agua de reposición de la parte inferior,

en el que (1) una unidad de paletas de agitación está dispuesta en una capa de suspensión en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, y la fluidez de la capa de suspensión se mantiene haciendo rotar la unidad de paletas de agitación de tal manera que la potencia de agitación es de 0,1 a 1,0 kWh/m³ por volumen unitario de la capa de suspensión, y

(2) el agua de reposición se alimenta a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación.

[2] Un método para producir ácido tereftálico de alta pureza, que comprende las siguientes etapas (a) a (c):

la etapa (a); obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno;

la etapa (b); obtener suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto; y

la etapa (c); introducir la suspensión de cristales de ácido tereftálico en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y poner en contacto la suspensión con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y retirar el cristal de ácido tereftálico como una suspensión con el agua de reposición de la parte inferior,

en el que (1) una unidad de paletas de agitación y un difusor en forma de anillo están dispuestos en una capa de suspensión en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, y la fluidez de la capa de suspensión se mantiene haciendo rotar la unidad de paletas de agitación de tal manera que la potencia de agitación es de 0,1 a 1,0 kWh/m³ por volumen unitario de la capa de suspensión, y

(2) el agua de reposición se alimenta a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor.

[3] El método de producción según el punto [2], en el que el agua de reposición se alimenta simultáneamente a través de la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación y a través de la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor.

[4] El método de producción según el punto [2] o el punto [3], en el que la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor se proporciona para alimentar el agua de reposición en una dirección descendente oblicua de la periferia más exterior del difusor.

[5] El método de producción según uno cualquiera de los puntos [1] a [4], que comprende además una etapa (d); separar el cristal de ácido tereftálico de la suspensión retirada de la parte inferior de la torre.

[6] El método de producción según uno cualquiera de los puntos [1] a [5], en el que la temperatura del agua de reposición alimentada a través de la abertura de alimentación de agua de reposición es de 5 a 25°C menor que la temperatura de la capa de suspensión en la parte inferior de la torre.

[7] El método de producción según uno cualquiera de los puntos [1] a [6], en el que la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación es una abertura de alimentación para alimentar el agua de reposición de manera descendente, y está dispuesta a un intervalo de 20 a 150 mm en cada una de las paletas de agitación de la unidad de paletas de agitación.

[8] El método de producción según uno cualquiera de los puntos [1] a [7], en el que una pluralidad de aberturas de alimentación de agua de reposición se proporcionan en la unidad de paletas de agitación, y la velocidad lineal de descarga del agua de reposición por una de la aberturas de alimentación de agua de reposición está regulada dentro un intervalo de desde 0,1 hasta 5 m/s.

Efectos ventajosos de la invención

Según la presente invención, en el procedimiento de producción de ácido tereftálico de alta pureza usando una torre de reposición de aguas madres, la torre de reposición de aguas madres puede operar de manera estable en un estado de mantenimiento de una alta tasa de reposición de aguas madres a largo plazo.

Breve descripción de los dibujos

[Figura 1] La figura 1 muestra un diagrama esquemático que ilustra un aparato de reposición de aguas madres usado en los ejemplos.

[Figura 2] La figura 2 muestra un diagrama esquemático que ilustra otro aparato de reposición de aguas madres usado en los ejemplos.

Descripción de la realización

A continuación en el presente documento, se describe en detalle una realización para la implementación de la presente invención (denominada simplemente a continuación en el presente documento "la presente realización"). La siguiente realización se presenta como ejemplo para describir la presente invención, y la presente invención no se limita al siguiente contenido. La presente invención puede implementarse como modificada de manera apropiada dentro del intervalo de la esencia de la presente invención. Cabe destacar que, en los dibujos, los mismos símbolos se asignan a los mismos elementos, y se omiten descripciones por duplicado. Cabe destacar también que las relaciones posicionales, tales como izquierda, derecha, superior e inferior, se basan en las relaciones posicionales mostradas en los dibujos a menos que se especifique lo contrario. Además, cabe destacar que las proporciones dimensionales en los dibujos no se limitan a las proporciones dimensionales presentadas en los dibujos.

El método para producir ácido tereftálico de alta pureza en la presente realización es un método de producción que comprende las siguientes etapas (a) a (c):

la etapa (a); obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno;

la etapa (b); obtener una suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto; y

la etapa (c); introducir la suspensión de cristales de ácido tereftálico en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y poner en contacto la suspensión con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y retirar el cristal de ácido tereftálico como una suspensión con el agua de reposición de la parte inferior,

en el que (1) una unidad de paletas de agitación está dispuesta en una capa de suspensión en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, y la fluidez de la capa de suspensión se mantiene haciendo rotar la unidad de paletas de agitación de tal manera que la potencia de agitación es de 0,1 a 1,0 kWh/m³ por volumen unitario de la capa de suspensión, y

(2) el agua de reposición se alimenta a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación.

Además, otro método para producir ácido tereftálico de alta pureza en la presente realización es un método de producción que comprende las siguientes etapas (a) a (c):

la etapa (a); obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno,

la etapa (b); obtener una suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto, y

- 5 la etapa (c); introducir la suspensión de cristales de ácido tereftálico en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y poner en contacto la suspensión con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y retirar el cristal de ácido tereftálico como una suspensión con el agua de reposición de la parte inferior,
- 10 en el que (1) una unidad de paletas de agitación y un difusor en forma de anillo están dispuestos en una capa de suspensión en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, y la fluidez de la capa de suspensión se mantiene haciendo rotar la unidad de paletas de agitación de tal manera que la potencia de agitación es de 0,1 a 1,0 kWh/m³ por volumen unitario de la capa de suspensión, y
- (2) el agua de reposición se alimenta a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor.
- 15 [Etapa (a)]
- La etapa (a) es una etapa de obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno.
- 20 La etapa (a) es preferiblemente una etapa de, tras una oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno, obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto separando el aguas madres de reacción de la suspensión de ácido tereftálico en bruto obtenida disminuyendo la presión y reduciendo la temperatura.
- 25 En la presente realización, el cristal de ácido tereftálico en bruto se obtiene mediante la oxidación en fase líquida de un de compuesto p-fenileno.
- 30 El compuesto de p-fenileno es o bien un compuesto que tiene grupos carboxilo en las posiciones para o bien un compuesto que tiene sustituyentes que pueden oxidarse para producir grupos carboxilo mediante la oxidación de aire en fase líquida en las posiciones para, y los ejemplos de sustituyentes de este tipo incluyen un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo isopropilo, un grupo aldehído y un grupo acetilo. Los sustituyentes pueden ser iguales entre sí o diferentes entre sí.
- 35 Como oxidante usado en la oxidación en fase líquida, se usa oxígeno o aire, y el oxidante no se limita a ninguno de estos; sin embargo, el aire es suficiente cuando la oxidación se realiza en una disolución de ácido acético, en presencia de un catalizador de cobalto y un catalizador de manganeso y un compuesto de bromo como cocatalizador. Es preferible usar oxígeno cuando la oxidación se realiza en una disolución de ácido acético en presencia de un catalizador de cobalto.
- 40 En cuanto al catalizador, cuando se usan un catalizador de cobalto y un catalizador de manganeso, es preferible usar un compuesto de bromo en combinación. Normalmente, se considera que un compuesto de bromo funciona como cocatalizador y, en particular, el compuesto de bromo es preferiblemente bromuro de hidrógeno o bromuro de sodio. Cuando se usa un catalizador de cobalto, es preferible usar acetaldehído o metil etil cetona como promotor en combinación.
- 45 El cristal de ácido tereftálico en bruto obtenido mediante el método de oxidación en fase líquida en una disolución de ácido acético incluye normalmente muchas impurezas, incluyendo 4CBA, el valor de la DO340, que es un índice del grado de blancura, del cristal de ácido tereftálico en bruto no es de un nivel que permita que el cristal de ácido tereftálico en bruto se use directamente como material de partida de polímero para moldeo. En la presente realización, no existen límites superiores particulares para el contenido de 4CBA y las otras impurezas en el cristal de ácido tereftálico en bruto. Este también es el caso para la DO340. Cuando se establece que las condiciones en la etapa de oxidación en fase líquida son las condiciones que permiten que el contenido de 4CBA en el cristal de ácido tereftálico en bruto sea de 500 ppm o más, la pérdida por combustión de ácido acético debido a la reacción de oxidación tiende a poder suprimirse.
- 50
- 55 [Etapa (b)]
- La etapa (b) es una etapa de obtener una suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto.
- 60 La etapa (b) es preferiblemente una etapa en la que el cristal de ácido tereftálico en bruto se disuelve en agua a alta temperatura bajo alta presión, y luego el cristal de ácido tereftálico en bruto se somete a un tratamiento de hidrogenación catalítica; y se disminuye la presión y se reduce la temperatura del líquido de reacción obtenido y, por tanto, se obtiene una suspensión de cristales de ácido tereftálico.
- 65 En el método de producción de la presente realización, el cristal de ácido tereftálico en bruto se usa en la etapa de tratamiento de hidrogenación catalítica. El tratamiento de hidrogenación catalítica se realiza en un estado de disolución

y, por consiguiente, se realiza en condiciones de alta temperatura y alta presión. La temperatura en el tratamiento de hidrogenación catalítica es de 200°C o mayor, y preferiblemente de 240 a 300°C. La concentración del cristal de ácido tereftálico en bruto se encuentra preferiblemente dentro de un intervalo de desde el 10 hasta el 40% en peso. La presión en el tratamiento de hidrogenación catalítica es preferiblemente una presión que es suficiente para mantener la fase líquida y que es capaz de mantener una presión parcial de hidrógeno apropiada para la reacción de hidrogenación catalítica, y normalmente se encuentra preferiblemente dentro de un intervalo de desde 3 hasta 10 MPa.

Como catalizador usado en el tratamiento de hidrogenación catalítica, se usan los metales nobles del grupo 8. Como metales nobles del grupo 8, son preferibles paladio, platino, rutenio y rodio, y en particular, son preferibles paladio y platino. Cabe destacar que no se requiere necesariamente que estos metales se usen solos, sino que pueden usarse en combinaciones de dos o más de los mismos si es necesario.

El catalizador se usa preferiblemente como soportado sobre un portador desde el punto de vista de mantenimiento de la actividad a largo plazo. Como portador, se usa normalmente una sustancia porosa, son preferibles portadores a base de carbono con respecto al material, y es preferible el carbón activo, en particular carbón activo con cáscara de coco. La cantidad del catalizador soportado sobre el portador no está particularmente limitado debido a que es eficaz con una pequeña cantidad, pero preferiblemente es de aproximadamente el 0,1 al 0,5% en peso con el fin de mantener la actividad a largo plazo.

La cantidad de hidrógeno en el tratamiento de hidrogenación catalítica es preferiblemente dos o más veces mayor que el número de moles de 4CBA contenido en la disolución de ácido tereftálico en bruto. El tiempo usado para el tratamiento de hidrogenación catalítica puede ser sustancialmente un tiempo suficiente para que tenga lugar la reacción de hidrogenación catalítica, y se encuentra normalmente dentro de un intervalo de desde 1 hasta 60 minutos, y preferiblemente dentro de un intervalo de desde 2 hasta 20 minutos. Normalmente, el tratamiento de hidrogenación catalítica se realiza según un esquema continuo.

Con el fin de evitar la contaminación de polvos finos producidos por el desgaste del carbón activo usado como portador de catalizador, la disolución de ácido tereftálico después del tratamiento de hidrogenación catalítica, por ejemplo, preferiblemente después de la filtración con un filtro elaborado de un titanio sinterizado, otro metal sinterizado o partículas de carbón, se introduce en un cristizador que tiene de 2 a 6 etapas o un cristizador discontinuo que se conecta al filtro en serie. Posteriormente, se evapora la humedad reduciendo secuencialmente la presión, se cristaliza el cristal de ácido tereftálico reduciendo la temperatura hasta de 120 a 200°C y, por tanto, se obtiene una suspensión de cristales de ácido tereftálico.

[Etapa (c)]

La etapa (c) es una etapa en la que la suspensión de cristales de ácido tereftálico se introduce en la parte superior de la torre de reposición de aguas madres, y se pone en contacto con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y el cristal de ácido tereftálico se retira de la parte inferior de la torre como una suspensión con el agua de reposición.

Como suspensión de cristales de ácido tereftálico (también denominada a continuación en el presente documento "la suspensión de alimentación") introducida en la parte superior de la torre de reposición de aguas madres, es preferible usar una suspensión obtenida de una etapa intermedia del cristizador en la etapa de cristalización de múltiples etapas después del tratamiento de hidrogenación catalítica. Cuando la suspensión de alimentación se introduce en la torre de reposición de aguas madres, la temperatura de la suspensión de alimentación es preferiblemente de 120 a 200°C, más preferiblemente de 130 a 180°C y aún más preferiblemente de 140 a 170°C. Al regular la temperatura de la suspensión de alimentación para que se encuentre dentro de un intervalo de desde 120 hasta 200°C, se suprime la contaminación de impurezas en el cristal de ácido tereftálico, y al mismo tiempo, la cantidad del ácido tereftálico disuelto en el aguas madres tiende a poder reducirse.

La suspensión de cristales de ácido tereftálico que se compone del cristal de ácido tereftálico y el aguas madres se somete a la etapa de reposición de aguas madres de reponer el aguas madres que contiene grandes cantidades de impurezas con agua nueva. El aparato usado en la etapa de reposición de aguas madres (concretamente, "la torre de reposición de aguas madres") está se compone aproximadamente de una parte superior de la torre, una parte inferior de la torre y una parte intermedia de la torre. El diámetro de la parte intermedia de la torre puede cambiarse de manera apropiada según el rendimiento de la suspensión, y es preferiblemente un diámetro tal que el área de la sección transversal de la torre por el rendimiento de 1 t/h del cristal de ácido tereftálico es de 0,2 a 2 m². El diámetro de la parte superior de la torre y el diámetro de la parte inferior de la torre pueden ser comparables con y pueden ser mayores que el diámetro de la parte intermedia de la torre. La parte superior de la torre tiene una unidad de introducción de suspensión de alimentación que se compone de cristal de ácido tereftálico y aguas madres. La unidad de introducción de la suspensión de alimentación puede abrirse en la pared interna de la parte superior de la torre, preferiblemente extenderse y disponerse en la parte superior de la torre, desde el punto de vista de lograr una dispersión satisfactoria de los cristales. Además, la abertura de la unidad de introducción de suspensión de alimentación puede dirigirse de manera descendente, o la abertura puede proporcionarse con una estructura que

fomente la dispersión de los cristales, tal como una placa de dispersión. La parte superior de la torre se proporciona adicionalmente con una unidad de descarga de aguas madres, el aguas madres que no contiene sustancialmente cristal de ácido tereftálico se retira de la unidad de descarga de aguas madres y el aguas madres retirado se guía hacia un tanque de tratamiento especificado. La parte inferior de la torre se proporciona con una unidad de alimentación de agua de reposición, una abertura de descarga de la suspensión de ácido tereftálico purificada que se ha sometido a la reposición con el agua de reposición, una unidad de regulación de la velocidad de flujo de alimentación de agua de reposición y la velocidad de flujo de descarga de la suspensión, y un dispositivo de agitación de la suspensión en la parte inferior de la torre. La posición de la abertura de descarga de la suspensión de ácido tereftálico purificada que se ha sometido a la reposición con el agua de reposición está preferiblemente cerca de la región inferior de la parte inferior de la torre porque la suspensión tiene una alta densidad relativa.

Se describe un ejemplo específico del procedimiento de operación de la torre de reposición de aguas madres. El cristal de ácido tereftálico en la suspensión de alimentación introducido en la cámara de la parte superior de la torre sedimenta por gravedad a través de la cámara de la parte intermedia de la torre, y se pone en contacto, a contracorriente, con el flujo de líquido ascendente del agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre. El cristal de ácido tereftálico que ha sedimentado hasta la cámara inferior de la torre se repone con agua de reposición para formar una capa de suspensión que tiene una concentración de cristales mayor que la concentración de cristales en la parte intermedia de la torre, y se retira de la unidad de descarga de suspensión hacia el exterior de la torre de reposición de aguas madres.

La presión de la torre de reposición de aguas madres es al menos una presión capaz de mantener la temperatura de la suspensión de alimentación y el agua de reposición. El límite superior de la presión está libre de limitaciones operacionales; sin embargo, la operación bajo una presión excesiva requiere la mejora de la resistencia a la presión de la torre de reposición que provoca un aumento en el coste del aparato. La presión de la torre de reposición de aguas madres es preferiblemente de 0,1 a 2 MPa (presión manométrica) y más preferiblemente de 0,2 a 1,5 MPa.

La velocidad lineal del flujo ascendente del agua de reposición en la parte intermedia de la torre de reposición de aguas madres se varía dependiendo de la estructura del aparato, el tamaño del cristal de ácido tereftálico, o similares, pero es preferiblemente de 0,2 a 1,5 m/h (en cuanto a velocidad superficial) y más preferiblemente de 0,5 a 1,0 m/h. Cuando la velocidad lineal es demasiado pequeña, la separación del aguas madres y el cristal de ácido tereftálico es insuficiente, y la pureza del ácido tereftálico tiende a degradarse. Por otro lado, cuando la velocidad lineal es demasiado grande, aumenta la cantidad usada del agua de reposición, que conduce a un inconveniente.

A este respecto, la velocidad lineal del flujo ascendente del agua de reposición puede calcularse a partir del balance de agua entre la cantidad de alimentación del agua de reposición y la suspensión retirada del fondo de la torre.

Es importante mantener la fluidez de la capa de suspensión de cristales de ácido tereftálico (también denominada simplemente a continuación en el presente documento "la capa de suspensión") en la parte inferior de la torre de la torre de reposición de aguas madres. Cuando la capa de suspensión formada mediante la sedimentación de los cristales de ácido tereftálico está en un estado completamente consolidado, se pierde la fluidez como suspensión, y es difícil retirar la capa de suspensión de la torre de reposición de aguas madres mediante una técnica de ingeniería. Con el fin de evitar tales dificultades, se requiere que la capa de suspensión del cristal de ácido tereftálico en la parte inferior de la torre se mantenga constantemente fluidizada. Por consiguiente, en la presente realización, una unidad de paletas de agitación se dispone en la capa de suspensión y, además, una abertura de alimentación de agua de reposición se proporciona en la unidad de paletas de agitación y, por tanto, el agua de reposición se alimenta a través de la abertura de alimentación de agua de reposición como un aspersor. Alternativamente, una unidad de paletas de agitación y un difusor en forma de anillo se disponen en la capa de suspensión y, además, una abertura de alimentación de agua de reposición se proporciona en el difusor y, por tanto, el agua de reposición se alimenta a través de la abertura de alimentación de agua de reposición. Además, se proporcionan aberturas de alimentación de agua de reposición en la unidad de paletas de agitación y en el difusor dispuesto en la capa de suspensión, y el agua de reposición puede alimentarse simultáneamente desde ambos. Por tanto, se mantiene la fluidez de la capa de suspensión, y pueden evitarse la solidificación de la suspensión y la adhesión de cristales a la parte inferior de la torre o a la unidad de paletas de agitación. Además, el agua de reposición se dispersa de manera uniforme en la capa de suspensión, por consiguiente puede evitarse el ascenso del agua de reposición debido a la canalización y, además, se obtienen los efectos ventajosos de que las diversas impurezas y similares que se adhieren a la superficie de los cristales pueden limpiarse eficazmente. Por el contrario, cuando la fluidez de la capa de suspensión es demasiado alta, se altera la superficie de contacto entre la capa de suspensión en la parte inferior de la torre y la parte intermedia de la torre, se degrada la capacidad de purificación de la torre de reposición de aguas madres y se reduce la tasa de reposición del aguas madres. Por consiguiente, con el fin de lograr una alta tasa de reposición de aguas madres, es necesario otorgar una fluidez apropiada a la capa de suspensión en la parte inferior de la torre.

La unidad de paletas de agitación para otorgar una fluidez apropiada a la capa de suspensión en la parte inferior de la torre puede ser cualquier unidad de paletas de agitación que tenga paletas que se extienden a partir del eje de agitación en una dirección horizontal, y el número de paletas y las formas de las paletas no están particularmente limitados. Los ejemplos de la unidad de paletas de agitación incluyen paletas dispuestas en línea recta, en forma de cruz y un diseño en forma de coma tal como se ve hacia abajo desde la parte superior del eje de agitación. El diámetro

de la unidad de paletas de agitación no está particularmente limitado siempre que las paletas tengan cada una una longitud capaz de fluidizar toda la capa de suspensión del cristal de ácido tereftálico; el diámetro de la unidad de paletas de agitación es preferiblemente de 0,2 a 0,8 veces y más preferiblemente de 0,3 a 0,7 veces el diámetro de la parte inferior de la torre de la torre de reposición de aguas madres.

5 La velocidad rotacional de la unidad de paletas de agitación es preferiblemente de 0,1 a 20 rpm y más preferiblemente de 0,5 a 10 rpm. La potencia de la unidad de paletas de agitación como la potencia por volumen unitario de la capa de suspensión en la parte inferior de la torre es preferiblemente de 0,05 a 1,0 kWh/m³, más preferiblemente de 0,1 a 0,8 kWh/m³ y aún más preferiblemente de 0,2 a 0,7 kWh/m³. Al regular la potencia de agitación dentro de un intervalo de desde 0,05 hasta 1,0 kWh/m³, se otorga una fluidez apropiada a la capa de suspensión en la parte inferior de la torre para evitar la solidificación y la adhesión de la suspensión y la obstrucción de la abertura de descarga de suspensión y, al mismo tiempo, puede lograrse una alta tasa de reposición de aguas madres.

15 La abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación se proporciona preferiblemente de tal manera que un gran número de aberturas de alimentación están dispuestas de manera uniforme en toda la unidad de paletas de agitación con el fin de dispersar de manera uniforme el agua de reposición. La orientación de la abertura de alimentación de agua de reposición no está particularmente limitada, pero la abertura de alimentación de agua de reposición se proporciona preferiblemente para alimentar de manera descendente el agua de reposición. Específicamente, las aberturas de alimentación para alimentar de manera descendente el agua de reposición se proporcionan preferiblemente a un intervalo de 20 a 150 mm y más preferiblemente a un intervalo de 40 a 100 mm. Al alimentar de manera descendente el agua de reposición desde la unidad de paletas de agitación, se mejora la fluidez de la capa de suspensión, adicionalmente el deslizamiento entre la parte inferior de la unidad de paletas de agitación y el polvo de cristal de ácido tereftálico en la capa de suspensión evita la degradación de la fluidez y la solidificación resultante del polvo sedimentado en la parte de debajo de la unidad de paletas de agitación y, por consiguiente, no se produce el bloqueo ni la formación de puentes, para reducir el riesgo de la obstrucción de la abertura de descarga de la suspensión de ácido tereftálico en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres.

30 Cuando se proporciona el difusor en forma de anillo, el difusor en forma de anillo se dispone preferiblemente en el interior de la capa de suspensión del cristal de ácido tereftálico y en la posición que no interfiere con el flujo de agitación producido por la unidad de paletas de agitación y, por consiguiente, el difusor en forma de anillo se dispone preferiblemente en una posición más alta que la unidad de paletas de agitación y más baja que la superficie de contacto de la capa de suspensión. Cuando la operación de la torre de reposición de aguas madres se continúa a largo plazo, posiblemente el cristal de ácido tereftálico se adhiere firmemente y se acumula sobre la pared interna de la torre de reposición de aguas madres en la capa de suspensión del cristal de ácido tereftálico; cuando se exfolia el cristal que se adhiere firmemente, posiblemente la calidad del cristal de ácido tereftálico se ve afectada negativamente. Por consiguiente, la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor en forma de anillo se dispone preferiblemente para alimentar el agua de reposición de manera descendente oblicua desde la periferia más exterior del difusor. En la presente realización, el difusor en forma de anillo se proporciona con el fin de mejorar la dispersión del agua de reposición en la capa de suspensión y evitar de ese modo la canalización del agua de reposición; el ajuste de la dirección de alimentación del agua de reposición en la dirección descrita anteriormente logra la mejora de la dispersión, la prevención de la canalización y adicionalmente un efecto extraño de que puede evitarse la adhesión firme del cristal de ácido tereftálico sobre la superficie de las paredes.

45 La velocidad lineal de descarga del agua de reposición por una abertura de alimentación de agua de reposición es preferiblemente de 0,1 a 8 m/s, más preferiblemente de 0,1 a 5 m/s y aún más preferiblemente de 0,5 a 4 m/s.

50 El agua de reposición puede alimentarse a la torre de reposición de aguas madres a una temperatura aproximadamente igual que la temperatura de la suspensión de alimentación alimentada a la torre de reposición de aguas madres; sin embargo, la temperatura del agua de reposición se ajusta preferiblemente a una temperatura de 20 a 100°C menor que la suspensión de alimentación porque tal temperatura del agua de reposición tiende a mejorar la tasa de reposición de aguas madres. En este caso, la tasa de reposición de aguas madres se calcula a partir de la proporción de retirada de las impurezas disueltas en el medio de dispersión de la suspensión de alimentación. En el caso en el que la abertura de alimentación de agua de reposición se proporcione en la unidad de paletas de agitación, cuando la temperatura del agua de reposición y la temperatura de la capa de suspensión en la parte inferior de la torre sean muy diferentes entre sí, se producen la obstrucción de la abertura de alimentación de agua de reposición y la adhesión y el crecimiento del cristal sobre la unidad de paletas de agitación y el eje de agitación, y la tasa de reposición de aguas madres a veces se degrada de manera gradual durante una operación a largo plazo. Por consiguiente, desde el punto de vista de mantener de manera estable una alta tasa de reposición de aguas madres a largo plazo, la temperatura del agua de reposición alimentada desde la abertura de alimentación de agua de reposición de la torre de reposición de aguas madres es preferiblemente de 5 a 25°C y más preferiblemente de 6 a 20°C menor que la temperatura de la capa de suspensión en la parte inferior de la torre. La diferencia de temperatura entre el agua de reposición y la capa de suspensión en la parte inferior de la torre se mantiene en 25°C o menos, de modo que la obstrucción de la abertura de alimentación de agua de reposición y la adhesión del cristal a la unidad de paletas de agitación y al eje de agitación tienden a evitarse. Por otro lado, cuando la diferencia de temperatura mencionada anteriormente es de 5°C o más, la tasa de reposición de aguas madres tiende a aumentar.

Con el fin de alimentar el agua de reposición desde la unidad de paletas de agitación, se disponen conductos de tipo vaina para el agua de reposición fuera del eje de agitación y se conectan a las paletas de agitación huecas y, por tanto, el agua de reposición se alimenta a través de la abertura de alimentación de agua de reposición hacia el interior de la torre de reposición de aguas madres. Es preferible usar un sello mecánico para el sellado del eje en el eje de agitación. La estructura implicada en el presente documento es tal que el fluido de sellado se filtra en los conductos de tipo vaina para el agua de reposición en la periferia más exterior del eje de agitación y, por consiguiente, el fluido de sellado que va a usarse es preferiblemente el mismo agua que el agua de reposición. Además, se usa un sello mecánico para el sellado del eje entre los conductos de tipo vaina para el agua de reposición y el interior de la torre de reposición de aguas madres, se usa el propia agua de reposición como fluido de sellado, y preferiblemente se adopta una estructura que permite que el agua de reposición como fluido de sellado se filtre en el interior de la torre de reposición de aguas madres.

La torre de reposición de aguas madres en la presente realización tiene una estructura en la que, en la capa de suspensión en la parte inferior de la torre de la torre de reposición, el cristal de ácido tereftálico tiende a acumularse y permanecer en la raíz del eje de agitación, concretamente, la parte central de la parte inferior de la torre de la torre de reposición. La parte restante del cristal de ácido tereftálico afecta negativamente a la calidad del producto y, por consiguiente, es preferible evitar que permanezca en la raíz del eje de agitación aumentando, tal como se describió anteriormente, el flujo de filtrado del agua de reposición en el sello mecánico entre los conductos de tipo vaina para el agua de reposición y el interior de la torre de reposición de aguas madres. Es difícil regular la velocidad de flujo de filtrado del agua de reposición opcionalmente, pero la velocidad se regula preferiblemente dentro de un intervalo de desde el 0,1 hasta el 20% en la velocidad de flujo del agua de reposición total.

[Etapa (d)]

El método de producción de la presente realización puede incluir además la etapa (d) de separar el cristal de ácido tereftálico de la suspensión retirada de la parte inferior de la torre.

La etapa de separar el cristal de ácido tereftálico de la suspensión retirada de la parte inferior de la torre puede separar el cristal de ácido tereftálico de la suspensión, por ejemplo, tras la retirada de la suspensión hacia un tanque de cristalización, la alimentación de la suspensión a un separador sólido-líquido tal como un filtro a vacío o una centrífuga. Además, el cristal después de la separación se alimenta a un secador tal como un secador de tubos de vapor para secar el cristal y, por tanto, puede obtenerse un cristal de ácido tereftálico de alta pureza.

Ejemplos

A continuación en el presente documento, la presente invención se describe más específicamente a modo de ejemplos. Sin embargo, la presente invención no está limitada por estos ejemplos.

La tasa de reposición de aguas madres en cada uno de los siguientes ejemplos se calculó según la siguiente fórmula:

la cantidad de ácido benzoico contenido el medio de dispersión retirada de la abertura de descarga de aguas madres en la parte superior de la torre/la cantidad de ácido benzoico contenido como subproducto en la suspensión de alimentación

[Ejemplo 1]

Se realizó la reacción de oxidación en fase líquida de p-xileno en disolución de ácido acético usando un catalizador de cobalto y un catalizador de manganeso, y un cocatalizador de compuesto de bromuro, y luego se realizó la cristalización y se enfrió, y se separaron los cristales de ácido tereftálico en bruto precipitados. Se secaron los cristales de ácido tereftálico en bruto obtenidos, y luego se realizó un tratamiento de hidrogenación catalítica en agua como disolvente y, por tanto, se obtuvo una disolución acuosa de ácido tereftálico. Posteriormente, se sometió la disolución acuosa de ácido tereftálico obtenida a cristalización para producir una suspensión de cristales de ácido tereftálico (suspensión de alimentación).

La operación de reposición del aguas madres de la suspensión de cristales de ácido tereftálico (suspensión de alimentación) con agua limpia se realizó usando un aparato mostrado en la figura 1. En la figura 1, la torre 1 de reposición de aguas madres es un recipiente de acero inoxidable, y el diámetro inferior del mismo es de 4 m. La boquilla 3 de introducción de suspensión de alimentación se proporciona en la parte superior de la torre de reposición de aguas madres, y se conecta a una bomba 2 de alimentación de suspensión de alimentación. Una abertura 4 de descarga de aguas madres se proporciona en la parte superior de la torre. La parte inferior de la torre de la torre de reposición de aguas madres tiene una estructura de tipo plato semielíptica, y la suspensión de cristales de ácido tereftálico purificada después del tratamiento de reposición de aguas madres se retira a través de la abertura 5 de descarga de suspensión. La velocidad de flujo de la abertura 5 de descarga de suspensión puede regularse mediante una válvula aguas abajo. En la unidad 8 de paletas de agitación, el diámetro de la unidad de paletas de agitación es de 2 m, y se disponen cuatro paletas, estando cada una inclinada 45 grados, en forma de cruz, y las aberturas 9 de

alimentación de agua de reposición se disponen de manera uniforme a un intervalo de 70 mm en el lado posterior de cada una de las paletas de agitación, en una proporción de 12 aberturas 9 de alimentación por paleta.

5 En primer lugar, se accionó una bomba 6 de alimentación de agua de reposición, y se cargó agua de reposición a 100°C en el sistema a través de las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición. Después de que el agua comenzara a rebosar a partir de la abertura 4 de descarga de aguas madres, se hizo funcionar un motor 7 para hacer rotar la unidad 8 de paletas de agitación a una velocidad rotacional de 8 rpm. A continuación, se hizo funcionar la bomba 2 de suspensión de alimentación, y se alimentó la suspensión de alimentación a 165°C a través de la boquilla 3 de introducción de suspensión de alimentación. Mientras se detectaba la posición de la superficie 'a' superior de la
10 capa sedimentaria con un detector de superficie de polvo, cuando la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre alcanzó una altura predeterminada, se comenzó la retirada de la suspensión de cristales de ácido tereftálico purificada a través de la abertura 5 de descarga de suspensión.

15 Después de que el sistema alcanzara el estado estacionario, se regularon las respectivas velocidades de flujo de la siguiente manera. Cuando la bomba 2 de suspensión de alimentación se reguló a 108 m³/h (concentración de cristales: 32,4%), la abertura 5 de descarga de suspensión se reguló a 94 m³/h (concentración de cristales: 37,2%), y la bomba 6 de alimentación de agua de reposición se reguló a 75 m³/h, el desbordamiento desde la abertura 4 de descarga de aguas madres era a aproximadamente 90 m³/h. Mientras se monitorizaba con el detector de superficie de polvo para mantener que la altura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración esté en una posición predeterminada, la
20 velocidad rotacional de la unidad 8 de paletas de agitación se reguló dentro de un intervalo de desde 6 hasta 10 rpm (potencia de agitación: de 0,2 a 0,7 kWh/m³). La velocidad lineal de descarga del agua de reposición en las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición fue de 2,45 m/s. La temperatura de la capa de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre fue de 109°C después del establecimiento de un estado estable, y la tasa de reposición de aguas madres pudo mantenerse de manera estable dentro de un intervalo de desde el 94% hasta el
25 96%.

Cuando se permitió que se llevara a cabo sucesivamente una operación continua mientras se estaba regulando la altura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre para que fuera constante, las variaciones a partir de las condiciones descritas anteriormente fueron pequeñas, y pudo realizarse una operación estable a lo largo de un periodo de aproximadamente medio año.
30

[Ejemplo 2]

35 Se realizó una operación con el mismo aparato y de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que la temperatura de la suspensión de alimentación se ajustó a 195°C. La temperatura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre fue de 116°C después del establecimiento de un estado estable, y la tasa de reposición de aguas madres estaba dentro de un intervalo de desde el 95% hasta el 97%. Manteniendo las condiciones de operación sin cambios, se permitió que se llevara a cabo sucesivamente una operación continua, y pudo realizarse una operación estable a lo largo de un periodo de aproximadamente medio año.

40

[Ejemplo 3]

45 Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición se dispusieron de manera uniforme a un intervalo de 350 mm en una proporción de tres aberturas por paleta. Cuando se estableció una operación estable, la velocidad lineal de descarga del agua de reposición a las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición fue de 7,35 m/s. Se produjo una canalización durante la operación, y la tasa de reposición de aguas madres estaba dentro de un intervalo de desde el 91% hasta el 93%.

50 [Ejemplo comparativo 1]

Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que la velocidad rotacional de la unidad 8 de paletas de agitación se reguló a 3 rpm (potencia de agitación: 0,03 kWh/m³) y, por consiguiente, se degradó la fluidez de la capa 'b' de suspensión de alta concentración, y se produjo la canalización del flujo ascendente del agua de reposición. Además, se produjo la formación de puentes en la parte inferior de la torre, la retirada de los cristales de la parte inferior de la torre se volvió inestable y, por consiguiente, la operación no pudo continuarse.
55

[Ejemplo comparativo 2]

60 Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que la velocidad rotacional de la unidad 8 de paletas de agitación se reguló a 15 rpm (potencia de agitación: 2,2 kWh/m³) y, por consiguiente, la posición de detección de la capa 'b' de suspensión de alta concentración no quedó clara. Manteniendo las condiciones de operación sin cambios, se continuó la operación y, por consiguiente, la tasa de reposición de aguas madres se varió dentro de un intervalo de desde el 74% hasta el 82%.

65 [Ejemplo 4]

Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que las aberturas de alimentación de agua de reposición se proporcionaron en el extremo superior de la unidad de paletas de agitación, y el agua de reposición se alimentó de manera ascendente y, por consiguiente, la tasa de reposición de aguas madres al comienzo de la operación estaba dentro de un intervalo de desde el 93% hasta el 95%. Cuando hubo pasado el periodo de operación de 38 días, la retirada de la suspensión de cristales de ácido tereftálico purificada de la parte inferior de la torre se volvió inestable, y no pudo continuarse la operación.

[Ejemplo 5]

Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que la temperatura del agua de reposición alimentada a través de las aberturas de alimentación de agua de reposición se ajustó a 50°C. La temperatura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre fue de 76°C después del establecimiento de un estado estable, y la tasa de reposición de aguas madres estaba dentro de un intervalo de desde el 95% hasta el 96%. Manteniendo las condiciones de operación sin cambios, se permitió que se llevara a cabo sucesivamente la operación continua y, por consiguiente, después de aproximadamente 40 días después del comienzo de la operación, la tasa de reposición de aguas madres disminuyó de manera gradual, y la tasa de reposición no pudo mantenerse al 94% o más. Cuando transcurrieron 54 días desde el comienzo de la operación, la tasa de reposición disminuyó hasta del 90 al 91% y, por consiguiente, se finalizó la operación.

Por consiguiente, después de la finalización de la operación, en la parte inferior de la torre, se observaron la adhesión de grandes cantidades de cristales de ácido tereftálico al eje de agitación y a las partes de las paletas de agitación en la proximidad del eje de agitación, y la obstrucción de aproximadamente el 60% de las boquillas de las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición.

[Ejemplo 6]

Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que la temperatura del agua de reposición alimentada a través de las aberturas de alimentación de agua de reposición se ajustó a 150°C. La temperatura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre fue de 153°C después del establecimiento de un estado estable, y la tasa de reposición de aguas madres estaba dentro de un intervalo de desde el 89% hasta el 91%.

[Ejemplo 7]

Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 2, excepto que la temperatura del agua de reposición alimentada a través de las aberturas de alimentación de agua de reposición se ajustó a 60°C. La temperatura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre fue de 88°C después del establecimiento de un estado estable, y la tasa de reposición de aguas madres estaba dentro de un intervalo de desde el 95% hasta el 97%. Manteniendo las condiciones de operación sin cambios, se permitió que se llevara a cabo sucesivamente la operación continua, y luego, después de aproximadamente 20 días desde el comienzo de la operación, la tasa de reposición de aguas madres disminuyó de manera gradual, y la tasa de reposición no pudo mantenerse al 94% o más. Cuando transcurrieron 25 días desde el comienzo de la operación, la tasa de reposición disminuyó hasta menos del 90% y, por consiguiente, se finalizó la operación.

Por consiguiente, después de la finalización de la operación, en la parte inferior de la torre, se observaron la adhesión de grandes cantidades de cristales de ácido tereftálico al eje de agitación y a las partes de las paletas de agitación en la proximidad del eje de agitación, y la obstrucción del 70% o más de las boquillas de las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición.

[Ejemplo 8]

Usando el aparato mostrado en la figura 2, se realizó una operación en la que el agua de reposición de la suspensión de cristales de ácido tereftálico se repuso con agua limpia. En la figura 2, la torre 1 de reposición de aguas madres es un recipiente de acero inoxidable, y el diámetro de la torre es de 4 m. Las boquillas 3 de introducción de suspensión de alimentación se proporcionan en la parte superior de la torre de reposición de aguas madres, y se conectan a una bomba 2 de suspensión de alimentación. Una abertura 4 de descarga de aguas madres se proporciona en la parte superior de la torre. La parte inferior de la torre de reposición de aguas madres tiene una estructura de tipo plato semi-elíptica, y la suspensión de cristales de ácido tereftálico purificada después del tratamiento de reposición de aguas madres se retira a través de la abertura 5 de descarga de suspensión. La velocidad de flujo de la abertura 5 de descarga de suspensión puede regularse mediante una válvula aguas abajo. En la unidad 8 de paletas de agitación, el diámetro de la unidad de paletas de agitación es de 2 m, y se disponen cuatro paletas, estando cada una inclinada 45 grados, en forma de cruz, y las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición se disponen de manera uniforme en el lado posterior de cada una de las paletas de agitación a un intervalo de 70 mm, en una proporción de 12 aberturas 9 de alimentación de agua de reposición por paleta. Se proporciona un difusor en forma de anillo en una posición aproximadamente 300 mm más alta que la superficie superior de la unidad de paletas de agitación, y en la periferia más exterior más grande que el diámetro de la unidad de paletas de agitación tal como se ve desde el lado de la

superficie superior; las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición proporcionadas en el difusor se proporcionan para alimentar el agua de reposición de manera descendente oblicua a 45 grados desde la periferia más exterior del difusor. Se disponen de manera uniforme y en circunferencia veinticuatro aberturas de alimentación de agua de reposición.

En primer lugar, se accionó una bomba 6 de alimentación de agua de reposición, y se introdujo por completo el agua de reposición a 100°C en el sistema desde las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición. Después de que el agua comenzara a rebosar a partir de la abertura 4 de descarga de aguas madres, se hizo funcionar un motor 7 para hacer rotar la unidad 8 de paletas de agitación a una velocidad rotacional de 8 rpm. A continuación, se hizo funcionar la bomba 2 de suspensión de alimentación para alimentar la suspensión de alimentación a 165°C desde la boquilla 3 de introducción de suspensión de alimentación. Cuando la altura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre alcanzó la posición predeterminada mientras se detectaba con un detector de superficie de polvo, se comenzó la retirada de la suspensión de cristales de ácido tereftálico purificada a través de la abertura 5 de descarga de suspensión.

Después de que el sistema alcanzara el estado estacionario, se regularon las respectivas velocidades de flujo de la siguiente manera. Cuando la bomba 2 de suspensión de alimentación se reguló a 108 m³/h (concentración de cristales: 32,4%), la abertura 5 de descarga de suspensión se reguló a 94 m³/h (concentración de cristales: 37,2%), y la bomba 6 de alimentación de agua de reposición se reguló a 75 m³/h, el desbordamiento desde la abertura 4 de descarga de aguas madres era a aproximadamente 90 m³/h. El agua de reposición se alimentó a través de las aberturas de alimentación de agua de reposición de la unidad de paletas de agitación a una velocidad de flujo de 38 m³/h y a través de las aberturas de alimentación del difusor en forma de anillo a una velocidad de flujo de 37 m³/h. Mientras se monitorizaba con el detector de superficie de polvo para mantener que la altura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración esté en una posición predeterminada, la velocidad rotacional de la unidad 8 de paletas de agitación se reguló dentro de un intervalo de desde 6 hasta 10 rpm (potencia de agitación: de 0,2 a 0,7 kWh/m³). La velocidad lineal de descarga del agua de reposición en las aberturas 9 de alimentación de agua de reposición fue de 1,24 m/s. La temperatura de la capa de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre fue de 109°C después del establecimiento de un estado estable, y la tasa de reposición de aguas madres pudo mantenerse de manera estable dentro de un intervalo de desde el 95% hasta el 97%.

Cuando se permitió que se llevara a cabo sucesivamente una operación continua mientras se estaba regulando la altura de la capa 'b' de suspensión de alta concentración en la parte inferior de la torre para que fuera constante, las variaciones a partir de las condiciones descritas anteriormente fueron pequeñas, y pudo realizarse una operación estable a lo largo de un periodo de aproximadamente medio año.

[Ejemplo comparativo 3]

Se realizó una operación de la misma manera que en el ejemplo 8, excepto que la velocidad rotacional de la unidad 8 de paletas de agitación se reguló a 3 rpm (potencia de agitación: 0,03 kWh/m³) y, por consiguiente, se degradó la fluidez de la capa 'b' de suspensión de alta concentración, y se produjo la canalización del flujo ascendente del agua de reposición. Además, se produjo la formación de puentes en la parte inferior de la torre, la retirada de los cristales de la parte inferior de la torre se volvió inestable y, por consiguiente, no pudo continuarse la operación.

La presente solicitud se basa en las solicitudes de patente japonesa (solicitud de patente japonesa n.º 2015-144837 y solicitud de patente japonesa n.º 2015-144838) presentadas en la Oficina de Patentes de Japón el 22 de julio de 2015.

Aplicabilidad industrial

Según la presente invención, en el procedimiento de producción de ácido tereftálico de alta pureza usando una torre de reposición de aguas madres, la torre de reposición de aguas madres puede operar de manera estable en un estado de mantenimiento de una alta tasa de reposición de aguas madres a largo plazo.

Lista de signos de referencia

- 1: torre de reposición de aguas madres
- 2: bomba de suspensión de alimentación
- 3: boquilla de introducción de suspensión de alimentación
- 4: abertura de descarga de aguas madres
- 5: abertura de descarga de suspensión
- 6: bomba de alimentación de agua de reposición

7: motor

8: unidad de paletas de agitación

5 9: abertura de alimentación de agua de reposición

10: difusor en forma de anillo

a: superficie superior de la capa sedimentaria

10

b: capa de suspensión de alta concentración

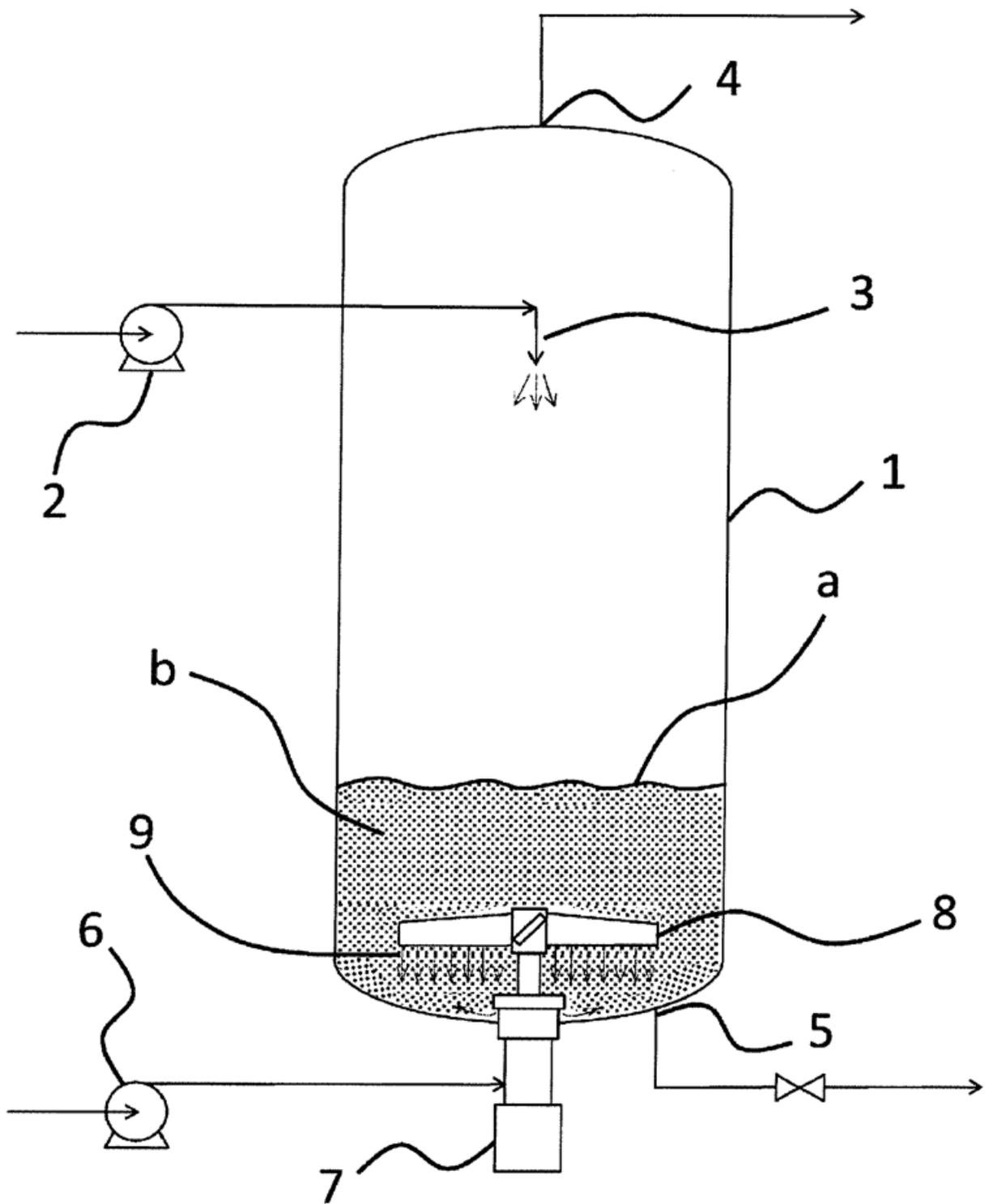
REIVINDICACIONES

1. Método para producir ácido tereftálico de alta pureza, que comprende las siguientes etapas (a) a (c):
- 5 la etapa (a); obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno;
- la etapa (b); obtener una suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto; y
- 10 la etapa (c); introducir la suspensión de cristales de ácido tereftálico en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y poner en contacto la suspensión con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y retirar el cristal de ácido tereftálico como una suspensión con el agua de reposición de la parte inferior,
- 15 en el que (1) una unidad de paletas de agitación está dispuesta en una capa de suspensión en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, y la fluidez de la capa de suspensión se mantiene haciendo rotar la unidad de paletas de agitación de tal manera que la potencia de agitación es de 0,1 a 1,0 kWh/m³ por volumen unitario de la capa de suspensión, y
- 20 (2) el agua de reposición se alimenta a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación.
- 25 2. Método para producir ácido tereftálico de alta pureza, que comprende las siguientes etapas (a) a (c):
- la etapa (a); obtener un cristal de ácido tereftálico en bruto mediante oxidación en fase líquida de un compuesto de p-fenileno;
- 30 la etapa (b); obtener una suspensión de cristales de ácido tereftálico mediante un tratamiento de hidrogenación catalítica del cristal de ácido tereftálico en bruto; y
- la etapa (c); introducir la suspensión de cristales de ácido tereftálico en la parte superior de una torre de reposición de aguas madres, y poner en contacto la suspensión con un flujo ascendente de agua de reposición introducida desde la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres mientras se hace que el cristal de ácido tereftálico sedimente en la torre, y retirar el cristal de ácido tereftálico como una suspensión con el agua de reposición de la parte inferior de la torre,
- 35 en el que (1) una unidad de paletas de agitación y un difusor en forma de anillo están dispuestos en una capa de suspensión en la parte inferior de la torre de reposición de aguas madres, y la fluidez de la capa de suspensión se mantiene haciendo rotar la unidad de paletas de agitación de tal manera que la potencia de agitación es de 0,1 a 1,0 kWh/m³ por volumen unitario de la capa de suspensión, y
- 40 (2) el agua de reposición se alimenta a través de una abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor.
- 45 3. Método de producción según la reivindicación 2, en el que el agua de reposición se alimenta simultáneamente a través de la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación y a través de la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor.
- 50 4. Método de producción según la reivindicación 2 ó 3, en el que la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en el difusor se proporciona para alimentar el agua de reposición en una dirección descendente oblicua de la periferia más exterior del difusor.
- 55 5. Método de producción según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además una etapa (d); separar el cristal de ácido tereftálico de la suspensión retirada de la parte inferior de la torre.
6. Método de producción según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la temperatura del agua de reposición alimentada a través de la abertura de alimentación de agua de reposición es de 5 a 25°C menor que la temperatura de la capa de suspensión en la parte inferior de la torre.
- 60 7. Método de producción según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la abertura de alimentación de agua de reposición proporcionada en la unidad de paletas de agitación es una abertura de alimentación para alimentar el agua de reposición de manera descendente, y está dispuesta a un intervalo de 20 a 150 mm en cada una de las paletas de agitación de la unidad de paletas de agitación.
- 65

8. Método de producción según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que una pluralidad de aberturas de alimentación de agua de reposición se proporcionan en la unidad de paletas de agitación, y la velocidad lineal de descarga del agua de reposición por una de la aberturas de alimentación de agua de reposición está regulada dentro un intervalo de desde 0,1 hasta 5 m/s.

5

[Figura 1]



[Figura 2]

