



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2010 01150**

(22) Data de depozit: **26.05.2009**

(30) Prioritate:

23.05.2008 US 61/055, 890

(41) Data publicării cererii:

30.08.2012 BOPI nr. **8/2012**

(86) Cerere internațională PCT:

Nr. **US 2009/045199 26.05.2009**

(87) Publicare internațională:

Nr. **WO 2009/143531 26.11.2009**

(71) Solicitant:

• **GTC TECHNOLOGY LP, 1001 S.DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US**

(72) Inventatori:

• **BALL GEORGE A., 1001 S.DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US;**
• **GENTRY JOSEPH G., 1001 S. DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US;**

• **WELLER JOSEPH P., 1001 S. DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US;**

• **DING ZHONG YI, 1001 S. DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US;**

• **WILSON JOHN R.H., 1001 S. DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US;**

• **GUINO MERITXELL, 1001 S. DAIRY
ASHFORD STREET, SUITE 500,
HOUSTON, TEXAS, US;**

• **JIN WEIHUA, 1001 S. DAIRY ASHFORD
STREET, SUITE 500, HOUSTON, TEXAS,
US**

(74) Mandatar:

**INVENTA - AGENȚIE DE PROPRIETATE
INTELECTUALĂ S.R.L.,
BD. CORNELIU COPOȘU NR.7, BL.104,
SC.2, AP.31, SECTOR 3, BUCUREȘTI**

(54) **SISTEME DE CATALIZATOR PENTRU PRODUCEREA DE
ACIZI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea acidului izoftalic și a acidului tereftalic, utilizați pentru obținerea unor rășini. Procedeu conform invenției constă din aceea că un flux care cuprinde xilenă și etilbenzen este supus unor etape de: a. oxidare catalitică, cu un catalizator de oxidare, în prezența unei surse de oxigen gazos; b. separarea acidului izoftalic brut și a

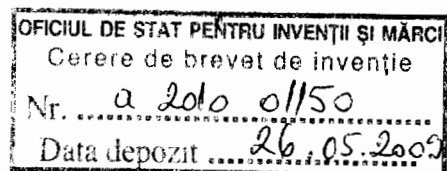
acidului tereftalic brut; c. recuperarea și reîncărcarea cel puțin a unei părți din catalizatorul de oxidare peste un pat solid de recuperare a catalizatorului.

Revendicări: 13

Figuri: 13

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).





TITLUL INVENȚIEI

Sisteme de catalizator pentru producerea de acizi

FONDUL INVENȚIEI

Fond. Meta-xilena și Para-xilena sunt intermediari chimici valoroși folosiți în producerea acidului izoftalic acid și a acidului tereftalic (IPA/FA (sau CIPA/CTA)), purificat sau brut, folosiți în producerea de rășini și diverse alte articole. O etapă de oxidare este o etapă obișnuită în producerea de IPA/TA sau CIPA/CTA. După cum este bine cunoscut, procedeele pentru producerea de acizi aromatici monocarboxilici și policarboxilici sunt în mod normal realizate în fază lichidă fie în procedee continue fie în procedee discontinue, și folosesc ca substrate compuși aromatici ce poartă cel puțin o grupă de substituent oxidabil atașată direct la atomul de carbon al nucleului aromatic corespunzător.

REZUMATUL INVENȚIEI

În general, diverse modele de realizare ale prezentei invenții cuprind sisteme și procedee pentru oxidarea unui precursor ce cuprinde etapele:

- a) oxidarea catalitică a unui precursor în prezența unei surse de oxigen, și
- b) reîncărcarea a cel puțin unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid.

Diverse modele de realizare cuprind sisteme și procedee pentru producerea unui acid, procedeu ce cuprinde etapele:

- a) oxidarea catalitică, cu un catalizator de oxidare, a unui precursor de acid aromatic în stare lichidă în prezența unei surse de oxigen gazoase;
- b) separarea unui produs finit;
- c) purificarea respectivului solvent și respectivului catalizator de oxidare;
- d) recuperarea a cel puțin a unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare;

e) reîncărcarea a cel puțin a unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un catalizator de reîncărcare în pat solid; și,

f) alimentarea unui catalizator de oxidare reactivat la respectivul reactor de oxidare.

În diverse modele de realizare, etapele (a) - (f) sunt realizate într-un ciclu continuu sau repetat de cel puțin odată.

Într-un model de realizare particular, un sistem catalizator de reîncărcare este folosit într-un proces pentru convertirea unui flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă, para-xilenă, și etilbenzen în cel puțin un flux produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA), proces ce cuprinde etapele:

a. îndepărtarea etilbenzenului din respectivul flux de alimentare pentru a produce un flux de alimentare sărăcit în etilbenzen;

b. îndepărtarea orto-xilenei din respectivul flux de alimentare sărăcit în etilbenzen pentru a produce un flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă;

c. oxidarea fluxului de alimentare sărăcit în etilbenzen și a flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă pentru a produce un flux produs, respectivul flux produs ce cuprinde IPA/TA într-o proporție între 0.5% și aproximativ 99.5% IPA și aproximativ 0.5% și aproximativ 99.5% TA; și,

d. reîncărcarea a cel puțin a unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid.

Diverse alte modele de realizare dezvăluie un sistem pentru producerea unui flux produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA) dintr-un flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă și para-xilenă, sistem ce cuprinde:

a. o zonă de îndepărtare a orto-xilenei;

b. o zonă de co-oxidare;

c. un catalizator pe pat solid, respectivul catalizator pe pat solid capabil să regenereze respectivul catalizator de oxidare; în care respectiva zonă de îndepărtare a orto-xilenei este capabilă să îndepărteze componente mai grele decât meta-xilena și componente mai grele decât para-xilena, și în care respectiva zonă de îndepărtare a orto-xilenei este capabilă să producă un flux sărăcit în orto-xilenă, și în care respectiva zonă de co-oxidare este capabilă atât de oxidarea meta-xilenei cât și a para-xilenei în acid izoftalic brut și acid tereftalic brut (C-IPA/C-TA).

SCURTĂ DESCRIERE A FIGURILOR

Pentru modul în care sunt obținute cele de mai sus și alte avantaje și obiecte ale invenției, va fi făcută o descriere mai particulară a invenției (descrise pe scurt mai sus) cu referire la modelele de realizare specifice acestora, care sunt ilustrate, în desenele anexate. Înțelegând că aceste desene descriu doar modelele tipice de realizare ale invenției și prin urmare nu trebuie considerate ca limitându-l scopul, invenția va fi descrisă cu specificări și detalii adiționale folosind desenele acompanyatoare în care:

Figura 1 este o ilustrare a unei scheme a procesului tehnologic prezentând un model de realizare al procesului prezentei invenții.

Figura 2 este o ilustrare a reacției de oxidare a para-xilenei la acid tereftalic în care sunt ilustrați mulți intermediari ai reacției.

Figura 3 este o ilustrare a unui model de realizare a unei scheme generalizate a procesului tehnologic reprezentând un proces de preparare a unui catalizator pe suport, prepararea unui catalizator de oxidare, și regenerarea catalizatorului pe suport.

Figura 4 este un grafic ce ilustrează diverși catalizatori heterogeni și conversia unei soluții de acetat de Co(II) în acetat de Co(III).

Figura 5 este o ilustrare a modelului de reacție cu Cobalt (III).

Figura 6 este o ilustrare a sintezei unui catalizator.

Figura 7 este o ilustrare a acidului dicarboxilic fără legătură S

Figura 8 este o ilustrare a sintezei oxo-ruthenium fosfonat de etil/butil pe suport de siliciu (SiPORu=O).

Figura 9 este o ilustrare a unei oxidări de Ru utilizând acid peracetic /acetaldehidă/0 SiPORu=O.

Figura 10 este o ilustrare a unui nou catalizator Co(III).

Figura 11 este o ilustrare alternativă a SiPOCo(III).

Figura 12 este o ilustrare a unei oxidări a unei soluții de acetat de cobalt (II) la o soluție de acetat de cobalt (III).

Figura 13 este o ilustrare a SiPOCo(III) regenerat.

DESCRIERE DETALIATĂ A INVENȚIEI

Următoarele definiții și explicații sunt gândite și intenționate a fi de control în orice construcție viitoare afară de cazul când a fost clar și precis modificat în următoarea Descriere sau când aplicarea sensului face ca o construcție să pară fără sens sau în mod esențial fără sens. În cazul în care construcția unui termen ar părea fără sens sau în mod esențial fără sens, definiția ar trebui extrasă din Dicționarul Webster ediția a treia. Definițiile și/sau interpretările nu ar trebui incorporate din alte cereri de brevet, brevete, sau publicații, asociate sau nu, în afară de cazul în care se afirmă în mod specific în această descriere sau dacă incorporarea este necesară pentru menținerea validității.

După cum este folosit aici, termenul "acid acetic", de asemenea cunoscut ca acid etnoic, înseamnă și se referă la un compus chimic organic, ce conferă oțetului gustul său acru și miros pătrunzător. Formula sa structurală este reprezentată ca CH_3COOH . Acidul acetic pur și fără apă (acid acetic glacial) este un lichid incolor care atrage apa din mediu (higroscopie), și îngheață sub 16.7°C (62°F) devenind un solid cristalin incolor. Este un acid slab deoarece la temperatură și presiune standard acidul disociază în echilibru cu forma nedisociată în soluții apoase, în contrast cu acizii tari, care sunt total disociați. Acidul acetic este un acid carboxilic simplu structural. Este un reactiv chimic și un produs chimic industrial care este folosit în producerea de tereftalat de polietilenă în principal folosit în sticlele de băuturi răcoritoare; acetat de celuloză, în principal pentru film fotografic; și acetat de polivinil pentru adeziv de lemn, ca și pentru fibre și țesături sintetice. În uz casnic acidul acetic diluat este adesea folosit ca agenți de detartare. În industria alimentară acidul acetic este folosit sub codul de aditiv alimentar E260 ca un regulator al acidității.

După cum este folosit aici, termenul "aromatic" înseamnă și se referă la aromatizare, o proprietate chimică în care un inel conjugat de legături nesaturate, perechi solitare, sau orbite goale prezintă o stabilizare mai puternică decât s-ar aștepta doar prin stabilizarea conjugării. Poate să fie de asemenea considerată o manifestare a derealizării ciclice și a rezonanței. Acest lucru este de obicei

considerat a se datora faptului că electronii sunt liberi să se învârtă în jurul dispunerilor circulare de atomi, care sunt alternativ legați simplu sau dublu unul de celălalt.

După cum este folosit aici, termenul "alifatic" înseamnă și se referă la compuși ce cuprind atomi de carbon care sunt capabili să se asocieze împreună în catene normale, catene ramificate, sau inle (caz în care case ei sunt numiți aliciclici). Ei se pot asocia prin legături simple (alcani), legături duble (alchene), sau legături triple (alchine). Un compus alifatic simplu este metanul (CH_4). Alifaticele includ alcani cum ar fi acizi grași și hidrocarburi parafinice, alchene (cum ar fi etilen) și alchine (cum ar fi acetilena).

După cum este folosit aici, un "fluid" este o substanță continuă amorfă a cărei molecule se mișcă liber una în urma celeilalte și care are tendința de a lua forma vasului care o conține, de exemplu, un lichid sau un gaz.

După cum este folosit aici, termenul "xilenă amestecată" sau "xilene amestecate" înseamnă și se referă un flux de hidrocarburi aromatice ce cuprinde aproximativ 20 până la aproximativ 80 % greutate meta-xilenă, aproximativ 10 până la aproximativ 60 % greutate para-xilenă, opțional aproximativ 10 până la aproximativ 60 % greutate orto-xilenă, și opțional aproximativ 0.1 până la proximativ 30 % greutate etilbenzen.

După cum este folosit aici, termenul "grupă substituentă oxidabilă" înseamnă și se referă la orice substituent în care un atom de carbon este legat direct de nucleii aromatici și care, ca rezultat al oxidării, este convertită într-o grupare carboxilică. Altfel decât în exemplele de operare, sau când este altfel indicat, toate numerele ce exprimă cantități de compuși folosiți aici trebuiesc înțeleși ca modificați în toate cazurile de termenul "aproximativ".

Un proces îmbunătățit a fost descoperit acum în mod surprinzător pentru oxidarea unui compus aromatic sau alifatic cu un sistem de catalizator reîncărcabil pe suport, compusul conținând cel puțin o grupare substituent oxidabilă direct atașată la atomul de carbon al inelului aromatic corespondent în care compusul aromatic reacționează cu oxigenul molecular și/sau cu aerul. În diverse modele de realizare, compusul este alifatic. În diverse alte modele de realizare, compusul este aromatic. În diverse

modele de realizare, procesul îmbunătățit este realizat la o presiune absolută mai scăzută de 10 bar și la o temperatură de aproximativ 50° C până la aproximativ 250° C.

În mod corespunzător, în general, diverse modele de realizare ale prezentei invenții cuprind un nou proces de oxidare. Mai particular, diverse modele de realizare ale prezentei invenții în general cuprind etapele: a) oxidarea catalitică, cu un catalizator de oxidare, un precursor aromatic în fază lichidă în prezența unei surse gazoase de oxigen; b) separarea unui produs finit; c) purificarea solventului și catalizatorului de oxidare; d) recircularea opțională a cel puțin unei părți din solvent în reactorul de oxidare; e) recuperarea a cel puțin unei părți din catalizatorul de oxidare; f) reîncărcarea a cel puțin unei părți din catalizatorul de oxidare pe un pat de catalizator de încărcare solid; și alimentarea unui catalizator de oxidare reactivat la reactorul de oxidare. În diverse modele de realizare, etapele (a) - (e) pot fi realizate într-un ciclu închis și continuu.

Modele de realizare și/sau dezvoltări exemplare nelimitative de catalizatoare de oxidare sunt dezvoltate în US 6,355,835; US 6,160,170; US 6,670,502; US 6,521,786; US 6,761,860; US 6,565,754; and, US 6,833,472, al căror conținut a fost incorporat aici ca referință, ca și cum ar fi prezentate aici în întregime.

Condițiile procedurii prezentei invenții pot varia semnificativ. În diverse modele de realizare, un procedeu sau sistem nou al prezentei invenții este realizat la o temperatură de la aproximativ 50.0°C la aproximativ 250°C. Într-un model de realizare alternativ, un procedeu sau sistem nou al prezentei invenții este realizat la o temperatură de la aproximativ 75.0°C la aproximativ 200°C. Într-un model de realizare alternativ, un procedeu sau sistem nou al prezentei invenții este realizat la o temperatură de la aproximativ 100°C la aproximativ 150°C.

Agentul de oxidare este în general oxigen molecular gazos, preferabil diluat cu un gaz inert; pentru motive evidente practice, aerul (opțional îmbogățit cu oxigen molecular) este amestecul gazos folosit cel mai uzual pentru acest scop. Reacția de oxidare este în mod normal realizată folosind ca solvent un acid organic apos, preferabil acid acetic, în mod normal cu un conținut de apă de la 2 la 15%.

În diverse modele model de realizare, un procedeu sau sistem nou al prezentei invenții este realizat la o presiune de la aproximativ 0.5 bar la aproximativ 10 bar. Într-un model de realizare alternativ, un procedeu sau sistem nou al prezentei invenții este realizat la o presiune de la aproximativ 1 bar la aproximativ 8 bar. Într-un model de realizare alternativ, un procedeu sau sistem nou al prezentei invenții este realizat la o presiune de la aproximativ 2 bar la aproximativ 5 bar.

Un solvent al reacției de oxidare din diverse modele de realizare ale prezentei invenții în mod normal cuprinde acizi alifatici C1-C6 sau amestecuri ale acestora. Într-un model de realizare, un solvent este cel puțin parțial acid acetic. Într-un model de realizare alternativ, solventul de oxidare este cel puțin parțial acid formic. În general orice acid alifatic va funcționa în modelele de realizare ale prezentei invenții. Concentrații tipice de acizi sunt în solventul de oxidare

Precursorii aromatici oxidabili sunt în mod normal selectați dintr-o grupă ce constă din toluen, p-xilenă, m-xilenă, mesitilen și 2,6-dimetil-naltalenă. În general, oricum, orice compus/precursor aromatic poate fi ales.

Diversi catalizatori de oxidare pot fi folosiți în modele de realizare ale prezentei invenții. În diverse modele de realizare, un complex catalitic în general cuprinde unul sau mai multe metale, în mod normal în formă de săruri solubile în solventul de reacție. În mod tipic, un activator adecvat este folosit pentru a crește reacția de oxidare catalizată. Metalul va suferi o reducere a numărului său de oxidare în timpul catalizei și un catalizator pe pat solid după cum este descris aici va fi folosit pentru a crește numărul de valență și pentru a reține efectul catalitic al metalului.

Adăugarea de activatori pentru creșterea valenței este evitată deoarece orice este adăugat la reacție trebuie să fie îndepărtat din reacție.

Diverse modele de realizare a unui catalizator al prezentei invenții sunt în mod normal selectate din metale ce aparțin grupelor VIII, VIIB și IVB. Metale adecvate pentru diverse mode de realizare includ, dar nu sunt limitate la, scandiu, itriu, lantanu, neodimiu, gadolinu, toriu, zirconiu sau hafniu, cobalt, platină, palladium și/sau ruteniu.

Activatori adecvați includ acetili, aldehide, cetone, brom, acetat de zirconiu, și/sau altele asemănătoare.

Un pat de catalizator solid este folosit pentru a regenera catalizatorul consumat, sau catalizatorul care a fost redus în valență. În diverse modele de realizare, un pat de catalizator solid este sprijinit pe un substrat de silice sau alt substrat adecvat.

Prin urmare, diverse modele de realizare ale prezentei invenții în general prevăd sisteme și/sau procedee pentru regenerarea unui catalizator de oxidare. Diverse modele de realizare ale prezentei invenții pot fi folosite cu o varietate de procedee petrochimice. Un model de realizare ale prezentei invenții poate fi folosit cu sisteme și/sau procedee pentru producerea de acizi, cum ar fi un catalizator de oxidare pentru un procedeu pentru producerea unui flux de produs ce cuprinde acid izoftalic și/sau acid tereftalic (IPA/TA).

În general, fluxul de alimentare pentru un procedeu pentru producerea unui flux de produs ce cuprinde IPA/TA cu un procedeu sau sistem pe bază de catalizator de oxidare după cum este aici dezvăluit cuprinde de la aproximativ 1 % greutate to aproximativ 40 % greutate etilbenzen, from aproximativ 20 % greutate la aproximativ 80 % greutate meta-xilenă, de la aproximativ 5 % greutate la aproximativ 30 % greutate orto-xilenă, și de la aproximativ 0.5 % greutate la aproximativ 40 % greutate para-xilenă. Într-un model alternativ, fluxul de alimentare cu hidrocarburi cuprinde de la aproximativ 1 % greutate la aproximativ 20 % greutate etilbenzen, de la aproximativ 50 % greutate la aproximativ 65 % greutate meta-xilenă, de la aproximativ 20 % greutate la aproximativ 30 % greutate orto-xilenă, și de la aproximativ 0.5 % greutate la aproximativ 5 % greutate para-xilenă. Într-un model alternativ, fluxul de alimentare cu hidrocarburi cuprinde de la aproximativ 0.1 % greutate la aproximativ 50 % greutate etilbenzen, de la aproximativ 0.1 % greutate la aproximativ 99.9 % greutate meta-xilenă, de la aproximativ 0.1 % greutate la aproximativ 99.9 % greutate orto-xilenă, și de la aproximativ 0.1 % greutate la aproximativ 99.9 % greutate para-xilenă. Într-un model alternativ de realizare, fluxul de alimentare cu hidrocarburi cuprinde un flux de alimentare cu xilenă amestec ce cuprinde aproximativ 20% etil benzen, aproximativ 20% orto-xilenă, aproximativ 40% meta-xilenă, și aproximativ 20% para-xilenă.

Referindu-ne acum la Figura 1, este dezvăluit un model de realizare a unei scheme de bază a procedurii tehnologice ce reprezintă etapele procedurii generalizate. În general, diverse modele de realizare ale prezentei invenții cuprind etapele de

oxidare catalitică într-un reactor de oxidare 20, în prezența unui solvent și un catalizator de oxidare ce cuprinde cel puțin un catalizator reactivat parțial, un precursor aromatic în fază lichidă în prezența unei surse gazoase de oxigen;

extracția 25 unui oxidat din reactorul de oxidare 20;

separarea 30 a unui produs finit din oxidat în care este produs un oxidat sărăcit de produsul finit;

extracția 35 a unui oxidat sărăcit de produsul finit;

opțional recircularea 37 a cel puțin a unei porțiuni din solvent în the reactorul de oxidare 20;

recuperarea 40 a cel puțin a unei porțiuni din catalizatorul de oxidare din fluxul oxidat sărăcit de produsul finit, și opțional din fluxul sărăcit de solvent, 39;

recircularea 45 a catalizatorului recuperat;

reactivarea 10 a cel puțin unei porțiuni din catalizatorul de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid 10; și,

alimentarea 7 a catalizatorului reactivat de oxidare la reactorul de oxidare 20.

Opțional, un catalizator adițional poate fi adăugat în locul unui catalizator pierdut și/sau corupt. Este de așteptat ca anumite cantități de catalizator să se piardă în timpul recuperării catalizatorului.

Diverse alte dispuneri opționale există și ar fi de înțeles de un specialist în domeniu, cum ar fi, dar fără a se limita la, recircularea solventului din unitatea de recuperare a catalizatorului, sau, asigurarea depozitării pentru catalizatorul folosit și/sau asigurarea depozitării pentru catalizatorul reactivat, și/sau altele asemănătoare.

În general, orice solvent va funcționa cu diverse modele de realizare ale prezentei invenții, așa cum ar aprecia un specialist în domeniu. O listă neexclusivă de solvenți pentru utilizare în oxidare include acid acetic, apă, alți acizi, și/sau altele de acest gen. De asemenea, în general, toți catalizatorii utili pentru oxidare sunt capabili să fie

folosiți cu diverse modele de realizare ale prezentei invenții. O listă neexclusivă de catalizatori include Cobalt, Mangan, Brom, Fluor, și/sau alții de acest gen.

După un procedeu de oxidare, fluxul rezultat va conține un catalizator și un solvent care ar trebui îndepărtat, cum ar fi printr-un filtru și un uscător. Catalizatorul este separat din fluxul rezultat și poate fi reciclat și reîncărcat sau îndepărtat. Solventul colectat poate fi reciclat sau aruncat ca deșeu. Diverse uscătoare și/sau filtre sunt capabile de realizare a separării și/sau uscării. La acest punct, fluxul rezultat cuprinde un flux produs brut, sau nepurificat ce cuprinde C-TA și C-IPA.

Corespunzător, aici sunt dezvăluite diverse procedee pentru producerea unui acid utilizând un pat de catalizator de reîncărcare al prezentei invenții, procedee ce cuprinde etapele:

- a) oxidare catalitică, cu un catalizator de oxidare, un precursor acid aromatic în fază lichidă în prezența unei surse gazoase de oxigen;
- b) separarea unui produs finit;
- c) purificarea respectivului solvent și respectivului catalizator de oxidare;
- d) recuperarea a cel puțin unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare;
- e) reîncărcarea respectiv a cel puțin unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid; și,
- f) alimentarea unui catalizator de oxidare reactivat la respectivul reactor de oxidare.

Aici se mai dezvăluie procedee pentru convertirea unui flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă, para-xilenă, și etilbenzen în cel puțin un flux produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA), respectivul procedeu ce cuprinde etapele:

- a. îndepărtarea etilbenzenului din respectivul flux de alimentare pentru a produce un flux de alimentare sărăcit în etilbenzen;
- b. îndepărtarea orto-xilenei din respectivul flux de alimentare sărăcit în etilbenzen pentru a produce un flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă;
- c. oxidarea fluxului de alimentare sărăcit în etilbenzen și a flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă pentru a produce un flux produs, respectivul flux produs ce cuprinde IPA/TA într-o proporție între 0.5% și aproximativ 99.5% IPA și aproximativ 0.5% și aproximativ 99.5% TA; și,
- d. reîncărcarea a cel puțin a unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid.

În diverse modele de realizare, un amestec acid produs conform procedurii descris aici.

De asemenea aici sunt dezvăluite sisteme ce utilizează un pat de catalizator de reîncărcare al prezentei invenții pentru producerea unui flux produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA) dintr-un flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă și para-xilenă, sistem ce cuprinde:

a. o zonă de îndepărtare a orto-xilenei;

b. o zonă de co-oxidare;

c. un catalizator pe pat solid, respectivul catalizator pe pat solid capabil să regenereze respectivul catalizator de oxidare; în care respectiva zonă de îndepărtare a orto-xilenei este capabilă să îndepărteze componente mai grele decât meta-xilena și componente mai grele decât para-xilena, și în care respectiva zonă de îndepărtare a orto-xilenei este capabilă să producă un flux sărăcit în orto-xilenă, și în care respectiva zonă de co-oxidare este capabilă atât de oxidarea meta-xilenei cât și a para-xilenei în acid izoftalic brut și acid tereftalic brut (C-IPA/C-TA).

Invenția poate fi pusă în aplicare în alte forme specifice fără a se depărta de la esența sa sau de la caracteristicile esențiale. Modele de realizare descrise trebuie considerate în toate privințele ca fiind ilustrative și nu restrictive. Scopul invenției este, prin urmare, indicat prin revendicările anexate mai degrabă decât prin descrierea de mai sus. Toate schimbările la revendicare care intră în sensul și clasa de echivalențe ale revendicărilor trebuie să fie cuprinse în scopul acestora. Mai departe, toate documentele publicate, brevetele, și cererile menționate aici sunt în prezenta încorporate ca referință, ca și cum ar fi prezentate în întregime.

Materia primă

În general, orice amestec aromatic C₈ ce conține etilbenzen și o xilenă poate fi folosit ca alimentare la procedeul invenției. În general, fluxul de alimentare cuprinde de la aproximativ 1 % greutate la aproximativ 25 % greutate etilbenzen, de la aproximativ 20 % greutate la aproximativ 80 % greutate meta-xilenă, de la aproximativ 5 % greutate la aproximativ 30 % greutate orto-xilenă, și de la aproximativ 0.5 % greutate la aproximativ 20 % greutate para-xilenă. Într-un model alternativ, fluxul de alimentare cu hidrocarburi cuprinde de la aproximativ 1 %

greutate la aproximativ 20 % greutate etilbenzen, de la aproximativ 50 % greutate la aproximativ 65 % greutate meta-xilenă, de la aproximativ 20 % greutate la aproximativ 30 % greutate orto-xilenă, și de la aproximativ 0 5 % greutate la aproximativ 5 % greutate para-xilenă. Într-un model alternativ de realizare, the fluxul de alimentare cuprinde un flux de alimentare cu xilenă amestec ce cuprinde aproximativ 20% etil benzen, aproximativ 20% orto-xilenă, aproximativ 40% meta-xilenă, și aproximativ 20% para-xilenă.

Condiții de Procedeu

În conformitate cu prezenta invenție, materia primă descrisă mai sus poate intra în contact cu sistemul de catalizator în condiții de conversie adecvate la acțiunea oxidării. Exemple de astfel de condiții de conversie include o temperatură de la aproximativ 100°C. la aproximativ 200°C, o presiune de la 0 psig la aproximativ 300 psig, O alternativă la aceste condiții de conversie include o temperatură de la aproximativ 150°C. la aproximativ 175°C, o presiune de la aproximativ 50 psig la aproximativ 100 psig.

Diverse modele de realizare ale prezentei invenții pot fi folosite în producerea de acizi, acizi care pot fi convertiți într-un polimer, cum ar fi un polimer pe bază de poliester. Polimeri pe bază de poliesteri sunt folosiți în producerea de diverse articole, incluzând, dar fără a se limita la o sticlă, un film, o fibră, sau un articol turnat prin injecție.

În încă un alt model de realizare, este dezvăluit un sistem de catalizator de reîncărcare al prezentei invenții ce poate fi folosit cu un procedeu pentru convertirea unui flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă și para-xilenă în cel puțin un flux de produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA), procedeu ce cuprinde etapele:

Exemple:

Folosind para-xilena ca un exemplu, reacția de oxidare trece printr-un număr de etape după cum este ilustrat în Figura 2. Pentru a redacta eficacitatea lui Co^{3+} la Co^{2+} în oxidarea xilenelor, s-a decis focalizarea pe faza de început a oxidării. HPLC este o metodă analitică ideală pentru monitorizarea oxidării în faza de început.

Progresul reacției a fost măsurat privind dispariția para-xilenei și meta-xilenei de start (urme la un timp de retenție de 3.2 minute) și apariția și dispariția noilor picuri în urme HPLC odată cu progresarea reacției. Produsele de oxidare intermediare după cum sunt ilustrate apar la 2.6, 2.4 și 1.9 minute. Este cunoscut ca TA să apară în urme HPLC (1.9 și 1.5 minute).

Metoda de a converti acetatul de Co(II) la acetatul Co(III)

a) Oxidarea Cobaltului folosind acid peracetic

O soluție ce cuprinde Co(III) a fost preparată conform procedurii prezente după cum urmează: tetrahidrat de acetat de Cobalt (II) (1 echivalent) a fost dizolvat în acid acetic pentru a obține o soluție roză. O soluție de acid peracetic (40% în acid acetic/apă, 1 echivalent) a fost adăugată picătură cu picătură în timpul amestecării amestecului. Reacția exotermică rezultată produce Cobalt (III) după cum este evidențiat prin culoarea soluției schimbată în verde. Această soluție poate fi depozitată la temperatura camerei fără a se descompune. Alternativ, solventul poate fi evaporat și solidul verde este stabil când este depozitat la temperatura camerei. Nu au fost observate schimbări remarcabile a catalizatorului acetat de Co(III) pe durata a 6 săptămâni.

Formarea soluției de acetat de Co(III) este dovedită printr-o schimbare de culoare și de asemenea prin urme HPLC. Urmele soluției de Co solution la 0.369 minute dispar complet pentru a se obține un nou pic la 0.262 minute din soluția de Co.

HPLC: Agilent Technologies 1100 Series. Coloană Phenomenex Cl 8 (50 x 4.60 mm, 3 mm). Metodă: 90 % H (0.1 % acid formic) - 10% acetonitril (0.1% acid formic) la 10 % H (0.1 % acid formic) - 90% acetonitril (0.1 % acid formic). Flux: 2.6 mL/min. Timp: 5 minute. Volumul injecției: 20 pL. Detector UV la 254 nm.

Este considerat că un număr de alți oxidanți de asemenea ar lucra în locul acidului peracetic. În general, orice oxidant poate fi folosit. Într-un model de realizare, oxidantul este catalizator heterogen cu o grupare funcțională peroxo. După cum este folosit aici, "peroxo" sau "peroxi" indică înlocuirea unui atom de oxigen prin gruparea —O—O— în sufix.

Oxidarea xilenelor folosind acetat de CO(II) și acetat de CO(III)

Procedura de reacție raportată dezvoltată în US 6,670,502 a fost folosită pentru scopul oxidării xilenelor, al cărei conținut este incorporat aici ca referință în întregime. S-a descoperit că ar trebui să fie o concentrație suficientă de Cobalt (III) prezent pentru a începe rapid oxidarea xilenei.

O reacție de oxidare a amestecului de meta și para xilenă folosind un sistem catalizator acetat de Cobalt (II) și acetat de Zirconiu în acid acetic a fost investigată, cu concentrația de Co în amestecul de reacție pe baza încărcării totale la reactor corespunzătoare la aproximativ 7000 ppm. Amestecul de reacție a fost încălzit la 100°C și s-a descoperit că a existat o perioadă lungă de inducție (>6 ore) până ce amestecul de xilene a început să se convertească în alți intermediari de reacție (2.6 și 2.4 minute). S-a observat că reacția începe doar când culoarea amestecului de reacție s-a schimbat de la roz/mov la un verde maroniu. Xilenele inițiale (urme HPLC la 3.2 minute) au fost consumate după perioade de reacție lungi dar reacția nu s-a terminat. [0063] Oxidarea a apărut când acetaldehida ca promotor cu acetat de Cobalt (II). O concentrație de aproximativ 3750 ppm de Co a fost folosită și amestecul de reacție a fost încălzit la 50-60°C. O perioadă de inducție de aproximativ 15 minute a fost necesară pentru a observa o schimbare de culoare a soluției de la roz la verde. După 3 ore, a fost descoperită o conversie de 80% a intermediarului la un timp de retenție de 2.6 minute în urmele HPLC. Oricum, perioade de timp mai lungi au fost solicitate pentru a obține o conversie completă a intermediarului la un timp de retenție de 2.3 minute și TA nu a fost obținut după 48 ore.

Cu un sistem de catalizator ce cuprinde acetat de Cobalt (II), acetat de Mangan și bromură de potasiu a fost observat un timp de inducție mai lung de 5 ore și o oxidare incompletă.

Experimentele realizate la 120°C folosind doar acetat de Cobalt (III) fără orice promotori în aer și folosind acid acetic ca solvent au dus la o oxidare mai rapidă decât acetat de Cobalt (II) cu promotorii după cum este descris mai sus, conducând la o consumare rapidă a xilenelor, după cum este indicat de soluția verde schimbată în roz/mov după aproximativ o oră. În condiții de reacție identice folosind Co(II) a fost o perioadă de inducție lungă înainte de orice oxidare în fază inițială.

După oxidarea xilenelor, pentru a se putea reutiliza sistemul de catalizator Cobalt (III), s-a descoperit ca fiind necesar ca condițiile și reactivii de reacție să fie suficienți pentru a reoxida Cobaltul (II) din nou în Cobalt (III). Figura 5 ilustrează un model de reacție a Cobaltului (III). Câteva proceduri din literatură au fost urmate pentru a experimenta reacția de oxidare a para și meta xilenei la acid tereftalic.

Folosind para xilenei ca un exemplu, reacția de oxidare trece printr-un număr de etape după cum este ilustrat în Figura 2.

Oxidarea xilenelor la acidul tereftalic

Folosind para xilenei ca un exemplu, reacția de oxidare trece printr-un număr de etape după cum este ilustrat în Figura 2.

Varierea concentrațiilor de acetat de Co (III) și reacției

A fost efectuat un studiu ce implică diferite cantități de acetat de Co(III) prezent în amestec pentru a se realiza reacția de oxidare. Reacția a fost urmată de HPLC la fiecare oră după 7 ore. Au fost investigate patru concentrații diferite de Co: 16000 ppm, 11000 ppm, 6000 ppm și 1800 ppm. Cu cât e mai mare cantitatea de Co (16000 și 11000 ppm), cu atât e mai repede obținută conversia (vezi curbe albastru deschis și maro cu aproximativ 70-80% conversie după 1 oră de reacție). Oricum, s-a observat că conversia a rămas constantă în următoarele 6 ore, în timp ce culoarea amestecului s-a schimbat de la verde la mov închis și în cele din urmă în roz. În ambele cazuri, compusul principal a corespuns la intermediarul 1 cu mai puțin de 10% din intermediarul 2. Pe de altă parte, cu cea mai mică cantitate de Co prezent în amestec (6000 și 1800 ppm), reacția de oxidare a fost mai înceată la început dar a crescut conversiile cu perioade de reacție mai lungi (curbe portocalii și albastru închis, de la aproximativ 50% conversie la aproximativ 80-90% conversie). Ambele amestecuri de reacție au rămas verzi pentru câteva ore și după aceea s-a schimbat în maro/mov închis (6000 ppm) și albastru închis /maro (1800 ppm). Folosind 6000 ppm din acetatul de Co(III), xilenele au fost convertite mai repede în intermediarii 2 și 3, în timp ce cu soluția de 1800 ppm, xilenele au fost din nou convertite în intermediarul 1.

Prepararea catalizatorilor heterogeni

S-a determinat că acidul peracetic este un oxidant adecvat pentru a sintetiza o soluție verde de acetat de Co(III). Astfel, o varietate de catalizatori heterogeni cu o funcționalitate "peroxo" ar fi capabili de oxidarea unei soluții de acetat de Co(II) la acetat de Co(III) prin imitarea acidului peracetic.

Prepararea acidului peroxycarboxilic pe suport de siliciu este cunoscut în stadiul tehnicii. În general, un acid carboxilic pe suport de siliciu poate fi tratat cu acid metansulfonic și peroxid de hidrogen pentru a forma — COOH pe suport de siliciu care este capabil să fie utilizat pentru epoxidarea alchenelor.

S-a raportat de asemenea că peracizii pe suport pot fi preparați folosind acid metansulfonic și peroxid de hidrogen.

În acest exemplu, șase catalizatori heterogeni (Car1, Suci, Car2, Suc2, Car3, Suc3) sunt preparați din două silice de bază diferite (acid succinic și acid carboxilic) urmând 3 metodologii diferite. Toți acești catalizatori heterogeni sunt incolori.

După cum este reprezentat în Figura 6, acești catalizatori heterogeni sunt sintetizați din acizii mono sau dicarboxilici existenți legați la siliciu prin funcționalitatea sulfului. Un catalizator heterogen alternativ ce constă dintr-un acid dicarboxilic fără legătura S a fost de asemenea sintetizat (Figura 7). Trei noi catalizatori heterogeni au fost obținuți (Pen, Per2 și Per3).

Catalizatorii de Oxo-rutenium sunt oxidanți bine cunoscuți și astfel doi noi catalizatori heterogeni Ru=O au fost preparați urmând două metodologii diferite. Catalizatorii heterogeni Ru(V) vor fi folosiți pentru a oxida o soluție de acetat de Co(II) fiind reduși la un catalizator heterogen Ru(III). Prin urmare, oxo-ruthenium fosfonat de etil/butil pe suport de siliciu (SiPORu=O) a fost sintetizat după cum este prezentat în Figura 8 pentru a se obține un siliciu negru.

Alternativ, oxidarea lui Ru este de asemenea raportată folosind acid peracetic/acetaldehidă/O SiPORu=O a fost preparat după cum este prezentat mai jos urmând aceste condiții de reacție generale pentru a se obține un siliciu maro închis (Figura 9).

În ambele cazuri se presupune că ar fi posibil să se dezoxidize Ru heterogen la Ru heterogen.

Un nou catalizator Co(III) a fost de asemenea preparat (Figura 10, SiPOCo(III)). Acest catalizator heterogen ar trebui să aibă capacitatea de schimbare a Co(III) cu Co(II) în soluție.

Acetatul de Co(III) a fost preparat prin reacția acetatului de Co(II) cu acidul peracetic. Solidul verde a fost apoi imobilizat pe sarea de sulfonat de sodiu pe suport de siliciu. Un siliciu verde care s-a transformat în siliciu verde-albastru închis a fost obținut după uscare.

[0079] Alternativ, SiPOCo(III) este capabil să fie preparat prin imobilizarea acetatului de Co(II) pe siliciu pentru a se obține SiPOCo(II) mov pe suport de siliciu care a fost oxidat la SiPOCo(III) pe reacția cu acid peracetic (Figura 11).

Reacție test de oxidare

Acești noi catalizatori heterogeni sintetizați și alți doi catalizatori heterogeni SiPOVO și SiPOMn (ambi disponibili de la PhosphonicS Ltd., 14 Milton park, Abingdon, OXON, OX14 4SA, U.K.) au fost testați în oxidarea soluției de acetat de cobalt (II) la o soluție de acetat de cobalt (III). Această reacție poate fi urmărită vizual (schimbare de la roz la verde) ca de altfel și prin HPLC, după cum este ilustrat în Figura 12.

Condițiile reacției test de oxidare au urmat: la o soluție 12 ml de Co(OAc) în apă cu 1 % acid acetic (soluție roz, 1 mL) va fi adăugat un exces din catalizatorii heterogeni preparați anterior (aproximativ 10 echivalente). Această reacție test a fost mai întâi realizată la temperatura camerei. [0082] HPLC: Agilent Technologies 1100 Series. Phenomenex coloană C18 (50 x 4.60 mm, 3μm) Metodă: 90 % H (0.1% acid formic) - 10% acetonitril (0.1% acid formic) la 10% H (0.1% acid formic) - 90% acetonitril (0.1% acid formic). Flux: 2.6 mL/min. Timp: 5 minute. Volum injecție: 20 μL. Detector UV la nm.

1) Cobalt UH) fosfonat de etil/butil pe suport de siliciu

SiPOCO(III) verde preformat convertește imediat la temperatura camerei o soluție roză de Co(OAc) într-o soluție de aproximativ 66% Co³⁺ 34% Co²⁺. Culoarea soluției se schimbă în verde și siliciul devine maroniu. Aceasta se datorează transmetalării Co(II) în soluție cu Co(III) imobilizat, astfel producând un amestec de

Co immobilizat și Co immobilizat (culoare maronie). Metoda de a regenera SiPOCo(III) este prin adăugarea de acid peracetic (după cum este realizat anterior) după cum este ilustrat în Figura 13.

Există diverse metodologii pentru a oxida catalizatorul, cum ar fi

1) Oxidarea Co(OAc) cu acid peracetic pentru a obține un Co(OAc) solid verde care este apoi immobilizat folosind fosfonatul de etilbutil al sării de sodiu pe suport de siliciu pentru a se obține SiPOCo(III) ca un siliciu verde.

2) Immobilizarea Co(OAc) pe fosfonatul de etilbutil al sării de sodiu pe suport de siliciu (SiPOCo(II), siliciu mov) și oxidarea acestui siliciu la SiPOCo(III), siliciu verde.

S-a decis să se folosească a doua procedură prin care un reactor poate fi ambalat cu SiPOCo(II) și o soluție de acid peracetic apoi va oxida patul solid la SiPOCo(III), producând catalizatorul heterogen activ pentru conversia soluției de acetat de Co(II) la acetat de Co(III) (Figura 3).

Studii inițiale cu un amestec de peroxid de hidrogen 50% și acid acetic cu cantități catalitice de acid sulfuric a fost adăugat la catalizatorul Co(II) mov immobilizat și un siliciu verde apl a fost obținut. Catalizatorul heterogen rezultat a fost utilizat pentru a converti o soluție de Co(II) la Co(III). Acest rezultat a fost pozitiv deși optimizarea fiecăreia din aceste etape va fi cerută în fiecare din stagiile următoare.

2) Test pentru the restul catalizatorilor heterogeni

Catalizatorii heterogeni rămași sintetizați după cum s-a descris anterior au fost de asemenea testați în conversia unei soluții de acetat de Co(II) la acetat de Co(III). În toate cazurile, culoarea directă se schimbă și câteva bule au fost observate adăugând soluția roză de acetat de Co(II) la siliciu. Aceste schimbări de culoare sunt rezumate în Figura 4. S-a observat că schimbarea instantă a culorii siliciului când se adaugă soluția nu a fost permanentă și în anumite cazuri s-a schimbat după câteva minute.

Catalizatorul

Forma catalizatorului și dimensiunea particulei sale nu sunt critice la prezenta invenție și pot varia în funcție, de exemplu, de tipul sistemului de reacție utilizat. Exemple nelimitative de forme de catalizator al prezentei invenții include bile, pietricele, sfere, extrudate, monoliți cu canale, monoliți fagure, microsferă, granule, sau forme structurale, cum ar fi lobi, trilobi, quadralobi, pilule, bulgări, faguri, pulberui, granule, și altele asemănătoare, formate folosind metodele convenționale, cum ar fi extrudare sau uscare prin pulverizare.

În general, catalizatorul poate fi solubil în mediul de reacție ce cuprinde solventul și precursorii acidului carboxilic aromatic sau, alternativ, poate fi folosit un catalizator heterogen. Catalizatorul, fie omogen fie heterogen, tipic cuprinde unul sau mai mulți compuși de metal greu, de exemplu compuși de cobalt și/sau mangan, și pot opțional include un promotor de hidrogenare. Într-un model de realizare, catalizatorul este paladiu.

Când catalizatorul este în formă heterogenă, poate fi adecvat localizat în zona de reacție astfel încât să securizeze contactul dintre mediul de reacție cu curgere continuă și catalizator. În acest caz, catalizatorul poate fi adecvat sprijinit și/sau forțat în zona de reacție pentru a asigura astfel un contact fără a ștrangula nejustificat secțiunea transversală a curgerii. De exemplu, catalizatorul heterogen poate fi pus pe sau altfel aplicat la, sau cuprins în, elemente statice (de exemplu elemente ce formează o structură deschisă) poziționate în zona de reacție astfel încât mediul de reacție să curgă pe acestea. Astfel de elemente statice pot adițional servi la creșterea amestecării reacțanților odată ce ei trec prin zona de reacție. Alternativ catalizatorul poate fi în formă de granule mobile, particule, formă sfărâmițată fin, formă de burete metalic sau asemănătoare fiind prevăzute cu mijloace necesare pentru a le închide în zona de reacție astfel încât, în operare, granulele de catalizator etc să devină suspendate sau imersate în mediul de reacție ce curge prin zona de reacție. Folosirea unui catalizator heterogen în oricare din aceste moduri conferă avantajul de a fi capabil să limiteze efectul catalizator la o zonă bine-definită astfel încât, o dată ce mediul de reacție a traversat respectiva zonă, alte hidrogenări să aibă loc la o rată redusă sau pot fi eliminate semnificativ.

Un suport pentru catalizatorul de hidrogenare poate fi amănunțit activ catalitic sau chiar inert la reacția de hidrogenare. Suportul poate fi poros și în mod tipic are o arie

de suprafață, incluzând aria porilor de pe suprafață, de cel puțin 15 m₂/gm la 500 m₂/gm, de exemplu de la 50 m₂/gm la 200 m₂/gm, fiind preferată o arie a suprafeței de aproximativ 80 m₂/gm la aproximativ 150 m₂/gm. Materialele suport ale catalizatorului ar trebui să fie în mod substanțial rezistente la coroziune și substanțial rezistente la oxidare în condițiile curente. Componenta suport a catalizatorului de oxidare poate fi pur sau un compozit de materiale, ultimul fiind utilizat de exemplu la pentru a conferii caracteristicile chimice sau fizice dorite la catalizator. Într-un model de realizare, materialul suportului catalizatorului cuprinde dioxid de zirconiu. Într-un model de realizare alternativ, suportul este carbon. În general, orice catalizator va funcționa cu diverse modele de realizare ale prezentei invenții

Process

Acum referindu-ne la Figura 6, un model de realizare a unui sistem pentru realizarea unui procedeu al prezentei invenții este dezvăluit ca fiind capabil de folosire cu un procedeu pentru producerea unui acid. În general, un flux de alimentare 201 ce cuprinde o alimentare cu meta-xilenă și para-xilenă este alimentat într-un oxidator 200. În acest exemplu de model de realizare, este prezentat faptul că etilbenzenul plus toluenul, și componentele mai grele cum ar fi orto-xilena au fost deja îndepărtate și/sau minimizate. Oxidatorul 200 conține cel puțin un solvent și un catalyst cu un gaz oxigenat sau aer fiind alimentat într-un flux 202. Fluxul rămâne în oxidator 200 o perioadă de timp suficientă pentru a efectua oxidarea xilenela la respectiva formă acidă, adică para-xilena la TA și meta-xilena la IPA.

Un gaz consumat sau rezilient de o porțiune superioară a oxidatorului 200 este capabil să fie îndepărtat ca fluxul 202 în care gazul rezilient poate fi tratat cum ar fi printr-un condensator 208 și/sau altă unitate cum ar fi eliberarea gazelor reziliente, alta decât printr-o manieră controlată de mediu, este redusă sau eliminată.

După oxidare, un flux 205 ce cuprinde fluxul de alimentare oxidat 201, catalizatorul, și solventul este îndepărtat ca fluxul 205. Un aparat de separare, cum ar fi filtru 210, este folosit pentru îndepărtarea catalizatorului și/sau solventului din fluxul 205 rezultând în fluxul 215. Catalizatorul recuperat este colectat într-o unitate de recuperare 220 și reprocessat în fluxul 221 în oxidator 200.

Fluxul 215 este apoi uscat în uscătorul 230 pentru a elimina umezeala reziduală și/sau solventul rezidual. TA și IPA brut uscat (produs brut) este apoi scos ca fluxul 235 și trecut în rezervorul de depozitare 240.

Când se dorește un TA și IPA purificat, Produsul Brut este scos ca fluxul 245 și alimentat la dizolvatorul 250 care poate folosi diverși solvenți, încălzire și/sau presiune pentru a efectua disoluția Produsului Brut, cum este obișnuit în stadiul tehnicii.

Acidul brut este alimentat ca fluxul 255 la un reactor de hidrogenare 260, când impuritățile reacționează cu hidrogenul și produsele formate pot fi separate din acid. Fluxul rezultat 265 este apoi cristalizat într-o serie de cristalizoare 270 și apoi alimentat ca fluxul 275 la un dispozitiv de separare 280. Un flux 285 este apoi uscat în uscătorul 290 în un amestec de acid Tereftalic și Izoftalic Pur este scos ca un flux 295.

REVEDICĂRI

Ceea ce este revendicat este:

1. Un procedeu pentru producerea unui acid, procedeu ce cuprinde etapele:
 - a) oxidarea catalitică, cu un catalizator de oxidare, a unui precursor de acid aromatic în stare lichidă în prezența unei surse de oxigen gazoase;
 - b) separarea unui produs finit;
 - c) purificarea respectivului solvent și respectivului catalizator de oxidare;
 - d) recuperarea a cel puțin a unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare;
 - e) reîncărcarea a cel puțin a unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un catalizator de reîncărcare în pat solid; și,
 - f) alimentarea unui catalizator de oxidare reactivat la respectivul reactor de oxidare.
2. Procedeu conform Revendicării 1, în care etapele (a) - (f) sunt repetate de cel puțin o dată.
3. Procedeu conform Revendicării 1 sau 2, în care etapele (a) - (f) sunt realizate într-un ciclu continuu.
4. Procedeu conform oricăreia dintre Revendicările 1-3, ce mai cuprinde etapa de recirculare a cel puțin unei porțiuni din respectivul solvent în respectivul reactor de oxidare.
5. Procedeu conform oricăreia dintre Revendicările 1 -4, în care respectivul pat de catalizator de încărcare solid cuprinde un catalizator ce cuprinde cel puțin un metal ce aparține grupelor VIII, VIIB și IVB.
6. Un procedeu pentru convertirea unui flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă, para-xilenă, și etilbenzen în cel puțin un flux de produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA), respectivul procedeu ce cuprinde etapele:

a. îndepărtarea etilbenzenului din respectivul flux de alimentare pentru a produce un flux de alimentare sărăcit în etilbenzen;

b. îndepărtarea orto-xilenei din respectivul flux de alimentare sărăcit în etilbenzen pentru a produce un flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă;

c. oxidarea respectivului flux de alimentare sărăcit în etilbenzen și respectivului flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă pentru a produce un flux de produs, flux de produs ce cuprinde IPA/TA într-o proporție între 0.5% și aproximativ 99.5% IPA și aproximativ 0.5% și aproximativ 99.5% TA; și,

d. reîncărcarea a cel puțin unei porțiuni din catalizatorul de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid.

7. Un amestec acid produs conform Procedeului conform Revendicării 6.

8. Procedeul conform oricăreia dintre Revendicările 1-6, ce mai cuprinde adăugarea fie a para-xilenei fie a meta-xilenei la respectivul flux de alimentare sărăcit în etilbenzen și la respectivul flux de alimentare sărăcit în orto-xilenă.

9. Procedeul conform Revendicării 6, în care respectiva etapă (d) este realizată într-un ciclu continuu.

10. Un sistem pentru producerea unui flux de produs ce cuprinde acid izoftalic și acid tereftalic (IPA/TA) de la un flux de alimentare ce cuprinde cel puțin meta-xilenă și para-xilenă, sistem ce cuprinde:

a. o zonă de îndepărtare a orto-xilenei;

b. o zonă de co-oxidare;

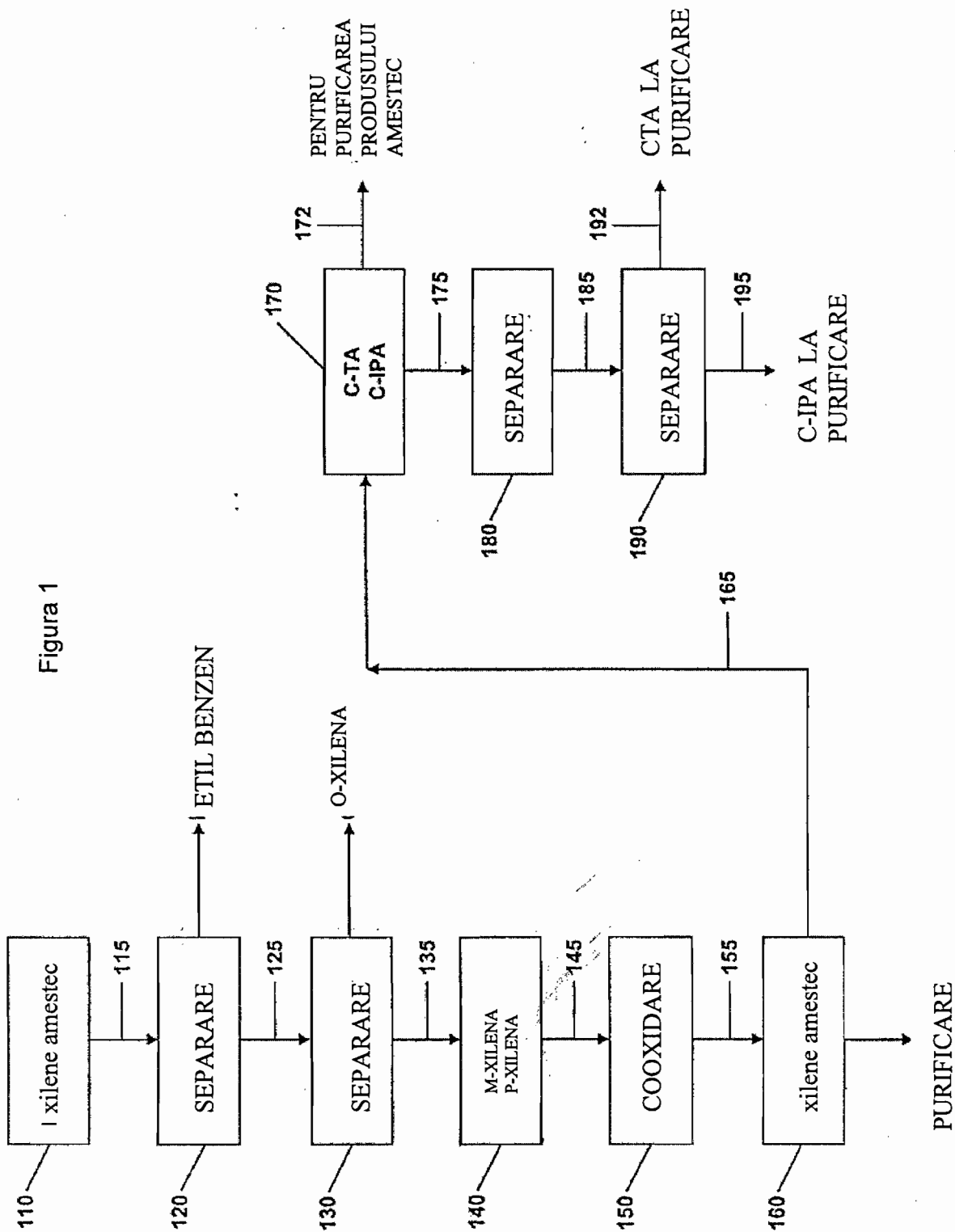
c. un catalizator pe pat solid, respectivul catalizator pe pat solid capabil să regenereze respectivul catalizator de oxidare; în care respectiva zonă de îndepărtare a orto-xilenei este capabilă să îndepărteze componente mai grele decât meta-xilenă și componente mai grele decât para-xilenă, și în care respectiva zonă de îndepărtare a orto-xilenei este capabilă să producă un flux sărăcit în orto-xilenă, și în care respectiva zonă de co-oxidare este capabilă atât de oxidarea meta-xilenei cât și a para-xilenei în acid izoftalic brut și acid tereftalic brut (C-IPA/C-TA).

1 1. Un procedeu pentru producerea unui acid, procedeu ce cuprinde etapele:

- a) oxidarea catalitică a unui precursor în prezența unei surse de oxigen, și
- b) reîncărcarea a cel puțin unei porțiuni din respectivul catalizator de oxidare pe un pat de catalizator de reîncărcare solid.

12. Procedeu conform oricăreia dintre Revendicările 1 -6 sau 8, în care etapele (a) - (b) sunt repetate de cel puțin o dată.

13. Procedeu conform oricăreia dintre Revendicările 1 -6 sau 8, în care respectivul pat de catalizator de reîncărcare solid cuprinde un catalizator ce cuprinde cel puțin un metal ce aparține grupelor VIII, VIIB și IVB.



68

Figura 2 (Stadiul Tehnicii)

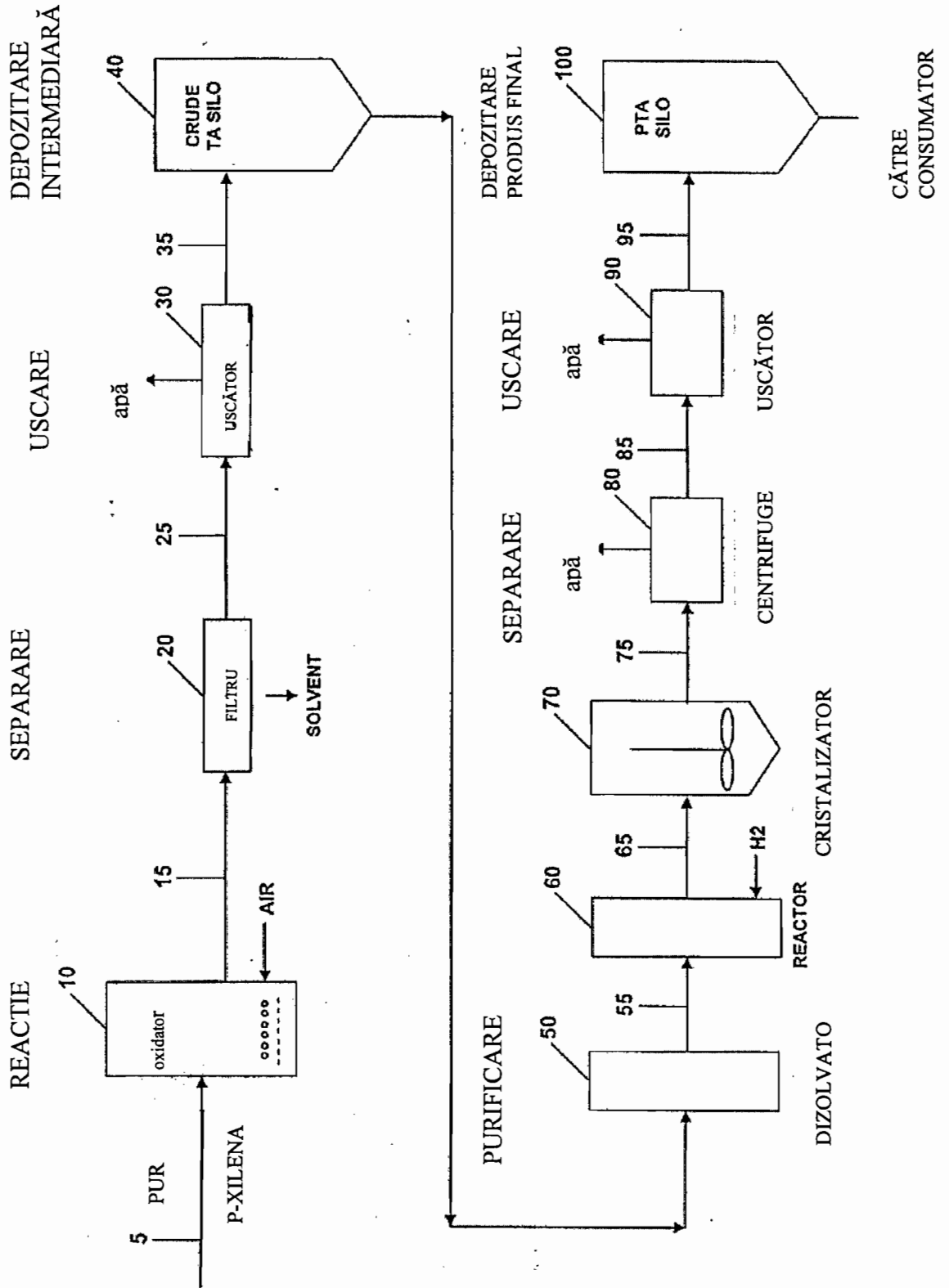


Figura 3

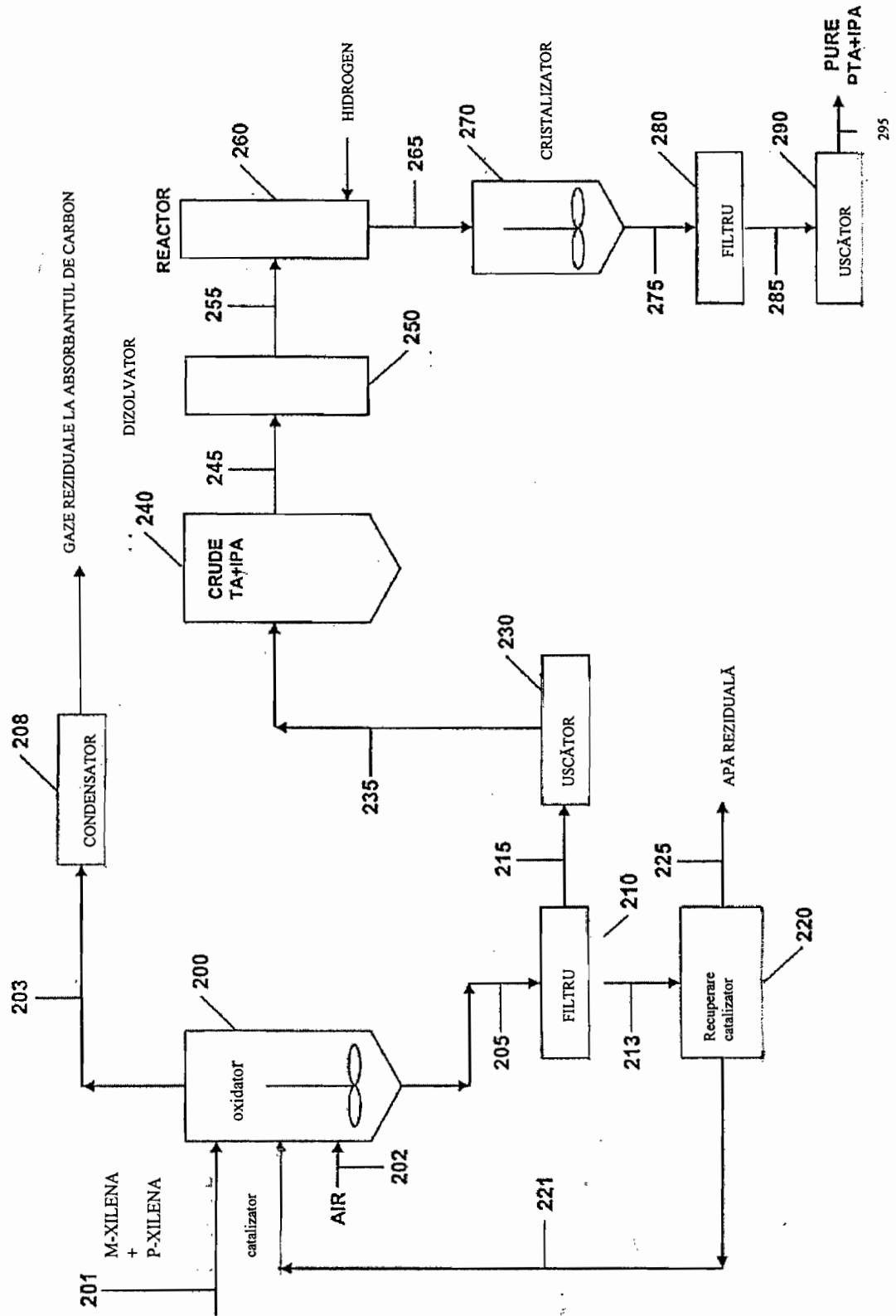
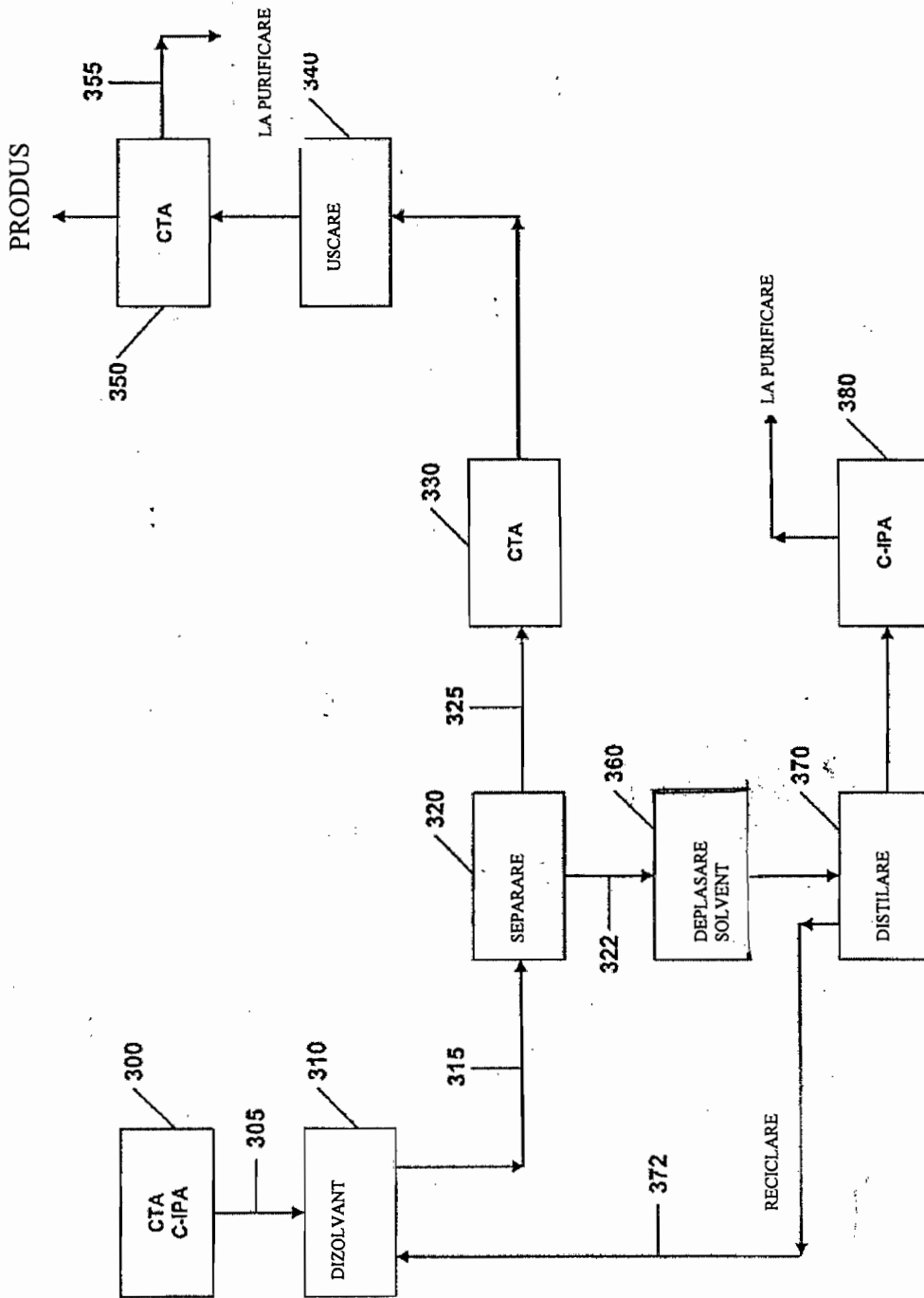


Figura 4



5/7

Figura 5

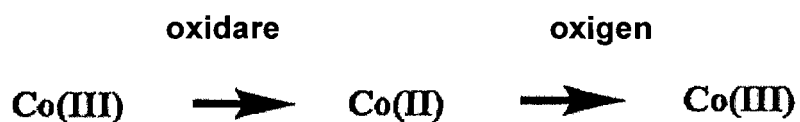
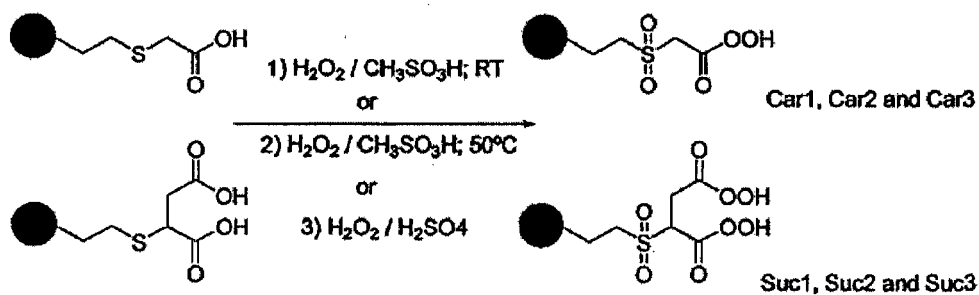


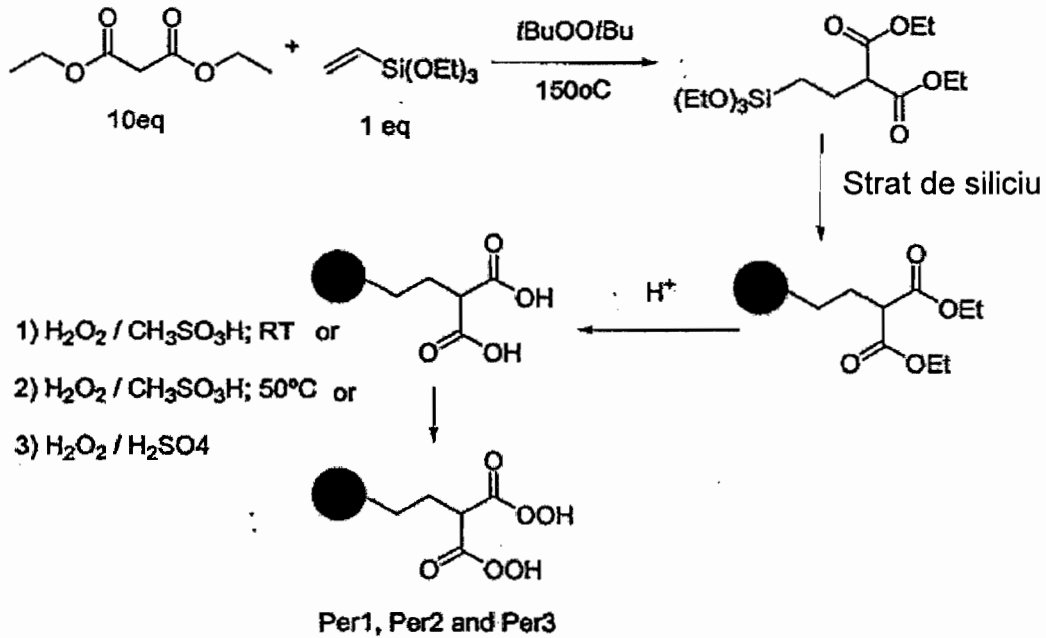
Figura 6



Schema 1

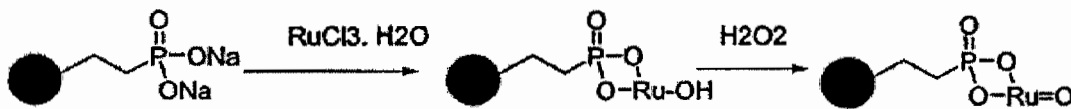
6/7

Figura 7



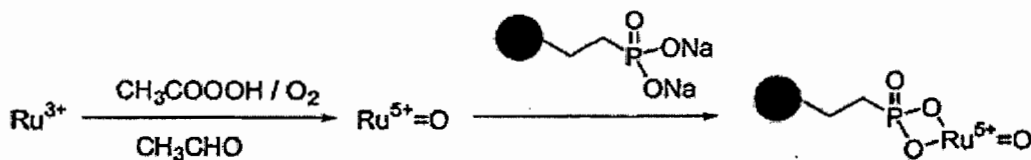
Schema 2

Figura 8



Schema 3

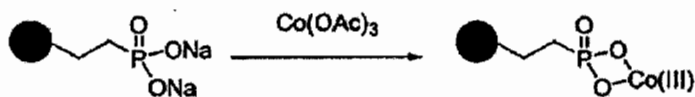
Figura 9



Schema 4

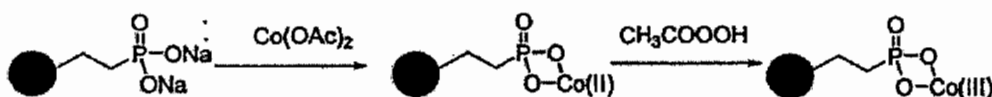
7/7

Figura 10



Schema 5

Figura 11



Schema 6

Figura 12

Catalizator imobilizat

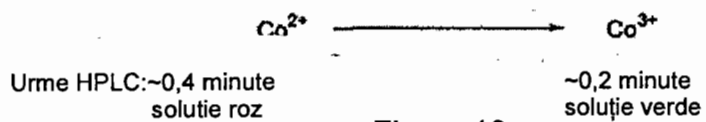


Figura 13

