



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0024141

(51)⁷ C07C 51/42; C07C 63/26

(13) B

(21) 1-2016-02775

(22) 11/02/2014

(86) PCT/US2014/015833 11/02/2014

(87) WO2015/102655 09/07/2015

(30) 61/922,234 31/12/2013 US

(45) 25/06/2020 387

(43) 26/09/2016 342A

(73) BP Corporation North America Inc. (US)

501 Westlake Park Boulevard, Houston, TX 77079, United States of America

(72) CLARK, Fred, T. (US); BARTOS, Thomas, M. (US); NELSON, Allen, P. (US).

(74) Công ty TNHH Tâm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT AXIT CARBOXYLIC THƠM TINH KHIẾT

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết bao gồm các bước: tạo ra hơi nước có áp suất cao từ nước cấp cho nồi đun được cấp vào nồi đun; gia nhiệt axit carboxylic thơm thô sử dụng hơi nước có áp suất cao, từ đó hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất cao; và tinh chế axit carboxylic thơm thô để tạo thành axit carboxylic thơm tinh khiết. Nước cấp cho nồi đun bao gồm ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao và nước cấp cho nồi đun thu được từ ít nhất một nguồn khác.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Nói chung, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết, và cụ thể, đến quy trình gia nhiệt sơ bộ axit carboxylic thơm thô trước khi tinh chế sử dụng hơi nước áp suất cao.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Axit terephthalic (TA) và các axit carboxylic thơm khác có thể được sử dụng trong quá trình sản xuất các polyeste (ví dụ, thông qua phản ứng của các axit này với etylen glycol và/hoặc alkylen glycol cao). Các polyeste thu được có thể được sử dụng để làm ra sợi, màng phủ, vật chứa, chai, các vật liệu bao gói khác, vật đúc và các vật dụng tương tự.

Trong thương mại, các axit carboxylic thơm được tạo ra bằng phản ứng oxy hóa pha lỏng của các nguyên liệu là benzen và naphthalen được thế methyl trong dung môi axit axetic chứa nước. Vị trí của các phần tử thế methyl tương ứng với vị trí của các nhóm carboxyl trong sản phẩm axit carboxylic thơm. Không khí hoặc các nguồn oxy khác (ví dụ, thường ở trạng thái khí) được sử dụng làm chất oxy hóa khi có mặt, ví dụ, chất xúc tác được tăng cường bởi brom chứa coban và mangan. Phản ứng oxy hóa là phản ứng tỏa nhiệt và tạo ra axit carboxylic thơm cùng với các sản phẩm phụ, bao gồm các sản phẩm oxy hóa một phần hoặc trung gian của nguồn nguyên liệu thơm, và sản phẩm của phản ứng axit axetic (ví dụ, metanol, methyl axetat, và methyl bromua). Nước cũng được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ.

Dạng tinh khiết của axit carboxylic thơm thường được mong muốn trong quy trình sản xuất các polyeste cần được sử dụng trong các ứng dụng quan trọng (ví dụ, sợi và chai). Các tạp chất trong axit (ví dụ, các sản phẩm phụ sinh ra từ quá trình oxy hóa nguyên liệu thơm và, thông thường hơn là, các loại hợp chất thơm được thế cacbonyl khác nhau) được cho là gây ra sự tạo màu và/hoặc có liên quan đến sự tạo màu ở các polyeste được tạo ra từ đó, mà sau đó dẫn đến sự mất màu trong các sản phẩm chuyển hóa polyeste. Có thể tạo ra axit carboxylic thơm có hàm lượng các tạp chất giảm bằng cách oxy hóa tiếp các sản phẩm thô từ quá trình oxy hóa pha lỏng như được mô tả ở trên ở một hoặc nhiều nhiệt độ và lượng oxy giảm dần. Ngoài ra, sản phẩm oxy hóa

một phần có thể được thu hồi trong quá trình kết tinh và chuyển hóa thành sản phẩm axit mong muốn.

Dạng tinh khiết của axit terephthalic và các axit carboxylic thơm khác có lượng tạp chất giảm - ví dụ, axit terephthalic tinh khiết (PTA) - được tạo ra bằng cách hydro hóa có xúc tác dạng ít tinh khiết hơn của axit hay được gọi là sản phẩm có độ tinh khiết trung bình trong dung dịch ở nhiệt độ và áp suất tăng bằng cách sử dụng chất xúc tác kim loại quý. Dạng axit ít tinh khiết hơn có thể bao gồm sản phẩm thô chứa axit carboxylic thơm và các sản phẩm phụ từ quá trình oxy hóa pha lỏng nguồn nguyên liệu thơm. Trong thương mại, quá trình oxy hóa pha lỏng nguyên liệu cấp alkyl thơm thành axit carboxylic thơm thô, và tinh chế sản phẩm thô này, thường được thực hiện theo quy trình kết hợp liên tục trong đó sản phẩm thô từ quá trình oxy hóa pha lỏng được dùng làm nguyên liệu ban đầu của quá trình tinh chế.

Quá trình tinh chế axit carboxylic thơm thô được thực hiện nhờ sự hydro hóa. Axit carboxylic thơm thô thường được gia nhiệt sơ bộ trước khi được cấp vào thiết bị phản ứng hydro hóa, mà thường hoạt động ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 260°C đến 290°C. Một cách để thực hiện bước gia nhiệt sơ bộ là thông qua sự trao đổi nhiệt gián tiếp với hơi nước có áp suất cao. Hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ trong suốt quá trình trao đổi nhiệt, và sản phẩm ngưng tụ thu được sau đó được giảm áp xuống để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất thấp và hơi nước có áp suất thấp mà có thể được sử dụng trong các bước xử lý khác. Việc giảm áp suất cho phép thu hồi một lượng năng lượng đáng kể khi cấp hơi nước có áp suất thấp tạo ra nhờ vào việc giảm áp cho tuốcbin hơi nước ngưng tụ hoặc thiết bị thu hồi năng lượng khác.

Dù có sự tạo thành năng lượng như vậy, chi phí nhiên liệu liên quan đến sự tạo thành hơi nước có áp suất cao vẫn tham gia vào toàn bộ chi phí khả biến của quá trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết. Vì vậy, vẫn có nhu cầu làm giảm các chi phí khả biến này nhờ vào các chiến lược quản lý năng lượng hiệu quả hơn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết.

Để đạt được mục đích này, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất axit carboxylic

thơm tinh khiết bao gồm các bước: tạo ra hơi nước có áp suất cao từ nước cấp cho nồi đun được cấp vào nồi đun; gia nhiệt dịch sệt chứa axit carboxylic thơm thô bằng cách sử dụng hơi nước có áp suất cao, nhờ đó hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất cao; và tinh chế dung dịch axit carboxylic thơm thô để tạo thành axit carboxylic thơm tinh khiết. Nước cấp cho nồi đun bao gồm ít nhất là một phần của sản phẩm ngưng tụ áp suất cao.

Các khía cạnh khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng dựa vào phần mô tả sau đây.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện lưu đồ của quy trình sản xuất axit carboxylic thơm dạng tinh khiết theo một phương án của sáng chế.

Fig.2 thể hiện lưu đồ của quy trình sản xuất axit carboxylic thơm dạng tinh khiết theo phương án thứ hai của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết sử dụng các cấu trúc trao đổi nhiệt hiệu quả trong bước gia nhiệt sơ bộ axit carboxylic thơm thô trước khi tinh chế. Hơi nước có áp suất cao được sử dụng để gia nhiệt axit carboxylic thơm thô trong vùng gia nhiệt sơ bộ trước khi tinh chế axit carboxylic thơm thô. Ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tạo ra từ quá trình ngưng tụ hơi nước có áp suất cao trong vùng gia nhiệt sơ bộ có thể được tuần hoàn để cung cấp ít nhất một phần nước cấp cho nồi đun từ đó tạo ra hơi nước có áp suất cao. Quy trình này tránh được sự giảm áp suất của sản phẩm ngưng tụ áp suất cao, giúp tiết kiệm nhiên liệu và giảm toàn bộ chi phí năng lượng so với các hệ thống trước đây. Quy trình này cũng tránh được các chi phí vốn đối với thùng bay hơi nhanh sản phẩm ngưng tụ để tạo thành hơi nước ở nhiều mức áp suất hơi nước thấp hơn khác nhau cần thiết trong các hệ thống nhất định trước đây.

Quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết thứ nhất theo sáng chế bao gồm các bước: tạo ra hơi nước có áp suất cao từ nước cấp cho nồi đun được cấp cho nồi đun; gia nhiệt dịch sệt chứa axit carboxylic thơm thô sử dụng hơi nước có áp suất cao, nhờ đó hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất cao; và tinh chế axit carboxylic thơm thô để tạo thành axit carboxylic thơm tinh

khuyết. Nước cấp cho nồi đun bao gồm ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao.

Theo một số phương án, nước cấp cho nồi đun còn bao gồm nước cấp cho nồi đun thu được từ nguồn bổ sung, như nước được khử khí bằng cách sử dụng hơi nước áp suất thấp. Theo một số phương án, sản phẩm ngưng tụ áp suất cao và nước cấp cho nồi đun thu được được kết hợp trước khi chuyển nước cấp cho nồi đun đến nồi đun. Theo các phương án khác, sản phẩm ngưng tụ áp suất cao và nước cấp cho nồi đun thu được được kết hợp in situ trong nồi đun, ví dụ, trong thùng chứa hơi nước của nồi đun. Theo một số phương án, nước cấp cho nồi đun thu được có nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của sản phẩm ngưng tụ áp suất cao ít nhất là trước khi chúng kết hợp. Theo một số phương án, sản phẩm ngưng tụ áp suất cao có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 250°C đến khoảng 305°C được chuyển đến nồi đun ở áp suất nằm trong khoảng từ 8MPa(g) (80 bar(g)) đến khoảng 12MPa(g) (120 bar(g)). Theo một số phương án, nước cấp cho nồi đun thu được có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến khoảng 150°C, mà được chuyển đến nồi đun ở áp suất nằm trong khoảng từ 8MPa(g) (80 bar(g)) đến khoảng 12MPa(g) (120 bar(g)).

Theo một số phương án, nồi đun bao gồm bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí, và sản phẩm ngưng tụ áp suất cao và nước cấp cho nồi đun thu được được kết hợp trước khi chuyển nước cấp cho nồi đun đến thùng chứa hơi nước của nồi đun. Theo các phương án khác, nồi đun bao gồm bộ hâm nước, một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được chuyển đến thùng chứa hơi nước của nồi đun, và nước cấp cho nồi đun thu được được chuyển đến bộ hâm nước trước khi đi vào thùng chứa hơi nước.

Theo một số phương án, quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết theo sáng chế còn bao gồm một hoặc nhiều bước sau: (a) chuyển phần thứ hai của sản phẩm ngưng tụ áp suất cao đến vùng kết tinh để dùng làm dòng chảy của thiết bị kết tinh; (b) chuyển khí ống hơi từ ống hơi nồi đun thông chất lưu với nồi đun qua một hoặc nhiều bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí đặt phía sau như bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí LUVO dạng polyme; và/hoặc (c) chuyển khí ống hơi từ ống hơi nồi đun thông chất lưu với nồi đun thông qua, lần lượt, bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí bằng cacbon-thép đặt phía sau và bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí LUVO dạng polyme đặt phía sau nữa. Theo một số phương án, nhiệt độ của khí ống hơi đi vào bộ gia nhiệt khí/khí cacbon-thép bằng ít nhất khoảng 175°C, và nhiệt độ của khí ống hơi thoát ra ngoài bộ gia nhiệt

sơ bộ khí/không khí LUVO dạng polyme thấp hơn khoảng 110°C.

Theo một số phương án, phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tuần hoàn đến nước cấp cho nồi đun chiếm từ khoảng 65% đến khoảng 97% sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tạo thành từ hơi nước có áp suất cao. Theo một số phương án, phần thứ hai của sản phẩm ngưng tụ áp suất cao chiếm từ khoảng 3% đến khoảng 35% sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được chuyển đến các bước xử lý khác, như đến vùng kết tinh.

Quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết thứ hai theo sáng chế bao gồm các bước: oxy hóa hydrocacbon thơm được thể trong vùng phản ứng để tạo thành axit carboxylic thơm thô; tạo ra hơi nước có áp suất cao từ nước cấp cho nồi đun; và gia nhiệt axit carboxylic thơm thô trong vùng gia nhiệt sử dụng ít nhất một phần hơi nước có áp suất cao, nhờ đó hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất cao. Nước cấp cho nồi đun bao gồm ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao, và theo một số phương án, nước cấp cho nồi đun thu được từ ít nhất một nguồn bổ sung. Theo một số phương án, phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tuần hoàn trở lại nồi đun chiếm từ khoảng 65% đến khoảng 97% sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tạo thành từ hơi nước có áp suất cao.

Quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết thứ ba theo sáng chế bao gồm các bước: oxy hóa hydrocacbon thơm được thể trong vùng phản ứng để tạo thành axit carboxylic thơm thô; tạo ra hơi nước có áp suất cao từ nước cấp cho nồi đun được cấp cho nồi đun; gia nhiệt axit carboxylic thơm thô trong vùng gia nhiệt sử dụng ít nhất một phần hơi nước có áp suất cao, nhờ đó hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất cao; và chuyển khí ống hơi từ ống hơi nồi đun thông chất lưu với nồi đun thông qua một hoặc nhiều bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí đặt phía sau. Bộ gia nhiệt sơ bộ thích hợp bao gồm bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí bằng cacbon-thép, bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí luftvorwärmer (LUVO) dạng polyme chống ăn mòn, và kết hợp các bộ gia nhiệt này. Nước cấp cho nồi đun bao gồm ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao, và theo một số phương án, còn bao gồm nước cấp cho nồi đun thu được từ ít nhất một nguồn bổ sung.

Các dấu hiệu bổ sung của quy trình sản xuất dạng tinh khiết của axit carboxylic thơm nêu trên theo sáng chế sau đây sẽ được mô tả dựa theo các hình vẽ.

Quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết từ hydrocacbon thơm được thể, cùng với quy trình bổ sung để thu hồi năng lượng và tinh chế dòng chất thải là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và được mô tả đầy đủ, ví dụ, trong Patent Mỹ số 5,723,656, 6,137,001, 7,935,844, 7,935,845, và 8,173,834. Fig.1 thể hiện lưu đồ của quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết theo sáng chế được đơn giản hóa. Dòng chất lỏng và khí và các nguyên liệu được sử dụng trong quy trình được biểu diễn trên Fig.1 có thể được dẫn và được chuyển qua đường chuyển, ống dẫn, và ống thích hợp được cấu tạo, ví dụ, từ các vật liệu thích hợp cho việc xử lý và cho độ an toàn. Sẽ hiểu rằng các bộ phận có thể được đặt cạnh nhau về mặt vật lý và, khi thích hợp, có thể có vùng dẻo, vùng cứng, hoặc hoặc kết hợp cả hai vùng này. Trong việc dẫn các dòng hoặc các hợp chất, các thiết bị xen giữa và/hoặc các xử lý tùy ý cũng có thể được bao gồm. Ví dụ, bơm, van, ống góp, khí và đồng hồ đo dòng chất lỏng và thiết bị phân bố, thiết bị lấy mẫu và thiết bị cảm biến, và thiết bị khác (ví dụ, để giám sát, kiểm soát, điều chỉnh, và/hoặc làm lệch hướng áp suất, dòng và các thông số vận hành khác) có thể có mặt.

Theo phương án đại diện, như có thể được thực hiện như được thể hiện trên Fig.1, nguyên liệu cấp dạng lỏng chứa, ví dụ, ít nhất khoảng 99% trọng lượng nguyên liệu hydrocacbon thơm được thể, dung môi axit monocarboxylic, chất xúc tác oxy hóa, chất tăng cường xúc tác, và không khí được nạp liên tục vào bình phản ứng oxy hóa 110 qua cửa vào, như cửa vào 112. Theo một số phương án, bình 110 là thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục, được định mức áp suất.

Theo một số phương án, hoạt động khuấy có thể được tạo ra bởi sự quay của máy khuấy 120, trục của máy khuấy được dẫn động bằng nguồn năng lượng bên ngoài (không được thể hiện). Cánh khuấy được lắp lên trục và nằm trong thể lỏng được tạo cấu trúc để cung cấp lực giúp cho việc trộn các chất lỏng và phân tán khí trong thể lỏng, từ đó tránh được hiện tượng lắng của các chất rắn ở vùng phía dưới của thể lỏng.

Nguyên liệu cấp thơm thích hợp để oxy hóa thường gồm hydrocacbon thơm được thể ở một hoặc nhiều vị trí, thường tương ứng với vị trí của các nhóm axit carboxylic của axit carboxylic thơm được điều chế, với ít nhất một nhóm có thể oxy hóa thành nhóm axit carboxylic. Phần tử thể hoặc các phần tử thể có thể oxy hóa có thể là nhóm alkyl, như nhóm methyl, ethyl hoặc isopropyl, hoặc các nhóm đã chứa oxy,

như nhóm hydroxyalkyl, formyl hoặc keto. Các phân tử thế có thể giống hoặc khác nhau. Phần thơm của hợp chất nguyên liệu có thể là nhân benzen hoặc nó có thể có dạng hai vòng hoặc nhiều vòng, như nhân naphthalen. Ví dụ về các hợp chất cấp hữu dụng, có thể được sử dụng một mình hoặc trong hỗn hợp, bao gồm toluen, etylbenzen và các benzen được thế alkyl khác, o-xylen, p-xylen, m-xylen, tolualdehyt, axit toluic, rượu alkyl benzylic, 1-formyl-4-metylbenzen, 1-hydroxymetyl-4-metylbenzen, metylaxetophenon, 1,2,4-trimetylbenzen, 1-formyl-2,4-đimetylbenzen, 1,2,4,5-tetrametylbenzen, naphthalen được thế alkyl, formyl, axyl, và hydroxymetyl, như 2,6-đietylnaphthalen, 2,6-đietylnaphalen, 2,7-đimetylnaphthalen, 2,7-đietylnaphthalen, 2-formyl-6-metylnaphthalen, 2-axyl-6-metylnaphthalen, 2-metyl-6-etylnaphthalen và các dẫn xuất được oxy hóa một phần của các hợp chất nêu trên.

Để sản xuất axit carboxylic thơm bằng cách oxy hóa các tiền chất hydrocacbon thơm được thế tương ứng của chúng, ví dụ, sản xuất axit benzoic từ benzen được thế một lần, axit terephthalic từ benzen được thế hai lần ở vị trí para, axit phthalic từ benzen được thế hai lần ở vị trí ortho, và axit 2,6 hoặc 2,7 naphthalen dicarboxylic từ, theo thứ tự, naphthalen được thế hai lần ở vị trí 2,6 và 2,7, ưu tiên sử dụng nguyên liệu tương đối tinh khiết, và tốt hơn là, nguyên liệu trong đó hàm lượng tiền chất tương ứng với axit mong muốn bằng ít nhất khoảng 95% trọng lượng, và tốt hơn nữa là ít nhất 98% trọng lượng hoặc thậm chí cao hơn. Theo một phương án, hydrocacbon thơm dùng để sản xuất axit terephthalic bao gồm para-xylen.

Dung môi dùng cho phản ứng pha lỏng của nguyên liệu thơm thành sản phẩm axit carboxylic thơm trong bước oxy hóa pha lỏng bao gồm axit monocarboxylic phân tử lượng thấp, tốt hơn nếu là C_1 - C_8 axit monocarboxylic, ví dụ axit axetic, axit propionic, axit butyric, axit valeric và axit benzoic.

Chất xúc tác được sử dụng để oxy hóa chất lỏng bao gồm các chất có hiệu quả xúc tác quá trình oxy hóa nguyên liệu thơm thành axit carboxylic thơm. Chất xúc tác được ưu tiên tan được trong hỗn hợp phản ứng pha lỏng được sử dụng để oxy hóa do chất xúc tác tan được sẽ tăng cường sự tiếp xúc giữa chất xúc tác, khí oxy và nguyên liệu lỏng; tuy nhiên, chất xúc tác hoặc thành phần chất xúc tác khác loại cũng có thể được sử dụng. Thông thường, chất xúc tác bao gồm ít nhất một thành phần kim loại nặng. Ví dụ về kim loại nặng thích hợp bao gồm coban, mangan, vanadi, molybden;

crom, sắt, niken, ziriconi, xeri hoặc kim loại họ lantan như hafni. Dạng thích hợp của các kim loại này bao gồm, ví dụ, axetat, hydroxit, và cacbonat. Chất xúc tác được ưu tiên bao gồm coban, mangan, hỗn hợp của chúng và hỗn hợp với một hoặc nhiều kim loại khác và cụ thể là hafni, xeri và ziriconi.

Theo phương án ưu tiên, thành phần chất xúc tác để oxy hóa pha lỏng còn bao gồm chất tăng cường, giúp tăng cường hoạt tính oxy hóa của kim loại xúc tác, tốt hơn là không tạo ra các loại hoặc lượng sản phẩm phụ không mong muốn. Chất tăng cường tan được trong hỗn hợp phản ứng pha lỏng được sử dụng trong phản ứng oxy hóa được ưu tiên để tăng cường sự tiếp xúc giữa chất xúc tác, chất tăng cường và chất phản ứng. Các hợp chất halogen thường được sử dụng làm chất tăng cường, ví dụ hydro halogenua, natri halogenua, kali halogenua, amoni halogenua, hydrocacbon được thế halogen, axit carboxylic được thế halogen và các hợp chất halogen hóa khác. Chất tăng cường được ưu tiên bao gồm ít nhất một nguồn brom. Nguồn brom thích hợp bao gồm bromo-anthracen, Br₂, HBr, NaBr, KBr, NH₄Br, benzyl-bromua, axit bromo axetic, axit đibromo axetic, tetrabromoetan, etylen đibromua, bromoaxetyl bromua và hỗn hợp của chúng. Chất tăng cường thích hợp khác bao gồm các aldehyt và keton như axetaldehyt và metyl etyl keton.

Các chất phản ứng đối với phản ứng pha lỏng của bước oxy hóa còn bao gồm khí chứa oxy phân tử. Không khí được sử dụng thuận tiện làm nguồn khí oxy. Không khí được làm giàu oxy, oxy tinh khiết và các hỗn hợp khí khác chứa oxy phân tử, thường ở lượng bằng ít nhất khoảng 10% thể tích, cũng có thể sử dụng.

Hydrocacbon thơm được thế được oxy hóa trong thiết bị phản ứng 110, để tạo thành axit carboxylic thơm thô và các sản phẩm phụ. Theo một phương án, ví dụ, paraxylen được chuyển hóa thành axit terephthalic và các sản phẩm phụ có thể tạo ra ngoài axit terephthalic bao gồm sản phẩm oxy hóa một phần và trung gian (ví dụ, 4-carboxybenzaldehyt, axit 1,4-hydroxymetyl benzoic, axit p-toluic, axit benzoic, và sản phẩm tương tự, và hỗn hợp của chúng). Vì phản ứng oxy hóa là phản ứng tỏa nhiệt, nhiệt được tạo ra bởi phản ứng có thể làm sôi hỗn hợp phản ứng pha lỏng và tạo thành pha hơi phía trên đầu chứa axit axetic bay hơi, hơi nước, các sản phẩm phụ dạng khí từ phản ứng oxy hóa, cacbon oxit, nitơ từ không khí nạp vào phản ứng, oxy chưa phản ứng, và các sản phẩm tương tự, và hỗn hợp của chúng.

Hơi bay lên cao được lấy ra khỏi thiết bị phản ứng 110 qua lỗ thông hơi 116 và chuyển theo dòng 111 đến vùng tách, theo phương án này được thể hiện là cột chưng cất áp suất cao 330. Vùng tách có cấu tạo để tách nước ra khỏi dung môi axit monocarboxylic và đưa pha lỏng giàu dung môi quay trở lại thiết bị phản ứng theo đường 331. Pha khí giàu nước được lấy ra khỏi vùng tách theo đường 334 và được xử lý thêm, ví dụ, bằng cách thu hồi năng lượng qua bộ phận mở rộng, bằng cách ngưng tụ nước từ dòng khí để sử dụng làm chất hồi lưu dùng cho cột hoặc để sử dụng trong vùng tinh chế hoặc các phần khác trong quy trình, và bằng cách xử lý khí thải. Dòng hồi lưu (không được thể hiện) được quay trở lại cột 330. Các ví dụ về việc xử lý thêm dòng khí trên đỉnh và các phương án dòng hồi lưu dùng cho cột 330 được mô tả đầy đủ hơn trong patent Mỹ số US 5,723,656, 6,137,001, 7,935,844, 7,935,845, và 8,173,834. Dòng ra dạng lỏng chứa sản phẩm axit carboxylic thơm dạng rắn thô được tạo sệt trong hỗn hợp phản ứng pha lỏng được lấy ra từ bình phản ứng 110 qua cửa dịch sệt ra 114 và được dẫn theo dòng 115 đến vùng kết tinh để thu hồi sản phẩm rắn.

Theo phương án của sáng chế được minh họa trên Fig.1, vùng kết tinh bao gồm nhiều thùng kết tinh có khuấy, 152 và 156 nối tiếp nhau và thông dòng chảy với nhau để chuyển sản phẩm dịch sệt từ thùng 152 đến thùng 156. Quá trình làm nguội trong thùng kết tinh được thực hiện bằng cách xả áp, với dịch sệt được làm nguội trong thùng 152 đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 190°C và sau đó đến khoảng 110 đến 150°C trong thùng 156. Một hoặc nhiều thùng kết tinh được thông hơi, như ở 154 và 158, lần lượt, để đưa hơi thu được từ quá trình giảm áp suất và tạo ra hơi nước từ hơi bay hơi nhanh đến phương tiện trao đổi nhiệt (không được thể hiện). Hơi được lấy từ một hoặc nhiều thùng kết tinh đặt phía trước, như thùng 152, đưa đến phương tiện trao đổi nhiệt tốt hơn là được ngưng tụ và sản phẩm ngưng tụ lỏng chứa nước, dung môi axit axetic và các sản phẩm tan được và các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa có thể được dẫn đến một hoặc nhiều thùng kết tinh đặt phía sau, như ở 156, để cho phép thu hồi các thành phần kết tinh được như axit carboxylic thơm thô và các sản phẩm phụ từ quá trình oxy hóa đi vào và được ngưng tụ từ hơi được làm bay hơi nhanh từ một hoặc nhiều thùng đặt phía trước.

Thùng kết tinh 156 thông chất lưu với thiết bị tách rắn-lỏng 190, được làm thích hợp để nhận dịch sệt của sản phẩm rắn chứa axit carboxylic thơm thô và các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa trong dịch cái từ quá trình oxy hóa chứa dung môi

axit monocarboxylic và nước từ thùng kết tinh, và để tách sản phẩm rắn thô chứa axit terephthalic và các sản phẩm phụ từ chất lỏng. Thiết bị tách 190 là bộ lọc chân không quay ly tâm hoặc bộ lọc áp suất. Theo phương án ưu tiên theo sáng chế, thiết bị tách là bộ lọc áp suất được làm thích hợp để trao đổi dung môi bằng cách dịch chuyển dung môi dưới áp suất của dịch cái trong bánh lọc với chất lỏng rửa chứa nước. Dịch cái oxy hóa thu được từ quá trình tách thoát ra ngoài thiết bị tách 190 trong dòng 191 để truyền đến thùng chứa dịch cái 192. Phần lớn dịch cái được chuyển từ thùng 192 đến thiết bị phản ứng oxy hóa 110 để quay trở lại phản ứng oxy hóa pha lỏng của axit axetic, nước, chất xúc tác và các sản phẩm phụ của phản ứng oxy hóa được hòa tan hoặc có mặt ở dạng hạt mịn dạng rắn trong dịch cái. Sản phẩm rắn thô và các tạp chất chứa các sản phẩm phụ của phản ứng oxy hóa của nguyên liệu được chuyển, có hoặc không có quá trình làm khô và bảo quản trung gian, từ thiết bị tách 190 đến thùng cấu thành dung dịch tinh chế 202 trong dòng 197. Sản phẩm rắn thô được tạo dịch sệt trong thùng cấu thành 202 trong dung môi phản ứng tinh chế, tất cả hoặc ít nhất một phần, và tốt hơn là từ khoảng 60 đến khoảng 100% trọng lượng, của nó, chứa pha lỏng thứ hai từ quá trình tách khí thải của nước và axit axetic trong pha hơi được lấy ra từ thiết bị phản ứng 110 đưa đến cột 330 và các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa. Nếu được sử dụng, dung môi cấu thành, như nước được khử khoáng sạch hoặc dòng tuần hoàn thích hợp như chất lỏng được ngưng tụ từ hơi thu được từ quá trình giảm áp suất trong khi kết tinh sản phẩm axit terephthalic đã tinh chế như nêu dưới đây, có thể được dẫn đến thùng cấu thành 202 từ thùng 204. Nhiệt độ của dịch sệt trong thùng cấu thành tốt hơn là nằm trong khoảng từ khoảng 80 đến khoảng 100°C.

Sản phẩm axit carboxylic thơm thô được hòa tan để tạo thành dung dịch phản ứng tinh chế bằng cách gia nhiệt, ví dụ, đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 260 đến khoảng 290°C trong thùng cấu thành 202 và bằng cách đi qua vùng gia nhiệt chứa một hoặc nhiều bộ trao đổi nhiệt 206 khi nó được chuyển đến thiết bị phản ứng tinh chế 210. Trong thiết bị phản ứng 210, dung dịch phản ứng tinh chế được cho tiếp xúc với hydro ở điều kiện áp suất tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8,5 đến khoảng 9,5 MPa(g) (85 đến khoảng 95 bar (g)) khi có mặt chất xúc tác hydro hóa.

Chất xúc tác thích hợp để sử dụng trong phản ứng hydro hóa tinh chế bao gồm một hoặc nhiều kim loại có hoạt tính xúc tác để hydro hóa các tạp chất trong sản phẩm axit carboxylic thơm không tinh khiết, như các hợp chất trung gian và các sản phẩm

phụ của phản ứng oxy hóa và/hoặc loại cacbonyl thơm. Kim loại xúc tác tốt hơn là được đỡ hoặc mang trên vật liệu đỡ trong tan nước và không phản ứng với axit carboxylic thơm trong điều kiện của quy trình tinh chế. Các kim loại xúc tác thích hợp là kim loại nhóm VIII của Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học (phiên bản IUPAC), bao gồm paladi, platin, rodi, osimi, ruteni, iridi, và các hỗn hợp của chúng. Paladi hoặc các hỗn hợp của các kim loại này bao gồm cả paladi được ưu tiên nhất. Cacbon và than củi với diện tích bề mặt vài trăm hoặc vài nghìn m^2/g diện tích bề mặt và độ bền và độ kháng mài mòn đủ để kéo dài thời gian sử dụng trong các điều kiện vận hành là các vật liệu đỡ được ưu tiên. Lượng tải nạp kim loại không tới hạn nhưng lượng tải nạp được ưu tiên trên thực tế nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến khoảng 5% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng vật liệu đỡ và kim loại hoặc các kim loại xúc tác. Các chất xúc tác được ưu tiên để chuyển hóa các tạp chất có mặt trong sản phẩm axit carboxylic thơm không tinh khiết chứa khoảng 0,1 đến khoảng 3% trọng lượng và tốt hơn nữa là khoảng 0,2 đến khoảng 1% trọng lượng kim loại hydro hóa. Theo một phương án cụ thể, kim loại bao gồm paladi.

Một phần hỗn hợp phản ứng lỏng tinh chế liên tục được lấy ra từ thiết bị phản ứng hydro hóa 210 theo dòng 211 đến thùng kết tinh 220, trong đó sản phẩm axit carboxylic thơm tinh khiết và lượng giảm của các tạp chất được kết tinh từ hỗn hợp phản ứng bằng cách làm giảm áp suất lên chất lỏng. Dịch sệt thu được chứa axit carboxylic thơm tinh khiết và chất lỏng được tạo ra trong thùng 220 được dẫn đến thiết bị tách rắn-lỏng 230 theo dòng 221. Hơi thu được từ quá trình giảm áp suất khi kết tinh có thể được ngưng tụ bằng cách chuyển đến bộ trao đổi nhiệt (không được thể hiện) để làm nguội và chất lỏng được ngưng tụ thu được được dẫn lại vào quy trình, ví dụ, ở dạng tái chế vào thùng cấu thành nguyên liệu tinh chế 202, qua đường chuyển thích hợp (không được thể hiện). Sản phẩm axit carboxylic thơm tinh khiết thoát ra ngoài thiết bị tách rắn-lỏng 230 theo dòng 231. Thiết bị tách rắn-lỏng có thể là bộ lọc chân không xoay ly tâm, bộ lọc áp suất hoặc kết hợp của một hoặc nhiều trong số các bộ lọc này.

Dịch cái của quá trình tinh chế mà từ đó sản phẩm axit carboxylic thơm tinh khiết dạng rắn được tách ra trong thiết bị tách rắn-lỏng 230 chứa nước, lượng nhỏ sản phẩm axit carboxylic thơm được hòa tan và tạo huyền phù và các tạp chất bao gồm các sản phẩm phụ của quá trình oxy hóa được hydro hóa được hòa tan hoặc tạo huyền phù

trong dịch cái. Dịch cái của quá trình tinh chế được dẫn theo dòng 233 có thể được chuyển đến các phương tiện xử lý nước thải hoặc theo cách khác có thể được sử dụng dòng hồi lưu vào cột 330, như được mô tả đầy đủ hơn, ví dụ, trong các patent Mỹ số 5,723,656, 6,137,001, 7,935,844, 7,935,845, và 8,173,834.

Như nêu trên, sản phẩm axit carboxylic thơm thô được gia nhiệt trong vùng gia nhiệt có bộ trao đổi nhiệt 206. Người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này hiểu rằng, mặc dù chỉ một bộ trao đổi nhiệt được thể hiện, vùng gia nhiệt có thể bao gồm nhiều bộ trao đổi nhiệt bao gồm các bộ gia nhiệt sơ bộ đặt phía trước của bộ trao đổi nhiệt 206. Theo một phương án, bộ trao đổi nhiệt là bộ trao đổi nhiệt dạng ống và dạng vỏ, trong đó axit carboxylic thơm thô được gia nhiệt bằng cách gia nhiệt tiếp xúc gián tiếp với hơi nước có áp suất cao được cấp theo đường 402.

Hơi nước có áp suất cao 402 được tạo ra bằng nồi đun 404. Theo một phương án, nồi đun 404 là nồi đun Nebraska loại D chuẩn có ở Cleaver-Brooks of Lincoln, Nebraska. Nồi đun 404 bao gồm thùng chứa hơi nước 406 và thùng chứa bùn 408 được nối bằng nhiều ống đứng và ống thoát 410. Nước cấp cho nồi đun được đưa vào thùng chứa hơi nước 406 qua đường 412. Nước cấp cho nồi đun được phân phối ở dạng chất lỏng ở áp suất hơi lớn hơn áp suất của thùng chứa hơi nước 406 và ở nhiệt độ được làm quá lạnh so với áp suất phân phối. Tỷ trọng của nước cấp cho nồi đun đi vào thùng chứa hơi nước 406 lớn hơn so với tỷ trọng của hỗn hợp lỏng-hơi nước hai pha trong thùng chứa hơi nước 406. Gradient tỷ trọng này nhờ đó thúc đẩy hiệu quả siphông nhiệt khi dòng chất lỏng vào, tỷ trọng cao hơn chảy xuống qua ống thoát 410 và vào thùng bùn 408 ở dưới mà, lần lượt, ép hỗn hợp nước hai pha tỷ trọng thấp hơn chảy lên trên theo ống đứng 410 từ thùng bùn 408 vào thùng chứa hơi nước 406. Hơi nước có áp suất cao được lấy ra từ thùng chứa hơi nước 406 qua đường 402. Khí thải dưới đáy, chứa nước với các tạp chất, được lấy ra từ thùng bùn 408 qua đường 414 ở tốc độ bằng khoảng 1% đến 3% nước cấp cho nồi đun 412 đi vào thùng chứa hơi nước để tránh hình thành các vật liệu ăn mòn. Nhiên liệu, như khí tự nhiên, được phun qua đường 416 và nguồn oxy, như không khí, được đưa vào qua đường 418 để cấp nguồn nhiệt đốt cháy (không được thể hiện) cho nồi đun 404.

Nước cấp cho nồi đun 412 bao gồm ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao 420 được tạo ra do sự ngưng tụ hơi nước có áp suất cao 402 ở phía vỏ của bộ trao

đổi nhiệt 206. Theo một phương án, sản phẩm ngưng tụ áp suất cao 419 thoát ra ngoài bộ trao đổi nhiệt 206 được đưa vào thùng bay hơi nhanh 420, được duy trì ở áp suất gần với sản phẩm ngưng tụ 419 để lấy hơi nước còn lại qua đường 422. Sản phẩm 422 có thể được sử dụng ở các phần khác trong quy trình (không được thể hiện). Một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao có thể được hút qua đường 424 để được sử dụng trong các phần các của quy trình, tuy nhiên, ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao thoát ra ngoài thùng bay hơi nhanh 420 được làm quá lạnh và được nén thêm bằng bơm 423 trước khi được tuần hoàn để được sử dụng làm nước cấp cho nồi đun 412. Theo một phương án, ít nhất 65% trọng lượng, hoặc lên đến ít nhất 97% trọng lượng, sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tạo ra trong bộ trao đổi nhiệt 206 được tuần hoàn để sử dụng làm nước cấp cho nồi đun 412.

Theo một phương án, nước cấp cho nồi đun thu được ở nhiệt độ thấp hơn so với sản phẩm ngưng tụ áp suất cao trước khi kết hợp chúng. Theo một phương án, sản phẩm ngưng tụ áp suất cao có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 250°C đến khoảng 305°C được chuyển đến nồi đun ở áp suất nằm trong khoảng từ 8MPa(g) (80 bar(g)) đến khoảng 12MPa(g) (120 bar(g)). Theo một phương án, nước cấp cho nồi đun thu được có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến khoảng 150°C, được chuyển đến nồi đun ở áp suất nằm trong khoảng từ khoảng 8MPa(g) (80 bar(g)) đến khoảng 12MPa(g) (120 bar(g)).

Theo một phương án, nước cấp cho nồi đun 412 còn bao gồm nước từ ít nhất một nguồn khác. Theo phương án được thể hiện trên Fig.1, nước cấp cho nồi đun 412 bao gồm sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tuần hoàn 426 và nước cấp thu được 428 được cấp từ bộ xả khí loại khay 430 và được nén bằng bơm 435. Nước khử ion được đưa vào bộ xả khí 430 qua đường 432 và hơi nước áp suất thấp được đưa vào bộ xả khí 430 qua đường 434. Bộ xả khí 430 loại bỏ oxy được hòa tan và các khí được hòa tan khác ra khỏi nước cấp thu được 428. Theo một phương án, nước cấp thu được 428 được gia nhiệt sơ bộ bằng khí ống hơi từ nồi đun 404 trong bộ hâm nước 436 trước khi đưa nước cấp thu được 428 vào nồi đun 404. Theo phương án được thể hiện, nước cấp thu được 428 được kết hợp với sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tuần hoàn 426 trước khi đưa nước cấp cho nồi đun 412 vào nồi đun 404.

Theo một phương án, khí ống hơi thoát ra ngoài bộ hâm nước 436 được chuyển

qua ống hơi 438 và có thể được giải phóng qua đỉnh của ống hơi. Theo một phương án khác, ống hơi 438 bao gồm van điều tiết 440 để làm lệch hướng ít nhất một phần khí ống hơi để xử lý thêm, như làm nguội khí ống hơi để giảm nhiệt độ thoát khí ống hơi. Ít nhất một phần, và theo một phương án, gần như tất cả khí ống hơi được chuyển đến vùng gia nhiệt sơ bộ không khí bao gồm một nhiều bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 450, 452. Theo phương án được thể hiện trên Fig.1, khí ống hơi được đưa qua đường 448 vào bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 450 và sau đó được chuyển vào bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 452 qua đường 454 trước khi quay trở lại ống hơi 438 qua đường 456. Khí ống hơi sẽ gia nhiệt không khí sạch được cấp vào bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 452 qua đường 458 và không khí đã làm ấm thoát ra ngoài bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 452 và được đưa vào bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 450 qua đường 460.

Theo một phương án, một phần khí ống hơi 454 thoát ra ngoài bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 450 thứ nhất được đưa vào không khí cấp sạch qua đường 462. Sử dụng một phần khí ống hơi trong không khí cấp làm giảm lượng xả NO_x của khí thoát ra ngoài ống hơi 438. Theo một phương án, 0,1% đến 20% khí ống hơi được tuần hoàn lại vào không khí cấp qua đường 462.

Theo một phương án, bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 450 và 452 có thể được làm từ các vật liệu chống ăn mòn, như vật liệu polyme bậc cao hoặc vật liệu thép-cacbon có tính chống ăn mòn giảm đến nhiệt độ điểm sương của khí ống hơi trong khi vẫn giữ được độ ổn định nhiệt độ tối đa khoảng 200°C. Bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí thích hợp bao gồm bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí luftvorwärmer (LUVO) được bán bởi HeatMatrix, Hà Lan. Theo một phương án, bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 450 là bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí LUVO cacbon-thép và bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 452 là bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí LUVO dạng polyme bậc cao.

Fig.2 thể hiện một phương án khác về lưu đồ quy trình sản xuất các dạng tinh khiết của axit carboxylic thơm được đơn giản hóa theo sáng chế. Theo phương án này, bộ hâm nước được thay thế bằng bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 502. Không khí cấp sạch được đưa qua đường 504 vào bộ gia nhiệt sơ bộ khí/khí 502, ở đó nó được gia nhiệt sơ bộ bằng cách tiếp xúc gián tiếp với khí ống hơi từ nồi đun 404. Theo một phương án, không khí cấp sạch 504 được trộn với một phần khí ống hơi thoát ra ngoài ống hơi 438. Một phần khí ống hơi được làm lệch hướng khỏi ống hơi và được kết hợp với

không khí cấp sạch 506. Theo một phương án, 0,1% đến 20% khí ống hơi được tuần hoàn lại vào không khí cấp. Việc tuần hoàn lại khí ống hơi làm giảm lượng xả NOx trong khi làm tăng nhiệt độ của không khí cấp. Theo phương án được thể hiện trên Fig.2, nước cấp thu được 508 có thể được gia nhiệt sơ bộ bằng bộ trao đổi nhiệt 510 trước khi kết hợp nước cấp thu được 508 với sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tuần hoàn 412.

Các phương án lần lượt được thể hiện trên Fig.1 và Fig.2 được hình thành để tạo ra sự giảm toàn bộ chi phí năng lượng so với các hệ thống thông thường cho phép sản phẩm ngưng tụ áp suất cao giảm đi.

Toàn bộ nội dung của từng và mọi patent và công bố đơn không phải patent được trích dẫn ở đây được kết hợp bằng cách viện dẫn, ngoại trừ trường hợp phần mô tả hoặc định nghĩa không phù hợp bất kỳ với bản mô tả, phần mô tả hoặc định nghĩa ở đây sẽ được sử dụng.

Phần mô tả chi tiết nêu trên và các hình vẽ đi kèm được nêu để giải thích và minh họa, và không nhằm giới hạn phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ sau đây. Nhiều biến thể theo các phương án được ưu tiên được minh họa ở đây sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, và vẫn nằm trong phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ sau đây và dạng tương đương của chúng.

Cần hiểu rằng các thành phần và dấu hiệu được mô tả trong các điểm yêu cầu bảo hộ sau đây có thể được kết hợp theo các cách khác nhau để tạo ra dạng mới có thể nằm trong phạm vi của sáng chế. Do đó, mặc dù các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc dưới đây chỉ phụ thuộc vào một điểm yêu cầu bảo hộ độc lập hoặc phụ thuộc, tuy nhiên cần phải rằng các điểm phụ thuộc có thể, theo một cách khác, phụ thuộc vào điểm yêu cầu bảo hộ nêu trên bất kỳ - bất kể độc lập hoặc phụ thuộc - và tổ hợp mới của chúng có thể được hiểu là cấu thành một phần của bản mô tả.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất axit carboxylic thơm tinh khiết bao gồm các bước:

tạo ra hơi nước có áp suất cao từ nước cấp cho nồi đun được cấp cho nồi đun;

gia nhiệt axit carboxylic thơm nhờ sự trao đổi nhiệt với hơi nước có áp suất cao, từ đó hơi nước có áp suất cao được ngưng tụ để tạo thành sản phẩm ngưng tụ áp suất cao; và

tinh chế axit carboxylic thơm thô bằng cách cho tiếp xúc với hydro với sự có mặt của chất xúc tác hydro hóa, và tùy ý bước kết tinh axit carboxylic thơm đã được hydro hóa này, để tạo thành axit carboxylic thơm tinh khiết;

trong đó nước cấp cho nồi đun bao gồm ít nhất một phần sản phẩm ngưng tụ áp suất cao.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước oxy hóa hydrocarbon thơm được thể trong vùng phản ứng để tạo thành axit carboxylic thơm thô.

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó nước cấp cho nồi đun còn bao gồm nước thu được từ ít nhất một nguồn bổ sung.

4. Quy trình theo điểm 3, trong đó sản phẩm ngưng tụ áp suất cao và nước thu được được kết hợp trước khi chuyển nước cấp cho nồi đun đến nồi đun.

5. Quy trình theo điểm 3, trong đó nước thu được có nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của sản phẩm ngưng tụ áp suất cao trước khi kết hợp chúng.

6. Quy trình theo điểm 5, trong đó sản phẩm ngưng tụ áp suất cao có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 250°C đến 305°C và áp suất chuyển đến nồi đun nằm trong khoảng từ 8MPa(g) (80 bar(g)) đến 12MPa(g) (120 bar(g)), và trong đó nước cấp cho nồi đun thu được có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 150°C và áp suất chuyển đến nồi đun nằm trong khoảng từ 8MPa(g) (80 bar(g)) đến 12MPa(g) (120 bar(g)).

7. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước gia nhiệt sơ bộ không khí cấp cho nồi đun bằng khí ống hơi.

8. Quy trình theo điểm 3, trong đó nước cấp thu được được gia nhiệt sơ bộ bằng khí ống hơi nồi đun.

9. Quy trình theo điểm 1, trong đó nước cấp cho nồi đun chứa từ 65% đến 97% sản phẩm ngưng tụ áp suất cao được tạo ra trong vùng gia nhiệt.
10. Quy trình theo điểm 7, trong đó không khí cấp được gia nhiệt sơ bộ bằng bộ gia nhiệt khí/không khí và ít nhất một trong số các bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí bao gồm bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí luftvorwärmer (LUVO) dạng polyme.
11. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước chuyển khí ống hơi từ ống hơi nồi đun thông chất lưu với nồi đun qua, lần lượt, bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí bằng cacbon-thép đặt phía sau và bộ gia nhiệt sơ bộ khí/không khí LUVO dạng polyme đặt phía sau nữa, trong đó không khí cấp cho nồi đun được gia nhiệt sơ bộ trong bộ gia nhiệt sơ bộ bằng khí ống hơi nêu trên.
12. Quy trình theo điểm 1, trong đó axit carboxylic thơm bao gồm axit terephthalic.

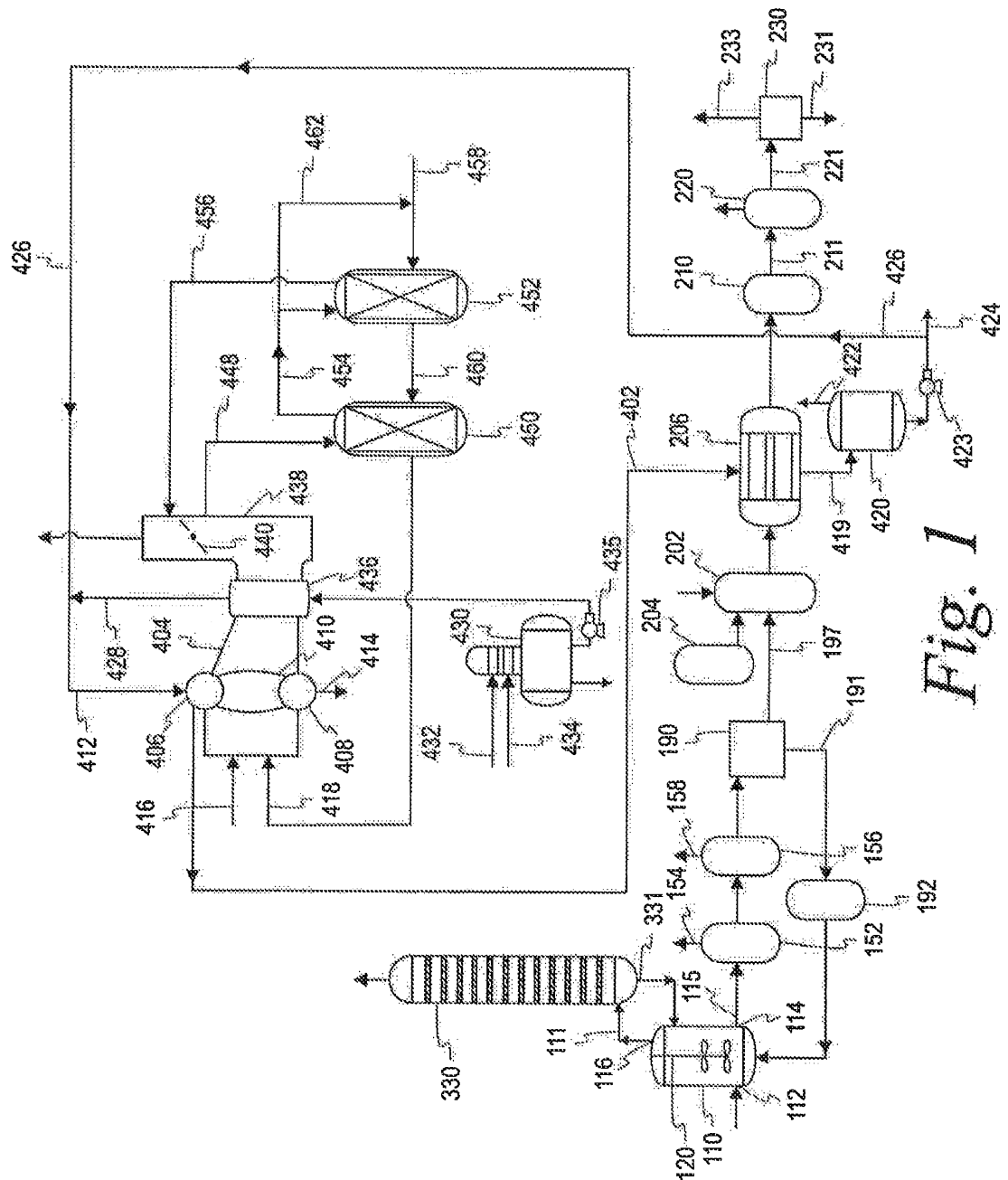


Fig. 1

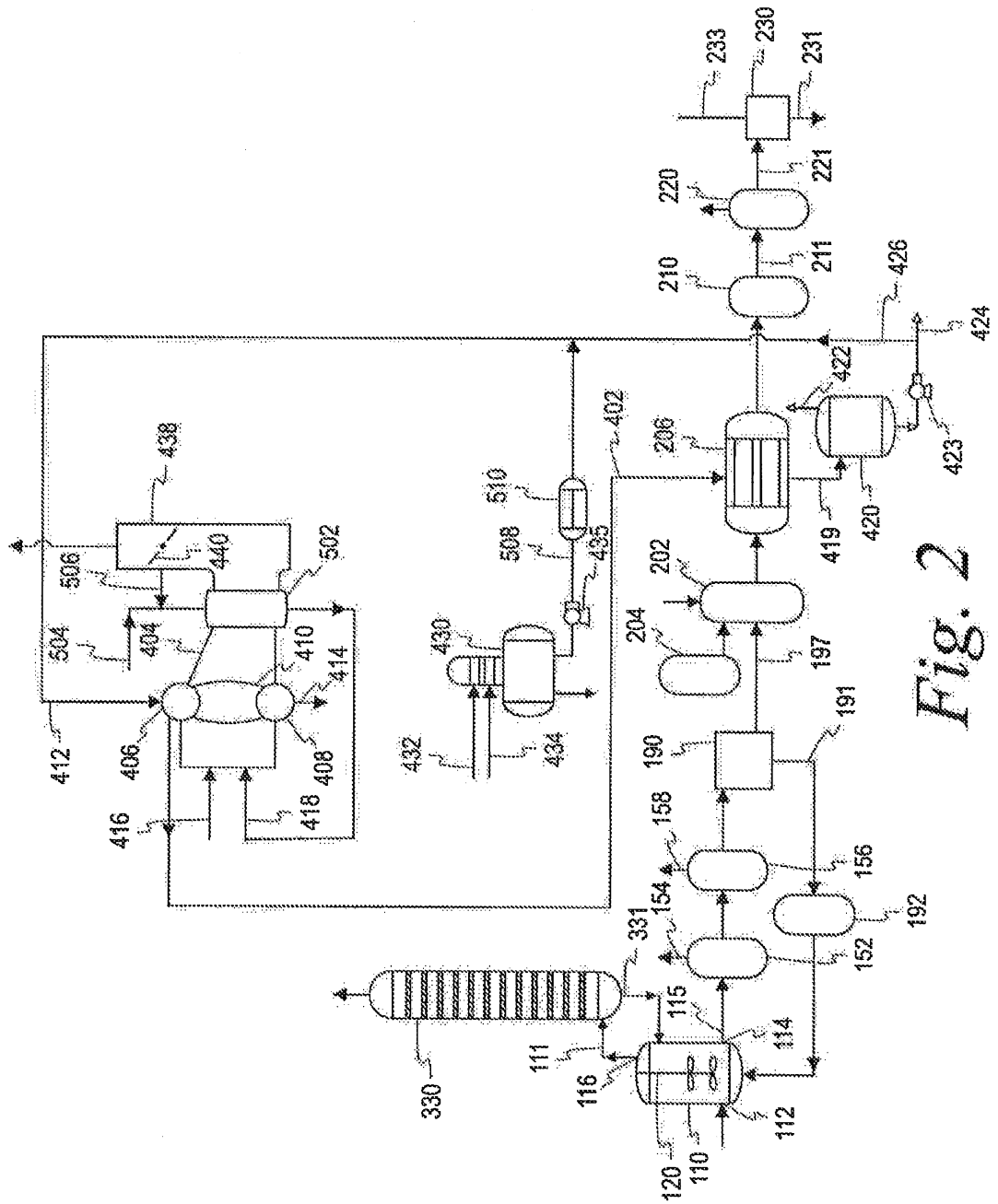


Fig. 2