

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-91359

(P2009-91359A)

(43) 公開日 平成21年4月30日(2009.4.30)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
C07C 51/43	(2006.01)	C07C 51/43		4H006
C07C 63/26	(2006.01)	C07C 63/26	J	

審査請求 有 請求項の数 1 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2008-294438 (P2008-294438)	(71) 出願人	508338809
(22) 出願日	平成20年11月18日 (2008.11.18)		ジーティーシー テクノロジー エルピー
(62) 分割の表示	特願平9-501434の分割		アメリカ合衆国 77077 テキサス、
原出願日	平成8年6月6日 (1996.6.6)		ヒューストン、エス、 デイリー アッシュ
(31) 優先権主張番号	08/477, 898		フォード 1001、スイート 500
(32) 優先日	平成7年6月7日 (1995.6.7)	(74) 代理人	100066692
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 浅村 皓
		(74) 代理人	100072040
			弁理士 浅村 肇
		(74) 代理人	100107504
			弁理士 安藤 克則
		(74) 代理人	100102897
			弁理士 池田 幸弘

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 精製テレフタル酸の製造法および装置

(57) 【要約】

【課題】未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び/又は他の望ましくない材料から選択される不純物も含んでいる粗製テレフタル酸の液体分散液から粗製テレフタル酸を精製する方法及び装置を提供する。

【解決手段】分散液を濾過して粗製テレフタル酸フィルターケーキ(F-1)を形成し、このフィルターケーキを高温で選択的結晶化溶媒に溶解して溶液(T-3、T-4)を形成し、結晶化溶媒の溶液から精製テレフタル酸を溶液(S-1)の温度を下げることによって結晶化させ、結晶化した精製テレフタル酸を溶液(F-2)から分離する段階を含む方法とする。本発明によれば、選択的結晶化溶媒は非水性、非腐食性であり、本質的にテレフタル酸と反応しない。選択的結晶化溶媒はN-メチルピロリドンであるのが好ましい。この方法及び装置は、商業的に魅力ある割合で、かつ資金が少なくかつ単純化した工程で済む余り厳密でない操作条件でポリエステル樹脂及び他の生成物の形成に用いるのに望ましい純度の精製テレフタル酸を生成する。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び/又は他の望ましくない材料から選択される不純物も含んでいる粗製テレフタル酸の液体分散液から粗製テレフタル酸を精製する方法であって、

前記分散液を濾過して、粗製テレフタル酸フィルターケーキを形成させ、

前記フィルターケーキを約 140 ~ 約 190 の高温で選択的非水性結晶化溶媒に溶解して、溶液を形成させ、

前記非水性結晶化溶媒中の前記溶液から、前記溶液の温度を下げることによって、精製テレフタル酸を結晶化させ、

前記結晶化した精製テレフタル酸を前記溶液から分離することを特徴とする、方法。

【請求項 2】

前記分散液が 4 - カルボキシベンズアルデヒド (4 - C B A) を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記溶液の温度を約 5 ~ 約 50 まで下げる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記溶液の温度を約 10 ~ 約 20 まで下げる、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記選択的非水性結晶化溶媒の溶液から前記の精製テレフタル酸の結晶化を、前記の結晶化した精製テレフタル酸を前記の選択的非水性結晶化溶媒に再溶解して高温で再溶解溶液を形成させ、

前記選択的結晶化溶媒の前記再溶解溶液から、溶液の温度を下げることによって精製テレフタル酸を結晶化させることによって繰り返し行なう、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記選択的非水性結晶化溶媒が N - メチルピロリドンである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記選択的非水性結晶化溶媒が、N - アルキル - 2 - ピロリドン、N - エチルピロリドン、N - メルカプトアルキル - 2 - ピロリドン、N - メルカプトエチル - 2 - ピロリドン、N - アルキル - 2 - チオピロリドン、N - メチル - 2 - チオピロリドン、N - ヒドロキシアルキル - 2 - ピロリドン、及び N - ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドンから成る群から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記選択的非水性結晶化溶媒がスルホラン、メチルスルホラン、スルホン、モルホリン、N - ホルミルモルホリン、カルビトール、C¹ ~ C¹² アルコール、アセトニトリル、アジポニトリル、ブチロニトリル、エーテル、アミン、アミド、及びエステルから成る群から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記フィルターケーキを、p - キシレン、アセトン、メチルエチルケトン、及びメタノールから成る群から選択される洗浄溶媒で洗浄する段階をも含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記洗浄溶媒が p - キシレンである、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

結晶化の段階の後に前記選択的非水性結晶化溶媒をメタノール、メチルエチルケトン、及びアセトンからなる群から選択される置換溶媒で置換する段階をも含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記置換溶媒がメタノールである、請求項 1 に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 13】

粗製テレフタル酸から精製テレフタル酸を製造する方法であって、粗製テレフタル酸を約 140 ~ 約 190 の高温で選択的非水性結晶化溶媒に溶解して溶液を形成し、低温で前記溶液から精製テレフタル酸を結晶化させることを含む、前記方法。

【請求項 14】

前記選択的非水性結晶化溶媒が N - メチルピロリドンである、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

前記精製テレフタル酸を前記溶液から分離する段階をも含む、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 16】

前記分離段階を、前記精製テレフタル酸を前記溶液から濾過又は遠心分離し、これを前記選択的非水性結晶化溶媒及び置換溶媒で洗浄した後、これを乾燥することによって行なう、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記選択的非水性結晶化溶媒が N - アルキル - 2 - ピロリドン、N - エチルピロリドン、N - メルカプトアルキル - 2 - ピロリドン、N - メルカプトエチル - 2 - ピロリドン、N - アルキル - 2 - チオピロリドン、N - メチル - 2 - チオピロリドン、N - ヒドロキシアルキル - 2 - ピロリドン、及び N - ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドンからなる群から選択される、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 18】

前記選択的非水性結晶化溶媒がスルホラン、メチルスルホラン、スルホン、モルホリン、N - ホルミルモルホリン、カルビトール、C¹ ~ C¹² アルコール、アセトニトリル、アジボニトリル、ブチロニトリル、エーテル、アミン、アミド、及びエステルから成る群から選択される、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 19】

前記粗製テレフタル酸を、p - キシレン、メタノール、アセトン、及びメチルエチルケトンから成る群から選択される洗浄溶媒で洗浄する、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 20】

前記洗浄溶媒が p - キシレンである、請求項 19 に記載の方法。

【請求項 21】

結晶化の段階の後に、メタノール、メチルエチルケトン、及びアセトンからなる群から選択される置換溶媒で前記選択的非水性結晶化溶媒を置換する段階を含む、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 22】

前記置換溶媒がメタノールである、請求項 21 に記載の方法。

【請求項 23】

粗製テレフタル酸から精製テレフタル酸を製造する方法であって、粗製テレフタル酸を約 140 ~ 約 190 の高温の選択的非水性結晶化溶媒に溶解して第一の溶液を形成させ、前記第一の溶液から低温で第一段階の精製テレフタル酸を結晶化させ、前記の結晶した第一段階の精製テレフタル酸を前記溶液から分離し、前記の分離した第一段階の精製テレフタル酸を高温で前記選択的非水性結晶化溶媒に再溶解して第二の溶液を形成させ、第二段階の精製テレフタル酸を低温で前記第二溶液から結晶化させ、前記の結晶化した第二段階の精製テレフタル酸を前記第二溶液から分離することを含む、前記方法。

【請求項 24】

前記分離の段階を、前記精製テレフタル酸を前記溶液から濾過又は遠心分離し、これを前記選択的非水性結晶化溶媒及び置換溶媒で洗浄した後、これを乾燥することによって行なう、請求項 2 3 に記載の方法。

【請求項 2 5】

前記選択的非水性結晶化溶媒が N - メチルピロリドンである、請求項 2 3 に記載の方法。

【請求項 2 6】

前記選択的非水性結晶化溶媒が N - アルキル - 2 - ピロリドン、N - エチルピロリドン、N - メルカプトアルキル - 2 - ピロリドン、N - メルカプトエチル - 2 - ピロリドン、N - アルキル - 2 - チオピロリドン、N - メチル - 2 - チオピロリドン、N - ヒドロキシアルキル - 2 - ピロリドン、及び N - ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドンからなる群から選択される、請求項 2 3 に記載の方法。

10

【請求項 2 7】

前記選択的非水性結晶化溶媒が、スルホラン、メチルスルホラン、スルホン、モルホリン、N - ホルミルモルホリン、カルビトール、C¹ ~ C¹² アルコール、アセトニトリル、アジポニトリル、ブチロニトリル、エーテル、アミン、アミド、及びエステルから成る群から選択される、請求項 2 3 に記載の方法。

【請求項 2 8】

前記粗製テレフタル酸を、p - キシレン、メタノール、アセトン、及びメチルエチルケトンから成る群から選択される洗浄溶媒で洗浄する、請求項 2 3 に記載の方法。

20

【請求項 2 9】

前記洗浄溶媒が p - キシレンである、請求項 2 8 に記載の方法。

【請求項 3 0】

前記第二段階の結晶化段階の後に、メタノール、メチルエチルケトン、及びアセトンからなる群から選択される置換溶媒で前記選択的非水性結晶化溶媒を置換する段階を含む、請求項 2 3 に記載の方法。

【請求項 3 1】

前記置換溶媒がメタノールである、請求項 3 0 に記載の方法。

【請求項 3 2】

未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び / 又は他の望ましくない材料から選択される不純物も含んでいる粗製テレフタル酸の液体分散液から粗製テレフタル酸を精製する方法であって、

30

粗製テレフタル酸を約 140 ~ 約 190 の高温で N - メチルピロリドンに溶解して第一の溶液を形成させ、

約 5 ~ 約 50 の温度で前記第一の溶液から前記の溶解した粗製テレフタル酸を結晶化させて、第一段階の精製テレフタル酸を形成させ、

前記第一段階の精製テレフタル酸を前記第一溶液から濾過によって分離して第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成させ、

前記の分離した第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄し、

40

前記第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを約 140 ~ 約 190 の温度で NMP に再溶解して第二の溶液を形成させ、

前記の再溶解した第一段階の精製テレフタル酸を約 5 ~ 約 50 の温度で前記第二溶液から結晶化させて第二段階の精製テレフタル酸を形成させ、

前記第二段階の精製テレフタル酸を濾過によって前記第二溶液から分離して、第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成させ、

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄し、

前記 N - メチルピロリドンで洗浄したフィルターケーキをメタノールで洗浄し、

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを乾燥して、第二段階の精製テレフタル酸を提供する

50

ことを含む、前記方法。

【請求項 3 3】

精製テレフタル酸の製造方法であって、

p - キシレンを酸素と接触させて、未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び / 又は他の望ましくない材料から選択される不純物も含んでいる粗製テレフタル酸の分散液中に粗製テレフタル酸を形成させ、

粗製テレフタル酸を約 1 4 0 ~ 約 1 9 0 の高温で N - メチルピロリドンに溶解して第一の溶液を形成させ、

約 5 ~ 約 5 0 の温度で前記第一の溶液から前記の溶解した粗製テレフタル酸を結晶化させて、第一段階の精製テレフタル酸を形成させ、

前記第一段階の精製テレフタル酸を前記第一溶液から濾過によって分離して第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成させ、

前記の分離した第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄し、

前記第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを約 1 4 0 ~ 約 1 9 0 の温度で N - メチルピロリドンに再溶解して第二の溶液を形成させ、

前記の再溶解した第一段階の精製テレフタル酸を約 5 ~ 約 5 0 の温度で前記第二溶液から結晶化させて第二段階の精製テレフタル酸を形成させ、

前記第二段階の精製テレフタル酸を濾過によって前記第二溶液から分離して、第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成させ、

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄し、

前記 N - メチルピロリドンで洗浄したフィルターケーキをメタノールで洗浄し、

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを乾燥して、第二段階の精製テレフタル酸を提供する

ことを含む、前記方法。

【請求項 3 4】

未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び / 又は他の望ましくない材料から選択される不純物も含んでいる粗製テレフタル酸の液体分散液から粗製テレフタル酸を精製する装置であって、

前記分散液を濾過して粗製テレフタル酸フィルターケーキを形成させる手段、

前記フィルターケーキを約 1 4 0 ~ 約 1 9 0 の高温で選択的非水性結晶化溶媒に溶解して、溶液を形成させる手段、

前記非水性結晶化溶媒の前記溶液から精製テレフタル酸を前記溶液の温度を下げることによって結晶化させる手段、及び

前記結晶化した精製テレフタル酸を前記溶液から分離する手段を有してなる、前記装置。

【請求項 3 5】

粗製テレフタル酸から精製テレフタル酸を製造する装置であって、

粗製テレフタル酸を約 1 4 0 ~ 約 1 9 0 の高温で選択的非水性結晶化溶媒に溶解して、第一の溶液を形成させる手段、

第一段階の精製テレフタル酸を前記第一の溶液から低温で結晶化させる手段、

前記の結晶化した第一段階の精製テレフタル酸を前記溶液から分離する手段、

前記の分離した第一段階の精製テレフタル酸を高温で前記選択的非水性結晶化溶媒に再溶解して、第二の溶液を形成させる手段、

第二段階の精製テレフタル酸を低温で前記第二の溶液から結晶化させる手段、及び

前記結晶化した第二段階の精製テレフタル酸を前記第二の溶液から分離する手段を有してなる、前記装置。

【請求項 3 6】

未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び / 又は他の望ましくない材料から選択される不純物も含んでいる粗製テレフタル酸の液体分散液から粗製テレフタル酸を精製する装置

であって、

粗製テレフタル酸を約 140 ~ 約 190 の温度で NMP に溶解して第一の溶液を形成する手段、

約 5 ~ 約 50 の温度で前記第一の溶液から前記の溶解した粗製テレフタル酸を結晶化させて、第一段階の精製テレフタル酸を形成する手段、

前記第一段階の精製テレフタル酸を前記第一溶液から濾過によって分離して第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成する手段、

前記の分離した第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄する手段、

前記第一段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを約 140 ~ 約 190 の温度で NMP に再溶解して第二の溶液を形成する手段、

前記の再溶解した第一段階の精製テレフタル酸を約 5 ~ 約 50 の温度で前記第二溶液から結晶化させて第二段階の精製テレフタル酸を形成する手段、

前記第二段階の精製テレフタル酸を濾過によって前記第二溶液から分離して、第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成する手段、

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄する手段、

前記 N - メチルピロリドンで洗浄したフィルターケーキをメタノールで洗浄する手段、及び

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを乾燥して、第二段階の精製テレフタル酸を提供する手段、

前記の再溶解した第一段階の精製テレフタル酸を約 5 ~ 約 50 の温度で前記第二溶液から結晶化させて第二段階の精製テレフタル酸を形成する手段、

前記第二段階の精製テレフタル酸を濾過によって前記第二溶液から分離して、第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを形成する手段、

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを N - メチルピロリドンで洗浄する手段、

前記 N - メチルピロリドンで洗浄したフィルターケーキをメタノールで洗浄する手段、及び

前記第二段階の精製テレフタル酸フィルターケーキを乾燥して、第二段階の精製テレフタル酸を提供する手段

を有してなる、前記装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、精製テレフタル酸の製造法および装置に関する。本発明は、粗製テレフタル酸を精製し、ガラス繊維のような他の材料で強化されることが多い繊維、フィルム、プラスチックボトル及びポリエステル樹脂構造体の製造にも用いられるポリエステルの有用な出発材料である精製テレフタル酸生成物を製造する方法及び装置にも関する。

【背景技術】

【0002】

発明の背景

精製テレフタル酸 (PTA) は、ポリエステル樹脂であって、様々な用途を有する多くの商業材料を作成するのに用いられるものを形成するための出発材料である。精製テレフタル酸は、従来は多くの場合触媒を用いる多数の精製法によって「粗製」テレフタル酸から形成される。これまで用いられてきた粗製テレフタル酸の精製法は、工学的見地または経済的見地のいずれからも完全に満足なものではないが、精製テレフタル酸の純度は、ポリエステル樹脂を形成する方法の満足度を決定する上で重要なものである。

【0003】

様々な出発材料から粗製フタル酸を形成するための多数の反応系が知られている。本発

10

20

30

40

50

明の精製態様をこれらの反応系の実質的にいずれとも用いることができるが、本発明によれば、パラキシレン（p - キシレン）の酸化を伴う反応系を用いるのが好ましく、このような合成系の使用は本発明の一部を形成する。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

精製テレフタル酸を製造するための現在及び従来系の問題は、経済的に粗製テレフタル酸を良好な収率で製造するための反応系を実施することが困難であり、粗製テレフタル酸を精製して不純物やポリエステルの出発材料として好適な品質の精製テレフタル酸を製造するのに望ましくない成分を除去することが困難であることに相俟って集中している。従来系に付随する問題点としては、PTAプラントに高額の資金が必要であり、従来の方法の操作条件が厳しく、これらは粗製テレフタル酸の製造についても、その精製についても言えることであり、また触媒系及び反応溶媒並びに反応副生成物を環境問題をできるだけ少なくし且つ材料の損失も制御されるような方法で処理することが必要であることが挙げられる。

10

【課題を解決するための手段】

【0005】

発明の概要

本発明によれば、精製テレフタル酸の製造方法及び装置が提供される。一つの態様では、この方法は、p - キシレンの酸化による粗製テレフタル酸の製造を含んでいる。この酸化段階では、テレフタル酸だけでなく副反応によりp - トルイル酸及び4 - カルボキシベンズアルデヒド（4 - CBA）も生成する。酸化段階で製造された生成物は、未反応出発材料、溶媒を用いる場合には溶媒、副反応の生成物、特に前記のもの、及び目的とする精製テレフタル酸では望ましくない他の材料を含む液体分散液である。本発明の酸化段階は、粗製テレフタル酸への転換率がp - キシレンの通過当たり少なくとも約30重量%となるように行なわれる。

20

【0006】

更に本発明によれば、酸化装置からの粗製テレフタル酸は、最初に酸化装置からの他の材料と大まかに分離した後、これを選択的な結晶化溶媒及び場合によっては1種類以上の下記の本発明の追加溶媒に再溶解させる。次に、再溶解した粗製テレフタル酸を、選択的結晶化溶媒及び本発明の追加溶媒から、1または好ましくは2回の結晶化工程で結晶させる。結晶して、次第に精製されるテレフタル酸を本発明の溶媒から分離する準備をし、最終的に得られた精製テレフタル酸のフィルターケーキを本発明の他の溶媒で洗浄して、最後に乾燥して保存しまたは更に加工を行なう。

30

【0007】

本発明は、回収した材料の幾らかを酸化装置に再循環させることを含む結晶化及び洗浄の各工程での本発明の溶媒を再生し、再循環させる段階が含まれるものでもある。環境を傷付ける可能性のある材料の送出を厳密に制御する段階も用いられる。

【0008】

重要な態様では、本発明は、結晶化及び分離段階による粗製テレフタル酸の精製を行なうのに有効な溶媒に関する幾つかの発見に基づいている。これらの発見は、下記のような幾つかの方法にまとめることができる。

40

【0009】

本発明の実施に有用な選択的な結晶化溶媒としては、(a) テレフタル酸から分離してそれを精製しようとする不純物は、テレフタル酸を含む溶媒を処理しようとする温度の望ましい範囲内のほぼ総ての温度において、相対的にテレフタル酸よりも溶媒に可溶性であるもの、及び(b) テレフタル酸が高温では一層可溶性であり、低温または減少した温度では余り可溶性ではないものが挙げられる。「選択的結晶化溶媒」という用語は、前記、及び下記に更に詳細に記載されかつ図2に示されているテレフタル酸の選択的結晶化に有用な溶媒を意味するものとすることを理解すべきである。

50

【 0 0 1 0 】

尚、米国特許第 3, 4 6 5, 0 3 5 号明細書には、ある種の有機溶媒（ピリジン、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミドなど）を用いてテレフタル酸を精製したが、これらは空气中で不安定である欠点を有し、テレフタル酸と容易に付加生成物を形成することが述べられている点に留意すべきである。この特許明細書には、他の幾つかのものと共に、酢酸及び水をテレフタル酸の精製溶媒として用いることも教示されている。対照的に、本発明による選択的結晶化溶媒は、(a) 非水性で、(b) 非腐食性で、(c) テレフタル酸とほとんど反応せず、前記の従来の実施に用いたものを包含しない。具体的には、水、酢酸（及び他のアルキル酸）、及び前記の有機溶媒は、本発明によって考慮される選択的結晶化溶媒から除外される。

10

【 0 0 1 1 】

本発明によれば、主要な好ましい選択的結晶化溶媒は、下記の幾つかの理由及びその優れた性能から N - メチルピロリドン（NMP）である。

【 0 0 1 2 】

N - メチルピロリドン（NMP）は、本発明の実施にとって最も好ましい選択的結晶化溶媒である。これは、非水性で、熱安定性を有し、毒性がなく（環境にとって安全であり）、非腐食性であり、市販されている。NMP は本発明の実施にとって好ましい選択的結晶化溶媒であるが、テレフタル酸の溶解度対温度曲線は右上がりであり、これは高温でテレフタル酸が NMP に溶解し、低温ではそれから沈澱または結晶化することができることを意味しているからである。

20

【 0 0 1 3 】

NMP は最も好ましい選択的結晶化溶媒であるが、本発明によれば、粗製テレフタル酸の精製のための他の好ましい選択的結晶化溶媒を N - アルキル - 2 - ピロリドン（例えば、N - エチルピロリドン）、N - メルカプトアルキル - 2 - ピロリドン（例えば、N - メルカプトエチル - 2 - ピロリドン）、N - アルキル - 2 - チオピロリドン（例えば、N - メチル - 2 - チオピロリドン）、及び N - ヒドロキシアルキル - 2 - ピロリドン（例えば、N - ヒドロキシエチル - 2 - ピロリドン）などの各種の極性有機溶媒、及びそれらの混合物から選択することができるが、これらに限定しようとするものではない。本発明によって考えられる更に他の選択的結晶化溶媒としては、スルホラン、メチルスルホラン、スルホン、モルホリン（例えば、モルホリン、及び N - ホルミルモルホリン）、カルビトール、C¹ ~ C¹² アルコール、エーテル、アミン、アミド、エステルなど、及びそれらの混合物が挙げられるが、これらに限定しようとするものではない。

30

【 0 0 1 4 】

所望な選択的結晶化溶媒は、1 種類以上の追加溶媒、特に粗製テレフタル酸の純度が約 9 8 % 未満である場合には、好ましくは 2 種類の追加溶媒、と組み合わせて多段階結晶化工程に用いるのが好ましい。p - キシレン、アセトン、メチルエチルケトン（MEK）またはメタノールなどの洗浄溶媒を、酸化装置から出てくる他の材料からの粗製テレフタル酸の最初の分離により得られる最初のフィルターケーキの洗浄に用いるのが好ましいが、これらに限定しようとするものではない。また、メタノール、アセトン、MEK などの低沸点を有する置換溶媒(displacement solvent)を用いることもできるが、これらに限定しようとするものではない。メタノールを、好ましい工程では第二の結晶化段階の後に第三のフィルターと共に置換溶媒として用いるのが好ましい。所望な置換溶媒が生成するフィルターケーキからの選択的結晶化溶媒を置換することによって、乾燥工程中には実質的に置換溶媒だけが存在する。置換溶媒の沸点が低ければ、フィルターケーキの乾燥が容易になることを理解すべきである。

40

【 0 0 1 5 】

前記のように、NMP は、本発明の実施にとって最も好ましい選択的結晶化溶媒である。これは非水性で、熱安定性を有し、毒性がなく（環境に安全で）、非腐食性で、市販されている。NMP は本発明の実施にとって好ましい選択的結晶化溶媒であるが、取り分け、テレフタル酸の溶解度対温度曲線は右上がりであり、これは高温でテレフタル酸が NMP

50

Pに溶解し、低温ではそれから沈澱または結晶化することができることを意味しているからである。しかしながら、テレフタル酸についての溶解度対温度曲線の勾配は、安息香酸、4-カルボキシベンズアルデヒド(4-CBA)及びトルイル酸のような、粗製テレフタル酸から分離しようとする他の材料についてのNMP中での溶解度曲線よりも遥かに緩やかである。従って、未反応出発材料、(溶媒を用いる場合には)溶媒、前記のような副反応の生成物、または他の望ましくない材料を含んでいるまたは組み合わせた粗製テレフタル酸を高温でNMPに溶解するときには、ほとんど総ての材料が溶解しまたは少なくとも高度に分散する。このような溶解した材料のNMP溶液の加熱を停止して、冷却すると、純粋なテレフタル酸が優先的に結晶し、本発明の目的では不純物と考えられる他の溶解度の一層高い材料はNMPに溶解したままである。このようにして、精製テレフタル酸とそれと一緒に存在する不純物とが分離される。NMPは、再生カラム中で不純物を取り除き、工程に再循環させることができ、一方不純物は酸化装置段階に再循環させるか或いは廃棄することができる。

10

【0016】

以上のことから、本発明の一態様によれば、粗製テレフタル酸から精製テレフタル酸を製造する方法であって、粗製テレフタル酸を高温の所望な結晶化溶媒に溶解させて溶液を形成させ、更に精製テレフタル酸を温度を低下させて溶液から結晶させることを特徴とする方法が提供される。

【0017】

本発明のもう一つの態様によれば、粗製テレフタル酸の液体分散液であって、未反応出発材料、溶媒、副反応生成物及び/又は他の好ましくない材料をも含んでいるものから粗製テレフタル酸を精製する方法及び装置であって、粗製テレフタル酸を分散液から濾過してそれに含まれている他の材料から粗製テレフタル酸を濾過によって部分的に分離して、粗製テレフタル酸フィルターケーキを生成させた後、このフィルターケーキを高温の所望な選択的結晶化溶媒に溶解して、溶液を形成させることを特徴とする方法及び装置が提供される。精製テレフタル酸を、溶液温度を減少させることによって溶液から結晶させ、結晶化の後、溶媒から分離する。

20

【0018】

本発明の更にもう一つの態様によれば、粗製テレフタル酸を高温の所望な選択的結晶化溶媒に溶解させて第一の溶液を形成させることによって粗製テレフタル酸から精製テレフタル酸を製造する方法及び装置が提供される。第一段階の精製テレフタル酸を、温度を下げて第一の溶液から結晶させる。第一段階の精製テレフタル酸を他の不純物の溶媒溶液から分離して、高温の所望な選択的結晶化溶媒に再溶解させて、第二の溶液を形成させる。この第二の溶液を温度を下げて結晶させ、第二段階の精製テレフタル酸を形成させ、この第二段階の精製テレフタル酸を第二の溶液から分離する。

30

【0019】

本発明の更にもう一つの態様によれば、酸化装置反応においてパラキシレンを酸素と接触させることによって粗製テレフタル酸を合成する。この粗製テレフタル酸を酸化装置から取り出し、反応の副生成物及び未反応出発材料から大まかに分離する。次に、分離した粗製テレフタル酸を高温の所望な選択的結晶化溶媒に溶解させ、温度を下げて結晶化溶媒から精製テレフタル酸として結晶させる。高温での所望な選択的結晶化溶媒に溶解させた後、温度を下げて結晶させ、結晶した精製テレフタル酸を分離して洗浄する2以上の段階を行なうことができる。

40

【0020】

以上のことから、本発明の目的は、経済的に魅力的な割合で、かつ資金が少なくかつ単純化した工程で済む余り厳密でない操作条件でポリエステル樹脂及び他の生成物の形成に用いるのが望ましい純度の精製テレフタル酸を製造するための改良法及び装置を提供することであることが判る。これら及び他の本発明の目的を達成する方法は、以下の発明の詳細な説明を添付図面と共に考察することによって知ることができる。

【0021】

50

態様の詳細な説明

I. 方法の説明

本発明は、新規なPTA製造技術の開発に関する。現在広く用いられているPTA技術と比較して、この技術では新規なPTAプラントの建設の資金がかなり少なく、プラントの運転のコストも低くなる。また、この技術は、現在用いられているDMTプラントでPTAを同時に製造し、一層新たなPTAプラントに対する競争力を強化するための手段も提供する。

【0022】

方法の概要

この方法の成功は、低圧、低温、非水性の高度に選択的結晶化溶媒の開発に基づいている。この結晶化技術により、粗製テレフタル酸(TA)を約70%(酸化装置から)程度から第一段階の結晶化装置で約98+%、及び第二段階の結晶化装置で約99.99+%の純度で精製することができる。これにより、TA酸化装置を、広く用いられている従来の方法のものより遥かに低い厳密さで運転することができる。酢酸(溶媒/希釈剤として)又は臭素触媒開始剤は、本発明による酸化装置では必要ない。結晶化工程で用いられる選択的結晶化溶媒は、非水性で、熱安定性を有し、毒性がなく(環境に安全)、非腐食性で、市販されている。

10

【0023】

図1A及び1Bに示される装置でNMPを選択的結晶化溶媒として用いて本発明の方法を行なうと、本発明者らは、第一の結晶化工程の後にはTPA純度水準が99.9+%までであり、第二の結晶化工程の後には99.99+%までであることを示した。特に、表1は、第一の結晶化工程の後には粗製TPA(89.89重量%TPA)から99.95重量%の純度のTPAが、第二の結晶化工程の後には99.997重量%の純度のTPAが回収されることを示している。

20

【0024】

表1

	第一の結晶化	第二の結晶化
(a) TPA重量	56.34 g	31.81 g
(b) 結晶化溶媒の重量	400.02 g	248.38 g
(c) 飽和温度	60	
(d) 結晶化温度	15 (1時間)	

30

(1) 粗製TPA生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - CBA	TPA	その他
0.39重量%	4.49重量%	2.49重量%	89.89重量%	2.74重量%

(2) 第一の結晶化生成物

35 ppm	143ppm	359 ppm	99.95 重量%	検出されず
--------	--------	---------	-----------	-------

(3) 第二の結晶化生成物

<20 ppm	<20ppm	<10 ppm	99.997+重量%
---------	--------	---------	------------

40

【0025】

表2は、飽和温度及び結晶化温度の両方を増加させることによる第一の結晶化工程の後には粗製TPA(89.89重量%TPA)から99.90重量%の純度のTPAが、第二の結晶化工程の後には99.9933重量%の純度のTPAが回収されることを示している。

【0026】

表2

	第一の結晶化	第二の結晶化
(a) TPA重量	138.08 g	70.15 g
(b) 結晶化溶媒の重量	685.30 g	247.46 g
(c) 飽和温度	110	105

50

(d) 結晶化温度 40 40

(1) 粗製 T P A 生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - C B A	T P A	その他
0.39重量%	4.49重量%	2.49重量%	89.89 重量%	2.74重量%

(2) 第一の結晶化生成物 (回収率 : 56.5重量%)

28 ppm	367 ppm	390 ppm	99.90 重量%	229 ppm
--------	---------	---------	-----------	---------

(3) 第二の結晶化生成物

<10 ppm	<19 ppm	25 ppm	99.9933 重量%	13 ppm
---------	---------	--------	-------------	--------

【 0 0 2 7 】

表 3 は、粗製 T P A (9 8 . 9 9 重量% T P A) から 9 9 . 9 9 6 0 重量%の純度の P T A (単回結晶化工程) が回収されることを示している。また、安息香酸、p - トルイル酸、4 - C B A、M M T 及び他の不純物は、それぞれ 1 0 p p m 未満であった。

【 0 0 2 8 】

表 3

(a) T P A 重量	152.67 g
(b) 結晶化溶媒の重量	786.19 g
(c) 飽和温度	100
(d) 結晶化温度	40

(1) 粗製 T P A 生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - C B A	T P A	M M T	その他
<10 ppm	<10 ppm	18 ppm	98.99重量%	303 ppm	0.98 重量%

(2) 結晶化生成物 (回収率 : 50.2重量%)

<10 ppm	<10 ppm	<10ppm	>99.9960重量%	<10 ppm	<10 ppm
---------	---------	--------	-------------	---------	---------

【 0 0 2 9 】

表 4 は、大規模での粗製 T P A (8 3 . 9 1 重量% T P A) から 9 9 . 6 3 重量%の純度の T P A (単回結晶化工程) が回収されることを示している。

【 0 0 3 0 】

表 4

(a) T P A 重量	1760 g
(b) 結晶化溶媒の重量	6162 g
(c) 飽和温度	160
(d) 結晶化温度	50

(1) 粗製 T P A 供給生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - C B A	T P A	その他
1.03重量%	4.79重量%	5.03重量%	83.91 重量%	5.24重量%

(2) 結晶化生成物 (回収率 : 24.3重量%)

38 ppm	852 ppm	0.23重量%	99.63 重量%	500 ppm
--------	---------	---------	-----------	---------

【 0 0 3 1 】

表 5 は、大規模での粗製 T P A (7 9 . 7 9 重量% T P A) から 9 9 . 9 2 重量%の純度の T P A (単回結晶化工程) が回収されることを示している。

【 0 0 3 2 】

表 5

(a) T P A 重量	1700 g
(b) 結晶化溶媒の重量	5928 g
(c) 飽和温度	160
(d) 結晶化温度	45

10

20

30

40

50

(1) 粗製 T P A 供給生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - C B A	T P A	その他
1.59重量%	5.19重量%	7.61重量%	79.79 重量%	5.81重量%

(2) 結晶化生成物 (回収率 : 31.5重量%)

10 ppm	203 ppm	446ppm	99.92 重量%	184 ppm
--------	---------	--------	-----------	---------

【 0 0 3 3 】

表 6 は、飽和温度が高く 1 9 0 で、大規模での粗製 T P A (8 3 . 9 0 重量% T P A) から 9 9 . 1 5 重量%の純度の T P A (単回結晶化工程) が回収されることを示している。

【 0 0 3 4 】

表 6

(a) T P A 重量	1965 g
(b) 結晶化溶媒の重量	5684 g
(c) 飽和温度	190
(d) 結晶化温度	40

(1) 粗製 T P A 供給生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - C B A	T P A	その他
1.23重量%	5.25重量%	6.34重量%	83.90 重量%	3.28重量%

(2) 結晶化生成物 (回収率 : 48.9重量%)

----	0.14重量%	0.61重量%	99.15 重量%	0.1 重量%
------	---------	---------	-----------	---------

【 0 0 3 5 】

表 7 は、大規模での粗製 T P A (9 8 . 5 0 重量% T P A) から 9 9 . 9 9 1 5 重量%の純度の T P A が回収されることを示している。結晶化混合物の過飽和により、前記の方法から得られる結晶よりも実質的に大きな T P A 結晶が形成される。当業者であれば理解されるように、T P A 結晶の大きさは、それを溶媒及び不純物から分離することに関して重要なことである。

【 0 0 3 6 】

表 7

(a) T P A 重量	2333 g
(b) 結晶化溶媒の重量	5698 g
(c) 飽和温度	160
(d) 結晶化温度	45

(1) 粗製 T P A 供給生成物の組成

安息香酸	p - トルイル酸	4 - C B A	T P A	その他
198 ppm	0.15重量%	1.23重量%	98.50 重量%	989 ppm

(2) 結晶化生成物 (回収率 : 69.7重量%)

<10 ppm	26 ppm	38 ppm	99.9915 重量%	11 ppm
---------	--------	--------	-------------	--------

【 0 0 3 7 】

本発明によれば、図 1 A 及び 1 B の作業工程図に見られるように、この方法の好ましい態様は 5 つの部分に分けられる。

【 0 0 3 8 】

(1) 酸化の項

この項では、p - キシレンを下記の主反応に従って酸化する。

- (a) p - キシレン + 酸素 テレフタル酸
- (b) p - キシレン + 酸素 p - トルイル酸
- (c) p - キシレン + 酸素 4 - カルボキシベンズアルデヒド (4 - C B A)

【 0 0 3 9 】

酸化装置の滞留時間は、約 5 時間である。酸化装置流出液は約 3 0 % までの T A を含む

10

20

30

40

50

ので、酸化装置での混合は収率及び選択性を保持し、汚損や反応抑制を防止する上で極めて重要である。供給流の初期混合は、ステータック・ミキサー(static mixer) (酸化装置の外側)で行なうことができる。それ以外の混合は、エア・スパージャー(air sparger)及び外部循環によって行なうことができる。フィルターでのp-キシレン洗浄段階の完壁度によっては(下記)、固形物中のテレフタル酸(TA)は約55%~約90+%の間で変化することができる。

【0040】

(2) 結晶化の項

(A) 第一の結晶化

濾過の後に、酸化装置の流出液からの固形物を第二段階の結晶化装置からの母液と溶媒洗浄液、及び追加の結晶化溶媒と混合する。混合したスラリーを所定の温度、好ましくは約140~約190でスラリータンク中で溶解する。飽和溶液を保持タンクに移して、p-キシレンを留去する。次に、飽和溶液を第一段階のバッチ結晶化装置に供給して、精製TAを回収する。結晶化段階の後、結晶化装置の内容物を生成物保持タンクに落して、フィルター(又は遠心分離機)に連続的に送液して、固形物を集めて第二段階の結晶化装置で再結晶して更に精製する。

10

【0041】

(B) 第二の結晶化

第一の結晶化装置フィルターから生成した固形物を供給溶解装置で、約140~約190の温度などの所定の条件で第二段階の結晶化装置のための結晶化溶媒で再溶解する。飽和溶液を第二段階の結晶化装置に送液して結晶を成長させ、回収する。次いで、結晶化装置の内容物を保持タンクに落して、最終濾過及び乾燥段階を行なう。濾過段階では、固形物(ケーキ)を最初に結晶化溶媒で洗浄して、ケーキに残っている母液を置換する。次に、固形物を低沸点溶媒で洗浄して、ケーキ中の結晶化溶媒を置換する。湿ケーキを乾燥装置に送り、最後の液体をPTA生成物から除去する。

20

【0042】

(3) 母液/溶媒回収の項

第一の結晶化装置フィルターからの母液を溶媒回収カラムに移して、カラム最上部から結晶化溶媒を回収する。p-トルイル酸、安息香酸、4-カルボキシベンズアルデヒド(4-CBA)などであるがこれらに限定されない不純物を、カラム底部から回収する。カラム底部のスラリーを酸化装置に移し替えることができるようにするため、高沸点希釈剤をリポイラーに加えるのが好ましい。

30

【0043】

II. 詳細な工程の説明及び例

図1A及び1Bの作業工程図を、触媒の成分をジメチルテレフタル酸(DMT)又は安息香酸-水溶媒系に溶解した溶液の存在下にて、p-キシレンの空気酸化によりテレフタル酸(TA)65kg/時を生産して回収することについて説明することにする。酸化装置温度は、約150~約250が好ましく、圧力は約5~約10kg/cm²である。酸化装置流出液は約30%までのTAを含むので、酸化装置での混合は収率及び選択性を保持し、汚損や反応抑制を防止する上で極めて重要である。供給流の初期混合は、ステータック・ミキサー(static mixer) (酸化装置の外側)で行なうことができる。それ以外の混合は、エア・スパージャー(air sparger)及び外部循環によって行なうことができる。この工程の好ましい形態では、水溶液での酢酸マンガン0.001~0.05kg/時及び酢酸コバルト0.003~0.010kg/時を酸化装置に供給して、酸化反応を触媒する。

40

【0044】

約160での酸化装置からの流出液(483.7kg/時)を、ライン1を介してフィルターF-1に移して、固形物を母液(濾液)から分離する。フィルターF-1では、固形物ケーキを、加熱装置E-1で30から100~150まで加熱したp-キシレン250.0kg/時で洗浄する。フィルターF-1からの母液(281.4kg/時)を

50

、ライン3を介してタンクT-1に移す。フィルターF-1(306.9kg/時)からのケーキ洗浄液を、別個にフィルターからライン4を介してタンクT-2に移す。

【0045】

フィルターF-1からの洗浄したケーキをライン8を通してスラリータンクT-3に落とし、下記の流と混合する。

流19： フィルターF-3からのNMP(選択的結晶化溶媒)洗浄液(加熱装置E-5によって45から100~150まで加熱)67.9kg/時

流9： タンクT-17からの母液(加熱装置E-2によって50から100~150まで加熱)329.3kg/時

流37： タンクT-19からのNMP(加熱装置E-4によって45から100~150まで加熱)43.5kg/時。

【0046】

次に、タンクT-3からの前記混合物(586.1kg/時)をタンクの底部からライン10を介して溶解装置T-4に移す。タンクT-4の内容物を、タンク中の高温オイル加熱コイルによって100~150から140~190まで間接的に加熱する。混合物中のp-キシレン(32.8kg/時)の約75%及び置換用窒素(10kg/時)の100%を溶解装置から蒸発させ、ライン11を通して除去する。置換用窒素をライン47を通してタンクT-4に加えて、p-キシレンの除去を促進する。蒸気流11及び13を合わせて流5(51.6kg/時)として、冷却装置E-3によって凝縮し、PX保存タンクT-5に送る。溶解装置T-4からの底部流出液を、回分的に粗製結晶化装置S-1に移す。

【0047】

粗製結晶化装置S-1のバッチ内容物を外部冷却装置E-6によって140~190から10~20まで冷却し、所望な過飽和を生成させ、TA結晶を生長させる。結晶の粒度分布及び固形生成物の回収率を改良するため、結晶シーディングを用いることができる。回分結晶化サイクルの最後に、スラリーをタンクT-6に落して、ライン15を通して544.6kg/時の速度で連続的にフィルターF-2に移す。

【0048】

フィルターF-2では、(ライン38からの)NMP42.7kg/時を用いてケーキを洗浄する。母液にNMP洗浄液を加えたものを合わせて流16(432.6kg/時)として、NMP回収カラムD-1に供給する。洗浄したケーキ(154.7kg/時)を溶解装置タンクT-8に落とし、これをNMP241.3kg/時と混合して、純粋結晶化装置S-2用の過飽和供給物を形成する。NMPを加熱装置E-7によって45から140~190まで加熱し、ライン18を通してタンクT-8に供給する。

【0049】

タンクT-8の内容物を純粋結晶化装置S-2に回分的に移して、温度を140~190から30~60まで冷却し、TA結晶の生長を誘導する。冷却は、結晶化装置の内容物を外部冷却装置E-8を通して循環させることによって行なう。また、結晶の粒度分布及び固形生成物の回収率を改良するため、結晶シーディングを用いることができる。回分サイクルの最後に、スラリーを結晶化装置S-2からタンクT-10(フィルターF-3の供給タンク)に落す。

【0050】

スラリーを、ライン22を通して395.9kg/時の速度で連続的にフィルターF-3に供給する。フィルターからの母液(301.8kg/時)を、ライン23を通してタンクT-17に移す。ケーキを最初に45のNMPで洗浄して、ケーキから残っている母液を置換した後、ケーキをメタノールのような低沸点置換溶媒で洗浄して、ケーキからNMPを置換する。T-19から、NMP洗浄液をライン24を通して加え、T-18から置換溶媒をライン25を通してF-3に加える(いずれも、64kg/時の速度)。NMP洗浄液(67.9kg/時)をライン19を通してタンクT-3(F-1スラリータンク)に送り、一方、置換溶媒(64.1kg/時)をライン26を通してタンクT-1

10

20

30

40

50

3に移す。

【0051】

フィルターF-3からの洗浄済みケーキ(90.2kg/時)をライン27を通して生成物乾燥装置DR-1に落して、ケーキ中の置換溶媒を、加熱、及び加熱窒素の向流で置換することによって除去する。乾燥したPTA生成物(65.2kg/時)をライン28を通して乾燥装置から取り出し、生成物容器に保管する。

【0052】

生成物乾燥装置DR-1からの窒素で飽和した置換溶媒(76.4kg/時)を、乾燥装置からライン29を通して凝縮装置T-15に送り出し、ガス混合物を冷却装置E-12中を循環させることによって25~45まで冷却する。凝縮した置換溶媒(21.2kg/時)を置換溶媒タンクT-18に移し、一方、凝縮しないガス(55.2kg/時)はT-15からライン30を通してベント・ポット(vent pot)T-16へ出て行く。NMP約2.4kg/時を、ライン39を通してベント・ポットT-16に供給して、流30(3.8kg/時)中の置換溶媒をトラップする。トラップした置換溶媒にNMP(6.1kg/時)を加えたものを、ライン33を通してタンクT-13に移す。T-16から取り出した窒素(51.4kg/時)をライン32及び加熱装置E-11(流を25から80~120まで加熱する)を通して送風機によって乾燥装置に送る。

10

【0053】

タンクT-13からの底部流(70.2kg/時、NMPと置換溶媒との混合物)を、ライン34及び加熱装置E-9(流を25から80~120まで加熱する)を通して置換溶媒蒸発装置T-14に移す。T-14の最上部からの置換溶媒蒸気(42.7kg/時)を凝縮装置E-10によって凝縮して、ライン35を通して置換溶媒タンクT-18に送る。T-14からの底部流(27.5kg/時)を2つの流れ、ベント・ポットT-16への流39(2.4kg/時)及びフィルターF-3母液タンクT-17への流40(25.1kg/時)、に分ける。

20

【0054】

フィルターF-2からの母液及びNMP洗浄液を、ライン16を通してタンクT-7に移した後、NMP回収カラムD-1に供給する。この流(432.6kg/時)を加熱装置E-13によって15~25から130~170まで加熱した後、カラムD-1に入れる。最上部の蒸気(433.3kg/時)を凝縮装置E-15を通して凝縮させ、ライン41を通して凝縮物ポットT-20に送る。160~220の凝縮物の一部(39.4kg/時)を、ライン42を通して還流としてカラムに戻す。カラムD-1からの最上部生成物の残部(393.9kg/時)を、ライン43を通してNMPチェックタンクT-21に送る。タンクT-21から、再生NMPをNMP貯蔵タンクT-19に送る。

30

【0055】

カラムD-1リボイラー中のスラリーを酸化装置に戻すことができるようにするため、安息香酸又はDMTのような高沸点希釈剤20~60kg/時を、ライン45を通してリボイラーに加える。スラリーに高沸点希釈剤を加えたもの(78.8kg/時)をカラムD-1の底部から抜き取り、ライン49を通して酸化装置に戻す。本発明の方法及び装置の好ましい態様を添付図面に示し、前記の詳細な説明に記載したが、本発明は開示した態様に限定されず、下記の請求の範囲に記載されかつ定義されている本発明の精神から離反することなく多くの変更、改質及び置換を行なうことができることを理解されるであろう。

40

【0056】

本発明の方法及び装置は、添付の図面と組み合わせて下記の詳細な説明を参照することによって更に完全に理解することができる。

【図面の簡単な説明】

【0057】

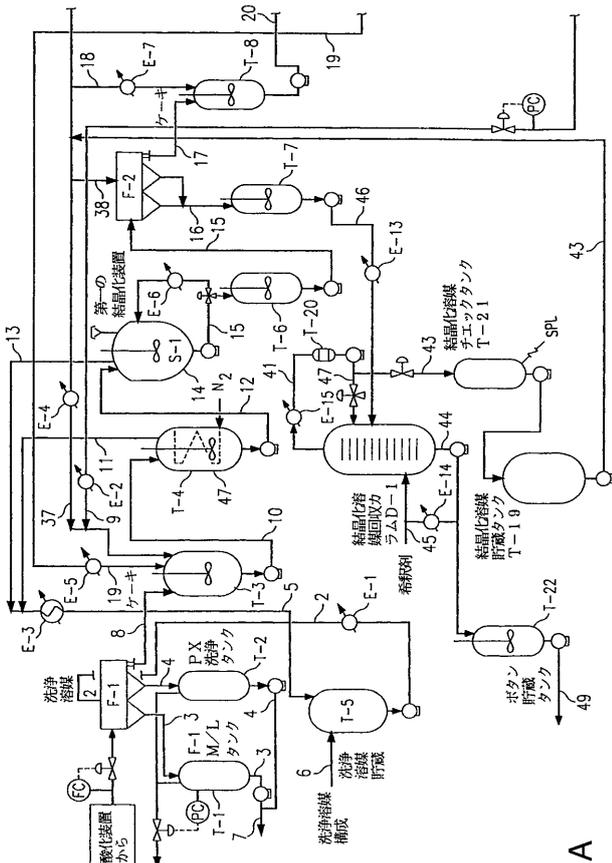
【図1】図1A及び1Bは、本発明の方法を実施することができる装置の単純化した作業工程図であり、図1Aは第一段階での結晶化段階を行なうための装置の部分であり、図1

50

Bは第二段階での結晶化段階を行なうための装置の部分である。

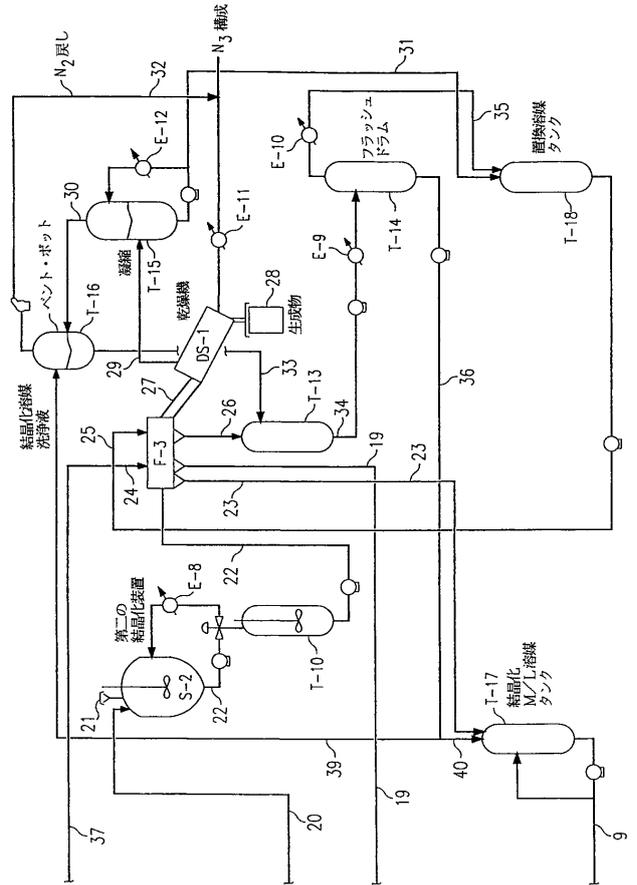
【図2】テレフタル酸、及び通常は粗製テレフタル酸と組み合わせた不純物又は副反応生成物についての溶解度対温度曲線のプロットである。

【図1-1】



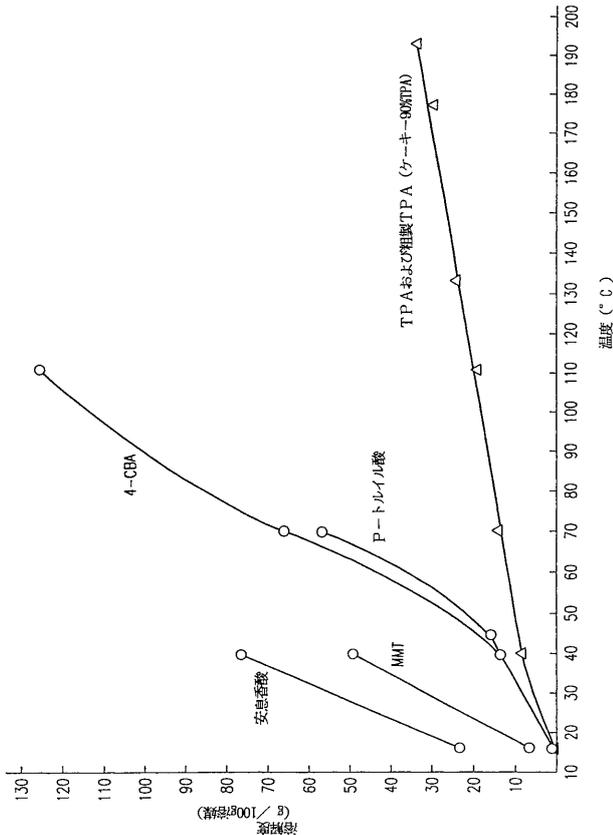
A

【図1-2】



B

【 図 2 】



【 手続補正書 】

【 提出日 】平成20年11月18日 (2008.11.18)

【 手続補正 1 】

【 補正対象書類名 】特許請求の範囲

【 補正対象項目名 】全文

【 補正方法 】変更

【 補正の内容 】

【 特許請求の範囲 】

【 請求項 1 】

p - トルイル酸及び 4 - カルボキシベンズアルデヒドをも含む粗製テレフタル酸から精製テレフタル酸を製造する方法であって、

粗製テレフタル酸を 140 ~ 190 の温度で、選択的であり非水性で毒性がなくかつ非腐食性の結晶化溶媒に溶解して溶液を形成する段階、

低温で前記溶液から精製テレフタル酸を結晶化させることであって、粗製テレフタル酸の精製は、如何なる酸化段階も経ずに行われ、前記選択的であり非水性で毒性がなくかつ非腐食性の結晶化溶媒が、N - アルキル - 2 - ピロリドン、N - メルカプトアルキル - 2 - ピロリドン、N - アルキル - 2 - チオピロリドン、及びN - ヒドロキシアルキル - 2 - ピロリドンから選択される段階、

前記溶液から前記結晶化された精製テレフタル酸を分離する段階、及び

メタノール、メチルエチルケトン、及びアセトンからなる群から選択される置換溶媒で、前記選択的であり非水性で毒性がなくかつ非腐食性の結晶化溶媒を置換する段階を含む、上記精製テレフタル酸を製造する方法。

フロントページの続き

(72)発明者 リー,フ - ミン

アメリカ合衆国 77450 テキサス州ケイティ,チアリングトン ドライブ 2102

(72)発明者 シャン,ウェイ - テ ウェイド

アメリカ合衆国 77450 テキサス州ケイティ,オーチャード チェース コート 4403

Fターム(参考) 4H006 AA02 AA04 AD15 BB11 BB14 BB15 BB16 BB21 BB22 BB23

BC51 BD31 BD84