

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成18年12月21日(2006.12.21)

【公表番号】特表2006-509044(P2006-509044A)

【公表日】平成18年3月16日(2006.3.16)

【年通号数】公開・登録公報2006-011

【出願番号】特願2005-508451(P2005-508451)

【国際特許分類】

C 0 7 C 51/487 (2006.01)

C 0 7 C 63/26 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 51/487

C 0 7 C 63/26 L

【手続補正書】

【提出日】平成18年11月1日(2006.11.1)

【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】

固液置換ゾーンにおいて粗製カルボン酸スラリーから不純物を除去してスラリー生成物を形成させることを含んでなるスラリー生成物の製造方法。

【請求項2】

前記固液置換ゾーンが 50 ~ 200 の温度において操作される固液分離器を含む請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記固液置換ゾーンが 140 ~ 170 の温度において操作される固液分離器を含む請求項1に記載の方法。

【請求項4】

前記固液置換ゾーンが 30 p s i g ~ 200 p s i g の圧力において操作される固液分離器を含む請求項2に記載の方法。

【請求項5】

前記固液置換ゾーンがデカンター型遠心分離機を含む請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記固液置換ゾーンがベルトフィルター、ロータリー真空フィルター及びロータリーディスクバック遠心分離機からなる群から選ばれた固液分離器を含む請求項1に記載の方法。

【請求項7】

前記固液置換ゾーンが 100 p s i a より低い圧力で操作される請求項1に記載の方法。

【請求項8】

前記固液置換ゾーンが連続式で操作される請求項1に記載の方法。

【請求項9】

前記スラリー生成物が水素添加を行わずに形成される請求項1に記載の方法。

【請求項10】

(a) 固液置換ゾーンにおいて粗製カルボン酸スラリーから不純物を除去して、スラリー

ー生成物を形成させ；

(b) 段階的酸化ゾーンにおいて前記スラリー生成物を酸化して、段階的酸化生成物を形成させ；そして

(c) 結晶化ゾーンにおいて前記段階的酸化生成物を結晶化して、結晶化生成物を形成させる

ことを含んでなる精製カルボン酸生成物の製造方法。

【請求項 11】

冷却ゾーンにおいて前記結晶化生成物を冷却して、冷却精製カルボン酸スラリーを形成することを更に含む請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

濾過及び乾燥ゾーンにおいて前記冷却精製カルボン酸スラリーを濾過及び、場合によっては、乾燥させ、前記冷却カルボン酸スラリーから溶媒の一部を除去して、精製カルボン酸生成物を生成させることを更に含む請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記固液置換ゾーンが 50 ~ 200 の温度において操作される固液分離器を含む請求項 10、11 又は 12 に記載の方法。

【請求項 14】

110 ~ 200 の温度において第 1 酸化ゾーンから取り出される前記粗製カルボン酸スラリーがテレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む請求項 10、11 又は 12 に記載の方法。

【請求項 15】

前記固液置換ゾーンがベルトフィルター、ロータリー真空フィルター及びロータリーディスクバック遠心分離機からなる群から選ばれた固液分離器を含む請求項 12 に記載の方法。

【請求項 16】

前記精製スラリーが水素添加を行わずに形成される請求項 12 に記載の方法。

【請求項 17】

前記精製スラリー生成物が 4.5 より小さい b^* を有する請求項 15 に記載の方法。

【請求項 18】

前記触媒がコバルト、マンガン及び臭素化合物を含む請求項 14 に記載の方法。

【請求項 19】

コバルト及びマンガンが合わせて、粗製カルボン酸スラリー中に 150 重量 ppm ~ 3200 重量 ppm の濃度で存在し、且つ臭素が粗製カルボン酸スラリー中に 10 重量 ppm ~ 5000 重量 ppm の濃度であることができる請求項 18 に記載の方法。

【請求項 20】

(a) 固液置換ゾーンにおいて、第 1 酸化ゾーンでのパラキシレンの酸化から 140 ~ 170 において取り出され、かつテレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む、粗製カルボン酸スラリーから不純物を除去して、スラリー生成物を形成させ；

(b) 段階的酸化ゾーンにおいて前記スラリー生成物を、190 ~ 280 においてかつ第 1 酸化ゾーンにおける酸化よりも高温で酸化して、段階的酸化生成物を形成させ；

(c) 結晶化ゾーンにおいて前記段階的酸化生成物を結晶化して、結晶化生成物を形成させ；

(d) 冷却ゾーンにおいて前記結晶化生成物を冷却して、冷却精製カルボン酸スラリーを形成させ；そして

(e) 濾過及び乾燥ゾーンにおいて前記冷却精製カルボン酸スラリーを濾過及び、場合によっては、乾燥し、前記冷却カルボン酸スラリーから溶媒の一部を除去して、精製カルボン酸生成物を生成させる

ことを含んでなる精製カルボン酸生成物の製造方法。

【請求項 21】

(a) 第 1 酸化ゾーンにおいて芳香族供給原料を 120 ~ 200 の温度において酸

化して、テレフタル酸を含む、粗製カルボン酸スラリーを形成させ；

(b) 固液置換ゾーンにおいて、第1酸化ゾーン中におけるパラキシレンの酸化から 140 ~ 170 において取り出され、かつテレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む、粗製カルボン酸スラリーから不純物を除去して、スラリー生成物を形成させ；

(c) 段階的酸化ゾーンにおいて、前記スラリー生成物を、190 ~ 280 において、かつ第1酸化ゾーンにおける酸化よりも高温で酸化して、段階的酸化生成物を形成させ；

(d) 結晶化ゾーンにおいて前記段階的酸化生成物を結晶化して、結晶化生成物を形成させ；

(e) 冷却ゾーンにおいて前記結晶化生成物を冷却して、冷却精製カルボン酸スラリーを形成させ；そして

(f) 濾過及び乾燥ゾーンにおいて前記冷却精製カルボン酸スラリーを濾過及び、場合によっては、乾燥し、前記冷却カルボン酸スラリーから溶媒の一部を除去して、精製カルボン酸生成物を生成させる

ことを含んでなる精製カルボン酸生成物の製造方法。

【請求項22】

前記精製カルボン酸スラリー又はエステル化されたカルボン酸を、反応器ゾーンにおいて、脱色することを更に含む請求項20又は21に記載の方法。

【請求項23】

粗製カルボン酸溶液を、反応器ゾーン中で、水素添加触媒の存在下において水素と反応させることによって脱色して、脱色カルボン酸溶液が生成させる請求項22に記載の方法。

【請求項24】

前記固液分離ゾーンが 50 ~ 200 の温度において操作される固液分離器を含む請求項20又は21に記載の方法。

【請求項25】

前記精製スラリー生成物が 4 . 5 より小さい b^* を有する請求項20又は21に記載の方法。

【請求項26】

前記触媒がコバルト、マンガン及び臭素化合物を含む請求項21に記載の方法。

【請求項27】

コバルト及びマンガンが、合わせて、粗製カルボン酸スラリー中に 1050重量ppm ~ 2700重量ppm の濃度で存在し、且つ臭素が粗製カルボン酸スラリー中に 1000重量ppm ~ 2500重量ppm の濃度であることができる請求項26に記載の方法。

【請求項28】

前記粗製カルボン酸スラリーがテレフタル酸を含む請求項1、10、19、20又は21に記載の方法。

【請求項29】

請求項21に記載の方法によって製造されるスラリー生成物。

【請求項30】

請求項21に記載の方法によって製造される段階的酸化生成物。

【請求項31】

請求項21に記載の方法によって製造される結晶化生成物。