

【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20年2月28日 (2008.2.28)

【公表番号】特表2007-517896(P2007-517896A)

【公表日】平成19年7月5日 (2007.7.5)

【年通号数】公開・登録公報2007-025

【出願番号】特願2006-549483(P2006-549483)

【国際特許分類】

C 0 7 C 51/47 (2006.01)

C 0 7 C 63/24 (2006.01)

C 0 7 C 63/26 (2006.01)

C 0 7 C 63/38 (2006.01)

C 0 7 C 63/307 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 C 51/47

C 0 7 C 63/24

C 0 7 C 63/26 K

C 0 7 C 63/38

C 0 7 C 63/307

【手続補正書】

【提出日】平成20年1月9日 (2008.1.9)

【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】

(a) 液体交換ゾーンにおいて、カルボン酸スラリーから不純物を除去して、水湿潤カルボン酸ケーキ、母液流、溶剤母液流及び溶剤 / 水副生成物液体流を形成し (溶剤又は水はカルボン酸スラリーの流れに対して向流に添加する) ;

(b) 乾燥ゾーン中で前記水湿潤カルボン酸ケーキを乾燥させて、乾燥カルボン酸ケーキを形成する

ことを含んでなる乾燥カルボン酸ケーキの製造方法。

【請求項 2】

前記液体交換ゾーンが 2 ~ 4 段階 の水又は溶剤向流洗浄を含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記溶剤及び前記水を、前記カルボン酸スラリーの流れに対して、向流に添加する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記カルボン酸がテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、トリメリット酸及びそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記乾燥ゾーンが、前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の少なくとも 10 % の揮発分を蒸発させる請求項 1、2 又は 3 に記載の方法。

【請求項 7】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含んでなる前記粗製カルボン酸スラリーを、110～200の温度において酸化ゾーンから回収する請求項1に記載の方法。

【請求項8】

(a) 溶剤液体交換ゾーン中で、カルボン酸スラリーから不純物を除去して、溶剤を含むカルボン酸ケーキ、母液流及び溶剤母液流を形成し；

(b) 場合によっては、向流水洗ゾーン中で、溶剤を含むカルボン酸ケーキに水を添加して、水湿潤カルボン酸ケーキ及び溶剤／水副生成物液体流を生成し；

(c) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤カルボン酸ケーキを乾燥させて、乾燥カルボン酸ケーキを形成する

ことを含んでなる乾燥カルボン酸ケーキの製造方法。

【請求項9】

前記カルボン酸が、テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、トリメリット酸及びそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項8に記載の方法。

【請求項10】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項8に記載の方法。

【請求項11】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも10%を蒸発させる請求項8又は9に記載の方法。

【請求項12】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、110～200の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項8に記載の方法。

【請求項13】

(a) 固液分離ゾーン中で、カルボン酸スラリーから不純物を除去して、スラリー又はケーキ状生成物及び母液流を形成し；

(b) 向流溶剤 - 水液体交換ゾーン中で、前記スラリー又はケーキ状生成物から残留不純物を除去して、水湿潤カルボン酸ケーキ、溶剤母液流及び溶剤／水副生成物液体流を形成し；そして

(c) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤カルボン酸ケーキ又は溶剤を含むカルボン酸ケーキを乾燥させて、前記乾燥カルボン酸ケーキを形成する

ことを含んでなる乾燥カルボン酸ケーキの製造方法。

【請求項14】

前記カルボン酸がテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、トリメリット酸及びそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項13に記載の方法。

【請求項15】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項13に記載の方法。

【請求項16】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、110～200の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項13に記載の方法。

【請求項17】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも10%を蒸発させる請求項13又は14に記載の方法。

【請求項18】

(a) 向流溶剤 - 水液体交換ゾーン中で、スラリー又はケーキ状生成物から溶剤を除去して、前記スラリー又はケーキ状生成物中の溶剤の相当部分を水と置き換えることによって、水湿潤カルボン酸ケーキを形成し；

(b) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤カルボン酸ケーキ又は溶剤を含むカルボン酸ケーキを乾燥させて、前記乾燥カルボン酸ケーキを形成する

ことを含んでなる乾燥カルボン酸ケーキの製造方法。

【請求項19】

前記カルボン酸がテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、トリメリッ

ト酸及びそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項 18 に記載の方法。

【請求項 20】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項 18 に記載の方法。

【請求項 21】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、110 ~ 200 の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項 19 に記載の方法。

【請求項 22】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも 10 % を蒸発させる請求項 18 又は 19 に記載の方法。

【請求項 23】

(a) 向流溶剤洗浄ゾーン中で、スラリー又はケーキ状テレフタル酸生成物からの残留不純物を除去して、酢酸を含むテレフタル酸ケーキを形成し；

(b) 場合によっては、向流水洗ゾーン中で、酢酸を含む前記テレフタル酸ケーキから溶剤の相当部分を除去して、水湿潤テレフタル酸ケーキを形成し；そして

(c) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤カルボン酸ケーキ又は溶剤を含む前記カルボン酸ケーキを乾燥させて、前記乾燥カルボン酸ケーキを形成することを含んでなる乾燥テレフタル酸ケーキの製造方法。

【請求項 24】

前記向流溶剤洗浄ゾーンが 40 ~ 155 の温度で操作される固液分離装置を含む請求項 23 に記載の方法。

【請求項 25】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項 24 に記載の方法。

【請求項 26】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも 10 % を蒸発させる請求項 23、24 又は 25 に記載の方法。

【請求項 27】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、110 ~ 200 の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項 22 に記載の方法。

【請求項 28】

(a) 向流溶剤 - 水液体交換ゾーンにおいて、スラリー又はケーキ状テレフタル酸生成物から溶剤を除去して、前記スラリー又はケーキ状テレフタル酸生成物中の溶剤の相当部分を水と置き換えることによって、水湿潤テレフタル酸ケーキを形成し；そして

(b) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤テレフタル酸ケーキ又は溶剤を含むテレフタル酸ケーキを乾燥させて、乾燥テレフタル酸ケーキを形成することを含んでなる乾燥テレフタル酸ケーキの製造方法。

【請求項 29】

前記溶剤液体交換ゾーンが、40 ~ 155 の温度で操作される固液分離装置を含む請求項 28 に記載の方法。

【請求項 30】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも 10 % を蒸発させる請求項 28 に記載の方法。

【請求項 31】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも 10 % を蒸発させる請求項 29 に記載の方法。

【請求項 32】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、110 ~ 200 の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項 29 に記載の方法。

【請求項 33】

(a) 向流溶剤洗浄ゾーン中で、スラリー又はケーキ状テレフタル酸生成物から残留不純物を除去して、酢酸を含むテレフタル酸ケーキを形成し（前記向流洗浄ゾーンは 4

0 ~ 1 5 5 の温度において操作される少なくとも 1 つの固液分離装置を含む) ;

(b) 場合によっては、向流水洗ゾーン中で、酢酸を含む前記テレフタル酸ケーキから溶剤の相当部分を除去して、水湿潤テレフタル酸ケーキを形成し (前記向流水洗ゾーンは 4 0 ~ 1 5 5 の温度で操作される少なくとも 1 つの固液分離装置を含む) ;

(c) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤テレフタル酸ケーキ又は溶剤を含む前記テレフタル酸ケーキを乾燥させて、前記乾燥テレフタル酸ケーキを形成することを含んでなる乾燥テレフタル酸ケーキの製造方法。

【請求項 3 4】

(a) 固液分離ゾーン中で、カルボン酸スラリーから不純物を除去して、スラリー又はケーキ状生成物及び母液流を形成し ;

(b) 向流溶剤洗浄ゾーン中で、スラリー又はケーキ状生成物に溶剤を添加して、溶剤を含むカルボン酸ケーキ及び溶剤母液流を生成し ;

(c) 場合によっては、向流水洗ゾーン中で、溶剤を含むカルボン酸ケーキに水を添加して、水湿潤カルボン酸ケーキ及び溶剤 / 水副生成物液体流を生成し ;

(d) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤カルボン酸ケーキ又は溶剤を含む前記カルボン酸ケーキを乾燥させて、前記乾燥カルボン酸ケーキを形成することを含んでなる乾燥カルボン酸ケーキの製造方法。

【請求項 3 5】

前記カルボン酸がテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、トリメリット酸及びそれらの混合物からなる群から選ばれる請求項 3 4 に記載の方法。

【請求項 3 6】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項 3 4 に記載の方法。

【請求項 3 7】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも 1 0 % を蒸発させる請求項 3 4 又は 3 5 に記載の方法。

【請求項 3 8】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、1 1 0 ~ 2 0 0 の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項 3 4 に記載の方法。

【請求項 3 9】

(a) 固液分離ゾーン中で、テレフタル酸スラリーから不純物を除去して、スラリー又はケーキ状テレフタル酸生成物及び母液流を形成し ;

(b) 向流溶剤洗浄ゾーン中で、前記スラリー又はケーキ状テレフタル酸生成物に溶剤を添加して、溶剤を含むテレフタル酸ケーキ及び溶剤母液流を生成し ;

(c) 場合によっては、向流水洗ゾーン中で、溶剤を含む前記テレフタル酸ケーキに水を添加して、水湿潤テレフタル酸ケーキ及び溶剤 / 水副生成物液体流を生成し ; そして

(d) 乾燥ゾーン中で、前記水湿潤テレフタル酸ケーキ又は溶剤を含む前記テレフタル酸ケーキを乾燥させて、前記乾燥カルボン酸ケーキを形成することを含んでなる乾燥テレフタル酸ケーキの製造方法。

【請求項 4 0】

前記向流溶剤洗浄ゾーンが 4 0 ~ 1 5 5 の温度で操作される固液分離装置を含む請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 1】

前記向流水洗ゾーンが 4 0 ~ 1 5 5 の温度で操作される固液分離装置を含む請求項 4 0 に記載の方法。

【請求項 4 2】

前記カルボン酸がテレフタル酸である請求項 3 9 に記載の方法。

【請求項 4 3】

前記乾燥ゾーンが前記水湿潤カルボン酸ケーキ中の揮発分の少なくとも 1 0 % を蒸発させる請求項 3 9 又は 4 0 に記載の方法。

【請求項 4 4】

テレフタル酸、触媒、酢酸及び不純物を含む前記粗製カルボン酸スラリーを、110～200の温度において、酸化ゾーンから回収する請求項39に記載の方法。

【請求項45】

前記向流水洗ゾーンが2～4段階の水向流洗浄を含む請求項39に記載の方法。

【請求項46】

前記向流溶剤洗浄ゾーンが2～4段階の溶剤向流洗浄を含む請求項39に記載の方法。

【請求項47】

前記向流溶剤洗浄ゾーンが2～4段階の溶剤向流洗浄を含む請求項45に記載の方法。