

270113

84.12.15 修正
補充

(由本局填寫)

承辦人代碼：

大 類：

I P C 分類：

C6

D6

本案已向：

日本 國(地區) 申請專利，申請日期：

案號：

，☐有 ☐無主張優先權

1990.7.4.

2-177965

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明(1)

發明領域

本發明是關於一純化對酞酸(purified terephthalic acid)之製造方法。更特別的是，其為關於一種製造純化對酞酸的方法之改良，而在此種純化對酞酸中所含有的主要不純物4-羧基苯甲醛(4-carboxybenzaldehyde)是以一恆定方式維持在一固定的小範圍內。

現有技術描述

純化對酞酸是生產聚酯纖維(polyester fiber)所需之原料。此類純化對酞酸製造方法之例子可參閱日本專利公報(Japanese Patent Publication) 41-16860 號中之敘述。根據其中所述之方法，對二甲苯(p-xylene)是在液相中進行催化性地氧化而製成其中所含的主要不純物4-羧基苯甲醛含量介於0.1-0.4重量%之間的粗對酞酸(crude terephthalic acid)，然後將此粗對酞酸以水漿型態饋進一反應容器中，在高溫與高壓下製成水溶液，接著再用例如支撐在活性碳上的粒狀鈀觸媒(palladium catalyst)處理。如果此一粗對酞酸之處理是以一恆定方式進行時，則在最終所製得的純化對酞酸成品中4-羧基苯甲醛之含量一般均能維持在1-25 ppm之間。

然而，在上述製造純化對酞酸的方法中，處理粗對酞酸以將其中的4-羧基苯甲醛氫化成對甲基苯甲酸

五、發明說明(2)

(p-methylbenzoic acid)之效率會因為各種不同的原因隨著時間而降低，其中最主要的原因在於氫化觸媒(hydrogenation catalyst)的去活化(deactivation)。因此，若使用上述方法，則每隔一段時間即需將觸媒換新。

一般而言，氫化觸媒具有很高的初期活性(initial activity)。因此，在上述製造純化對酞酸的方法中，如果觸媒已經去活化，則所有的去活化觸媒均需換成新觸媒，過量的氫化反應會產生非我們所要之副產物，同時也會使得4-羧基苯甲醛之含量過低，因此造成對酞酸產品之純度的穩定性降低。此外，在處理程序重新開始時，粗對酞酸會吸附在觸媒的活性碳上而產生熱量，因此觸媒很容易碎裂成小塊，破碎的觸媒很可能會與對酞酸成品混合。

因此，為了延長在製程中使用的氫化觸媒之壽命，在東德專利(East German Patent) 212,162號中公開一種方法，其中，在反應器中去活化的觸媒並不需要全部換成新觸媒，而只需換掉一部份，其中沒有換掉的去活化觸媒是與剛換好的新觸媒合併在一起後再度使用。

根據此一方法，觸媒之壽命是可以獲得延長的，但是其若想要達到恆定狀態(stationary state)卻需要很長的時間，其中對於粗對酞酸的處理是使得純化對酞酸中所含的4-羧基苯甲醛在換掉一部份的觸媒之後其含量可以固定在一小範圍之內。為達到此種恆定狀態所需延長的時間會造成原料的大量損失，並且會使得對酞酸產品無法達到標準。

五、發明說明(3)

發明簡述

因此，本發明的目的之一是提供一種關於製造純化對酞酸的改良方法，其步驟包括在有氫化觸媒存在的情況下利用氫氣處理粗對酞酸，其改良使得此種處理程序在換掉一部份的觸媒之後可以迅速達到恆定狀態。

根據本發明，其所提供的關於製造純化對酞酸的改良方法之步驟包括在液相中對於對二甲苯進行催化性氧化而製得其中所含主要不純物為4-羧基苯甲醛之粗對酞酸，然後於一反應容器中，在有氫化觸媒存在的情況下利用氫氣處理粗對酞酸，因而所製得的純化對酞酸中所含的4-羧基苯甲醛是以恆定方式維持在一固定範圍內，其溫度是介於255—300℃之間，壓力是介於10—110 kg/cm²之間，而氫氣分壓則介於0.5—20 kg/cm²之間，其改良包括：當反應容器中的觸媒去活化時，只將其中的一部份換成新觸媒，因此饋進反應容器中的粗對酞酸之4-羧基苯甲醛含量比為了要重新處理粗對酞酸而進行處理之恆定狀態中所含的4-羧基苯甲醛要多，並且對於對酞酸之處理是在處理程序達到恆定狀態之後為止。

本發明進一步還提供一改良方法，其包括當反應容器中的觸媒去活化時，只將其中的一部份換成新觸媒，並且在隨後的處理粗對酞酸之過程中，其氫氣之分壓比在恆定狀態中者低。

五、發明說明(4)

發明詳述

在本專利申請書中，所謂處理程序中之恆定狀態意謂著在處理之狀態中，是在一穩定及恆定之方式中對於以4-羧基苯甲醛為主要不純物之粗對酞酸在有氫化觸媒存在的情況下利用氫氣進行處理而使得製成的純化對酞酸中所含的4-羧基苯甲醛維持在一固定的小範圍之內。粗對酞酸是在液相中對於對二甲苯進行催化性氧化而製得。

在最終製得的純化對酞酸產物中檢測4-羧基苯甲醛含量的增加程度即可測知氫化觸媒的去活化情況。此外，所製得的對酞酸產物之品質一般是與在340奈米(nm)下之透光率(transmittance)相關。因此在工業化生產的純化對酞酸中，對酞酸產品之純度是由4-羧基苯甲醛之含量以及在340nm下之透光率而定。如果處理程序是在一恆定方式中進行時，則這些控制值即可維持在一固定範圍內。如果這些控制值脫離固定範圍時，則在反應容器中的觸媒有一部份必須換成新觸媒以提高處理效率。

為了獲得觸媒之高活性，在換掉一部份的觸媒，並且在粗對酞酸之氫化反應重新開始之後，則最終製得的純化對酞酸產物一般均只含有非常少量的4-羧基苯甲醛，因此最終製得的純化對酞酸產物在340nm下具備高透光率。

在反應容器中的去活化觸媒之換新情況，雖然是根據觸媒之去活化程度而定，但是一般是將20-70%的去活化觸媒換成新觸媒。依上述方式將反應容器中一部份的去活化觸媒換新之後，即將水漿狀的粗對酞酸饋入反應容器中

五、發明說明(5)

，並且在高溫與高壓下將其製成水溶液，然後再重新進行處理程序。

根據本發明，其中所含4-羧基苯甲醛之量比在恆定狀態時多之粗對酞酸是在反應穩定化之後才饋入反應容器中，並且直到達到恆定狀態程度之後為止。另外，此一處理程序也可以在氫氣分壓小於在恆定狀態時之情況下進行；當然，也可以將其中所含4-羧基苯甲醛之量多於在恆定狀態時之粗對酞酸饋入反應容器中，並且在氫氣分壓小於在恆定狀態時之情況下進行處理，直到反應達到恆定狀態為止。此種操作可以縮短反應達到恆定狀態之時間。

在處理程序的恆定狀態中，以水溶液型態饋入反應容器中的粗對酞酸通常是含有24-30重量%的對酞酸。一般而言，所進行的氫化處理程序之溫度是介於255-300℃之間，壓力是介於10-110 kg/cm²之間，而氫氣分壓則介於0.5-20 kg/cm²之間。

所使用的氫化觸媒之例子包括：鈀(palladium)，鈳(ruthenium)，銑(rhodium)，銱(osmium)，銲(iridium)，鉑，鉑黑(platium black)，鈀黑(palladium black)，鐵或鈷-鎳(cobalt-nickel)，每一種都是支撐在活性碳、金屬氧化物、碳酸鹽或硫酸鹽（例如氧化鋁、二氧化矽-氧化鋁、氧化鉻、二氧化鈦、碳酸鋇、碳酸鈣、或硫酸鋇）上。

五、發明說明(6)

例

本發明將藉助以下各例子做更詳盡之解說，但其並不對本發明有任何限制。

首先我們從使用一種已去活化的氫化觸媒（本文後面例子中所使用者）之反應開始解說觸媒之活性。

參考例 1

將 30g 含有 3600ppm 4-羧基苯甲醛的粗對酞酸和 210g 的水以及 0.3 g, 0.5 重量%的支撐在活性碳上之鈀，一起置放在容量 500 ml 的熱壓器 (autoclave) 中，將混合物攪拌加熱到 280℃。接著將氫氣導入熱壓器中，使氫氣分壓達到 7 kg/cm² G，隨後再將粗對酞酸處理 1 小時。

最終製得的純化對酞酸產物中含 400 ppm 的 4-羧基苯甲醛。

在以下各例子中，去活化的觸媒有一部份被換成新的觸媒，並且對於 4-羧基苯甲醛含量各不相同的粗對酞酸均各自進行一小時的處理程序，和／或在各種不同的氫氣分壓下氫化 4-羧基苯甲醛。

接著，如果在上述一小時的處理程序中已經達到恆定狀態之後，即測定在最終製得的純化對酞酸產物中 4-羧基苯甲醛之含量。在本文中，如果在最終製得的純化對酞酸產物中 4-羧基苯甲醛之含量是在介於 10—12 ppm 之間的範圍內，即認定其已達到恆定狀態，就如本文以後所述之例 4 和例 8 中所說明的一樣。

五、發明說明(7)

例 1

使用 0.03 g 與參考例 1 相同之去活化觸媒，及 0.27g 的新觸媒一起做為氫化觸媒進行處理程序。

將 30 g 含有 3600 ppm 4-羧基苯甲醛之粗對酞酸和 210 g 的水，以及 0.3 g 的上述觸媒一起置放在容量 500 ml 的熱壓器中，將混合物攪拌加熱到 280℃。接著將氫氣導入熱壓器中，使氫氣分壓達到 2 kg/cm² G，然後再進行 1 小時的處理程序。

最終製得的純化對酞酸產物中含 10 ppm 的 4-羧基苯甲醛。

例 2-8

使用 0.03 g 與參考例 1 相同之去活化觸媒與新觸媒之混合物，其比例如表 1 所示，所進行的粗對酞酸之處理方法與例 1 相同，其中使用的粗對酞酸所含的 4-羧基苯甲醛之量各自不同，和 / 或在各種不同的氫氣分壓下氫化 4-羧基苯甲醛。

在最終製得的純化對酞酸產物中 4-羧基苯甲醛之含量示於表 1 中。

比較例 1-7

使用與參考例 1 相同之去活化觸媒與新觸媒之混合物，其比例如表 1 所示，所進行的粗對酞酸之處理方法與例 1 相同，是在各種不同的氫氣分壓下進行。

五、發明說明(8)

在最終製得的純化對酞酸產物中4-羧基苯甲醛之含量示於表1中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

表 1

	參 考 例	例								
		1	1	2	3	4	5	6	7	8
觸 媒 比 ¹⁾	10/0	1/9	2/8	5/5	7/3	5/95	1/9	2/8	8/2	
氫 氣 分 壓	7	2	3	4	11	2	4	5	11	
(kg /cm ² G)										
4-CBA ²⁾ 含 量										
在 粗 TA ³⁾ 中	3600	3600	3600	3600	3600	4200	4200	4200	2400	
在 純 化 TA 中	400	10	11	11	12	10	11	11	12	

註：1) 去活化觸媒／新觸媒

2) 4-羧基苯甲醛 (含量單位 (ppm))

3) 對酞酸

表 1 (續)

	比較例						
	1	2	3	4	5	6	7
觸媒比 ¹⁾	1/9	2/8	5/5	7/3	8/2	5/95	8/2
氫氣分壓 (kg/cm ² G)	7	7	7	7	7	2	11
4-CBA ²⁾ 含量							
在粗TA ³⁾ 中	3600	3600	3600	3600	3600	3600	3600
在純化TA ³⁾ 中	1以下	1	2	60	140	2	38

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(10)

在例1-3進行的處理程序中氫氣分壓($2-4 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$)比在恆定狀態(例如例4, 其中的粗對酞酸含 3600 ppm 的4-羧基苯甲醛, 而其最終製得的純化對酞酸產物中則含 $10-12 \text{ ppm}$ 的4-羧基苯甲醛)中之氫氣分壓($11 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$)低。

因此, 例1-3說明了與在恆定狀態時具相同品質的對酞酸, 可以在重新進行處理程序一小時之內製得。因此, 氫氣之分壓接著即可提高到 $11 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$ 以進行恆定方式之處理程序。

在例1-4中顯示出觸媒隨著時間逐漸去活化。這些例子說明了當重新進行之處理程序中的氫氣分壓比在恆定狀態時低的情況下, 則恆定狀態可以在一小時之內達到。

例5-7中是使用含 4200 ppm 的4-羧基苯甲醛之粗對酞酸進行的處理程序, 其氫氣分壓($2-5 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$)比在恆定狀態時(例如例8, 其中的粗對酞酸含 2400 ppm 的4-羧基苯甲醛, 而在其最終製得的純化對酞酸產物中則含 12 ppm 的4-羧基苯甲醛)中之氫氣分壓($11 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$)為低。

因此, 例5-7說明了與在恆定狀態時具相同品質的對酞酸, 可以在重新進行處理程序一小時之內製得。接著, 氫氣之分壓即可提高到 $11 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$, 而此時在粗對酞酸中4-羧基苯甲醛之含量即降低到 2400 ppm 以進行如例8所示的恆定方式之處理程序。

在例5-8中顯示出觸媒隨著時間逐漸去活化。這些例

五、發明說明(11)

子說明了當重新進行之處理程序中的氫氣分壓比在恆定狀態時低的情況下，則恆定狀態可以在一小時之內達到。

對照之下，比較例1-3分別與例1-3互相對應，是關於觸媒隨時間去活化之狀況以及在粗對酞酸中4-羧基苯甲醛含量之關係。然而，其處理程序進行中的氫氣分壓並沒有低到與達到恆定狀態時相當之程度，亦即，其氫氣分壓為 $7\text{kg}/\text{cm}^2$ 。因此，在這些比較例中，在進行處理程序一小時之後，其最終製得的對酞酸產物中4-羧基苯甲醛之含量相當低，並且在處理程序重新進行一小時之內也無法達到恆定狀態。

比較例4和比較例5說明了使用較多的去活化觸媒處理之情況。在這些例子中，並沒有因為觸媒的過度去活化而獲得能達成所期望的純度之對酞酸。

比較例6和7分別與例5和8相對應。在例5中我們可以看出，其與比較例6顯然不同的是，只要在處理程序重新開始時增加粗對酞酸中4-羧基苯甲醛之含量即可迅速達到恆定狀態。然而，就如在與比較例6中互相對照的比較例7中所看到的，如果觸媒再進一步地去活化時，則將無法達到恆定狀態。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

參考例 2

將 30g 含有 3600ppm 4-羧基苯甲醛的粗對酞酸和 210g 的水以及 0.3 g, 0.5 重量%的支撐在活性碳上之銨, 一起置放在容量 500 ml 的熱壓器 (autoclave) 中, 將混合物攪拌加熱到 280℃。接著將氫氣導入熱壓器中, 使氫氣分壓達到 7 kg/cm² G, 隨後再將粗對酞酸處理 1 小時。

最終製得的純化對酞酸產物中含 510 ppm 的 4-羧基苯甲醛。

在以下各例子中, 去活化的觸媒有一部份被換成新的觸媒, 並且對於 4-羧基苯甲醛含量各不相同的粗對酞酸均各自進行一小時的處理程序, 和 / 或在各種不同的氫氣分壓下氫化 4-羧基苯甲醛。

接著, 如果在上述一小時的處理程序中已經達到恆定狀態之後, 即測定在最終製得的純化對酞酸產物中 4-羧基苯甲醛之含量。

例 9-12 及比較例 8-10

除了使用支撐在活性碳上之銨作為觸媒, 其餘仿前述實施例及比較例之方式進行反應。結果如下表 2 所示。

五、發明說明(13)

例9和10係在較恆定狀態(例如例11, 其中的粗對酞酸含3600 ppm的4-羧基苯甲醛, 而其最終製得的純化對酞酸產物中則含14ppm的4-羧基苯甲醛)中之氫氣分壓(14 kg/cm² G)為低的氫氣分壓(分別為3 kg/cm² G和5 kg/cm² G)下進行處理。

因此, 例9和10說明了可以在重新進行處理程序一小時之內製得與在恆定狀態時具相同品質的對酞酸。因此, 氫氣之分壓接著即可提高到14kg/cm² G以進行恆定方式之處理程序。

在例9-11中顯示出觸媒隨著時間逐漸去活化。這些例子說明了當在較恆定狀態為低的氫氣分壓下重新進行處理時, 則恆定狀態可以在一小時之內達到。

例12是使用含4200 ppm的4-羧基苯甲醛之粗對酞酸, 並在較恆定狀態時(例如例11, 其中的粗對酞酸含3600 ppm的4-羧基苯甲醛, 而在其最終製得的純化對酞酸產物中則含14 ppm的4-羧基苯甲醛)之氫氣分壓(14kg/cm² G)為低的氫氣分壓(5kg/cm² G)條件下進行處理。

因此, 例12說明了可以在重新進行處理程序一小時之內製得與在恆定狀態時具相同品質的對酞酸。接著, 氫氣之分壓即可提高到14kg/cm² G, 而此時在粗對酞酸中4-羧基苯甲醛之含量即降低到3600ppm以進行如例11所示的恆定方式之處理程序。

比較例8相對應於例9, 是關於觸媒隨時間去活化之狀況以及在粗對酞酸中4-羧基苯甲醛含量之關係。然而,

五、發明說明(14)

其處理程序進行中的氫氣分壓並沒有低到與達到恆定狀態時相當之程度，亦即，其氫氣分壓為 $7\text{kg}/\text{cm}^2$ 。因此，在比較例8中，在進行處理程序一小時之後，其最終製得的對酞酸產物中4-羧基苯甲醛之含量相當低，並且在處理程序重新進行一小時之內也無法達到恆定狀態。

比較例9和比較例10說明了使用較多的去活化觸媒處理之情況。在這些例子中，並沒有因為觸媒的過度去活化而獲得能達成所期望的純度之對酞酸。

又，使用支撐在二氧化鈦上之銻作為觸媒而進行試驗，實質上可獲得相同的結果。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(15)

表 2

	參 考 例					比 較 例				
	2	9	10	11	12	8	9	10	10	8/2
1) 觸媒比 氫氣分壓 (Kg/cm ² G)	10/0	1/9	5/5	7/3	1/9	1/9	7/3	8/2	10	8/2
2) 4-CBA ²⁾ 含量 在粗TA ³⁾ 中 在純化TA ³⁾ 中	7	3	5	14	5	7	7	14	14	14
	3600	3600	3600	3600	4200	3600	3600	3600	3600	3600
	510	12	14	14	14	1	80	30	30	30

註：1) 去活化觸媒／新觸媒

2) 4-羧基苯甲醛

3) 對酞酸

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (凡)

為了證實本案方法，在實際工廠內進行純化對酞酸之製備時確可迅速達到恆定狀態，特追加說明如下：

在下列討論中，使用“CTA（粗對酞酸）處理率”，其係指在更換部份去活化觸媒之後，經處理CTA總量對觸媒全量之比率（ton/ton）。

藉由實施例，如表1之實施例3，其設定去活化觸媒之50%以新觸媒更換，然後在氫分壓 $4\text{kg/cm}^2\text{ G}$ 之減壓下再開始反應。至於比較例，如表1之比較例3（相當於習知方法）係設定在 $7\text{kg/cm}^2\text{ G}$ 氫分壓（即與恆定狀態相同）之下進行反應。

該組合觸媒（如上述部份更換之後）通常可使用至CTA處理率達到16500為止。置放於反應器之觸媒之量係視各種操作條件（例如反應器之規則重調節時間或純化對酞酸之產量）而適宜取決之；然而，當設定該觸媒之用量在8000小時內有用，則該時間對CTA處理率為 $8000/16500=0.48\text{hr. ton/ton}$ 。

茲設定在實施例3或比較例3之典型實驗中，在實際工廠內之1小時反應相當於 500ton/ton 之CTA處理率。因此 $500 \times 0.48 = 240\text{小時} = 10\text{天}$ ，表1中實施例3及比較例3所示結果相當於在實際工廠內從反應再開始算起10天後之結果。

實施例3所用之條件應用於實際工廠內時，從該反應再開始10天後，即可使純化對酞酸之製備在恆定狀態實行之，但若採用比較例3之條件在實際工廠內時，則無法在

五、發明說明(17)

反應再開始10天後達成恒定狀態。

基於實際工廠之實際結果，當使用比較例3之條件於實際工廠內時，達到恒定狀態所需之CTA處理率將合理估計為3300ton/ton。由此明顯得知， $3300 \times 0.48 = 1584$ 小時 = 66天。亦即，當採用比較例3之條件於實際工廠內時，從反應再開始66天後始能達成恒定狀態。

因此，採用如本發明實施例3之條件於實際工廠內時，僅消耗總操作期間(8000小時)之3%即可達到恒定狀態。反之，當使用比較例3之條件於實際工廠內時，則需消耗總操作期間之20%始能達到恒定狀態。在所得純化對酞酸中4-羧基苯甲醛之含量將隨時間而變化，如附件1之圖1所示。

圖式簡單說明

第1圖係顯示在所得純化對酞酸中之4-羧基苯甲醛含量隨著時間之變化。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

綴

270113

84.12.15 修正
補充

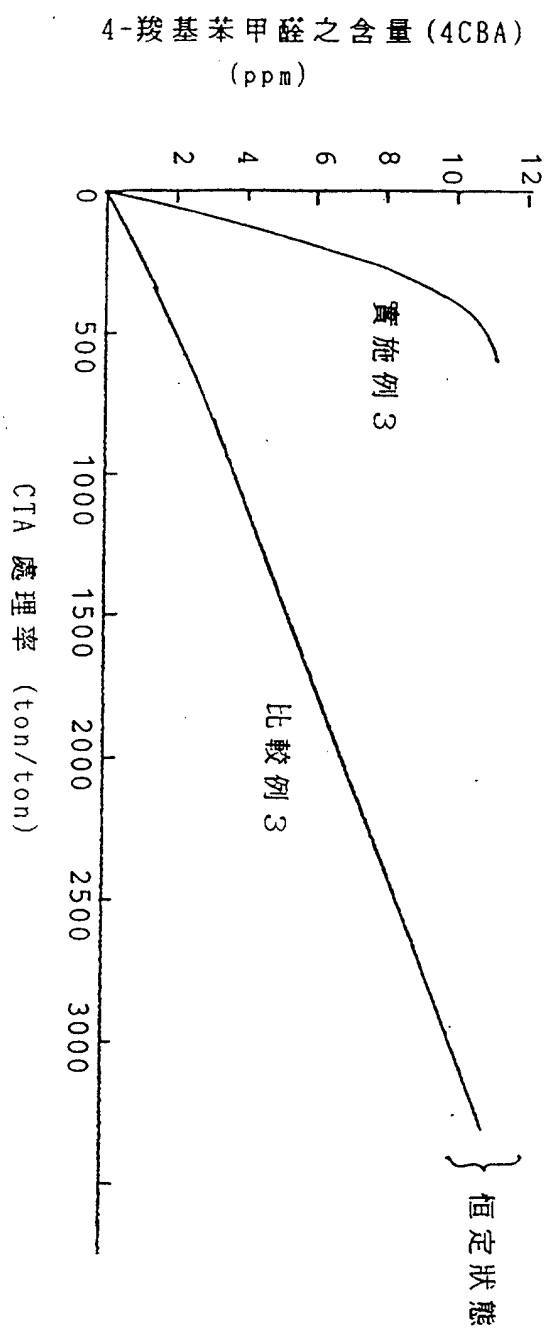


圖 1

四、中文發明摘要(發明之名稱：

純化對酞酸之製法

一種製造純化對酞酸之方法，其步驟包括：在液相中使對二甲苯進行催化性氧化而製得其中所含的主要不純物為4-羧基苯甲醛之粗對酞酸，然後於一反應容器中，在選自鈮、鈦、銻、鐵、鉍、鉑、鉑黑及鈮黑之氫化觸媒存在的情況下，利用氫氣處理該粗對酞酸，因而在溫度是介於255-300℃之間，壓力是介於10-110kg/cm²之間，而氫氣分壓則介於0.5-20kg/cm²之條件下，以恒定方式製得含有一定量範圍之4-羧基苯甲醛的純化對酞酸，其改良點包括：當反應容器中的觸媒去活化時，將20~70%的部份去活化觸媒更換成新觸媒，然後將含量較恒定狀態為高5~50%之4-羧基苯甲醛之粗對酞酸饋進反應容器中，接著處理該對酞酸直到處理程序達到恒定狀態為止，其中該所得純化對酞酸含有一定且少量的1-25ppm之4-羧基苯甲醛。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱: PROCESS FOR PRODUCING PURIFIED TEREPHTHALIC ACID)

In a process for producing purified terephthalic acid which comprises catalytically oxidizing p-xylene in the liquid phase to produce crude terephthalic acid containing 4-carboxybenzaldehyde as a main impurity therein, and treating the crude terephthalic acid with hydrogen in the presence of a hydrogenation catalyst selected from palladium, ruthenium, rhodium, osmium, iridium, platinum, platinum black and palladium black, in a reaction vessel, thereby to produce purified terephthalic acid containing 4-carboxybenzaldehyde in an amount of fixed range in a stationary manner at a temperature of 255-300°C and under a pressure of 10-110 kg/cm² with a partial pressure of hydrogen being 0.5-20 kg/cm², the improvement comprising exchanging 20-70% of the deactivated catalyst in the reaction vessel in part for a new one when the catalyst is deactivated, and thereafter feeding into the reactor crude terephthalic acid which contains 4-carboxybenzaldehyde in an amount that is more than the amount under the stationary state by 5-50%, and then treating the crude terephthalic acid until the treatment reaches the stationary state wherein the resultant purified terephthalic acid contains a fixed small range of 1-25 ppm of 4-carboxybenzaldehyde.

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

公告本

84 年 4 月 8 日 修正
補充

申請日期	82.7.1
案號	80105213
類別	60701/42

A4
C4

270113

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中文	純化對酞酸之製法 (84年4月8日修正)
	英文	PROCESS FOR PRODUCING PURIFIED TEREPHTHALIC ACID
二、發明 人	姓名	1.谷口憲生 2.山根博
	國籍	1.日本 2.日本
	住、居所	1.山口縣玖珂郡和木町和木6丁目1番2號 三井石油化學工業株式會社内 2.山口縣玖珂郡和木町和木6丁目1番2號 三井石油化學工業株式會社内
三、申請人	姓名 (名稱)	三井石油化學工業股份有限公司 (三井石油化學工業株式會社)
	國籍	日本
	住、居所 (事務所)	東京都千代田區霞が關三丁目2番5號
	代表人 姓名	竹林省吾

六、申請專利範圍

第 80105213 號「純化對酞酸之製法」專利案

(84 年 12 月 15 日 修正)

六 申請專利範圍：

1. 一種製造純化對酞酸之方法，其步驟包括：在液相中使對二甲苯進行催化性氧化而製得其中所含的主要不純物為 4-羧基苯甲醛之粗對酞酸，然後於一反應容器中，在選自鈮、鈦、銻、鐵、鉍、鉑、鉑黑及鈮黑之氫化觸媒存在的情況下，利用氫氣處理該粗對酞酸，因而在溫度是介於 255-300℃ 之間，壓力是介於 10-110 kg/cm² 之間，而氫氣分壓則介於 0.5-20 kg/cm² 之條件下，以恆定方式製得含有一定量範圍之 4-羧基苯甲醛的純化對酞酸，其改良點包括：當反應容器中的觸媒去活化時，將 20~70% 的部份去活化觸媒更換成新觸媒，然後將含量較恆定狀態為高 5~50% 之 4-羧基苯甲醛之粗對酞酸饋進反應容器中，接著處理該對酞酸直到處理程序達到恆定狀態為止，其中該所得純化對酞酸含有一定且少量的 1-25 ppm 之 4-羧基苯甲醛。
2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中氫化觸媒為支撐在活性碳、金屬氧化物、金屬碳酸鹽或金屬硫酸鹽上的鈮或銻觸媒。
3. 一種製造純化對酞酸之方法，其步驟包括：在液相中使對二甲苯進行催化性氧化而製得其中所含的主要不

六、申請專利範圍

純物為4-羧基苯甲醛之粗對酞酸，然後於一反應容器中，在選自鈮、鈦、鉻、鐵、鈷、鉑、鉑黑及鈮黑之氫化觸媒存在的情況下，利用氫氣處理該粗對酞酸，因而在溫度是介於255-300℃之間，壓力是介於10-110kg/cm²之間，而氫氣分壓則介於0.5-20kg/cm²之條件下，以恒定方式製得含有一定量範圍的4-羧基苯甲醛的純化對酞酸，其改良點包括：當反應容器中的觸媒去活化時，將20~70%的部份去活化觸媒更換成新觸媒，接著在氫氣分壓為恒定狀態壓力之10~95%的壓力情況下，對於粗對酞酸進行處理直至達到恒定狀態為止，其中該所得純化對酞酸含有一定且少量的1-25ppm之4-羧基苯甲醛。

4. 如申請專利範圍第3項之方法，其中氫化觸媒為支撐在活性碳、金屬氧化物、金屬碳酸鹽或金屬硫酸鹽上的鈮或鉻觸媒。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線