

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4869758号
(P4869758)

(45) 発行日 平成24年2月8日 (2012.2.8)

(24) 登録日 平成23年11月25日 (2011.11.25)

(51) Int.Cl.

F I

C O 7 C 51/43 (2006.01)

C O 7 C 51/43

C O 7 C 63/26 (2006.01)

C O 7 C 63/26 J

B O 1 D 9/02 (2006.01)

B O 1 D 9/02 6 1 1 D

C O 7 C 51/265 (2006.01)

C O 7 C 51/265

請求項の数 5 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2006-85692 (P2006-85692)
 (22) 出願日 平成18年3月27日 (2006.3.27)
 (65) 公開番号 特開2007-261957 (P2007-261957A)
 (43) 公開日 平成19年10月11日 (2007.10.11)
 審査請求日 平成21年3月19日 (2009.3.19)

(73) 特許権者 000005887
 三井化学株式会社
 東京都港区東新橋一丁目5番2号
 (74) 代理人 100103218
 弁理士 牧村 浩次
 (72) 発明者 西山 良
 山口県玖珂郡和木町和木6-1-2 三井
 化学株式会社内
 (72) 発明者 谷口 憲生
 山口県玖珂郡和木町和木6-1-2 三井
 化学株式会社内

審査官 宮田 和彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度テレフタル酸の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(I) パラキシレンの液相酸化によって得られる粗テレフタル酸と水とを混合して粗テレフタル酸スラリーを形成する工程、(II) 該粗テレフタル酸スラリーを複数の熱交換器で段階的に加熱して溶解させ粗テレフタル酸水溶液を形成する工程、(III) 該粗テレフタル酸水溶液を水素添加処理する工程、(IV) 水素添加後のテレフタル酸水溶液を複数の晶析槽で段階的に降圧冷却してテレフタル酸を晶析させる工程、(V) 得られたテレフタル酸スラリーを固液分離する工程を含む高純度テレフタル酸の製造方法において、

前記工程 (II) が、

工程 (IV) において降圧冷却により発生する蒸気を熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程 (II-A) を少なくとも1つと、
 工程 (IV) において降圧冷却により発生する蒸気と、該蒸気より高温高压の蒸気が導入された熱交換器で生成する凝縮液とを含む高温流体を該熱交換器よりも低温の熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程 (II-B) を少なくとも1つ含む
 ことを特徴とする高純度テレフタル酸の製造方法。

【請求項 2】

前記工程 (II-A) のうちの1つが、工程 (IV) の晶析槽のうちの最も高温高压の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気を熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程であることを特徴とする請求項 1 に記載の高純度テレフタル酸の製造方法。

【請求項 3】

10

20

前記工程(II-B)のうちの少なくとも1つが、前記蒸気と、工程(II-A)で用いた熱交換器で生成する凝縮液とを含む高温流体を該熱交換器よりも低温の熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程であることを特徴とする請求項1または2に記載の高純度テレフタル酸の製造方法。

【請求項4】

前記工程(II)が前記工程(II-A)を1つと前記工程(II-B)を少なくとも1つ含むことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の高純度テレフタル酸の製造方法。

【請求項5】

前記工程(IV)において、晶析槽を n 個(ただし、 n は2以上の整数であり、最も高温高圧の晶析槽を晶析槽(1)とし、順に低温側に、晶析槽(2)、晶析槽(3)、・・・、晶析槽($n-1$)とし、最も低温低圧の晶析槽を晶析槽(n)とする)使用し、

10

前記工程(II)において、少なくとも、前記晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気を加熱源とする熱交換器を n 個(ただし、最も低温の熱交換器を熱交換器(1)とし、順に高温側に、熱交換器(2)、熱交換器(3)、・・・、熱交換器($n-1$)とし、最も高温の熱交換器を熱交換器(n)とする)使用し、

熱交換器(n)には、晶析槽(1)で降圧冷却により発生する蒸気が導入され、

熱交換器(i)には、晶析槽($n-i+1$)で降圧冷却により発生する蒸気と熱交換器($i+1$)で生成する凝縮液とを含む高温流体が導入される(ただし、 i は1以上 $n-1$ 以下の整数である)

ことを特徴とする請求項4に記載の高純度テレフタル酸の製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は高純度テレフタル酸の製造方法に関し、より詳細には、晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気およびこの蒸気の凝縮液を加熱工程に利用する高純度テレフタル酸の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

加圧下、酢酸溶媒中でコバルト、マンガンおよび臭素を含む触媒などの酸化触媒の存在下に、分子状酸素含有ガスによりパラキシレンを液相で酸化するとテレフタル酸(以下、「TA」とも記す。)の他に、主たる不純物として4-カルボキシベンズアルデヒド(以下、「4-CBA」とも記す。)を含む粗テレフタル酸(以下、「CTA」とも記す。)が生成する。しかしながら、ポリエステル繊維等の製造には高純度テレフタル酸(以下、「PTA」とも記す。)が原料として要求されるため、上記CTAの精製が必要になる。

30

【0003】

CTAの精製方法としては水素添加処理が行なわれている。この方法では、CTAを水に懸濁させたスラリーを加熱して水溶液とし、水素添加触媒の存在下に水素添加処理し、処理液を晶析および固液分離してPTAを製造する。上記の加熱では、水溶液を高温にする必要があるため、多くのエネルギーを必要とする。一方、上記の晶析では、水溶液の温度を降下させることによりテレフタル酸の溶解度を低下させ結晶を析出させている。温度降下の方法としては一般に減圧による方法(以下、「降圧冷却」ともいう。)が採用されている(例えば、特許文献1～3参照)。この方法は圧力を降下させることにより水の一部を蒸発させ、その蒸発潜熱により水溶液の温度を降下させて過飽和状態にし、テレフタル酸の結晶を析出させる方法である。この降圧冷却では多量の蒸気が発生するため、この蒸気を上記加熱に利用する種々のプロセスが提案されている。

40

【0004】

特許文献1では、結晶化工程で発生した蒸気をCTAスラリー中に導入することにより加熱源として利用している。また、特許文献2では、第1晶析帯域で発生する蒸気をCTAスラリーを溶解させるための加熱エネルギーとして利用している。特許文献2の図1では、各晶析槽で発生した蒸気を各熱交換器にそれぞれ導入してCTAスラリーと熱交換し

50

、熱交換後の各蒸気を集めて第１段目の熱交換に利用することは開示されているが、この方法はエネルギー回収効率の観点では十分な方法ではない。さらに、特許文献３では、晶析工程で発生した蒸気をＣＴＡスラリーと熱交換することにより、前記蒸気をＣＴＡスラリーの加熱源の一部として利用し、さらに、この熱交換により前記蒸気が凝縮した凝縮液をＣＴＡを溶解する水系媒体として利用している。しかしながら、上記凝縮液はＣＴＡスラリーの加熱源としてではなく、水系媒体として利用されているため、この方法はエネルギー回収効率の観点では十分な方法ではない。

【０００５】

このように、晶析工程において降圧冷却により発生する蒸気をＣＴＡスラリーの加熱源として利用する種々の方法が提案されているが、そのエネルギー回収率は十分ではなく、降圧冷却により発生する蒸気をより有効に利用できる製造方法の開発が望まれていた。

10

【特許文献１】特表平７－５０７２９２号公報

【特許文献２】特開平８－２２５４８９号公報

【特許文献３】特開２００４－２３１６４４号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

本発明は、上記のような従来技術に伴う問題を解決しようとするものであって、高純度テレフタル酸の製造において、晶析工程での降圧冷却により発生する蒸気をより有効に利用し、エネルギー回収効率に優れた高純度テレフタル酸の製造方法を提供することを目的としている。

20

【課題を解決するための手段】

【０００７】

本発明者は、上記問題点を解決すべく鋭意研究した結果、晶析工程での降圧冷却により発生する蒸気と、この蒸気より高温高压の蒸気が導入された熱交換器で生成する凝縮液とを含む高温流体を、この熱交換器よりも低温の熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱することにより、晶析工程で発生した熱エネルギーを効率的にＣＴＡスラリーの加熱工程に利用することができ、高純度テレフタル酸の製造におけるエネルギー使用量を節減できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【０００８】

30

すなわち、本発明に係る高純度テレフタル酸の製造方法は、

(Ⅰ)パラキシレンの液相酸化によって得られる粗テレフタル酸と水とを混合して粗テレフタル酸スラリーを形成する工程、(Ⅱ)該粗テレフタル酸スラリーを複数の熱交換器で段階的に加熱して溶解させ粗テレフタル酸水溶液を形成する工程、(Ⅲ)該粗テレフタル酸水溶液を水素添加処理する工程、(Ⅳ)水素添加後のテレフタル酸水溶液を複数の晶析槽で段階的に降圧冷却してテレフタル酸を晶析させる工程、(Ⅴ)得られたテレフタル酸スラリーを固液分離する工程を含む高純度テレフタル酸の製造方法において、前記工程(Ⅱ)が、

工程(Ⅳ)において降圧冷却により発生する蒸気を熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程(Ⅱ－Ａ)を少なくとも１つと、

40

工程(Ⅳ)において降圧冷却により発生する蒸気と、該蒸気より高温高压の蒸気が導入された熱交換器で生成する凝縮液とを含む高温流体を該熱交換器よりも低温の熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程(Ⅱ－Ｂ)を少なくとも１つ含むことを特徴とする。

【０００９】

前記工程(Ⅱ－Ａ)のうちの１つは、工程(Ⅳ)の晶析槽のうちの最も高温高压の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気を熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程であることが好ましい。

【００１０】

前記工程(Ⅱ－Ｂ)のうちの少なくとも１つは、前記蒸気と、工程(Ⅱ－Ａ)で用いた

50

熱交換器で生成する凝縮液とを含む高温流体を該熱交換器よりも低温の熱交換器に導入して粗テレフタル酸スラリーを加熱する工程であることが好ましい。

【0011】

前記工程(II)は、前記工程(II-A)を1つと前記工程(II-B)を少なくとも1つ含むことが好ましい。

前記工程(IV)において、晶析槽を n 個(ただし、 n は2以上の整数であり、最も高温高圧の晶析槽を晶析槽(1)とし、順に低温側に、晶析槽(2)、晶析槽(3)、・・・、晶析槽($n-1$)とし、最も低温低圧の晶析槽を晶析槽(n)とする)使用し、前記工程(II)において、少なくとも、前記晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気を加熱源とする熱交換器を n 個(ただし、最も低温の熱交換器を熱交換器(1)とし、順に高温側に、熱交換器(2)、熱交換器(3)、・・・、熱交換器($n-1$)とし、最も高温の熱交換器を熱交換器(n)とする)使用し、

熱交換器(n)には、晶析槽(1)で降圧冷却により発生する蒸気が導入され、熱交換器(i)には、晶析槽($n-i+1$)で降圧冷却により発生する蒸気と熱交換器($i+1$)で生成する凝縮液とを含む高温流体が導入される(ただし、 i は1以上 $n-1$ 以下の整数である)

ことが好ましい。

【発明の効果】

【0012】

本発明によると、高純度テレフタル酸の製造において、晶析工程で発生した熱エネルギーを効率的にCTAスラリーの加熱工程に利用することができ、エネルギー使用量を節減できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

本発明に係る高純度テレフタル酸の製造方法は、(I)パラキシレンの液相酸化によって得られる粗テレフタル酸と水とを混合して粗テレフタル酸スラリーを形成する工程、(II)該粗テレフタル酸スラリーを複数の熱交換器で段階的に加熱して溶解させ粗テレフタル酸水溶液を形成する工程、(III)該粗テレフタル酸水溶液を水素添加処理する工程、(IV)水素添加後の粗テレフタル酸水溶液を複数の晶析槽で段階的に降圧冷却してテレフタル酸を晶析させる工程、(V)得られたテレフタル酸スラリーを固液分離する工程を含む。

【0014】

(I)スラリー形成工程：

この工程では、パラキシレンの液相酸化によって得られる粗テレフタル酸と水とを混合して粗テレフタル酸スラリーを形成する。パラキシレンの液相酸化は、一般にテレフタル酸の製造に用いられる酸化反応器により実施することができる。酸化反応器は、パラキシレン等の原料、触媒、溶媒を収容し、これらの原料等を補給しながら空気を吹込んで連続液相酸化を行うことができるものが好ましい。

【0015】

上記パラキシレンの液相酸化は通常、溶媒および触媒を用いて行われる。前記溶媒としては、酢酸、プロピオン酸、 n -酪酸、イソ酪酸、 n -吉草酸、トリメチル酢酸、カプロン酸などの脂肪酸、あるいはこれらと水との混合物を例示できる。前記触媒としては、重金属、臭素、およびこれらの化合物が挙げられ、重金属としてはニッケル、コバルト、鉄、クロム、マンガン等が挙げられる。これらの触媒は、好ましくは反応系に溶解する形で使用される。前記触媒としては、コバルト化合物とマンガン化合物と臭素化合物とを併用することが好ましく、コバルト化合物の使用量は溶媒に対してコバルト換算で通常10～10,000ppm、好ましくは100～3000ppmである。また、マンガン化合物はコバルトに対するマンガンの原子比で0.001～1.0が好ましく、臭素化合物はコバルトに対する臭素の原子比で0.1～1.0が好ましい。

【0016】

10

20

30

40

50

パラキシレンの液相酸化は通常、分子状酸素含有ガスを用いて行われる。このような酸素含有ガスとしては通常、酸素を不活性ガスで希釈した希釈酸素ガスが用いられ、例えば空気や酸素を富化した空気が使用される。酸化反応の温度は通常150～270、好ましくは170～220であり、圧力は少なくとも反応温度において混合物が液相を保持できる圧力以上であり、通常0.5～4MPa（ゲージ圧）である。さらに反応時間は装置の大きさ等によるが、滞留時間として通常20分～180分程度である。反応系内の水分濃度は通常3～30重量%であり、好ましくは5～15重量%である。

【0017】

上記の液相酸化反応により得られたCTAは、固液分離により液相酸化反応における母液から分離して回収される。このCTAと水とを混合槽において混合してCTAスラリーを形成する。上記混合槽は一般にテレフタル酸の製造に用いられるものを使用することができる。上記CTAスラリーのCTA濃度は、通常10～40重量%、好ましくは20～30重量%である。

【0018】

（II）水溶液形成工程：

この工程では、上記CTAスラリーを複数の熱交換器で段階的に加熱してCTAを溶解し、CTA水溶液を形成する。熱交換器としては、一般にテレフタル酸の製造に用いられるものを用いることができる。前記熱交換器のうちの少なくとも1つには、後述する工程（IV）の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気が導入され〔工程（II-A）〕、残りの熱交換器のうちの少なくとも1つには、後述する工程（IV）の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気と、この熱交換器よりも高温の熱交換器で生成する凝縮液とを含む高温流体が導入される〔工程（II-B）〕。この蒸気および高温流体が上記CTAスラリーと熱交換して上記CTAスラリーが加熱され、蒸気および高温流体は高压の凝縮液となり、通常、より低温の熱交換器の加熱源として利用する。特に、工程（II-A）の熱交換器に導入された蒸気が凝縮した凝縮液を、圧力を降圧させた後、工程（IV）の晶析槽で発生した蒸気に導入して高温流体を形成し、工程（II-A）の熱交換器よりも低温の熱交換器に導入される。降圧させた凝縮液の圧力は、凝縮液を導入する蒸気の圧力と同程度となる。

【0019】

上記工程（II-A）は、エネルギー効率の観点から、工程（II）に1つだけ含まれることが好ましい。

上記工程（II-A）および（II-B）における加熱温度は、工程（IV）で発生する蒸気の温度によって決定される。また、導入される蒸気および高温流体の圧力も工程（IV）で発生する蒸気の圧力によって決定される。

【0020】

この工程では、CTAを十分に溶解するために、CTA水溶液は通常230以上、好ましくは240～300まで加熱される。このとき、工程（IV）で発生する蒸気を利用する上記熱交換器以外に、他の経路の高温流体を利用する熱交換器やヒーターなどの他の加熱器を使用してもよい〔工程（II-C）〕。この工程（II-C）は、上記工程（II-A）および（II-B）の前に、予備加熱工程として設けられていてもよいし、あるいは、上記工程（II-A）および（II-B）の後に、後加熱工程として設けられていてもよい。加熱時の系内の圧力は、水溶液を実質的に液相に保持できる圧力以上であれば特に制限はないが、通常1～11MPa（ゲージ圧）好ましくは3～9MPa（ゲージ圧）である。

【0021】

このようにして調製されたCTA水溶液の濃度は、上記CTAスラリーの濃度によって決定され、通常10～40重量%、好ましくは20～30重量%である。

（III）水素添加処理工程：

この工程では、上記CTA水溶液を水素添加反応槽に導入して水素添加処理を施し、CTA水溶液に含まれる4-CBAを4-メチル安息香酸（4-MBA）に還元する。

【0022】

上記水素添加反応槽は、水素添加触媒が充填された触媒層を有し、触媒とCTA水溶液

10

20

30

40

50

とが接触した状態で水素を供給できるものであれば、その形状、構造等は特に制限されない。好ましい水素添加反応槽としては、固形の触媒が充填された固定触媒層を内部に有し、この触媒層にCTA水溶液を通液できるように水溶液導入路および水溶液導出路を有し、さらに水素を供給できるように水素供給路を有するものが挙げられる。CTA水溶液の通液方向は制限されず、上向流でも下向流でもよいが、下向流で通液することが好ましく、このために水溶液導入路が水素添加反応槽の上部に、水溶液導出路が下部に設けられていることが好ましい。また、水素は上部から供給されることが好ましく、このために水素供給路が水素添加反応槽の上部に設けられていることが好ましい。

【0023】

水素添加触媒としては、従来から用いられているものが使用でき、例えばパラジウム、ルテニウム、ロジウム、オスミウム、イリジウム、白金、白金黒、パラジウム黒、鉄、コバルト-ニッケル等が挙げられるが、固定層を形成できるようにこれらを担体、好ましくは活性炭等の吸着性の担体に担持した固形触媒が好ましい。

【0024】

具体的な水素添加処理方法としては、たとえば、CTA水溶液を水素添加反応槽に導入し、触媒層を通過させながら、水素ガスをCTA水溶液中の4-CBAの通常1.5倍モル以上、好ましくは2倍モル以上の流量で供給して水素添加を行なうことが望ましい。水素添加時の水素分圧は通常0.05MPa以上、好ましくは0.05~2MPaである。この水素添加処理により、CTA中の4-CBAは水溶性の4-MBAに還元され、一方、TAは水に難溶性であるため、通常300以下、好ましくは100~280の温度で晶析および固液分離を行なうことにより、CTA水溶液から4-MBAを分離してPTAを得ることができる。

【0025】

(IV) 晶析工程：

この工程では、上記水素添加後のCTA水溶液（以下、「CTA水添処理液」という）を複数の晶析槽で段階的に降圧冷却してTAを晶析させる。晶析槽としては、一般にテレフタル酸の製造に用いられるものを用いることができる。具体的には、上記CTA水添処理液の圧力より低い圧力条件に設定した晶析槽に上記CTA水添処理液を導入し、CTA水添処理液の圧力を減圧させ、これに伴いCTA水添処理液を冷却させる（降圧冷却）方法である。本発明では、複数の晶析槽を用いてCTA水添処理液の圧力を段階的に減圧し、これに伴ってCTA水添処理液の温度を段階的に低下させる。これにより、テレフタル酸が晶析され、TAスラリーが形成される。

【0026】

上記のように降圧冷却を行なうと、各晶析槽においてCTA水添処理液の中の水媒体の一部が気化して蒸気が発生する。この蒸気は、上述したように、前記工程(II-A)および(II-B)の熱交換器に導入され、CTAスラリーの加熱源として利用される。特に、上記晶析槽のうち、最も高温高圧の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気は、熱交換器で生成する凝縮液を導入することなく、単独で工程(II)の熱交換器に導入することがエネルギー効率の観点から好ましい。

【0027】

降圧冷却により冷却されたCTA水添処理液および発生した蒸気の温度は、各晶析槽において降圧冷却時の圧力を調整することにより適宜決定される。

(V) 固液分離工程：

この工程では、上記TAスラリーを固液分離して母液からPTAを分離回収する。固液分離は、濾過機や遠心分離機など、一般にテレフタル酸の製造に用いられる固液分離装置を用いて実施することができる。

【0028】

(晶析槽で発生する蒸気およびその凝縮液の具体的な利用方法)

上述したように、本発明では、工程(IV)で発生した蒸気を工程(II-A)および(II-B)の加熱工程に利用する。

【0029】

以下、工程（IV）において、晶析槽を n 個（ n は2以上の整数）使用し、工程（II）において、この n 個の晶析槽から発生する蒸気を加熱源として利用する熱交換器を n 個使用する場合について説明する。

【0030】

最も高温高压の晶析槽を晶析槽（1）とし、順に低温側に、晶析槽（2）、晶析槽（3）、・・・、晶析槽（ $n-1$ ）とし、最も低温低压の晶析槽を晶析槽（ n ）とする。また、最も低温の熱交換器を熱交換器（1）とし、順に高温側に、熱交換器（2）、熱交換器（3）、・・・、熱交換器（ $n-1$ ）とし、最も高温の熱交換器を熱交換器（ n ）とする。

10

【0031】

通常、最も高温高压の晶析槽（1）で降圧冷却により発生する蒸気は、エネルギー効率の観点から、熱交換器で生成する凝縮液を導入せずに、単独で熱交換器（ n ）に導入することが好ましい。

【0032】

また、低温側から i 番目（ i は1以上 $n-1$ 以下の整数）の熱交換器（ i ）には、熱交換器（ i ）よりも高温の熱交換器（ $i+1$ ）で生成する高压の凝縮液を、低温側から i 番目の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気に導入して形成された高温流体を、加熱源として導入する。ここで、低温側から i 番目の晶析槽は高温側から数えると $n-i+1$ 番目である。したがって、低温側から i 番目の熱交換器（ i ）には、晶析槽（ $n-i+1$ ）で発生した蒸気と熱交換器（ $i+1$ ）で生成する高压の凝縮液との高温流体が導入される。この高温流体を形成する場合、凝縮液の圧力を降圧した後、該凝縮液が生成された熱交換器よりも低压低温の熱交換器に接続する蒸気配管に該凝縮液を導入することが好ましい。

20

【0033】

なお、前者の工程は工程（II-A）に相当し、後者の工程は工程（II-B）に相当する。図1はこれらの工程を含む製造方法に用いられる製造装置（ $n=4$ の場合）の概略図である。

【0034】

本発明の製造方法では、工程（II-A）および（II-B）は上記工程に限定されず、たとえば、工程（II-B）が以下の工程であってもよい。

30

低温側から i 番目（ i は1以上 $n-1$ 以下の整数）の熱交換器（ i ）には、熱交換器（ i ）よりも高温の熱交換器（ $i+2$ ）で生成する高压の凝縮液を、低温側から i 番目の晶析槽で降圧冷却により発生する蒸気に導入して形成された高温流体を、加熱源として導入してもよい。上記と同様に、低温側から i 番目の晶析槽は高温側から数えると $n-i+1$ 番目であるから、低温側から i 番目の熱交換器（ i ）には、晶析槽（ $n-i+1$ ）で発生した蒸気と熱交換器（ $i+2$ ）で生成する高压の凝縮液との高温流体を導入してもよい。この場合も、高温流体を形成する際には、凝縮液の圧力を降圧した後、該凝縮液が生成された熱交換器よりも低压低温の熱交換器に接続する蒸気配管に該凝縮液を導入することが好ましい。

【0035】

40

図2はこの工程を含む製造方法に用いられる製造装置（ $n=4$ の場合）の概略図である。

（製造装置）

本発明に係る高純度テレフタル酸の製造方法は、混合槽、複数の熱交換器、反応槽、複数の晶析槽および固液分離装置がこの順で直列に接続された、高純度テレフタル酸の製造装置であって、熱交換器と晶析槽とが以下のように配管で接続された製造装置を使用して行うことができる。

【0036】

前記熱交換器のうちの少なくとも1つは、晶析槽で発生する蒸気が導入されるように当該晶析槽と接続されている。

50

また、残りの熱交換器のうちの少なくとも1つは、蒸気配管により晶析槽と接続されており、この蒸気配管の途中にはこの熱交換器よりも高温高压の熱交換器に接続された凝縮液配管が接続されており、この凝縮液配管の途中には圧力調整弁が設けられている。これにより、晶析槽で発生する蒸気に熱交換器で生成する凝縮液が導入されて高温流体が形成され、この高温流体が該熱交換器よりも低温低压の熱交換器に導入される。

【0037】

前記熱交換器のうち、最も高温の熱交換器は、最も高温高压の晶析槽と接続されていることが、エネルギー効率の観点から好ましい。

また、前記熱交換器の少なくとも1つ（以下、この熱交換器を「熱交換器」という）は晶析槽（以下、この晶析槽を「晶析槽」という）と接続され、熱交換器よりも低温低压の熱交換器のうちの少なくとも1つ（以下、この熱交換器を「熱交換器」という）は、晶析槽と異なる晶析槽（以下、この晶析槽を「晶析槽」という）と蒸気配管により接続され、この蒸気配管の途中には熱交換器に接続された凝縮液配管が接続されており、この凝縮液配管の途中には圧力調整弁が設けられていることが好ましい。

10

【0038】

さらに、本発明の製造装置には、晶析槽のみと接続している熱交換器が1つであることがエネルギー効率の観点から好ましい。

上記のように、 n 個の晶析槽と n 個の熱交換器を有する製造装置としては、熱交換器(n)が晶析槽(1)と配管により接続され、熱交換器(i)が蒸気配管により晶析槽($n - i + 1$)と接続され、この蒸気配管の途中に熱交換器($i + 1$)に接続された凝縮液配管が接続されている（ただし、 i は1以上 $n - 1$ 以下の整数である）製造装置が挙げられる。凝縮液配管には、圧力調整弁が設けられていることが好ましい。図1はこの製造装置($n = 4$ の場合)の概略図である。

20

【0039】

また、熱交換器(n)が晶析槽(1)と配管により接続され、熱交換器(i)が蒸気配管により晶析槽($n - i + 1$)と接続され、この蒸気配管の途中に熱交換器($i + 2$)に接続された凝縮液配管が接続されている（ただし、 i は1以上 $n - 1$ 以下の整数である）製造装置も挙げられる。この場合にも、凝縮液配管には、圧力調整弁が設けられていることが好ましい。図2はこの製造装置($n = 4$ の場合)の概略図である。

30

【0040】

[実施例]

以下、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、この実施例により何ら限定されるものではない。

【0041】

[比較例1]

図3に示す4個の熱交換器と4個の晶析槽とを有する製造装置($n = 4$)を使用して、表1に示す条件で、CTAスラリーを加熱し、得られたCTA水溶液を水素添加処理し、得られたCTA処理液を降圧冷却した場合におけるエネルギー効率を評価した。エネルギー効率は熱交換器で生成した凝縮液を降圧する際に生じるエクセルギーロスで評価した。

【0042】

40

第一晶析槽($i = 1$)で発生した蒸気の温度は 220°C 、圧力は 2.3 MPa であり、この蒸気を第四熱交換器($i = 4$)に導入した。第二晶析槽($i = 2$)で発生した蒸気の温度 207°C 、圧力は 1.8 MPa であり、この蒸気を第三熱交換器($i = 3$)に導入した。第三晶析槽($i = 3$)で発生した蒸気の温度は 182°C 、圧力は 1.1 MPa であり、この蒸気を第二熱交換器($i = 2$)に導入した。第四晶析槽($i = 4$)で発生した蒸気の温度は 156°C 、圧力は 0.6 MPa であり、この蒸気を第一熱交換器($i = 1$)に導入した。各熱交換器で熱交換した後の凝縮液は、それぞれ、温度が 100°C 、圧力が 0.1 MPa となるように降圧した後、凝縮液回収槽に回収した。

【実施例1】

【0043】

50

図 1 に示す 4 個の熱交換器と 4 個の晶析槽とを有する製造装置 ($n = 4$) を使用して、表 2 に示す条件で、C T A スラリーを加熱し、得られた C T A 水溶液を水素添加処理し、得られた C T A 処理液を降圧冷却した場合におけるエネルギー効率を比較例 1 と同様にエクセルギーロスで評価した。

【 0 0 4 4 】

各晶析槽で発生した蒸気の温度および圧力は比較例 1 と同一に設定した。第一晶析槽 ($i = 1$) で発生した蒸気を第四熱交換器 ($i = 4$) に導入した。熱交換後の凝縮液を第二晶析槽 ($i = 2$) で発生した蒸気の温度および圧力と等しくなるように降圧させた後、この蒸気に導入して高温流体を形成し、この高温流体を第三熱交換器 ($i = 3$) に導入した。この第三熱交換器で熱交換した後の凝縮液を第三晶析槽 ($i = 3$) で発生した蒸気の温度および圧力と等しくなるように降圧させた後、この蒸気に導入して高温流体を形成し、この高温流体を第二熱交換器 ($i = 2$) に導入した。さらに、第二熱交換器で熱交換した後の凝縮液を第四晶析槽 ($i = 4$) で発生した蒸気の温度および圧力と等しくなるように降圧させた後、この蒸気に導入して高温流体を形成し、この高温流体を第一熱交換器 ($i = 1$) に導入した。その後、第一熱交換器で生成した凝縮液は、温度が 100 、圧力が 0.1 MPa となるように降圧した後、凝縮液回収槽に回収した。

10

【 0 0 4 5 】

表 1 および表 2 のエクセルギーロスを比較すると、本発明の製造方法では、従来の製造方法に比べて、エクセルギーロスを 62.1% 低減できた。

【 0 0 4 6 】

20

【表 1】

表 1

降圧箇所 (左側：降圧前、右側：降圧後)	降圧前の温度 (°C)	降圧後の温度 (°C)	高温流体放出量 (ton/hr)	エクセルギーロス (GJ/hr)
第四段熱交換器出口－凝縮液回収槽	220	100	30	1.72
第三段熱交換器出口－凝縮液回収槽	207	100	3	0.14
第二段熱交換器出口－凝縮液回収槽	182	100	5	0.14
第一段熱交換器出口－凝縮液回収槽	156	100	5	0.07
合 計			43	2.06

【 0 0 4 7 】

10

20

30

40

【表 2】

表 2

降圧箇所 (左側：降圧前、右側：降圧後)	降圧前の温度 (°C)	降圧後の温度 (°C)	高温流体放出量 (ton/hr)	エクセルギーロス (GJ/hr)
第四段熱交換器出口－第三段熱交換器入口	220	207	30	0.03
第三段熱交換器出口－第二段熱交換器入口	207	182	33	0.08
第二段熱交換器出口－第一段熱交換器入口	182	156	38	0.10
第一段熱交換器出口－凝縮液回収槽	156	100	43	0.57
合 計			—	0.78

【図面の簡単な説明】

【0048】

【図 1】図 1 は、本発明に係る高純度テレフタル酸の製造装置の一例を示す概略図である。

【図 2】図 2 は、本発明に係る高純度テレフタル酸の製造装置の一例を示す概略図である。

【図 3】図 3 は、従来の高純度テレフタル酸の製造装置の一例を示す概略図である。

10

20

30

40

50

【符号の説明】

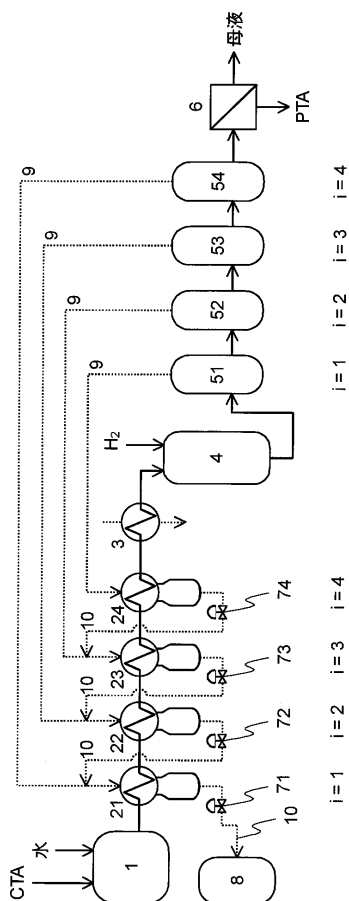
【 0 0 4 9 】

- 1 混合槽
 2 1 第一熱交換器 ($i = 1$)
 2 2 第二熱交換器 ($i = 2$)
 2 3 第三熱交換器 ($i = 3$)
 2 4 第四熱交換器 ($i = 4$)
 3 熱交換器
 4 水素添加反応槽
 5 1 第一晶析槽 ($i = 1$)
 5 2 第二晶析槽 ($i = 2$)
 5 3 第三晶析槽 ($i = 3$)
 5 4 第四晶析槽 ($i = 4$)
 6 固液分離装置
 7 1 ~ 7 4 圧力調整弁
 8 凝縮液回収槽
 9 蒸気配管
 1 0 凝縮液配管
 C T A 粗テレフタル酸
 P T A 高純度テレフタル酸

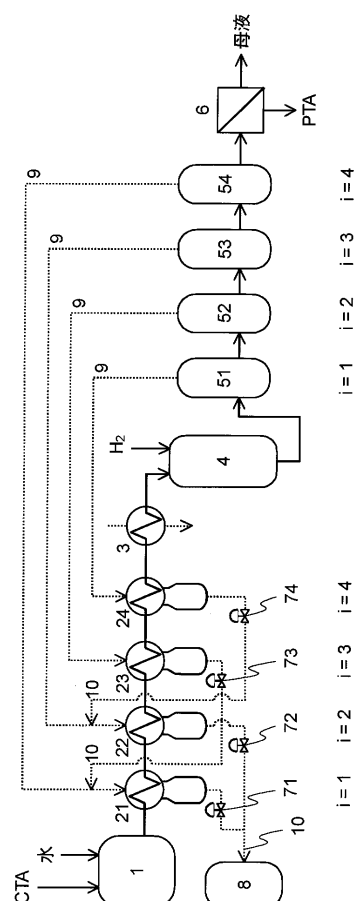
10

20

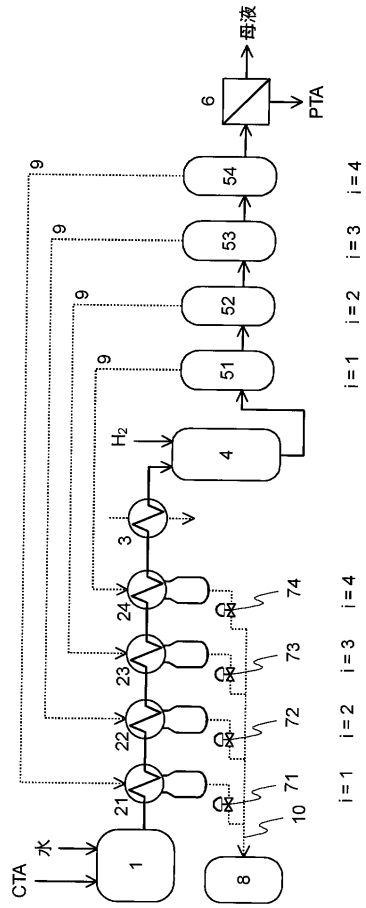
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平 8 - 2 2 5 4 8 9 (J P , A)
特表平 7 - 5 0 7 2 9 2 (J P , A)
特開平 8 - 2 0 8 5 6 1 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 4 5 2 0 1 (J P , A)
国際公開第 2 0 0 6 / 0 0 1 4 4 9 (W O , A 1)
特開 2 0 0 4 - 2 3 1 6 4 4 (J P , A)
特開 2 0 0 6 - 8 6 7 1 (J P , A)
国際公開第 2 0 0 6 / 1 0 0 9 6 9 (W O , A 1)
特開 2 0 0 4 - 2 3 4 6 4 0 (J P , A)
特表平 1 1 - 5 0 7 0 5 5 (J P , A)
特公昭 3 7 - 7 2 2 1 (J P , B 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C 0 7 C	5 1 / 4 3
B 0 1 D	9 / 0 2
C 0 7 C	5 1 / 2 6 5
C 0 7 C	6 3 / 2 6