



9814459

A4
C4

433763

申請日期	1998/02/17th
案 號	87102171
類 別	C07C63/66

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	高純度對酞酸之製法
	英 文	PROCESS FOR PRODUCING PURIFIED TEREPHTHALIC ACID
二、發明 創作人	姓 名	1. 高野利則 2. 鈴木弘 3. 谷口憲生
	國 籍	1. 日本 2. 日本 3. 日本
	住、居所	1. 山口縣玖珂郡和木町和木六丁目1番2號 三井化學株式會社內 2. 同上 3. 同上
三、申請人	姓 名 (名稱)	三井化學股份有限公司 (三井化學株式會社)
	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	佐藤彰夫

裝

訂

線

438763

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

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
1997年2月17日特願平9-32375(主張優先權)

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

-2a-

五、發明說明(一)

[發明所屬之技術領域]

本發明係關於一種經由對二甲苯的液相氧化所得粗製對酞酸(CTA)和氫處理以製造高純度對酞酸之方法。

[既有技術]

將對二甲苯經以分子狀含氧氣體施予液相氧化時，除對酞酸之外，尚生成含有4-對羧二苯甲醛(以下稱做為4-CBA)為主要不純物之精製對酞酸。由於製造聚酯纖維要求有高純度對酞酸原料，因而有將以上粗製對酞酸加以精製之必要。

製造高純度對酞酸之方法，已知有粗製對酞酸在加氫觸媒之存在下加氫處理之方法(如特開平4-66553號)。此方法為，因在4-CBA添加氫，而還原為水溶性之對甲苯酸，經由晶析，固液分離等從對酞酸將對甲苯酸予以分離，而製造高純度對酞酸。

以上之加氫處理係在反應器形成固形觸媒之固定層，在此觸媒層流通以粗製對酞酸水溶液並進行供應氫氣。依此包含在對酞酸之4-CBA則被還原成對甲苯酸。然後冷卻至低溫進行晶析，對酞酸則呈結晶狀而析出，而對甲苯酸其他不純物質大部分則殘留在母液內。其中進行固液分離時，大部分不純物係殘留在母液內，而得附著有部分不純物之對酞酸結晶。

欲除去附著在此結晶之不純物而製造高純度對酞酸則需進行洗淨。一般之洗淨方法為，加水於所獲得之結晶使之凝漿再水化，使附著在結晶之不純物移向於液相。

五、發明說明(>)

然後進行固液分離，如此不純物則殘留在液相，而能獲得少有不純物之高純度對酞酸。

此種高純度對酞酸由於可做為纖維等原料使用，除純度高之外，尚需要求維持一定之品質。因此要求有一定之不純物含量。關於高純度對酞酸之不純物除4-CBA被還原為對甲苯酸外，尚有很多種，此等不純物則以代用特性藉由測定高純度對酞酸產品的透過率而予以控制。

包含在高純度對酞酸產品之不純物，係與加氫反應所提供粗製對酞酸原料的不純物量而有所變動。以往，欲維持高純度對酞酸的不純物於一定範圍，主要者以控制粗製對酞酸之製造步驟，亦即控制對二甲苯氧化步驟之氧化條件，進行將粗製對酞酸之不純物量維持在一定範圍。

惟既使因改變對二甲苯之氧化條件控制粗製酞酸之不純物量，在釋出對高純度對酞酸產品有影響之不純物量為止尚需耗費一段時間，欠缺有速效性，不適宜於產品透過率之極度精細之管理。

〔發明所欲解決之課題〕

本發明之目的在於提供一種不改變對二甲苯之氧化步驟條件，由簡單操作而可迅速控制高純度對酞酸產品之透過率，依此而有可能做極度精細之控制，可製造高純度對酞酸產品不純物含量在一定幅度之高純度對酞酸之製法。

本發明高純度對酞酸之製法，係將由對二甲苯之液相

五、發明說明()

氧化所獲得之二甲苯酞酸在加氫觸媒之存在下加氫處理，並從加氫處理後之反應液析出對酞酸之結晶，從母液分離析出之結晶，用洗淨水洗滌分離過結晶，測定所得高純度對酞酸之透過率，控制洗淨水溫度維持其透過率在預定之數值為特徵之高純度對酞酸之製法。

〔圖式之簡單說明〕

第1圖係表示高純度對酞酸之製法實施形態之流程圖。

本發明以加氫處理為對象之粗酞酸乃係經由對二甲苯之液相氧化所獲得之粗對酞酸。此種對酞酸一般係含有約0.1~0.4重量%之4-CBA為主之不純物質。

以上對二甲苯之液相氧化係使用溶劑及觸媒逕予實施。

對二甲苯之液相氧化所用之溶劑，包括有醋酸，丙酸，正丁酸，異丁酸，正戊酸，醋酸三甲酯，己酸等脂肪酸，或為該溶劑與其水之混合物。其中以醋酸或如後述之含水醋酸者為佳。

對二甲苯之液相氧化觸媒，一般為重金屬化合物及／或含溴化合物，前者為鎳，鈷，鐵，鉻，錳等，係以兩者同時為元素形態或為化合物，宜為可溶解於反應系之形態而使用。最好之樣態為使用鈷化合物，錳化合物以及溴化合物，鈷化合物之使用量通常對溶劑以鈷為計，為10乃至10,000ppm，而最好為100乃至3000ppm。又錳化合物以鈷和錳之原子比為計，為0.001乃至2，同樣溴化合物以對鈷之原子比為計，為0.1至5。

對二甲苯之液相氧化係使用分子狀含氧氣體。此種含

五、發明說明(4)

氫氣體通常係採用以惰性氣體稀釋之氫氣，例如可利用以空氣或氧富氫之空氣。氧化反應之溫度通常為150乃至270℃，最好為170乃至220℃，壓力則為至少在反應溫度內可保持混合物在液相之壓力以上，一般係在0.5乃至4MPa(量壓)。又反應時間則依裝置之大小有關，一般以滯留時間為計約20分鐘乃至180分鐘。反應系內之水分濃度一般為3乃至30重量%，最好為5乃至15重量%。

本發明由以上液相氧化反應所得之粗對酞酸係在反應器，在加氫觸媒之存在下進行加氫處理。此時，在液相氧化中從母液分離之粗對酞酸予以水淤漿化，所得之淤漿加熱，加壓形成為對酞酸水溶液而導入於反應器，並加氫予以處理。在反應器內部裝填觸媒，在和對酞酸接觸狀態下供應以氫氣，除此之外對於其形狀，構造等並無限制。

較佳之反應器係裝填以固形觸媒形成固定層，並具有使粗對酞酸水溶液流通之導入管路及導出管路，而最好係設有可供應氫氣之氫氣供應管路。粗對酞酸最好係向上流動，並使之可往下流通而在反應上部設置導入管路，導出管路最好與下方相接連絡，從上方供應氫氣時，最好在反應器上方速設有氫氣供應管路。

添加氫觸媒，可使用以往所採用者，例如使用鈀，鈦，銻，鐵，鈷，鉑，鉑黑，鈀黑，鐵，鈷-鎳等，將其載置在載體，宜將其載置在具有吸著性之活性碳載體而足以形成固定層之固形觸媒為宜。

五、發明說明(5)

加氫處理在常態下，將粗製對酞酸原料做成10~40重量%，宜為24~30重量%之水淤漿，並在230℃以上溫度，最好為240~300℃，1~11MPa壓力，宜為3~9MPa(量壓)下加熱。加壓溶解對酞酸，所得之對酞酸水溶液，供應在反應器並通過觸媒層，將氫氣供應於粗對酞酸水溶液中之4-CBA的1.5莫耳倍以上，最好為2莫耳倍以上而進行加氫。加氫之反應溫度在230℃以上，宜為255~300℃，壓力為1~11MPa，宜為3~9MPa(量壓)，氫分壓為0.05MPa以上，而最好係設成在約0.05~2MPa。

經由加氫處理，粗製對酞酸中之4-CBA由於在低溫還原成水溶性之對甲苯酸，在300℃以下，最好在100~280℃予以晶析，並進行固液分離，從對酞酸淤漿分離對甲苯酸而獲得精製之對酞酸。此種精製對酞酸因附著有母液所含不純物質，故需經由洗淨除去附著在晶體之不純物質以製造高純度對酞酸。

所謂洗淨係將精製對酞酸結晶用水先淨水(一般為純水)予以洗淨，除去附著在結晶之不純物。具體之洗淨方法，一般係從晶析後母液藉固液分離將分離之結晶以洗淨水再淤漿化，使附著在結晶之不純物移至洗淨水內，然後施予固液分離，經由乾燥而獲得不純物少之高純度對酞酸之方法。

其他之洗淨方法，包括將晶析後之對酞酸淤漿使用旋轉式濾器或遠心分離機等施加固液分離，在分離後之移動結晶層吹入洗淨液重複再淤漿化與固液分方法，以及

89.13.23 修正
補充

438763

A7
B7

(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)

如特開平 7-149690 號所揭示一般，將晶析後之對酞酸淤漿使用旋轉式濾器或遠心分離機施予固液分離，分離後將移動之結晶層與洗淨水向流接觸取代溶劑之方法。

無論採用任何一種方法時，在最後係經由固液分離以及乾燥而製造高純度對酞酸，採樣乾燥後之高純度對酞酸測定透過率而確認其品質。通常以鹼性水溶液溶解高純度對酞酸而測定透過率，由分光光度計以 340nm 或 400nm 波長加以測定。

本發明係在其中所測定透過率之測定值，因控制洗淨水之溫度而使測定值形成爲一定值，如 80~95%，最好爲 91~94%。此時，如透過率之測定值超上限值時，即控制洗淨水的溫度以任意之幅度(例如 10℃)下降，而超下限值時即行控制上升任意之幅度(例如 10℃)。

附著在高純度對酞酸之不純物濃度愈接近於結晶表面則愈高，而此不純物溶出在洗淨水中時洗淨水之溫度愈容則其溶出量愈多。因此透過率之測定值超過上限時如下降洗淨水之溫度，則減少洗淨水中不純物之溶出量，相反者如超出下限值時因升高溫度而增加溶出量，結果包含在高純度對酞酸結晶不純物量(色度成分)之含量即可維持在一定數值之範圍之內。

依照本發明，將所製造高純度對酞酸之透過率維持在一定數值，因控制遂行晶析對酞酸結晶之洗淨水溫度，而不必改變對二甲苯氧化步驟之條件，可經由簡單之操

五、發明說明(2)

作，迅速控制高純度對酞酸產品之透過率，依此有可能施予極度精細之控制，而得以製造產品之不純物含量在一定範圍內之高純度對酞酸。

〔發明之實施形態〕

茲由第1圖說明本發明之實施形態如下。

第1圖係表示依此實施形態之高純度對酞酸製造方法之流程圖。

在第1圖中，1為粗對酞酸(CTA)之水淤漿化槽，製造高純度對酞酸，首先在CTA水淤漿化槽1供應以粗對酞酸(CTA)2及3經由攪拌形成淤漿。此淤漿經加熱，加壓溶解CTA，並將此對酞酸水溶液4及氫5供應在加氫反應器進行加氫處理。加氫處理過之反應液7即經減壓冷卻而導入於晶析槽8進行晶析。

所生成之淤漿9即在固液分離裝置10進行固液分離，同時排放分離後廢水11。依此得以除去對甲苯酸，色度成分等水溶性成分。分離後之結晶12即加入洗淨水(純水)13而在TA淤漿再水化槽14使之淤漿再水化。將淤漿15導入於固液分離裝置16做固液分離，回收分離液用做水3而返回至CTA水淤漿化槽1。被分離之結晶17在TA乾燥器18內予以乾燥，而製造高純度對酞酸(PTA)19。

關於以上製造步驟，從TA乾燥器18採取PTA之試樣20送至透過率測定裝置21測定其透過率，並將其測定值22輸入於計算控制裝置23。在計算控制裝置比較測定值22與設定值，如測定值超過上限時洗淨水之溫度例如下降

89.3.23

A7
B7

五 發明說明(8)

10℃超過下限時即行上升10℃並將此控制信號24輸入於洗淨水溫度調整裝置25。

洗淨水溫度調整裝置25即基於控制信號調整洗淨水溫度，並輸至TA淤漿再水化槽14。依此而控制從結晶至溶解於洗淨水中不純物之溶解量，結果可維持PTA產品19之透過率，亦即將不純物特有之色度成分含量維持在一定範圍。

茲針對有關於計算控制裝置23以洗淨水之溫度控制幅度計算方式所使用洗淨水之溫度與PTA透過率的相關式說明如次。

此相關式，係取出從TA乾燥器18所測出之PTA19透過率〔%〕做為y，取自供應於TA淤漿再水化槽14洗淨水之溫度〔℃〕為x，以此等實測值為基準由統計上方式加以作成。其中PTA之透過率，則以含有15重量%之2N KOH水溶液經由分光光度計測定PTA透過率所顯示之數值，分光光度計之波長為340nm時為T-340，400nm時則為T-400。

一般以y做為標的變數，x為說明變數時的回歸分析為一次，而有多次回歸分析或多項式回歸分析。通常回歸式以次數之加多更能提高其精度。以下就PTA透過率的一實例針對T-340之關係，以容易處理之一次式表示所以結果。

針對洗淨水之溫度與PTA之透過率依其實測值之回歸係數(a)以及回歸定數(b)係分別求出為0.02及90。又此

(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)

時之數據數(n)以及相關係數則分別為12及0.96。

是以，以y做為PTA透過率，而以x做為淤漿一水之溫度時，兩者之相關關係則以

$$y = a \cdot x + b$$

亦即

$$y = 0.02 \cdot x + 90 \quad \dots\dots\dots(1)$$

表示。

從數據數(n)以及相關係數(r)，在PTA之透過率與洗淨水溫度之間，可外辭有相關關係。亦即，如一方之數量增加時另一方之數量亦增加彼此有正的關係。

基此事實，如將洗淨水溫度提升10〔℃〕時，則PTA T-340即有上升0.2〔%〕之情形。

又實測值依測定條件而天天有變化，雖不拘限於定常以上述(1)式為一樣，惟需定期實加更正。又以上係表示自動控制之情形，但亦有可能以手操作方式做同樣之控制。更且上述之說明係做為結晶的洗淨方法針對淤漿再水化一固液分離法所做之說明，對於洗淨水之吹附洗淨法，與洗淨水向流接觸之洗淨法等其他之洗淨方法亦可同樣加以控制。

如上所述，加氫處理進行晶析後，如將洗淨對酞酸結晶之洗淨水溫度，基於高純度對酞酸產品之透過率施加控制時，既使不改變對二甲苯氧化步驟之條件，仍有可能以簡單之操作迅速控制PTA產品之透過率，基此而可製造一定幅度之不純物含量的高純度對酞酸。

五、發明說明(10)

以下就本發明之實施例逕加說明：

實施例 1

在反應器填充以 10m^3 將鈹載置於活性碳做為加氫觸媒用之觸媒，含有 0.36 重量 % 4-CBA 之粗對酞酸以 60 T/H 流量供應於含有 25 重量 % 濃度之粗對酞酸淤漿，以 280°C 溫度，0.7MPa 之氫分壓進行加氫處理，並以 100°C 溫度，0.1MPa 壓力(量壓)進行晶析，經固液分離後，加入洗淨水使之成為 30 重量 % 濃度之淤漿再水化，將其固液分離並乾燥結晶，在製造高純度對酞酸系中，測定高純度對酞酸產品之透過率，如其測定值超過 93.54% 時，則將洗淨水溫度控制其降低 10°C ，而低於 91.5% 時則控制提高 10°C ，將高純度對酞酸產品之 T340 維持在 91~94% 之範圍。

比較例 1

在實施例 1 之反應系中，將洗淨水之溫度操作在 100°C 之定溫，此時高純度對酞酸產品之 T340 則為 90~95%。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱：

高純度對酞酸之製法

提供一種高純度對酞酸之製法，不改變對二甲苯氧化工程之條件，可由簡單操作迅速控制對酞酸高純度製品之透過率，得以極度微細控制製造產品具有一定不純物含量之高純度對酞酸的高純度對酞酸之製法，其特徵為，由對酞酸之液相氧化所獲得之粗製對酞酸導入於反應器6，在添加氫觸媒之存在下加氫處理，施予晶析8，固液分離11，淤漿再水化14以及固液分離16而製造高純度對酞酸之方法，測定高純度對酞酸產品的透過率，使其測定值維持在一定值，並控制供應淤漿再水化洗淨水之溫度。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

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

A process for producing purified terephthalic acid capable of controlling the transmittance of the purified terephthalic acid product promptly in a simple procedure without necessitating to alter the condition of the oxidation of paraxylene to thereby permit a minute control of the process and to allow to obtain a purified terephthalic acid product with a low and constant impurity level within a certain range, which process comprises

hydrogenating a crude terephthalic acid resulting from a liquid phase oxidation of paraxylene in a hydrogenation reactor 6 in the presence of a hydrogenation catalyst, followed by precipitation of the crystals 8, a solid/liquid separation 11, re-slurrying 14 of the separated crystals in water and a further solid/liquid separation 16, to obtain a purified terephthalic acid; observing the transmittance of the resulting purified terephthalic acid; and controlling the temperature of the washing water so as to maintain the observed transmittance within a predetermined range.

六、申請專利範圍

第 87102171 號「高純度對酞酸之製法」專利案

(89 年 3 月 23 日修正)

六 申請專利範圍：

1. 一種高純度對酞酸之製法，其特徵為，

依對二甲苯之液相氧化所獲得之粗對酞酸在加氫觸媒之存在下加氫處理，

從加氫處理後之反應液析出對酞酸之結晶，

析出之結晶從母液加以分離，

分離之結晶以洗淨水予以洗淨，並測定所獲得高純度對酞酸之透過率，

控制洗淨水之溫度，使該透過率維持在設定值，

其中該洗淨水之溫度控制為：在透過率之測定值如超過設定值之上限時即降低洗淨水之溫度，而超出設定值之下限時即提升洗淨水之溫度，藉此將在波長

340nm 時結晶之透過率控制為 80~95% 者。

2. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中結晶之洗淨係將從固液分離所分離之結晶以洗淨水再淤漿化，使附著在結晶之不純物移動在洗淨水一方，然後施予固液分離。

3. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中結晶之洗淨係由晶析後之固液分離，在分離過後所移動之結晶層吹附以洗淨水而重複再淤漿化與固液分離之方法。

4. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中結晶之洗淨為從晶析後之固液分離將分離過後所移動之結晶層與洗淨水向流接觸取代溶劑之方法。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

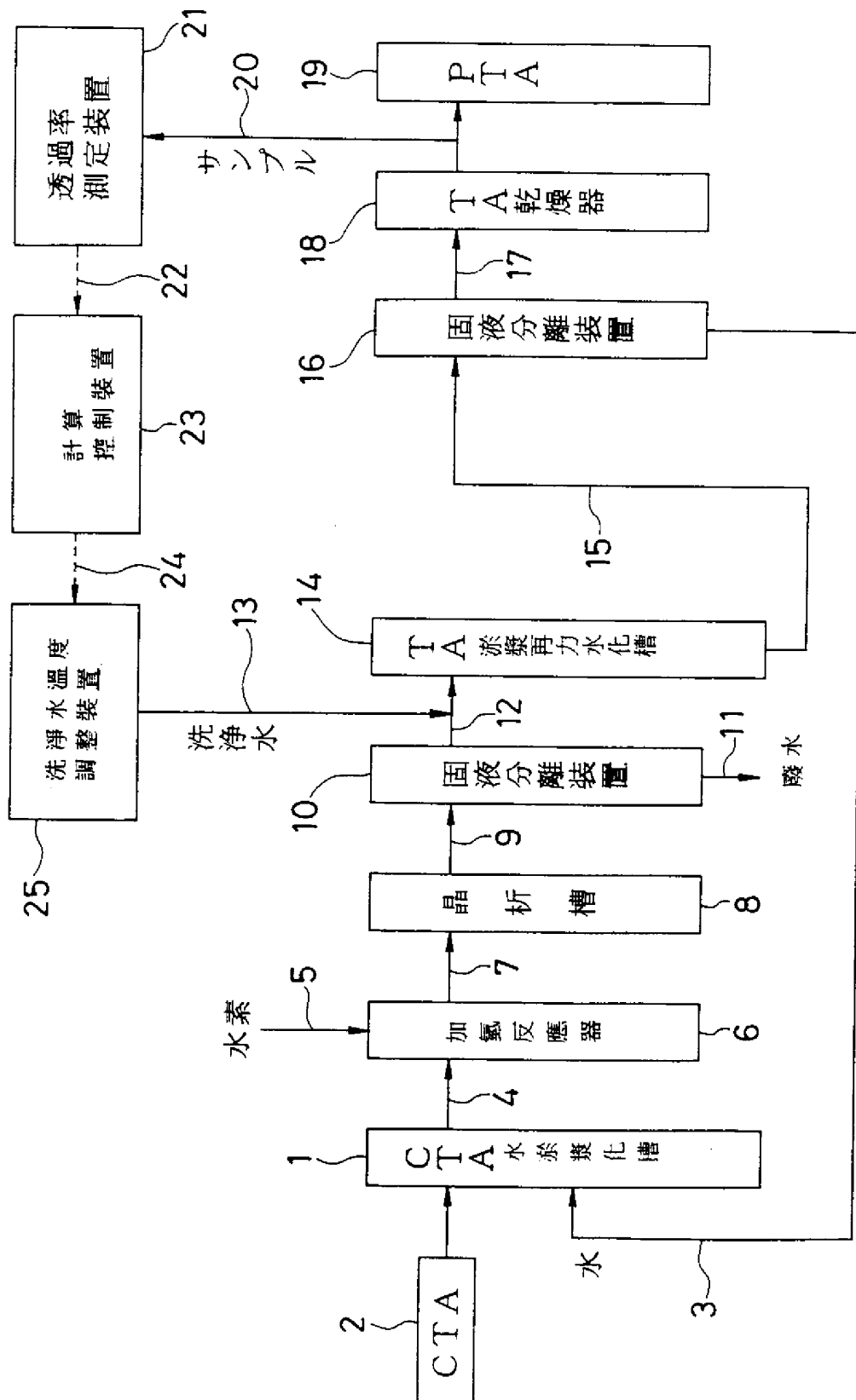
裝

煩請委員

內容

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

第1圖



89.13.23 修正
補充

438763

A7
B7

(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)

如特開平 7-149690 號所揭示一般，將晶析後之對酞酸淤漿使用旋轉式濾器或遠心分離機施予固液分離，分離後將移動之結晶層與洗淨水向流接觸取代溶劑之方法。

無論採用任何一種方法時，在最後係經由固液分離以及乾燥而製造高純度對酞酸，採樣乾燥後之高純度對酞酸測定透過率而確認其品質。通常以鹼性水溶液溶解高純度對酞酸而測定透過率，由分光光度計以 340nm 或 400nm 波長加以測定。

本發明係在其中所測定透過率之測定值，因控制洗淨水之溫度而使測定值形成爲一定值，如 80~95%，最好爲 91~94%。此時，如透過率之測定值超上限值時，即控制洗淨水的溫度以任意之幅度(例如 10℃)下降，而超下限值時即行控制上升任意之幅度(例如 10℃)。

附著在高純度對酞酸之不純物濃度愈接近於結晶表面則愈高，而此不純物溶出在洗淨水中時洗淨水之溫度愈容則其溶出量愈多。因此透過率之測定值超過上限時如下降洗淨水之溫度，則減少洗淨水中不純物之溶出量，相反者如超出下限值時因升高溫度而增加溶出量，結果包含在高純度對酞酸結晶不純物量(色度成分)之含量即可維持在一定數值之範圍之內。

依照本發明，將所製造高純度對酞酸之透過率維持在一定數值，因控制遂行晶析對酞酸結晶之洗淨水溫度，而不必改變對二甲苯氧化步驟之條件，可經由簡單之操

五、發明說明(2)

作，迅速控制高純度對酞酸產品之透過率，依此有可能施予極度精細之控制，而得以製造產品之不純物含量在一定範圍內之高純度對酞酸。

〔發明之實施形態〕

茲由第1圖說明本發明之實施形態如下。

第1圖係表示依此實施形態之高純度對酞酸製造方法之流程圖。

在第1圖中，1為粗對酞酸(CTA)之水淤漿化槽，製造高純度對酞酸，首先在CTA水淤漿化槽1供應以粗對酞酸(CTA)2及3經由攪拌形成淤漿。此淤漿經加熱，加壓溶解CTA，並將此對酞酸水溶液4及氫5供應在加氫反應器進行加氫處理。加氫處理過之反應液7即經減壓冷卻而導入於晶析槽8進行晶析。

所生成之淤漿9即在固液分離裝置10進行固液分離，同時排放分離後廢水11。依此得以除去對甲苯酸，色度成分等水溶性成分。分離後之結晶12即加入洗淨水(純水)13而在TA淤漿再水化槽14使之淤漿再水化。將淤漿15導入於固液分離裝置16做固液分離，回收分離液用做水3而返回至CTA水淤漿化槽1。被分離之結晶17在TA乾燥器18內予以乾燥，而製造高純度對酞酸(PTA)19。

關於以上製造步驟，從TA乾燥器18採取PTA之試樣20送至透過率測定裝置21測定其透過率，並將其測定值22輸入於計算控制裝置23。在計算控制裝置比較測定值22與設定值，如測定值超過上限時洗淨水之溫度例如下降

89.3.23

A7
B7

五 發明說明(8)

10℃超過下限時即行上升10℃並將此控制信號24輸入於洗淨水溫度調整裝置25。

洗淨水溫度調整裝置25即基於控制信號調整洗淨水溫度，並輸至TA淤漿再水化槽14。依此而控制從結晶至溶解於洗淨水中不純物之溶解量，結果可維持PTA產品19之透過率，亦即將不純物特有之色度成分含量維持在一定範圍。

茲針對有關於計算控制裝置23以洗淨水之溫度控制幅度計算方式所使用洗淨水之溫度與PTA透過率的相關式說明如次。

此相關式，係取出從TA乾燥器18所測出之PTA19透過率〔%〕做為y，取自供應於TA淤漿再水化槽14洗淨水之溫度〔℃〕為x，以此等實測值為基準由統計上方式加以作成。其中PTA之透過率，則以含有15重量%之2N KOH水溶液經由分光光度計測定PTA透過率所顯示之數值，分光光度計之波長為340nm時為T-340，400nm時則為T-400。

一般以y做為標的變數，x為說明變數時的回歸分析為一次，而有多次回歸分析或多項式回歸分析。通常回歸式以次數之加多更能提高其精度。以下就PTA透過率的一實例針對T-340之關係，以容易處理之一次式表示所以結果。

針對洗淨水之溫度與PTA之透過率依其實測值之回歸係數(a)以及回歸定數(b)係分別求出為0.02及90。又此

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

六、申請專利範圍

第 87102171 號「高純度對酞酸之製法」專利案

(89 年 3 月 23 日修正)

六 申請專利範圍：

1. 一種高純度對酞酸之製法，其特徵為，

依對二甲苯之液相氧化所獲得之粗對酞酸在加氫觸媒之存在下加氫處理，

從加氫處理後之反應液析出對酞酸之結晶，

析出之結晶從母液加以分離，

分離之結晶以洗淨水予以洗淨，並測定所獲得高純度對酞酸之透過率，

控制洗淨水之溫度，使該透過率維持在設定值，

其中該洗淨水之溫度控制為：在透過率之測定值如超過設定值之上限時即降低洗淨水之溫度，而超出設定值之下限時即提升洗淨水之溫度，藉此將在波長

340nm 時結晶之透過率控制為 80~95% 者。

2. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中結晶之洗淨係將從固液分離所分離之結晶以洗淨水再淤漿化，使附著在結晶之不純物移動在洗淨水一方，然後施予固液分離。

3. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中結晶之洗淨係由晶析後之固液分離，在分離過後所移動之結晶層吹附以洗淨水而重複再淤漿化與固液分離之方法。

4. 如申請專利範圍第 1 項之製法，其中結晶之洗淨為從晶析後之固液分離將分離過後所移動之結晶層與洗淨水向流接觸取代溶劑之方法。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

裝

煩請委員

內容

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製