

公告本
A4
C4

申請日期	87.6.30
案 號	87110560
類 別	C07C 1/14, C07C 5/16

(以上各欄由本局填註)

467894

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	結晶形羧酸之改良製法及裝置
	英 文	IMPROVED METHOD FOR PRODUCING CRYSTALLINE CARBOXYLIC ACIDS AND APPARATUS THEREFOR
二、發明 人	姓 名	1. 理查 保羅 丹 2. 馬克 安東尼 布里斯頓
	國 籍	均英國
三、申請人	住、居所	1. 英國耶姆市布姆克洛斯路1號 2. 英國哥杜翰郡達林頓市巴瑞肯路20號
	姓 名 (名稱)	美商杜邦股份有限公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國德來懷州威明頓市馬卡第街1007號
	代 表 人 姓 名	馬瑞安·迪·麥克奈海

467894

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ☐有 ☐無主張優先權

英國 1997年4月10日 9707274.8 ☐有 ☒無主張優先權

英國 1997年9月10日 9719123.3 ☐有 ☒無主張優先權

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

五、發明說明(1)

發明背景

本發明係申請 1997 年 9 月 10 日申請之 GB 申請案 9719123.3 及 1997 年 4 月 10 日申請之 GB 申請案 9707274.8 之發明。

發明背景

本發明有關一種產品之包裝及/或裝箱，尤其有關一種結晶形式之產品於包裝之前之處理。

本發明特別可應用於純芳族羧酸之製造，其一般係藉著對應先質之液相氧化形成粗芳族羧酸，之後進行純化，隨之自溶劑結晶所製造之類型。該芳族羧酸之一般實例及最常應用本發明者係為對苯二甲酸、異苯二甲酸、苯偏三酸、及 2,6-萘二甲酸。

該純產物係藉結晶自溶劑回收，而為濾渣形式。該濾渣通常係經洗滌，加熱乾燥，之後儲存所回收之純酸結晶。該產物通常係以連續方式製造。一般工業化製造對苯二甲酸之工廠，例如每年可製造由 300,000 至 800,000 公噸範圍內之產物，因此需要有用以儲存如此大量之熱產物之對應儲存設備例如筒倉，以儲存將輸送於包裝袋、散裝運輸容器等物中之產物。離開該乾燥器之產物通常係處於大幅超過 100℃ 之溫度，例如 115℃ 至高達 180℃，於輸送至包裝設備或散裝容器之前，一般係於該筒倉儲存設備中自然冷卻。

習用以製造對苯二甲酸之工廠，例如一般需要一或多個大容量筒儲存設備，以操作實質通量之產物，此種情況需

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(2)

要基本之投資，對應持續之維修費用。筒倉儲存之成本遠高於包裝產物之倉庫的成本。然而，雖然藉著縮短筒倉逗留時間可大幅減少筒倉儲存，其可藉著簡易包裝及較快將產物移至倉庫而達成，但較短之逗留時間及對應之較短冷卻時間，導致該酸結晶黏著於包裝/容器及軌車未加內襯之內表面，於散裝結晶材料中形成團塊，使產物之下游使用者/消費者遭遇卸貨及處理之問題。於相當高溫下將酸結晶裝入具有例如聚乙烯內襯之容器中時，所產生之問題係高溫使該內襯軟化或甚至損壞，導致產物污染。

發明簡述

本發明有關一種製造芳族羧酸之改良方法，尤其是選自包括對苯二甲酸、異苯二甲酸、苯偏三酸、及 2,6-萘二甲酸，其包括

(i)製造粗芳族羧酸，其係於脂族羧酸溶劑中使該芳族羧酸之先質進行液相氧化；(ii)回收該粗芳族羧酸氧化產物，使該氧化產物溶於水中；(iii)純化所溶解之氧化產物，並自溶液回收結晶形式之純化產物；(iv)於由 100 °C 至 180 °C 之高溫下乾燥所純化之結晶；及(v)將所乾燥之結晶輸送至用以儲存之筒倉，其改良處包括於該純化結晶輸送至該筒倉之前、之時或之後將流體化狀態之純化結晶冷卻至低於約 100 °C 之溫度，以低於 80 °C 為佳。

根據本發明之一具體實例，該改良處包括於具有經由冷卻區段循環之冷卻劑之冷卻區段內將該純化酸結晶分散成流體化狀態，使熱自該分散之純化結晶輸送至該冷卻劑，

五、發明說明(3)

並自該冷卻區段取除。該純化之酸結晶一般係於自乾燥器空氣運送至筒倉時分散成流體化狀態。因此，該純化之酸結晶之冷卻可於輸送過程中連續進行。

或該熱純化之酸結晶可自該乾燥器直接輸送至該儲存筒倉中，隨後於該純化結晶分批送入容器中時，於該筒倉下游根據本發明達成冷卻。預定重量-即一批-欲包裝之相對熱材料先自該筒倉餵入儲料器中。可單獨地使該材料於該儲料器中流體化歷經預定逗留時間以達到冷卻，或借助一或多個位於該儲料器內用以與該流體化材料接觸之熱交換器。冷卻之酸結晶材料卸入等待容器中，並重複該過程。

根據本發明另一個具體實例，該冷卻區段係為長型而垂直排列，該純化酸結晶藉著可使該結晶連續流經該冷卻區段之移動氣流例如空氣或惰性氣體諸如氮或其他惰性氣體而流體化。該配置係於流體化床之一般充分混合方式下使該純化酸結晶向上通過該冷卻區段。接近該純化結晶塔頂處，現已冷卻至 100°C 或更低溫度，以低於約 80°C 為佳，會溢流進用以輸送至該筒倉之出口內。根據本發明另一方面，該塔之截面積隨著自入口至出口之長度而增加，以使向上氣流速度保持所需範圍內，以隨著氣壓減弱及其體積增加而輸送純化酸結晶之流體化物質。

該冷卻區段之出口以位於該入口至該筒倉之上方為佳，以使該純化結晶流入該筒倉中，一般係為乾燥散裝材料，部分以重力幫助。此外，藉著設計高度對截面積比值高之垂直長型冷卻區段，發展純化結晶之流體化床所需之流體

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(4)

化氣體的體積可相對小，因此，操作上更經濟。

根據本發明另一層面，提供一種使芳族羧酸之純結晶或其他類似結晶材料之自 100 °C 至 180 °C 範圍內之原始溫度冷卻至由 50 °C 至 100 °C 範圍內之最終溫度的裝置，其包括一個大體上為長型之容器，該容器具有：

- (i) 至少一個用以承接該純結晶之入口；
- (ii) 至少一個用以卸除該純結晶之出口；
- (iii) 至少一個位於該容器內部介於該入口及該出口之間的冷卻區段；及
- (iv) 用以移動惰性氣流之裝置，使該惰氣以足以使該純酸結晶流體化之速度通過該容器，並使其自該至少一個入口通過該至少一個冷卻區段而到達該至少一個出口，而該氣流速度保持可運輸流體化之純酸結晶之期望範圍內。

流體化酸結晶之移動物流的冷卻係藉著將該散裝材料氣流輸送通過至少一個其中具有循環之冷卻劑介質之冷卻區段，而於例如該純酸結晶自乾燥器輸送至儲存筒倉之期間，於該散裝材料移動下簡便而經濟地完成。該冷卻劑介質可為加工水或任何其他適當之液體介質，可藉著通過一或多個位於該冷卻區段中之熱導管而導入該冷卻區段中，使該流體化散裝材料於通過該冷卻區段時橫越該管。離開該冷卻區段而已被加熱之冷卻劑可用於另一部分加工，諸如若為加工水，則例如用於洗滌於純化步驟後自溶液回收之純酸結晶。冷卻劑之熱傳使得所輸送之熱可用於加工之另一部分，而可於芳族羧酸製程中降低操作總成本。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

五、發明說明(5)

附圖簡述

圖 1 係為本發明之一具體實例中用以冷卻芳族羧酸純結晶之裝置即容器之正視圖。

圖 2 係為圖 1 所示之裝置之取代性具體實例的正視圖。

圖 3 係為本發明用以分批式操作並冷卻純酸結晶之裝置的正視圖。

圖 4 係為用於該儲存筒倉下游之本發明裝置的正視圖。

元件符號說明

10	管線	60	入口
12	容器	62	容器
14	多孔分佈柵	64	熱交換器
16	氣體輸入口	66	負載元件稱重系統
18	熱交換裝置	68	出口
24	管線	70	氣體入口
25	管線	72	艙房
25A	管線	74	多孔分佈板
40	塔	76	卸氣口
42	入口	80	冷卻容器
44	流體化床	82	儲存筒倉
46	冷卻區段	84	熱交換器線圈
48	出口	86	出口
50	氣體出口		

詳述

本發明一方面係一種製造芳族羧酸之改良方法，尤其是純對苯二甲酸。使用純對苯二甲酸製法說明本發明，於一般工業化方法中，對二甲苯係於高溫及高壓條件下於液相

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (5a)

反應中使用空氣或另一種氧來源氧化，該氧化係於包含 C2-C6 脂族羧酸但通常為工業操作乙酸之反應溶劑中，於包含一或多種重金屬化合物及一或多種促進劑化合物例如溴或含溴化合物之催化劑系統存在下進行。反應溶劑中存有水，係氧化反應所形成。一種適於工業化規模製造對苯二甲酸之公開氧化方法可參照歐洲專利第 502628 號，其內容在此供作參考。

該氧化方法產生具有主要污染物 4-羧基苣醛及各種著色體之粗製對苯二甲酸。為了純化用以製造聚酯聚合物之粗製酸，該粗製酸先溶於水中以形成水溶液，之後於高壓及高溫下氫化。該氫化過程使雜質化學性地還原，即 4-羧基苣醛轉化成對苯甲酸，藉著適當地控制回收方法，諸如例如使含水之母液結晶，以利用對苯甲酸之高溶解度，而單

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

張

訂

五、發明說明(6)

離高級對苯二甲酸產物。該純酸產物藉著適當之固液分離技術而自含水母液分離濾渣形式之該產物，例如於旋轉管乾燥器中乾燥，之後輸送至用以儲存之筒倉。該乾燥階段係使用熱達成，乾燥器中經乾燥之純產物的溫度一般為 125°C 左右，但溫度可高達 180°C 。最後，該產物自筒倉輸送至用以暫時儲存之適當散裝容器或用以直接輸送至最終使用者之油槽車及大管中。該運輸/儲存容器可為各種形式，諸如用於公路運輸之油槽車、用於海運之 ISO 容器-通常係於倉庫中暫時儲存一段時間之後-單節機動有軌車或筒倉車、及於輸送至最終使用者/消費者之前先儲存於倉庫中之大型儲存袋中。該 ISO 容器及儲存袋形式可塗覆保護性聚乙烯內襯。

若該產物僅於極當短筒倉儲存時間後包裝，其係為較佳之操作方法，同時工廠筒倉儲存中之產物庫存降低，該材料易黏著於任何未加內襯之散裝容器之內表面上。本發明所描述之用以操作純酸結晶之散裝容器一般係由 316 或 304L 不銹鋼、鋁、或同等抗腐蝕之材料所製造。304L 係為根據成本及抗腐蝕性選擇之較佳結構材料。除表面黏著性外，於產生操作問題之產物中發現其形成不期望之團塊。

相信乾燥產物中所含之溼氣係為此等問題之來源。該乾燥方法必然無法移除該純結晶中所含之所有溼氣。得自工業化乾燥器之出口之純對苯二甲酸結晶一般自然含有約 0.08 至 0.12 重量百分比之溼氣。該“乾燥”酸結晶之溼氣含

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(7)

量亦可能根據環境及加工因素諸如加工區中之環境溼氣、通風程度及使該材料與於一般操作下亦含有某些溼氣之輸送氣體接觸之效果而定。若將仍相當熱例如具有約 100 °C 或更高溫度之含溼氣產物置入容器諸如 ISO 容器中，散裝輸送或單節機動軌道車與其環境即環境或附近之溫度平衡，於該散裝材料中產生溫度梯度，該梯度造成較熱區中之水蒸發損失，而於該散裝產物之較冷區中凝結。因此，該散裝材料中有些極乾，而有些相當潮溼，造成團塊，使相當潮溼之材料因水之內聚力而黏著於容器內表面。

雖然前述研究顯示前述問題可藉著對得自乾燥器之產物中溼氣含量作較佳控制及控制來自其他來源之溼氣，並於各個運輸及儲存容器中使用低摩擦內襯材料諸如 PTFE 或聚乙烯內襯而獲解決，但採等此等成分之成本超過藉著降低筒倉儲存容量及對應之設備所達成之任何優點。

如前文所述，本發明係一種製造純結晶形式之芳族羧酸的改良方法，尤其是選自包括對苯二甲酸、異苯二甲酸、苯偏三酸及 2,6-萘二甲酸之酸，其中其改良處包括於該純結晶自乾燥器輸送至該儲存筒倉之前、之時或之後，將該流體化狀態之純結晶冷卻至約 100 °C 之溫度，以低於 80 °C 為佳，其中該乾燥酸結晶離開該乾燥器之溫度係由至高達 180 °C。根據本發明，於離開該乾燥器時或暫時儲存於該筒倉之時冷卻至至少 100 °C 或更低溫度之純羧酸結晶可於離開儲存筒倉後立即包裝，意即筒倉大小可隨著原始設備而對應縮小。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(8)

根據本發明之一具體實例，其改良處包括於冷卻區段內將該純結晶分散成流體化狀態，其中該冷卻區段內具有循環冷卻劑，用以使熱自相對熱之分散純結晶輸送至該冷卻劑，並自該冷卻區段取除。該純酸結晶一般係於自乾燥器氣流輸送至筒倉時分散為流體化狀態。因此，純酸結晶之冷卻可於輸送過程中連續達成。離開乾燥器之熱“乾”結晶係以惰性氣流流體化，而該流體化物質藉著通經冷卻區段之氣流而氣動輸送，並於送至儲存筒倉之途中冷卻。根據本發明裝置並操作一工業化規模之冷卻裝置，使熱可輸送至冷卻介質諸如水或其他加工液體，並於製程之其他地方重複使用所花費之成本，低於僅增加乾燥器之尺寸或溫度。

或該熱純酸結晶可直接自乾燥器輸送至儲存筒倉內，於該純結晶分批裝入容器中時於筒倉下游根據本發明達成冷卻效果。預定重量即一批相對熱之欲包裝材料先自筒倉餵入接收容器中。僅使該材料於接收容器中流體化歷經預定時間而達到冷卻效果，或借助一或多個位於接收容器內而用以與該流化材料接觸之熱交換器。冷卻酸結晶隨後卸入等待容器中，並重複該過程。

根據本發明另一個具體實例，該冷卻區段係位於大體上長型之容器內，而該容器垂直排列。該純結晶導入位於該冷卻區段之下方位位置之容器內或該冷卻區段之下方區段，藉著可使該結晶連續移動通過該冷卻區段之惰性氣體流體化。該容器之剖面區域，即冷卻區段，可自容器底部向頂

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

五、發明說明(9)

部增加，使流體化氣流之向上速度保持於預定範圍內，而隨著通過該容器或塔該氣體壓力降低，且氣體體積增加。該配置係使純結晶於流體化狀態下通過該冷卻區段，於接近該冷卻區段頂部處，冷卻至 100°C 或低於 100°C 之純結晶溢流至出口以輸送至筒倉中。該出口以位於筒倉入口為佳，使該純結晶 - 一般係為乾燥散裝材料 - 部分藉重力流入該筒倉中。此外，藉著設計含有高度對截面積大比値之冷卻區段的垂直長型容器，發展該純結晶流體化床並使彼通過該冷卻區段所需之流體化氣體用量可相對小，而操作較取代性設計經濟。

本發明另一方面提供一種用以冷卻純結晶之裝置，該結晶係為例如芳族羧酸，原始溫度係於由 100°C 至 180°C 範圍內，最終溫度係為由 50°C 至 100°C 範圍內，其包括垂直配置而大體為長型之容器，該容器具有：

- (i) 至少一個用以承接該純結晶之入口；
- (ii) 至少一個用以卸除該純結晶之出口；
- (iii) 至少一個位於該容器內部介於該入口及該出口之間的冷卻區段：及

(iv) 用以移動惰性氣流之裝置，使該惰氣以足以使該純酸結晶流體化之速度通過該容器，並使其自該至少一個入口通過該至少一個冷卻區段而到達該至少一個出口，而該氣流速度保持可運輸該流體化純酸結晶之期望範圍內。

現在參照附圖，圖 1 係為本發明之一具體實例用以冷卻芳族羧酸之純結晶之裝置即容器之正視圖，其係用以進行

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明(10)

由該乾燥器(未示)所承接之純酸結晶的上游冷卻。該熱乾結晶係經由管線 10 輸入容器 12 中。容器 12 界定冷卻區段，容器 12 內所示之第一個及第二個位置具有熱交換裝置 18。操作期間，純酸結晶之流體化床係經由氣體輸入口 16 藉著氣體例如空氣或惰性氣體諸如氮之輸入流而於多孔分佈柵 14 上方建立。熱交換裝置 18-可為管型或板型熱交換器，其中循環著水或其他適當之液體以充作冷卻介質-之位置係浸漬於移動中之酸結晶之流體化床中，以於該移動中之酸結晶向上通過容器時自彼移除熱。根據此種方式，移動中之純酸結晶的流體化體-散裝產物-係冷卻至由 50 °C 至約 100 °C 之溫度，以約 65 °C 為佳。於圖 1 所示之具體實例中，流體化氣體係經管線 24 排出。冷卻之酸結晶經由管線 25 離開該冷卻區段及流體化區，而儲存於筒倉(未示)中。經由管線 25A 卸除粗結晶材料及團塊以個別操作。經管線 24 卸除之流體化氣體可用以將該冷卻之酸結晶自容器 12 氣動輸送至筒倉。因為該純酸結晶產物係於移/輸送至用以儲存之筒倉之前冷卻，故後續自筒倉包裝於容器及包裝袋中之產物不會有溼氣於包裝中滲移之問題。

本發明裝置可由任何結構上可接受而不會造成該純產物污染諸如不腐蝕之適當材料所構成。不銹鋼諸如 316 及 304 不銹鋼可用於製造。

參照圖 2，根據此具體實例，冷卻容器係為長型而為塔型，其高度對應於自該塔接收冷卻產物之筒倉高度。此種特色有利於操作之經濟性及簡易性。實際上，適用於年產

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

張

訂

五、發明說明(11)

量約 700,000 公噸純羧酸結晶之生產設備之本發明裝置一般高度為 20 米，入口直徑約 0.75 米，頂部或卸料終端直徑為 1.18 米，而該冷卻區段中之熱傳約 340 米²。用以使惰性氣體通過該塔之裝置應可產生並保持約 0.25 米/秒之氣體速度，對應之氣流速率為 1800 公斤/小時。符合此等規格之壓力降約 0.0786 巴/米(78 仟帕/米)流體化粉末，整體塔等於 1.75 巴(175 仟帕)。高度及直徑當然視所需之工廠通量而定。

離開該乾燥器(未示)之熱微粒純酸結晶經由接近塔底之入口 42 藉移動氣流(例如空氣、氮或其他與該純酸結晶非反應性之氣體)而氣動輸送至塔 40 中。利用輸送氣流之流體化效應，該結晶於塔 40 中形成向上升高之流體化床，該流體化床之自由上表面係由參考編號 44 表示。因為該產物流向上流經塔 40，故其如圖示地橫越一系列冷卻區段 46，該區段係藉著冷卻劑例如水通經熱交換管或板所形成。於該流體化床之自由表面上，該冷卻之微粒結晶溢流入一或多個出口 48，以於重力作用下自該塔卸除。每個出口 48 皆可連接於各個儲存筒倉，以使冷卻酸結晶產物於重力下卸入該個別筒倉中。

圖 2 所示之具體實例的關鍵特色係其使該冷卻產物於重力下卸入具有相對高度之相鄰儲存筒倉之相對高度。塔 40 自接近入口 42 之較小截面積至接近出口 48 之較大截面積可具有階段式直徑，以於該氣體體積因塔向上方向之壓力降低而增加時，使移動中之流體化氣流之速度於該塔之不

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (12)

同區域中保持特定最小值。移動中之氣流的壓力會於垂直向上方向呈梯度式降低。該梯度係根據諸如容器直徑、冷卻區段數目、容器高度、產物體積等因素而定，而可根據技藝界已知之方法計算。傾斜梯度證明接近塔 40 頂部之氣壓降低，該處氣體體積對應於截面積之變大而增大。於接近塔 40 頂部之適當區域-高於該流體化床自由表面 44 之體積 44A-中減低之速度及壓力，有效地控制並避免易夾帶於氣流中而經由氣體出口 50 排出之細粉的損失。如所示般地隨著高度增加塔直徑，可使塔 40 內之流體化氣體速度保持適於經由該流體化床高度流體化/升高之最佳值。此種結構之其他優點係為就產物特定輸送體積而言，需要對應較低之氣流速率。

塔 40 高度一般係由儲存筒倉之高度決定，而塔 40 體積係由所操作之熱結晶材料流速所需之冷卻表面積決定。為達到所需之冷卻能力(即具有相同內部體積以調整所需之冷卻管長度)，於其高度具有均勻直徑之大體圓柱型塔之圓柱型底部較直徑隨著高度增加之塔大。塔底部直徑較大必然需要較高氣流速率以於塔底達到所需之流體化速度。

於圖 1 及 2 所示之具體實例中，該純酸結晶於該儲存筒倉之上游強制冷卻。然而，本發明之強制冷卻亦可於圖 3 所示之儲存筒倉之下游進行。於此具體實例中，用以輸送或包裝之熱純酸結晶可分批經由入口 60 自儲存筒倉輸送至容器 62 中，其裝置有具有適當之大小/表面積之熱交換器 64。容器 62 裝置於負載元件稱重系統 66 上，將預定重量

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (13)

之材料輸送至容器 62 中並通過彼者，以視情況用於包裝或裝入車中。操作期間，熱純酸結晶經由入口 60 自儲存筒倉卸入容器 62 中，保持於其中直至達到所需之溫度，此時經由出口 68 (其可具有適當之控制閥，未示) 將已冷卻之結晶產物卸入等待該儲存容器中。容器 62 之內容物可於批料逗留時間中使用例如空氣或氮作為流體化氣體介質流體化。惰性流體化氣體經氣體入口 70 送入艙房 72 中，其係位於容器底部及多孔分佈板 74 內部之體積，流體化氣體經該板進入而使容器中之結晶材料流體化。該流體化氣體經由卸氣口 76 離開容器 62。該流體化氣體可使該結晶物質冷卻以補充熱交換器 64 之冷卻效果，但於某些情況下，該流體化氣體可為主要或唯一之冷卻來源。

於圖 3 所示之具體實例中，保持容器 62 之大小係適於欲充填之最大容器 (即 ISO 容器、油槽車等)。欲包裝及運輸之對應材料重量經由入口 60 自筒倉餵入容器 62 中。因為藉著移動氣流流體化故可短時間保持其中，之後直接卸入等待容器或用以運送之油槽車中。

位於用以分批稱重之負載元件 66 上之裝置容器 62 係選擇性，但優於其他類型之稱重系統，用以精確控制欲包裝之材料。

圖 4 說明圖 3 所示之具體實例的變化，其中冷卻容器 80 係直接裝置於儲存筒倉 82 之卸料出口。冷卻劑於熱交換器線圈 84 中循環。可提供流體化氣體以幫助該冷卻酸結晶自出口 86 卸出。此具體實例中，冷卻容器 80 以儲存筒倉之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (14)

整體零件形式裝入，而可於任何時間進行冷卻，若需要，則於將該純酸結晶卸入容器中之前。

於各個具體實例中，冷卻劑、純加工水、溶劑等，適於再循環用於芳族羧酸製程之其他部分。若製造純對苯二甲酸，例如若冷卻劑為水，則其可再循環而用以洗滌自結晶回收之結晶產物，或用以於純化之前溶解粗製對苯二甲酸。此兩種水再循環方式皆根據本發明利用自純對苯二甲酸結晶回收之熱。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

四、中文發明摘要 (發明之名稱：結晶形羧酸之改良製法及裝置)

一種製造乾燥結晶形式之純芳族羧酸之改良方法，其包括於乾燥步驟後，而於包裝之前，將流體化狀態之結晶冷卻至 100°C 或低於 100°C 之溫度，及一種供該方法使用之裝置。

英文發明摘要 (發明之名稱：IMPROVED METHOD FOR PRODUCING CRYSTALLINE CARBOXYLIC ACIDS AND APPARATUS THEREFOR)

Improved process for producing purified aromatic carboxylic acid in the form of dried crystals which comprises cooling the crystals in a fluidized state after the drying step to a temperature at or below 100°C prior to packaging and an apparatus therefor.

公告專利範圍

89.10.18

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

1. 一種製造純芳族羧酸之改良方法，其包括：
 - (i)製造粗製芳族羧酸，其係於脂族羧酸溶劑中使該芳族羧酸之先質進行液相氧化；
 - (ii)回收該粗製芳族羧酸氧化產物，使該氧化產物溶於水中；
 - (iii)純化所溶解之氧化產物，並自該水溶液回收結晶形式之純化產物；
 - (iv)於由100℃至180℃之高溫下乾燥所純化之結晶；及
 - (v)將所乾燥之結晶輸送至用以儲存之筒倉，其改良處包括於該純化結晶輸送至該筒倉之前、之時或之後將流體化狀態之純化酸結晶冷卻至低於100℃之溫度。
2. 根據申請專利範圍第1項之改良方法，其改良處為於具有經由冷卻區段循環之冷卻劑之冷卻區段內將該純化酸結晶分散成流體化狀態，使熱自該分散之純化結晶輸送至該冷卻劑，並於冷卻該純酸結晶之同時自該冷卻區段取除。
3. 根據申請專利範圍第2項之改良方法，其改良處為該冷卻區段係為長型而垂直排列，該純結晶自該乾燥器卸出，藉移動之情氣流分散成流體化狀態，該流體化結晶自入口連續移動通過該冷卻區段而達出口，並卸入筒倉中。
4. 一種冷卻裝置，其係使芳族羧酸之純結晶自由100℃至180℃範圍內之原始溫度冷卻至由50℃至100℃範圍內之最終溫度，其包括一個大體上為長型而垂直排列之容

六、申請專利範圍

器，該容器具有：

- (i)至少一個用以承接該純結晶之入口；
 - (ii)至少一個用以卸除該純結晶之出口；
 - (iii)至少一個位於該容器內部介於該入口及該出口之間的冷卻區段；及
 - (iv)用以移動惰性氣流之裝置，使該惰氣以足以使該純酸結晶流體化之速度通過該容器，並使其自該至少一個入口通過該至少一個冷卻區段而到達該至少一個用以自該容器卸出之出口。
5. 根據申請專利範圍第4項之裝置，其中該容器之截面積係沿其長度自入口區之第一個值增加至出口區之最終值。
6. 根據申請專利範圍第5項之裝置，其中該長型容器係為圓柱型，該圓柱之截面積係沿其長度根據預定增量自入口區之第一個直徑增加至出口區之最終直徑。
7. 根據申請專利範圍第3項之改良方法，其中該惰性氣體係選自氮及空氣，而該冷卻劑係選自溶劑、加工水或純水。
8. 根據申請專利範圍第5或6項之裝置，其另外包括至少一個筒倉，其具有與該容器之出口連通而用以承接該冷卻純結晶之入口。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

公告本

467894

87110560

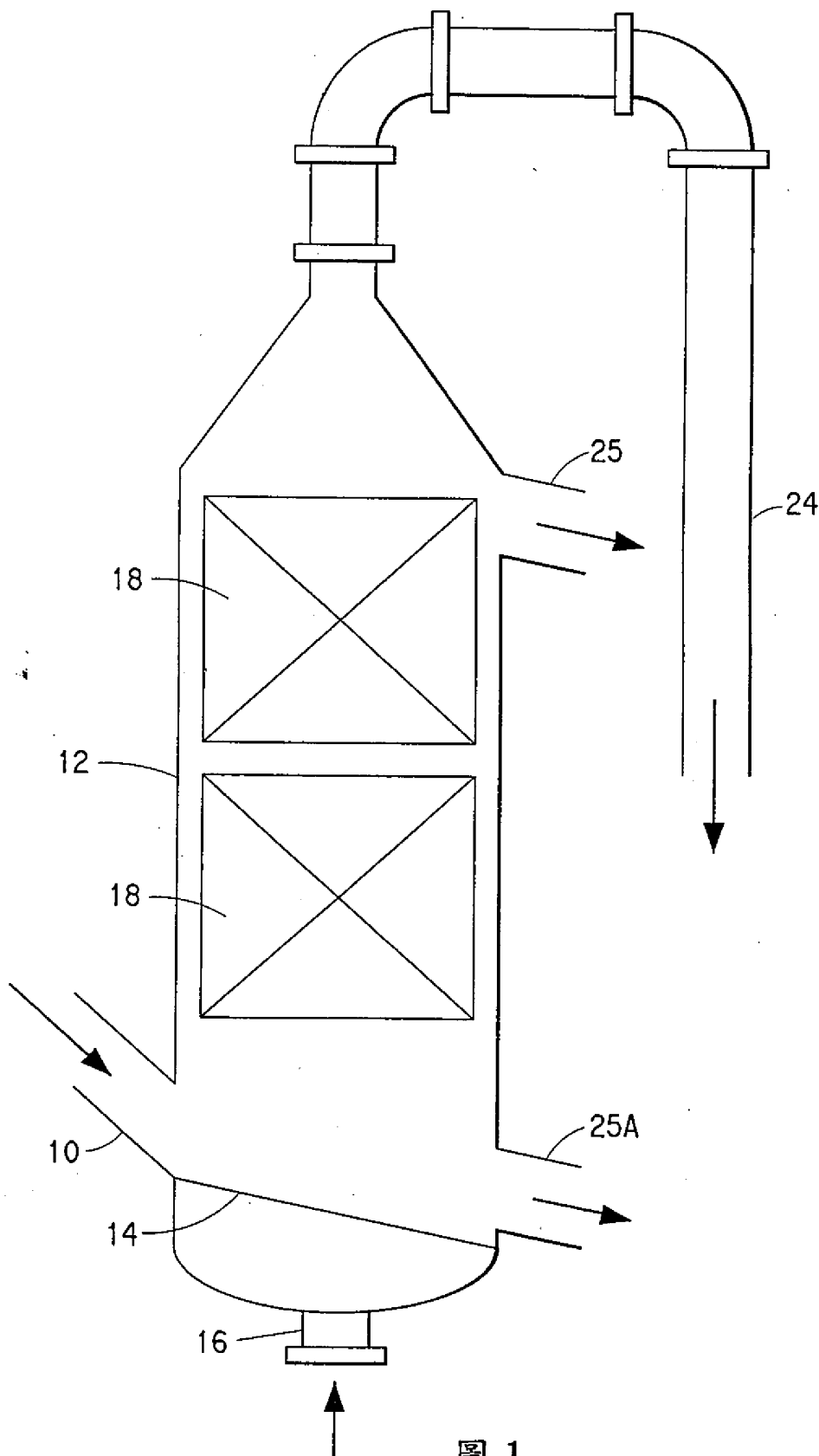


圖 1

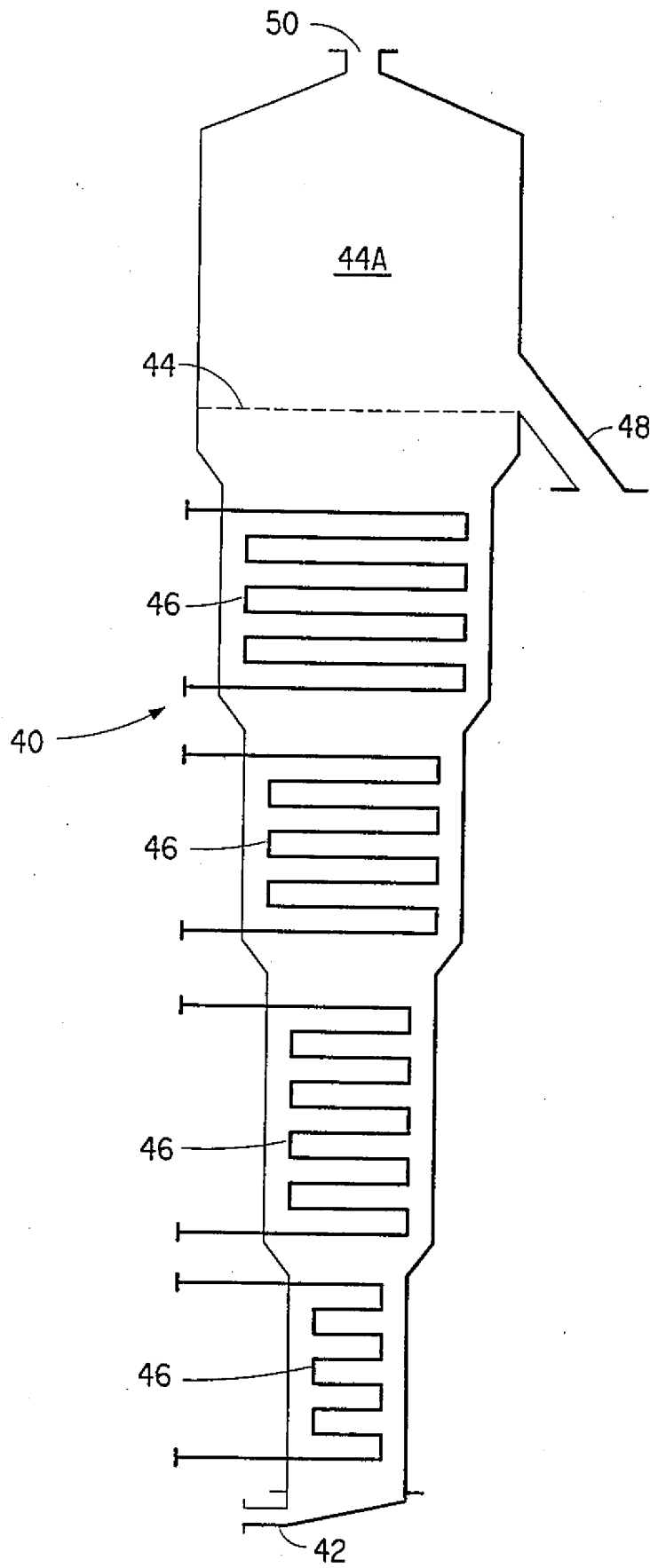


圖 2

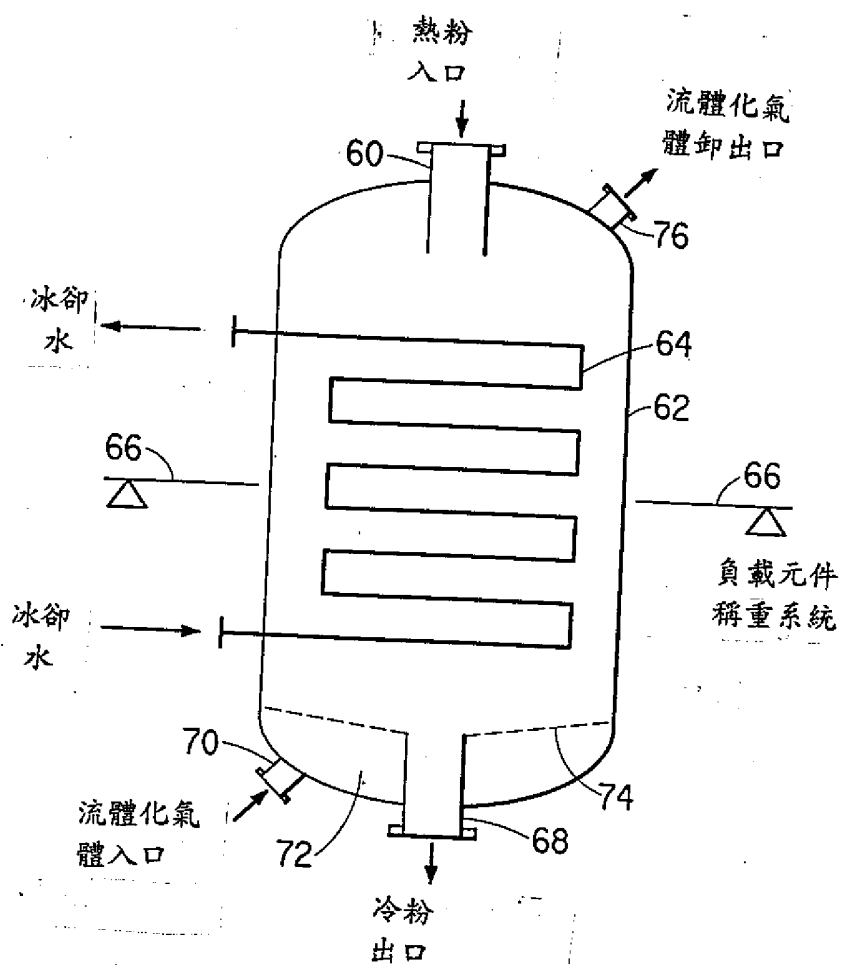


圖 3

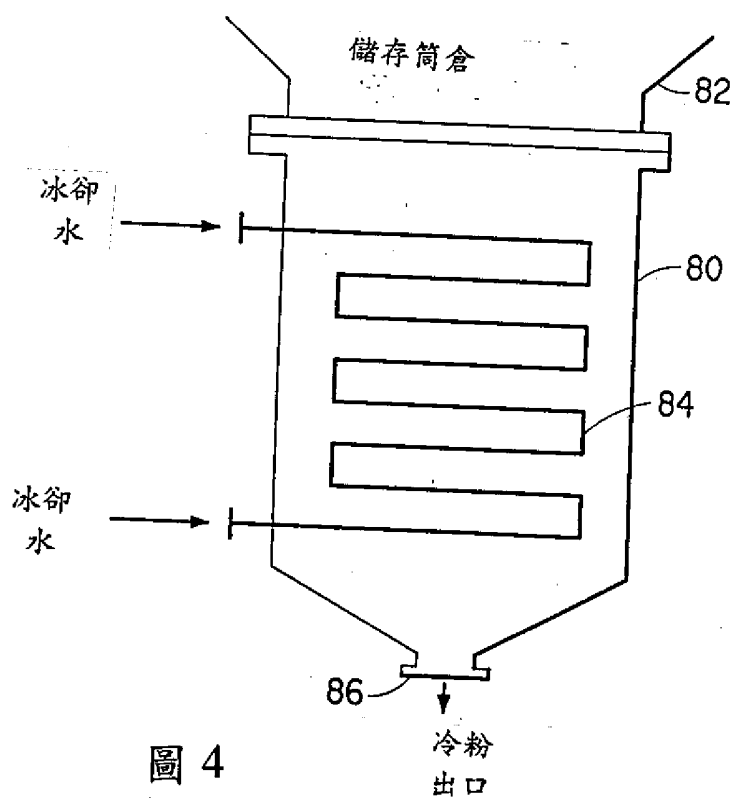


圖 4

五、發明說明(5)

附圖簡述

圖 1 係為本發明之一具體實例中用以冷卻芳族羧酸純結晶之裝置即容器之正視圖。

圖 2 係為圖 1 所示之裝置之取代性具體實例的正視圖。

圖 3 係為本發明用以分批式操作並冷卻純酸結晶之裝置的正視圖。

圖 4 係為用於該儲存筒倉下游之本發明裝置的正視圖。

元件符號說明

10	管線	60	入口
12	容器	62	容器
14	多孔分佈柵	64	熱交換器
16	氣體輸入口	66	負載元件稱重系統
18	熱交換裝置	68	出口
24	管線	70	氣體入口
25	管線	72	艙房
25A	管線	74	多孔分佈板
40	塔	76	卸氣口
42	入口	80	冷卻容器
44	流體化床	82	儲存筒倉
46	冷卻區段	84	熱交換器線圈
48	出口	86	出口
50	氣體出口		

詳述

本發明一方面係一種製造芳族羧酸之改良方法，尤其是純對苯二甲酸。使用純對苯二甲酸製法說明本發明，於一般工業化方法中，對二甲苯係於高溫及高壓條件下於液相

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (5a)

反應中使用空氣或另一種氧來源氧化，該氧化係於包含 C2-C6 脂族羧酸但通常為工業操作乙酸之反應溶劑中，於包含一或多種重金屬化合物及一或多種促進劑化合物例如溴或含溴化合物之催化劑系統存在下進行。反應溶劑中存有水，係氧化反應所形成。一種適於工業化規模製造對苯二甲酸之公開氧化方法可參照歐洲專利第 502628 號，其內容在此供作參考。

該氧化方法產生具有主要污染物 4-羧基苣醛及各種著色體之粗製對苯二甲酸。為了純化用以製造聚酯聚合物之粗製酸，該粗製酸先溶於水中以形成水溶液，之後於高壓及高溫下氫化。該氫化過程使雜質化學性地還原，即 4-羧基苣醛轉化成對苯甲酸，藉著適當地控制回收方法，諸如例如使含水之母液結晶，以利用對苯甲酸之高溶解度，而單

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

張

訂

公告專利範圍

89.10.18

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

1. 一種製造純芳族羧酸之改良方法，其包括：
 - (i)製造粗製芳族羧酸，其係於脂族羧酸溶劑中使該芳族羧酸之先質進行液相氧化；
 - (ii)回收該粗製芳族羧酸氧化產物，使該氧化產物溶於水中；
 - (iii)純化所溶解之氧化產物，並自該水溶液回收結晶形式之純化產物；
 - (iv)於由100℃至180℃之高溫下乾燥所純化之結晶；及
 - (v)將所乾燥之結晶輸送至用以儲存之筒倉，其改良處包括於該純化結晶輸送至該筒倉之前、之時或之後將流體化狀態之純化酸結晶冷卻至低於100℃之溫度。
2. 根據申請專利範圍第1項之改良方法，其改良處為於具有經由冷卻區段循環之冷卻劑之冷卻區段內將該純化酸結晶分散成流體化狀態，使熱自該分散之純化結晶輸送至該冷卻劑，並於冷卻該純酸結晶之同時自該冷卻區段取除。
3. 根據申請專利範圍第2項之改良方法，其改良處為該冷卻區段係為長型而垂直排列，該純結晶自該乾燥器卸出，藉移動之情氣流分散成流體化狀態，該流體化結晶自入口連續移動通過該冷卻區段而達出口，並卸入筒倉中。
4. 一種冷卻裝置，其係使芳族羧酸之純結晶自由100℃至180℃範圍內之原始溫度冷卻至由50℃至100℃範圍內之最終溫度，其包括一個大體上為長型而垂直排列之容