



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

第1の固液分離区域内において固液混合物を濾過して、固体生成物を含むフィルターケーキを形成し、ここで、第1の固液分離区域は少なくとも1つのフィルター部材を横切って圧力差を加えるように構成されているロータリープレッシャーフィルター装置を含み、フィルターケーキはかかる少なくとも1つのフィルター部材上に形成され；

ロータリーフィルター装置内においてフィルターケーキを洗浄流体で洗浄して、湿潤状態のフィルターケーキを形成し；

湿潤状態のフィルターケーキを再スラリー化区域に送って、湿潤状態のフィルターケーキを再スラリー化流体と混合してスラリーを形成し；

スラリーを固液分離区域に送って、固体生成物をスラリーから分離する；  
ことを含む、固液混合物から固体生成物を回収する方法。

**【請求項 2】**

湿潤状態のフィルターケーキを、乾燥しないでロータリープレッシャーフィルター装置から再スラリー化区域に送る、請求項1に記載の方法。

**【請求項 3】**

ロータリープレッシャーフィルター装置は、乾燥区域を有さずに運転するように構成されている、請求項1に記載の方法。

**【請求項 4】**

第2の固液分離区域は、ロータリー真空フィルターを含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 5】**

第2の固液分離区域は、乾燥器を更に含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 6】**

洗浄流体は、水を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 7】**

再スラリー流体は、水を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 8】**

洗浄流体は、再スラリー化区域に導入される流れの全質量の30重量%を構成する、請求項1に記載の方法。

**【請求項 9】**

固体生成物は、芳香族化合物を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 10】**

固体生成物は、芳香族カルボン酸を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 11】**

固体生成物は、テレフタル酸を含む、請求項1に記載の方法。

**【請求項 12】**

固液混合物を、固体が結晶化される結晶化区域から第1の固液分離区域に送る、請求項1に記載の方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

[0001]本出願は、2013年12月31日出願の仮出願61/922,247(参照として本明細書中に包含する)の35USC§119(e)に基づく優先権を主張する。

[0002]本発明は、概して固液分離方法、特にロータリープレッシャーフィルターを用いる固液分離方法に関する。

**【背景技術】****【0002】**

[0003]多段階分離技術によってより高純度の固体生成物を得ることができるが、装置において実質的により多い投資が必要な可能性がある。多段階分離における資本支出を減少させる1つの方法は、ロータリープレッシャーフィルターを用いることによるものである

。ロータリープレッシャーフィルターは、単体の装置において多段階分離方法の複数の工程の1より多くを行うように設計されている。例えば、公知のロータリープレッシャーフィルターは、濾過を行ってフィルターケーキを形成し、次にフィルターケーキを洗浄する。次に、洗浄されたフィルターケーキを乾燥した後にロータリープレッシャーフィルターから排出する。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

[0004]これらの有利性にもかかわらず、かかるプロセスに関する資本支出および変動費を減少させながら、非常に有効な固液分離を与える必要性が継続して存在する。

10

【課題を解決するための手段】

【0004】

[0005]本発明の一形態によれば、本発明にしたがって固液混合物から固体生成物を回収する方法が提供される。本発明の他の形態によれば、この方法は、第1の固液分離区域内において固液混合物を濾過してフィルターケーキを形成することを含む。フィルターケーキは固体生成物を含む。第1の固液分離区域は、少なくとも1つのフィルター部材を横切って圧力差を加えるように構成されているロータリープレッシャーフィルター装置を含み、フィルターケーキはフィルター部材上に形成される。次に、ロータリーフィルター装置内でフィルターケーキを流体で洗浄して、湿潤状態のフィルターケーキを形成する。湿潤状態のフィルターケーキを再スラリー化区域に送って、再スラリー化流体と混合してスラリーを形成する。このスラリーを第2の固液分離区域に送って、そこで固体生成物をスラリーから分離する。

20

【0005】

[0006]本発明の他の形態は以下の記載を考慮して明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0006】

【図1】[0007]図1は、本発明の一態様による固液に関するプロセスフロー図を示す。

【図2】[0008]図2は、本発明方法の一態様において用いるのに好適なロータリープレッシャーフィルター装置の断面を示す。

30

【発明を実施するための形態】

【0007】

[0009]概略紹介として、本発明は、固液混合物から固体生成物を回収するための非常に有効な多段階プロセスに関する。本方法は、従来の方法と比べて装置に関する資本支出および変動費を減少させるように構成されている。

【0008】

[0010]本発明の幾つかの態様においては、本方法は、フィルター部材を横切って圧力差を加えるように構成されており、第1の固液分離区域を画定しているロータリープレッシャーフィルター装置内において、固液混合物を濾過して、フィルター部材上に固体生成物を含むフィルターケーキを形成し；ロータリーフィルター装置内においてフィルターケーキを洗浄流体で洗浄して、湿潤状態のフィルターケーキを形成し；湿潤状態のフィルターケーキを再スラリー化区域に送って、湿潤状態のフィルターケーキを再スラリー化流体と混合してスラリーを形成し；スラリーを固液分離区域に送って、固体生成物をスラリーから分離する；ことを含む。幾つかの態様においては、湿潤状態のフィルターケーキは、乾燥しないでロータリープレッシャーフィルター装置から再スラリー化区域に送る。幾つかの態様においては、ロータリープレッシャーフィルター装置は、乾燥区域を有しないで運転するように構成されている。

40

【0009】

[0011]幾つかの態様においては、固体生成物は医薬または食品成分製品である。他の態様においては、固体生成物は化学物質、または特に石油化学物質である。幾つかの態様においては、生成物はパラキシレンのような芳香族炭化水素である。他の態様においては、

50

生成物はテレフタル酸のような芳香族カルボン酸である。

【0010】

[0012]本方法は新しい製造プラント中に含ませることができ、或いは遠心分離器、洗浄器、および乾燥器のような既存の装置を、濾過区域および洗浄区域を有するが、乾燥区域を有しないで運転するように構成されているロータリープレッシャーフィルター装置に置き換えることによって、既存の製造プラント中に組み込むことができる。

【0011】

[0013]本発明による方法は、遠心分離器を設置して関連する電気コストを負う必要性を排除する。本方法はまた、単体の装置で濾過および洗浄を行うことも可能にする。

[0014]ここで図1を参照すると、本発明の一態様にしたがって固液混合物から固体生成物を分離するための多段階方法が、概して100において示されている。

10

【0012】

[0015]図1において示されるように、固液混合物は、110を通して、ポンプ104およびロータリープレッシャーフィルター装置112を含む第1の固液分離区域中に供給される。ライン110内の固液混合物は、固液混合物を放出する上流の装置(図示せず)、例えば結晶化器、再スラリー化容器、化学反応器、または混合装置からの流出物を含んでいてよい。固体は、固液混合物中に任意の濃度で存在していてよい。一態様においては、固体成分は固液混合物の40～50重量%を構成する。

【0013】

[0016]ロータリープレッシャーフィルター装置112をフィルターに対して正圧下で運転して、固体から液体を除去し、固体を更なる処理のために回収する。ロータリープレッシャーフィルター装置は当該技術において一般的に知られており、例えば米国特許第2,741,369号明細書、米国特許第7,807,060号明細書、および米国特許出願公開第2005/0051473号明細書において開示されている。

20

【0014】

[0017]図2は、本発明によるロータリープレッシャーフィルター装置112の一態様を示す。図2において示されるように、ロータリープレッシャーフィルター装置112は、矢印116によって示されるように回転する回転フィルタードラム114を含む。フィルタードラム114の周囲に複数の区画118が配置されており、フィルタードラム114と共に回転する。区画118は、それぞれフィルタードラムに隣接しているフィルター部材(図示せず)を含む。幾つかの態様においては、フィルター部材は織布を含む。それぞれの区画118にはまた対応する流出口管120が付随しており、これもまたフィルタードラム114および区画118と共に回転する。流出口管120は、それぞれの区画116からの濾液がフィルタードラム114に隣接するその対応するフィルター部材を通過して、その対応する流出口管中に送られるように構成されている。

30

【0015】

[0018]ロータリープレッシャーフィルター装置112はまた、複数の固定部品も含む。ロータリープレッシャーフィルター装置112は、概して124で示される濾過区域、概して126で示される洗浄区域、概して128で示される放出区域などの複数の区域に分割されている。濾過区域124は、固液混合物から固体生成物を分離および回収するための多段階プロセスの第1段階を画定する。それぞれの区域は、封止部材130a、130b、および130cによって隣接する区域から分離されている。

40

【0016】

[0019]固液混合物流は、流入口132を通してロータリープレッシャーフィルター装置112の濾過区域124に導入される。流入口132は、固液混合物を区画118中に分配するプレナム134と流体連通している。幾つかの態様においては、濾過区域内の圧力を、約3bar(g)～約7bar(g)、幾つかの態様においては5bar(g)～6bar(g)に維持する。区画118と流出口管120の間、および区画内のフィルター部材を横切って維持される圧力差の結果として、固液混合物の液体は、区画118内のフィルター部材を通過して流出口管120中に押出される。流出口管は、濾液を回収するた

50

めの濾液放出管（図示せず）と流体連通している。固液混合物の固体成分は、フィルターケーキの形態でフィルター部材上に残留する。

【0017】

[0020]この時点では、フィルターケーキを有している区画118は、それらの回転を続けて洗浄区域126へ移動する。流入口142を通して洗浄流体流140を洗浄区域126中に導入する。幾つかの態様においては、洗浄流体は、フィルターケーキ1kgあたり約0.5kg～約1.5kgの洗浄流体の速度で導入する。流入口142は、洗浄流体を区画118中に分配するプレナム144と流体連通している。幾つかの態様においては、洗浄区域内の圧力を、約3bar(g)～約7bar(g)、幾つかの態様においては5bar(g)～6bar(g)に維持する。区画118と流出口管120の間、および区画内のフィルター部材を横切って維持される圧力差の結果として、洗浄流体は、区画118内のフィルター部材上に存在するフィルターケーキ中に導入されて、湿潤状態のフィルターケーキを形成する。フィルター部材を通して洗浄流体の一部を流出口120中に取り出して、フィルターケーキに付着しているか、またはフィルターケーキの間隙内に存在している可能性がある固液混合物から不純物および残留液体をそれと一緒に取り出す。洗浄流体の他の部分は、この時点では湿潤状態のフィルターケーキ内に残留する。幾つかの態様においては、湿潤状態のフィルターケーキは、約25重量%～約50重量%の残留洗浄流体を含む。洗浄流体は、フィルターケーキを更に処理して最終固体生成物を回収することを妨げないで、フィルターケーキから不純物を除去するように選択される。一態様においては、洗浄流体は水を含む。他の態様においては、洗浄流体は統合プロセスの他の部分からの凝縮液を含む。

10

20

30

【0018】

[0021]この時点では、湿潤状態のフィルターケーキを有する区画118は、それらの回転を続けて放出区域128に移動する。湿潤状態のフィルターケーキは、重力によって放出することができる。幾つかの態様においては、放出区域128は、湿潤状態のフィルターケーキの放出を助けるためのプロワーまたはスクレーパーのようなフィルターケーキ離脱器具（図示せず）を含む。湿潤状態のフィルターケーキを放出流出口152から取り出した後、区画118のフィルター部材を清浄化するために、すぎ溶液を流入口162中に注入し、その後、ロータリープレッシャーフィルター装置112によって次のサイクルを続ける。

【0019】

[0022]当業者であれば、ロータリープレッシャーフィルター装置112の他の構造を本発明にしたがって用いることができる認識するであろう。例えば、ロータリープレッシャーフィルター装置に、複数の濾過区域および複数の洗浄区域を含ませることができる。しかしながら、従来のプロセスとは異なり、ロータリープレッシャーフィルター装置は乾燥区域を含まない。その結果、放出区域126において放出される湿潤状態のフィルターケーキは、洗浄区域124中に導入される洗浄流体140の少なくとも一部を含む。

【0020】

[0023]再び図1を参照すると、ロータリープレッシャーフィルター装置112から排出される湿潤状態のフィルターケーキは、ライン210を通して、1以上の再スラリー化容器220、230を含む再スラリー化区域に送られる。図1に示す態様においては、湿潤状態のフィルターケーキは、湿潤状態のフィルターケーキを乾燥することなく再スラリー化区域に送る。

40

【0021】

[0024]ライン222を通して、再スラリー化流体を再スラリー化容器220中に導入する。再スラリー化容器220には攪拌器224が装備されており、湿潤状態のフィルターケーキおよび再スラリー化流体をスラリーにする。図1に示す態様においては、再スラリー化区域は、これも攪拌器234が装備されている第2の再スラリー化容器230を含んでおり、これはライン228を通して第1の再スラリー化容器220からの流出物を受容する。第2の再スラリー化容器230は、場合によっては更なる再スラリー化流体のため

50

の流入口 232 も有する。レベル検出制御バルブ 240 によって、スラリーが第 1 の再スラリー化容器内に所定のレベルに達した時点で容器の間でスラリーを移動させることができ。制御バルブ 240 によって、それぞれの再スラリー化容器を他のものと独立した圧力で運転することが可能である。このように、第 1 の再スラリー化容器 220 は、ロータリープレッシャーフィルター装置 112 およびロータリープレッシャーフィルター装置 112 の上流の装置内の圧力と同等の昇圧で運転することができ、第 2 の再スラリー化容器 230 は、下流の装置と同等の圧力で運転することができる。幾つかの態様においては、第 1 の再スラリー化容器 220 は、約 3 bar (g) ~ 約 7 bar (g) 、幾つかの態様においては約 5 bar (g) ~ 約 6 bar (g) の圧力で運転する。

## 【0022】

[0025]再スラリー化流体は、フィルターケーキを更に処理して最終固体生成物を回収することを妨げないで、且つ湿潤状態のフィルターケーキ内に未だに残留している洗浄流体と不利に相互作用しないでフィルターケーキから不純物を除去するように選択される。再スラリー化流体は、洗浄流体と同一または異なっていてよい。一態様においては、再スラリー化流体は水を含む。他の態様においては、再スラリー化流体は統合プロセスの他の部分からの蒸気凝縮液を含む。

## 【0023】

[0026]第 2 の再スラリー化容器 230 は、スラリーを流出口ライン 238 中に放出する。ライン 238 は、スラリーを第 2 の最終固液分離区域 300 に送る。図 1 に示す態様においては、固液分離区域 300 は、スラリーを受容して、真空濾過によってスラリー中の液体の大部分を除去するロータリー真空フィルター 310 を含む。得られるフィルターケーキをロータリー真空フィルターから排出してスクリューコンベヤー 340 に供給し、これによってフィルターケーキを次にガス燃焼ロータリー乾燥器 350 に送る。ライン 360 を通して最終固体生成物を乾燥器から取り出す。当業者であれば、他の装置を第 2 の固液分離区域 300 内で用いることができ、例えば、例えば他の濾過装置、遠心分離器、および乾燥器を用いることができることを認識するであろう。

## 【0024】

[0027]幾つかの態様においては、最終固体生成物は、不純物がほとんど残留していないかまたは全く残留していない実質的に純粋な生成物を含む。例えば幾つかの態様においては、固体生成物は重量基準で少なくとも 99 % の純度である。他の態様においては、固体生成物は重量基準で少なくとも 99.7 % の純度である。他の態様においては、固体生成物は重量基準で少なくとも 99.9 % の純度である。

## 【実施例】

## 【0025】

[0028]本発明の一態様においては、ライン 110 内の固液混合物は、パラキシレンから精製テレフタル酸を製造するための統合プロセスの一部としての結晶化塔からの流出物である。この態様においては、固液混合物は、約 40 重量 % の固体テレフタル酸、水、およびパラトルイル酸、ヒドロキシメチル安息香酸、および 4 - カルボキシベンズアルデヒドのような約 1000 ppm の不純物を含む。固液混合物を、濾過区域において約 6 bar (g) で運転しているロータリープレッシャーフィルター装置 112 に供給する。濾過の後、洗浄流体として水を加え、ロータリープレッシャーフィルター装置から排出される湿潤状態のフィルターケーキを含む得られる流れは、約 30 重量 % の水を含む。湿潤状態のフィルターケーキ流を、4 bar (g) で運転する再スラリー化容器 220 に導入し、再スラリー化流体として水を導入する。得られるスラリーを、制御バルブ 240 を通して大気圧で運転する再スラリー化容器 230 中に送り、ここで再スラリー化液体として更なる水を導入する。第 2 の再スラリー化容器 230 から排出されるスラリーは、約 50 重量 % の固体テレフタル酸、約 200 ppm のパラトルイル酸、約 5 ppm の 4 - カルボキシベンズアルデヒドを含み、残りは水である。ロータリー真空フィルター 310 内で濾液を除去し、乾燥器 350 内でフィルターケーキを乾燥した後、最終テレフタル酸生成物は、150 ppm 未満のパラトルイル酸、および 5 ppm 未満の 4 - カルボキシベンズアルデヒ

10

20

30

40

50

ドを含む。

【0026】

[0029]上記の詳細な説明および添付の図面は説明および例示の目的で与えるものであり、添付の特許請求の範囲を限定することは意図しない。ここに示す現在好ましい態様における多くのバリエーションは、当業者に明らかであり、添付の特許請求の範囲およびそれらの均等範囲内に包含される。

【0027】

[0030]添付の特許請求の範囲において示す部材および特徴を異なるように組み合わせて、これも同様に本発明の範囲内に含まれる新しい請求項を形成することができると理解すべきである。而して、下記の添付の従属請求項は単一の独立請求項または従属請求項のみに従属しているが、これらの従属請求項は、或いは代わりに任意の先行する請求項（独立請求項であっても従属請求項であっても）に従属させることができ、かかる新しい組合せは本願の一部を形成すると理解すべきであることを理解すべきである。

10

【図1】

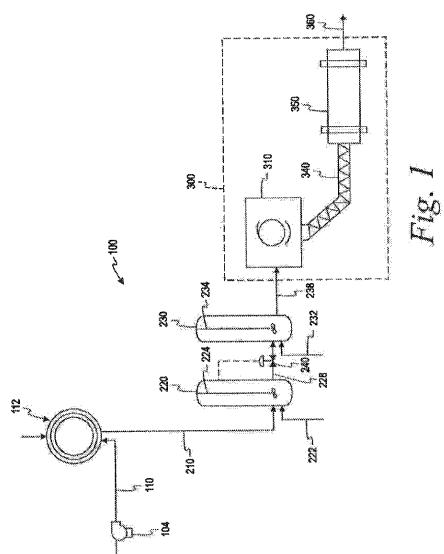


Fig. 1

【図2】

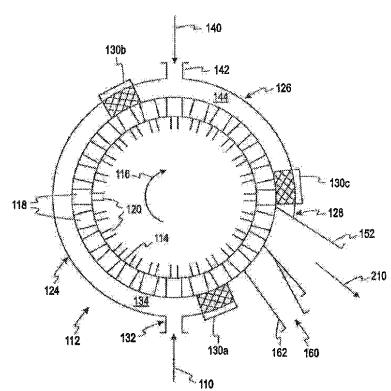


Fig. 2

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No PCT/US2014/072629									
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. B01D33/073 C07C51/43 ADD.											
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC											
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01D C07C											
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched											
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  EPO-Internal, WPI Data											
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left; padding: 2px;">Category*</th> <th style="text-align: left; padding: 2px;">Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th style="text-align: left; padding: 2px;">Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center; padding: 2px;">Y</td> <td style="padding: 2px;">JP 2005 263653 A (TORAY INDUSTRIES) 29 September 2005 (2005-09-29) figure 1 -----</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">1-12</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; padding: 2px;">Y</td> <td style="padding: 2px;">US 5 676 847 A (YAMAMOTO RYOICHI [JP] ET AL) 14 October 1997 (1997-10-14) figure 1 column 3, line 23 - line 31 -----</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">1-12</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	Y	JP 2005 263653 A (TORAY INDUSTRIES) 29 September 2005 (2005-09-29) figure 1 -----	1-12	Y	US 5 676 847 A (YAMAMOTO RYOICHI [JP] ET AL) 14 October 1997 (1997-10-14) figure 1 column 3, line 23 - line 31 -----	1-12
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.									
Y	JP 2005 263653 A (TORAY INDUSTRIES) 29 September 2005 (2005-09-29) figure 1 -----	1-12									
Y	US 5 676 847 A (YAMAMOTO RYOICHI [JP] ET AL) 14 October 1997 (1997-10-14) figure 1 column 3, line 23 - line 31 -----	1-12									
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.									
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed											
Date of the actual completion of the international search  9 April 2015		Date of mailing of the international search report  22/04/2015									
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentkaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Arrojo, Sergio									

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No  
PCT/US2014/072629

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
JP 2005263653	A 29-09-2005	NONE		
US 5676847	A 14-10-1997	AT 148364 T 15-02-1997 CA 2124041 A1 25-11-1994 CN 1099312 A 01-03-1995 DE 69401620 D1 13-03-1997 DE 69401620 T2 26-06-1997 EP 0630673 A1 28-12-1994 ES 2100021 T3 01-06-1997 JP H06327915 A 29-11-1994 TW 259721 B 11-10-1995 US 5676847 A 14-10-1997		

## フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I テーマコード(参考)  
**B 01D 33/58 (2006.01)**

(81) 指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,R0,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,D0,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JP,KE,KG,KN,KP,KR,KZ,LA,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US

(74) 代理人 100112634

弁理士 松山 美奈子

(72) 発明者 パーツス, トーマス・エム

アメリカ合衆国イリノイ州 60563, ネイパーウィル, ウエスト・ワレンヴィル・ロード 150, メール・コード 200-1ダブリュー

(72) 発明者 キーズ, ティモシー

アメリカ合衆国イリノイ州 60563, ネイパーウィル, ウエスト・ワレンヴィル・ロード 150, メール・コード 200-1ダブリュー

F ターム(参考) 4D026 BA03 BB05 BC24 BC26 BC29 BE06 BF09 BF21 BH07  
4H006 AA02 AA04 AD17 BJ50 BS30