



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101287696 B

(45) 授权公告日 2012.06.27

(21) 申请号 200680023627.2

*C07C 63/26* (2006.01)

(22) 申请日 2006.05.18

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

60/682,767 2005.05.19 US

11/365,055 2006.03.01 US

US 5359133 A, 1994.10.25, 全文.

WO 9730963 A1, 1997.08.28, 全文.

审查员 杨永明

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007.12.28

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2006/019329 2006.05.18

(87) PCT申请的公布数据

W02008/010785 EN 2008.03.13

(73) 专利权人 奇派特石化有限公司

地址 墨西哥新莱昂州

(72) 发明人 P·E·吉布森 K·R·帕克

R·S·奥米德拉

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 刘元金 李连涛

(51) Int. Cl.

*C07C 51/42* (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 51 页 附图 18 页

(54) 发明名称

生成富集羧酸组合物的方法

(57) 摘要

提供生产富集的羧酸组合物的方法,所述富集的羧酸组合物由包含羧酸的组合物与富集进料在富集区接触而形成富集的羧酸组合物所生成。本发明还涉及从羧酸组合物中除去催化剂以生成催化剂除去后组合物的方法和所得的组合物。

1. 生产富集组合物的方法,所述方法包括使至少一种选自冷却的羧酸组合物、结晶的浆液组合物、浆液组合物和粗羧酸组合物的物流除去催化剂以提供催化剂除去后组合物,和使得所述催化剂除去后组合物与富集进料在富集区接触,以形成所述的富集组合物;

其中,所述富集进料包含至少一种选自下列一组的化合物:对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯-三羧酸异构体、苯甲酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基芪异构体、三羧基联苯异构体、三羧基二苯甲酮异构体、二羧基二苯甲酮异构体、二羧基偶苯酰异构体、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸异构体、乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、 $\alpha$ -溴-甲苯甲酸异构体、溴-苯甲酸、溴-乙酸、甲苯甲醛异构体、苄醇异构体、甲基苄醇异构体和苯二醛异构体;其中至少一种所述化合物被富集。

2. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 10ppmw。

3. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 100ppmw。

4. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 1000ppmw。

5. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 5wt%。

6. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 25wt%。

7. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 30wt%。

8. 按照权利要求 1 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 50wt%。

9. 按照权利要求 1 的方法,其中至少 3 种所述化合物被富集。

10. 按照权利要求 1 的方法,其中至少 5 种所述化合物被富集。

11. 按照权利要求 1 的方法,其中至少 7 种所述化合物被富集。

12. 按照权利要求 1 的方法,其中,所述冷却的羧酸组合物,或结晶的浆液组合物,或浆液组合物,或粗羧酸组合物包含对苯二甲酸。

13. 按照权利要求 12 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 10ppmw。

14. 按照权利要求 12 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 100ppmw。

15. 按照权利要求 12 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 1000ppmw。

16. 按照权利要求 12 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 5wt%。

17. 按照权利要求 12 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 25wt%。

18. 按照权利要求 12 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 30wt%。

19. 按照权利要求 12 的方法,其中所述冷却的羧酸组合物、或所述结晶的浆液组合物,或所述浆液组合物,或所述粗羧酸组合物包含对苯二甲酸。

20. 按照权利要求 12 的方法,其中至少 3 种所述化合物被富集。

21. 按照权利要求 12 的方法,其中至少 5 种所述化合物被富集。

22. 按照权利要求 12 的方法,其中至少 7 种所述化合物被富集。

23. 按照权利要求 1 的方法,其中,所述冷却的羧酸组合物,或结晶的浆液组合物,或浆液组合物,或粗羧酸组合物包含间苯二甲酸。

24. 按照权利要求 23 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 10ppmw。

25. 按照权利要求 23 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 100ppmw。

26. 按照权利要求 23 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 1000ppmw。

27. 按照权利要求 23 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 5wt%。

28. 按照权利要求 23 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 25wt%。

29. 按照权利要求 23 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 30wt%。
30. 按照权利要求 23 的方法,其中至少 3 种所述化合物被富集。
31. 按照权利要求 23 的方法,其中至少 5 种所述化合物被富集。
32. 按照权利要求 23 的方法,其中至少 7 种所述化合物被富集。
33. 按照权利要求 1 的方法,其中,所述富集进料包含至少一种选自下列一组的化合物:间苯二甲酸、偏苯三酸、4,4'-二羧基联苯、邻苯二甲酸、4-羟甲基苯甲酸和苯甲酸;其中至少一种所述化合物被富集;以及其中,所述冷却的羧酸组合物,或结晶的浆液组合物,或浆液组合物,或粗羧酸组合物包含对苯二甲酸。
34. 按照权利要求 33 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 10ppmw。
35. 按照权利要求 33 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 100ppmw。
36. 按照权利要求 33 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 1000ppmw。
37. 按照权利要求 33 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 5wt%。
38. 按照权利要求 33 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 25wt%。
39. 按照权利要求 33 的方法,其中至少一种所述化合物被富集至少 30wt%。
40. 按照权利要求 33 的方法,其中至少 3 种所述化合物被富集。
41. 按照权利要求 33 的方法,其中所有的所述化合物都被富集。

## 生成富集羧酸组合物的方法

[0001] 相关申请的交叉参考

[0002] 本申请要求美国临时申请系列号 60/682,767 (2005 年 5 月 19 日提交) 的优先权, 其全部内容引入本文作为参考。

### 发明领域

[0003] 本发明涉及通过使羧酸组合物与富集进料在富集区接触从而形成富集的羧酸组合物的方法和由此形成的富集的羧酸组合物。本发明还涉及从冷却的羧酸组合物中除去催化剂的方法和所得的组合物。

[0004] 发明背景

[0005] 在商业上, 对苯二甲酸通过在至少一种催化剂 (例如, Co、Mn 和 Br 催化剂) 和溶剂 (一般为乙酸) 存在下氧化对二甲苯而制得。对苯二甲酸一般以除去由于氧化对二甲苯而形成的杂质的方式来制备。

[0006] 对苯二甲酸 (TPA) 是生产用于塑料、纤维、薄膜、涂料、容器和其它制品的缩聚物和共聚物 (特别是聚酯和共聚酯) 中的中间体。商业上特别重要的是聚 (对苯二甲酸乙二酯), 称为 PET, TPA 和乙二醇 (EG) 的聚酯以及相关的共聚酯。制造 TPA 的工业化生产过程通常基于对二甲苯的多价过渡金属催化氧化, 通常在乙酸溶剂中使用溴化物促进剂。由于在实际氧化条件下, TPA 在乙酸中具有有限的溶解度, 因此在氧化反应器中通常形成主要包含 TPA 的晶体团块浆液。一般地, 将 TPA 氧化剂浆液从反应器中取出, 并且利用常规的固-液分离技术将 TPA 固体从氧化剂母液中分离出来。将含有在该工艺中使用的大部分催化剂和促进剂的氧化剂母液物流循环至氧化反应器中。除了催化剂和促进剂之外, 氧化剂母液物流还含有溶解的 TPA 和多种副产物、杂质和其它化合物。这些其它化合物、氧化副产物和杂质部分来源于以少量存在于对二甲苯进料物流中的化合物。由于对二甲苯的不完全氧化导致部分氧化产物, 出现了其它化合物和氧化副产物。由于因将对二甲苯氧化为对苯二甲酸而形成的竞争性副反应而又产生了其它化合物和氧化副产物。将公开生产对苯二甲酸的专利如美国专利 4,158,738 和 3,996,271 在其不抵触本文中所述内容的程度上以其全部内容引入本文作为参考。

[0007] 进行循环的氧化剂母液物流中的许多化合物对进一步氧化是相对惰性的, 但是它们对其它反应 (包括分解和转化为其它化合物) 并不是惰性的。所述化合物包括, 例如间苯二甲酸 (IPA)、苯甲酸和邻苯二甲酸。在氧化剂母液物流中的可以进行进一步氧化的化合物也是存在的, 比如, 例如在氧化对二甲苯 (亦称 1,4-二甲苯) 的情形中, 如 4-羧基苯甲醛、p-甲苯甲酸、p-甲苯甲醛和对苯二甲醛的化合物。对于氧化相对惰性的并且在工艺中未被除去的化合物在循环时在氧化剂母液物流中积累。

[0008] 通常, 粗制对苯二甲酸 (CTA) 通过以下方式进行纯化: 或者转化为二甲酯, 或者溶解在水中, 随后利用标准加氢催化剂进行氢化。最近, 已经将代替氢化的二级氧化处理用于生产聚合物等级的 TPA。令人期望的是: 最小化母液中的杂质浓度, 从而有利于随后的 TPA 的纯化。在一些情形中, 除非利用一些手段将杂质从氧化剂母液物流中除去, 否则不可能生

产出纯化的聚合物等级的 TPA。

[0009] 一种在化学处理工业中通常使用的除去杂质的工艺是抽取或者“清除”部分母液物流作为循环物流。一般地,将清除物流简单地排掉,或者如果在经济上证明可行的话,使其经受多种处理从而除去不期望的杂质,同时回收有价值的组分。清除方法的一种实例是美国专利 4939297,在其不抵触本文中所述内容的程度上以其全部内容引入本文作为参考。

[0010] 生产纯化的对苯二甲酸 (PTA) 的 CTA 的纯化增加了 PTA 的制造成本。令人期望的是,将对苯二甲酸中的副产品、杂质和其它化合物的浓度最大化至如下的程度,使对苯二甲酸特别是在生产聚(对苯二甲酸乙二酯) (PET) 聚合物和由此形成的制品如薄膜、容器和纤维中保持有用性。

[0011] 实用性的一种实例是在羧酸工艺(特别是对苯二甲酸工艺)中提高的收率。本发明的另一实用性是控制工艺中具体化合物目标的柔性。例如,可以将部分特定的化合物保留在催化剂除去区中的产物上和/或富集在富集区中的产物中,从而使得它们与产物物流一起排出,或者使它们离开所述工艺。另一实用性是该工艺允许选择置于非 TPA 工艺中产物物流上的化合物。另一实用性是选择加至 TPA 产物物流上的共聚单体,例如,可加入 IPA。

[0012] 发明概述

[0013] 在本发明的第一实施方案中,提供一种生成富集组合物的方法。该方法包括使至少一种选自冷却的羧酸组合物、结晶的浆液组合物、浆液组合物和粗羧酸组合物的物流和富集进料进入富集区,以形成所述的富集组合物;其中,所述富集进料包含至少一种选自下列一组的化合物:对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯-三羧酸异构体、苯甲酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基茈异构体、三羧基联苯异构体、三羧基二苯甲酮异构体、二羧基二苯甲酮异构体、二羧基偶苯酰异构体、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸异构体、乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、 $\alpha$ -溴-甲苯甲酸异构体、溴-苯甲酸、溴-乙酸、甲苯甲醛异构体、苄醇异构体、甲基苄醇异构体和苯二醛异构体;其中至少一种所述化合物被富集。

[0014] 在本发明的另一实施方案中,提供一种生成富集组合物的方法。该方法包括使冷却的羧酸组合物,或结晶的浆液组合物,或浆液组合物,或粗羧酸组合物的物流和富集进料进入富集区,以形成所述的富集组合物;其中,所述富集进料包含至少一种选自下列一组的化合物:对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯-三羧酸异构体、苯甲酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基茈异构体、三羧基联苯异构体、三羧基二苯甲酮异构体、二羧基二苯甲酮异构体、二羧基偶苯酰异构体、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸异构体、乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、 $\alpha$ -溴-甲苯甲酸异构体、溴-苯甲酸、溴-乙酸、甲苯甲醛异构体、苄醇异构体、甲基苄醇异构体和苯二醛异构体;其中,至少一种所述化合物被富集;以及其中,所述冷却的羧酸组合物,或结晶的浆液组合物,或浆液组合物,或粗羧酸组合物包含对苯二甲酸。

[0015] 在本发明的另一实施方案中,提供一种生成富集组合物的方法。该方法包括使冷却的羧酸组合物,或结晶的浆液组合物,或浆液组合物,或粗羧酸组合物的物流和富集进料进入富集区,以形成所述的富集组合物;其中,所述富集进料包含至少一种选自下列一组的化合物:间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯-三羧酸异构体、苯甲酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基茈异构体、三羧基联苯异构体、三羧基二苯甲酮

异构体、二羧基二苯甲酮异构体、二羧基偶苯酰异构体、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸异构体、乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、 $\alpha$ -溴-甲苯甲酸异构体、溴-苯甲酸、溴-乙酸、甲苯甲醛异构体、苄醇异构体、甲基苄醇异构体和苯二醛异构体；其中，至少一种所述化合物被富集；以及在其中，所述冷却的羧酸组合物，或所述结晶的浆液组合物，或所述浆液组合物，或所述粗羧酸组合物包含间苯二甲酸。

[0016] 在本发明的另一实施方案中，提供一种生产富集组合物的方法。该方法包括使冷却的羧酸组合物，或结晶的浆液组合物，或浆液组合物，或粗羧酸组合物的物流和富集进料进入富集区，以形成所述的富集组合物；其中，所述富集进料包含至少一种选自下列一组的化合物：间苯二甲酸、偏苯三酸、4,4'-二羧酸联苯、邻苯二甲酸、4-羟基苯甲酸、4-羟甲基苯甲酸和苯甲酸；其中，至少一种所述化合物被富集；以及其中，所述冷却的羧酸组合物，或所述结晶的浆液组合物，或所述浆液组合物，或所述粗羧酸组合物包含对苯二甲酸。

[0017] 对于本领域技术人员来说，在阅读本说明书后，上实施方案及其它实施方案将变得更加显而易见。

[0018] 附图简述

[0019] 图 1A 和 B 图解说明了本发明的一种实施方案，其中生成了干燥羧酸组合物 280。

[0020] 图 2 图解说明了本发明的多种实施方案，其中可以使用多个液体置换区 40。

[0021] 图 3 图解说明了本发明的一种实施方案，其中结晶的浆液组合物 160 可以通过多种不同的方法生成。

[0022] 图 4 图解说明了本发明的一种实施方案，其中粗制羧酸组合物或者浆液组合物可以通过多种不同的方法生成。

[0023] 图 5 图解说明了本发明的一种实施方案，其中催化剂除去后组合物 200 由羧酸组合物 214 在催化剂除去区 180 中形成。

[0024] 图 6 图解说明了本发明的一种实施方案，其中使用催化剂除去区 180 和富集区 210，从而由冷却的羧酸组合物 170 生成富集组合物 240。

[0025] 图 7 图解说明了本发明的一种实施方案，其中富集组合物 240 在富集区 210 中由催化剂除去后组合物 200 生成。

[0026] 图 8 图解说明了本发明的一种实施方案，其显示了多个富集进料 220 点。

[0027] 图 9 图解说明了本发明的多个实施方案，其中富集了羧酸组合物 214 和 / 或结晶的浆液组合物 160。

[0028] 图 10 图解说明了本发明的多个实施方案，其中羧酸组合物 214 在扩展的富集区 213 中进行富集。

[0029] 图 11 图解说明了本发明的多个实施方案，其中可以将富集区 210 和催化剂除去区 180 合并成至少一个总的催化剂除去 / 富集区 181 或者至少一种实现这两种功能的装置。

[0030] 图 12、13、14 和 15 图解说明了本发明的一种实施方案，其显示了给定工艺中的多种富集进料 220。

[0031] 图 16 图解说明了本发明的一种实施方案，其中富集组合物 240 被直接送至酯化反应区 610。

[0032] 图 17 图解说明了本发明的一种实施方案，其中水湿滤饼组合物 246 被直接传送到酯化反应区 610。

[0033] 图 18 图解说明了本发明的一种实施方案,其中使用芳族原料 10 来生成催化剂除去后组合物 200。

[0034] 图 19 图解说明了本发明的一种实施方案,其中使用芳香原料 10 生成富集组合物 240。

[0035] 图 20A 和 B 图解说明了本发明的一种实施方案,其中催化剂除去区 180 是任选的,富集区 210 是需要的。

[0036] 发明详述

[0037] 通过参考本发明以下优选实施方案的详述和本文中所包含的实施例和附图及其先前和随后的说明,本发明可以更易于得到理解。

[0038] 在公开和描述本发明化合物、组合物、制品、设备和 / 或方法之前,应当理解本发明并不限于具体的合成方法、具体的工艺或者具体的装置,因为它们当然可以变化。同样应当理解,本文中使用的术语仅仅是为了描述具体实施方案的目的,并无意成为限制性的。

[0039] 在此说明书和随后的权利要求中,将涉及多个应当定义为具有以下含义的术语:

[0040] 除非在上下文中另外进行了清楚说明,在说明书和所附权利要求书中使用的单数形式“一”和“这”包括复数参照物。由此,例如,催化剂除去区包括一个或多个催化剂除去区。

[0041] 在本文中,范围可以表示为从“约”一个特定的值开始,和 / 或至“约”另一个特定的值。当表示此类范围时,另一实施方案包括从一个具体值开始和 / 或至另一个具体值。类似地,当通过使用前缀“约”将数值表示为近似值时,应当理解该特定值形成了另一实施方案。另外应当理解,每个范围的端点在相关于其它端点和独立于其它端点之外两方面都是重要的。

[0042] “任选的”或者“任选地”是指随后描述的事件或者情况可能存在或者可能不存在,并且所述描述包括其中所述事件或环境存在的情况和其中所述事件或环境不存在的情况。例如,短语“任选加热的”是指该材料可能被加热或者可能未被加热,并且该短语包括加热的和没有加热的过程。尽管在本发明宽泛范围内所列的数值范围和参数都是近似值,但是列于具体实施例中的数值都尽可能精确地进行报告。然而,任何数值都必然固有地包含某些源于其各自试验测量中存在的标准偏差的误差。

[0043] 在本说明书和权利要求中所述的范围意图特别包括整个范围,而非仅仅端点。例如,所述 0-10 的范围意在公开 0-10 之间的所有整数,比如 1、2、3、4 等,0-10 之间的所有分数,例如 1.5、2.3、4.57、6.113 等,以及端点 0 和 10。并且,与化学取代基团相关的范围,例如“C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub> 烃”,意在特别包括和公开 C<sub>1</sub> 和 C<sub>5</sub> 烃以及 C<sub>2</sub>、C<sub>3</sub> 和 C<sub>4</sub> 烃。

[0044] 在本发明的一种实施方案中,催化剂除去后组合物 200 任选地与富集进料 220 在富集区 210 中接触。浆液组合物 70 或者结晶的浆液组合物 160 或者冷却的羧酸组合物 170 或者粗制羧酸组合物 30 能够以本领域已知的生成羧酸组合物的任何常规方法进行制备。然后,把浆液组合物 70 或者结晶的浆液组合物 160 或者冷却的羧酸组合物 170 或者粗制羧酸组合物 30 随后用于生成干燥羧酸组合物 280 或者富集组合物 240 或者脱水滤饼组合物 260。例如,在图 1A 和 B 中给出了制备催化剂除去后组合物 200 的方法。

[0045] 图 1A 中的步骤 (a) 包括在初级氧化区 20 中氧化芳族原料 10,从而形成粗制羧酸组合物 30。芳族原料 10 包含至少一种可氧化的化合物、至少一种溶剂和至少一种催化剂。

[0046] 本发明的一种实施方案涉及可氧化的化合物的液相部分氧化。优选地,所述氧化在包含于一个或多个搅拌反应器中的多相反应介质的液相中进行。合适的搅拌反应器包括,例如,鼓泡-搅拌反应器(例如,泡罩塔反应器)和机械搅拌反应器(例如,连续搅拌釜反应器)。所述液相氧化优选地在泡罩塔反应器中进行。

[0047] 如本文所用,术语“泡罩塔反应器”应当表示用来促进多相反应介质内化学反应的反应器,其中反应介质的搅拌主要通过气泡向上运动穿过反应介质而提供。如本文所用,术语“搅拌”应当表示为引起流体流动和/或混合的、消耗到反应介质中的功。如本文所用,术语“大多数”、“主要”和“绝大部分”应当是指大于50%。

[0048] 存在于芳族原料10中的可氧化的化合物优选包括至少一个烃基基团。更优选地,所述可氧化的化合物是芳族化合物。更优选地,所述可氧化的化合物是具有至少一个连接的烃基基团或者至少一个连接的被取代的烃基基团或者至少一个连接的杂原子或者至少一个连接的羧酸官能团(-COOH)的芳族化合物。进一步更优选地,所述可氧化的化合物是具有至少一个连接的烃基基团或者至少一个连接的被取代的烃基基团的芳族化合物,各个连接的基团含有1-5个碳原子。进一步更优选地,所述可氧化的化合物是具有恰好两个连接的基团的芳族化合物,各个连接的基团包含恰好一个碳原子并且包括甲基和/或被取代的甲基和/或至多一个羧酸基团。进一步更优选地,所述可氧化的化合物为对二甲苯、间二甲苯、对甲苯甲醛、间甲苯甲醛、对甲苯甲酸、间甲苯甲酸和/或乙醛。最优选地,所述可氧化的化合物是对二甲苯。

[0049] 如本文所定义,“烃基基团”是仅仅键接氢原子或者其它碳原子的至少一个碳原子。如本文所定义,“被取代的烃基基团”是键接至少一个杂原子和至少一个氢原子的至少一个碳原子。如本文所定义,“杂原子”是非碳和氢原子的所有原子。如本文所定义,“芳族化合物”包括芳环,优选地具有至少6个碳原子,更优选地仅具有作为环部分的碳原子。所述芳环的合适的实例包括但不限于苯、联苯、三联苯、萘和其它基于碳的稠合芳环。

[0050] 可氧化的化合物的适宜实例包括脂族烃(例如,烷烃、支链烷烃、环烷烃、脂族烯烃、支链烯烃和环烯烃);脂族醛(例如,乙醛、丙醛、异丁醛和正丁醛);脂族醇(例如,乙醇、异丙醇、正丙醇、正丁醇和异丁醇);脂族酮(例如,二甲基酮、乙基甲基酮、二乙基酮和异丙基甲基酮);脂族酯(例如,甲酸甲酯、乙酸甲酯、乙酸乙酯);脂族过氧化物、过酸和氢过氧化物(例如,过氧化氢叔丁基、过乙酸和过氧化氢二叔丁基);具有上述脂族物质加上其它杂原子的组合的基团的脂族化合物(例如,包含结合钠、溴、钴、锰和锆的烃、醛、醇、酮、酯、过氧化物、过酸和/或氢过氧化物的一个或多个分子部分的脂族化合物);具有一个或者多个连接的烃基基团的各种苯环、萘环、联苯、三联苯和其它芳族基团(例如,甲苯、乙苯、异丙基苯、正丙基苯、新戊基苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、三甲基苯的所有异构体、四甲基苯的所有异构体、五甲基苯、六甲基苯、乙基甲苯的所有异构体、二乙基苯的所有异构体、乙基二甲基苯的所有异构体、二甲基萘的所有异构体、乙基甲基萘的所有异构体、二乙基萘的所有异构体、二甲基联苯的所有异构体、乙基甲基联苯的所有异构体和二乙基联苯的所有异构体、茈和具有一个或者多个连接的烃基基团的茈、芴和具有一个或者多个连接的烃基基团的芴、蒽和具有一个或者多个连接的烃基基团的蒽、和二苯基乙烷和具有一个或者多个连接的烃基基团的二苯基乙烷);具有一个或者多个连接的烃基基团和/或一个或者多个连接的杂原子(其可以连接到其它原子或者原子基团)的各种苯环、萘环、联苯、



三联苯和其它芳族基团（例如，苯酚、甲酚的所有异构体、二甲基苯酚的所有异构体、萘酚的所有异构体、苄基甲基醚、溴苯酚的所有异构体、溴苯、溴甲苯（包括  $\alpha$ -溴甲苯）的所有异构体、二溴苯、环烷酸钴和溴联苯的所有异构体）；具有一个或多个连接的烃基基团的和 / 或一个或多个连接的杂原子和 / 或一个或多个连接的被取代的烃基的各种苯环、萘环、联苯、三联苯和其它芳族基团（例如，苯甲醛、溴苯甲醛的所有异构体、溴化甲苯甲醛的所有异构体（包括  $\alpha$ -溴甲苯甲醛的所有异构体）、羟基苯甲醛的所有异构体、溴-羟基苯甲醛的所有异构体、苯二羧醛的所有异构体、苯三羧醛的所有异构体、对甲苯甲醛、间甲苯甲醛、邻甲苯甲醛、甲苯二羧醛的所有异构体、甲苯三羧醛的所有异构体、甲苯四羧醛的所有异构体、二甲苯二羧醛的所有异构体、二甲苯三羧醛的所有异构体、二甲苯四羧醛的所有异构体、三甲苯三羧醛的所有异构体、乙基甲苯甲醛的所有异构体、三甲苯二羧醛的所有异构体、四甲苯二羧醛、羟甲基苯、羟甲基甲苯的所有异构体、羟甲基-溴甲苯的所有异构体、羟甲基-甲苯甲醛的所有异构体、羟甲基-溴甲苯甲醛的所有异构体、苄基氢过氧化物、过氧苯甲酸、甲苯基甲基-氢过氧化物的所有异构体和甲酚甲基-氢过氧化物的所有异构体）；具有一个或者多个连接的选定基团（选定基团是指烃基基团和 / 或连接的杂原子和 / 或被取代的烃基基团和 / 或羧基和 / 或过氧酸基团）的各种苯环、萘环、联苯、三联苯和其它芳族基团（例如，苯甲酸、对甲苯甲酸、间甲苯甲酸、邻甲苯甲酸、乙基苯甲酸的所有异构体、丙基苯甲酸的所有异构体、丁基苯甲酸的所有异构体、戊基苯甲酸的所有异构体、二甲基苯甲酸的所有异构体、乙基甲基苯甲酸的所有异构体、三甲基苯甲酸的所有异构体、四甲基苯甲酸的所有异构体、五甲基苯甲酸、二乙基苯甲酸的所有异构体、苯二羧酸的所有异构体、苯三羧酸的所有异构体、甲苯二羧酸的所有异构体、二甲苯二羧酸的所有异构体、甲苯三羧酸的所有异构体、溴苯甲酸的所有异构体、二溴苯甲酸的所有异构体、溴甲苯甲酸（包括  $\alpha$ -溴甲苯甲酸）的所有异构体、甲苯基乙酸、羟基苯甲酸异构体的所有异构体、羟甲基-苯甲酸的所有异构体、羟基甲苯甲酸的所有异构体、羟甲基-甲苯甲酸的所有异构体、羟甲基-苯二羧酸的所有异构体、羟基溴苯甲酸的所有异构体、羟基溴甲苯甲酸的所有异构体、羟甲基-溴苯甲酸的所有异构体、羧基苯甲醛的所有异构体、二羧基苯甲醛的所有异构体、过苯甲酸、氢过氧甲基-苯甲酸的所有异构体、氢过氧甲基-羟基苯甲酸异构体的所有异构体、氢过氧羰基-苯甲酸的所有异构体、氢过氧羰基-甲苯的所有异构体、甲基联苯羧酸的所有异构体、二甲基联苯羧酸的所有异构体、甲基联苯二羧酸的所有异构体、联苯三羧酸的所有异构体、具有一个或者多个连接的选定基团的茛的所有异构体、具有一个或多个连接的选定基团的茛酮的所有异构体、具有一个或多个连接的选定基团的萘的所有异构体、偶苯酰、具有一个或多个连接的选定基团的偶苯酰的所有异构体、二苯甲酮、具有一个或多个连接的选定基团的二苯甲酮的所有异构体、蒽醌、具有一个或多个连接的选定基团的蒽醌的所有异构体、具有一个或多个连接的选定基团的二苯基乙烷的所有异构体、苯并香豆素、具有一个或多个连接的选定基团的苯并香豆素的所有异构体）。

[0051] 应当理解，存在于液相进料中的可氧化的化合物可以包括两种或者更多种不同的可氧化的化学品的组合。这些两种或者更多种不同的化学物质可以混合在芳族原料 10 中进料或者可以在多个进料物流中分别进料。例如，可以经单一进口或者多个单独的进口将包括对二甲苯、间二甲苯、对甲苯甲醛、对甲苯甲酸和乙醛的芳族原料进料到反应器中。

[0052] 优选地，存在于芳族原料 10 中的溶剂包括酸组分和水组分。在本发明的一种实施

方案中,优选地,溶剂以约 60-约 98wt% 的浓度存在于芳族原料 10 中,更优选地,约 80-约 96wt%,最优选地,85-94wt%。优选地,溶剂的酸组分为具有 1-6 个碳原子的,更优选地,为具有 2 个碳原子的有机低分子量一元羧酸。最优选地,溶剂的酸组分是乙酸。优选地,酸组分占溶剂的至少约 75wt%,更优选地,占溶剂的至少约 80wt%,并且最优选地,占溶剂的 85-98wt%,其余为水。

[0053] 合适的溶剂包括但不限于脂族一元羧酸(优选含有 2-6 个碳原子)或者苯甲酸及其混合物,和这些化合物与水的混合物。

[0054] 优选地,存在于芳族原料 10 中的催化剂体系为能够促进可氧化的化合物氧化(包括部分氧化)的均相、液相催化剂体系。更优选地,所述催化剂体系包括至少一种多价过渡金属。进一步更优选地,所述多价过渡金属包括钴。进一步更优选地,所述催化剂体系包括钴和溴。最优选地,所述催化剂体系包括钴、溴和锰。

[0055] 当钴存在于催化剂体系中时,优选存在于芳族原料 10 中的钴的量是这样的,使得在初级氧化区 20 中的反应介质的液相中的钴的浓度保持在按重量计百万分之约 300-约 6,000(ppmw) 的范围内,更优选地在约 700-约 4,200ppmw 的范围内,并且最优选地在 1,200-3,000ppmw 的范围内。当溴存在于催化剂体系中时,优选存在于芳族原料中的溴的量是这样的,使得在反应介质的液相中的溴的浓度保持在约 300-约 5,000ppmw 的范围内,更优选在约 600-约 4,000ppmw 的范围内,并且最优选在 900-3,000ppmw 的范围内。当锰存在于催化剂体系中时,优选存在于芳族原料 10 中的锰的量是这样的,使得在反应介质的液相中的锰的浓度保持在约 20-约 1,000ppmw 的范围内,更优选在约 40-约 500ppmw 的范围内,并且最优选在 50-200ppmw 的范围内。

[0056] 以上提供的反应介质的液相中的钴、溴和 / 或锰的浓度是基于按时间平均和按体积平均表示的。如本文所用,术语“按时间平均”应表示在连续 100 秒时间内所进行的至少 10 次测量的平均值。如本文所用,术语“按体积平均”应表示遍及某一体积以均一的三维间隔所进行的至少 10 次测量的平均值。

[0057] 优选地,在引入到初级氧化区 20 内的催化剂体系中的钴与溴的重量比 (Co : Br) 在约 0.25 : 1-约 4 : 1 的范围内,更优选地在约 0.5 : 1-约 3 : 1 的范围内,并且最优选地在 0.75 : 1-2 : 1 的范围内。优选地,在引入到初级氧化区 20 内的催化剂体系中的钴与锰的重量比 (Co : Mn) 在约 0.3 : 1-约 40 : 1 的范围内,更优选地在约 5 : 1-约 30 : 1 的范围内,并且最优选地在 10 : 1-25 : 1 的范围内。

[0058] 引入到初级氧化区 20 中的芳族原料 10 可以包括少量的以下化合物,例如间二甲苯、邻二甲苯、甲苯、乙苯、4-羧基苯甲醛 (4-CBA)、苯甲酸、对甲苯甲酸、对甲苯甲醛、 $\alpha$ -溴对甲苯甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、多环芳族化合物和 / 或悬浮颗粒物。

[0059] 步骤 (b) 任选地包括在液体置换区 40 中从粗制羧酸组合物 30 中除去至少一部分氧化副产物,从而形成浆液组合物 70。

[0060] 粗制羧酸组合物 30 包括至少一种羧酸、至少一种催化剂、至少一种溶剂和至少一种其至少一部分经管线 60 抽出的氧化副产物。氧化副产物一般包含至少一种或者多种以下种类的化合物和它们的异构体:羧酸、醛、羟基醛、羧基醛、酮、醇和烃。在氧化对二甲苯的情形中,氧化副产物一般包括至少一种以下化合物:4-羧基苯甲醛、对甲苯甲酸、对甲苯甲醛、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯甲酸、偏苯三酸、4,4'-二羧基联苯、2,6-和 2,7-二羧基苧

酮、2,6-二羧基蒽醌、4,4'-二羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基联苯和  $\alpha$ -溴-对甲苯甲酸。溶剂一般包括乙酸,但可以是前述的任何溶剂。

[0061] 粗制羧酸组合物 30 通过在初级氧化区 20 中氧化芳族原料 10 而生成。在一种实施方案中,芳族原料 10 包括对二甲苯。初级氧化区 20 包括至少一个氧化反应器。粗制羧酸组合物 30 包括至少一种羧酸。

[0062] 在本发明的一种实施方案中,氧化反应器可以在约 110°C - 约 200°C 的温度下操作;另一范围是约 140°C - 约 170°C。一般地,在芳族原料 10 中的可氧化化合物是对二甲苯以及所生成的羧酸是对苯二甲酸。在本发明的一种实施方案中,初级氧化区 20 包括泡罩塔。

[0063] 羧酸包括经受控氧化有机底物所生成的芳族羧酸或者通过氧化前述的可氧化的化合物所生成的任何羧酸。所述芳族羧酸包括具有至少一个连接到芳环部分的碳原子的羧基团的化合物,优选地,所述芳环具有至少 6 个碳原子,更优选地仅仅具有碳原子。所述芳环的合适的实例包括但不限于苯、联苯、三联苯、萘和其它基于碳的稠合芳环。合适的羧酸的实例包括但不限于对苯二甲酸、苯甲酸、对甲苯甲酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸、偏苯三酸、萘二甲酸和 2,5-二苯基-对苯二甲酸。

[0064] 粗制对苯二甲酸浆液通常在合适的氧化催化剂存在下,经对二甲苯的液相氧化而生成。在本发明的另一实施方案中,合适的催化剂包括但不限于可溶于所选溶剂的钴、锰和溴化合物。

[0065] 任选地,将管道 30 中的粗制羧酸组合物进料到能够除去一部分包含于粗制羧酸组合物 30 中的液体的液体置换区 40,从而在管道 70 中生成浆液组合物。在本发明的一种实施方案中,一部分是指至少 5wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 10wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 15wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 25wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 35wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 45wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 55wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 65wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 75wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分是指至少 85wt% 的液体被除去。在本发明的另一实施方案中,一部分可以是指按重量计液体的任意部分(直至全部并且包括全部在内)被除去。

[0066] 除去一部分液体而在管道 70 中生成浆液组合物可以通过本领域已知的任何方式实现。一般地,液体置换区 40 包括固体-液体分离器,其选自沉降式离心机、圆盘堆离心机、真空带式过滤器、回转真空过滤机、旋转压滤器和多孔篮离心机等。管道 30 中的粗制羧酸组合物被进料到包括至少一个固体-液体分离器的液体置换区 40 中。在本发明的一种实施方案中,固体-液体分离器可以在约 5°C - 约 200°C 的温度下操作。在另一范围中,固体-液体分离器可以在约 90°C - 约 170°C 下操作。在另一范围中,固体-液体分离器可以在约 140°C - 约 170°C 下操作。固体-液体分离器可以在高达 200psig 的压力下操作。在另一范围内,固体液体分离器可以在约 30psig- 约 200psig 的压力下操作。液体置换区 40 中的固体-液体分离器可以以连续或者间歇方式操作,不过应当理解,对于工业化生产,优选连续方式。

[0067] 一部分氧化副产物在母液中从液体置换区 40 进行置换并且经管线 60 被取出。在本发明的一种实施方案中,另外的溶剂经管线 50 被进料到液体置换区 40,从而使得粗制羧酸组合物 30 再成浆和形成浆液组合物 70。母液 60 经管线 60 从液体置换区 40 中取出,并且包括溶剂(一般是乙酸)、催化剂和至少一种氧化副产物。管线 60 中的母液可以经未示出的管线送至用于分离杂质和氧化溶剂的工艺,或者经未示出的管线循环到催化剂体系中。在化学处理工业中通常使用的从母液 60 中除去杂质的一种技术是抽取或者“排空”一部分的循环物流。一般地,将清除物流简单地排掉,或者如果在经济上证明可行的话,使其经受多种处理从而除去不期望的杂质,同时回收有价值的组分。杂质除去方法的实例包括美国专利 4,939,297 和美国专利 4,356,319,在其不抵触本文中所述内容的程度上引入本文作为参考。

[0068] 在本发明的一种实施方案中,描述了以下工艺,其可以使得至少一种所选化合物、副产物或者杂质在过滤母液、洗剂进料和对苯二甲酸湿滤饼中得到受控分配,同时实现氧化催化剂和氧化反应溶剂或者介质的回收。

[0069] 此外在本发明实施方案中,通过富集具有所选化合物的催化剂除去后组合物 200,排空工艺可以显著地被减缩或者被取消。富集工艺导致这些化合物随着富集组合物 240 或者干燥羧酸组合物 280 一起被带出,由此大大减缩或者取消了排空工艺。富集可以在催化剂除去工艺之前进行。

[0070] 应当指出,液体置换区 40 是任选的,并且还可以位于该工艺的多个位置中,如图 2 虚线所示。在本发明的另一实施方案中,例如在初级氧化区 20 和分级氧化区 80 之间存在一个以上的液体置换区 40,而另一个液体置换区 40 可以位于分级氧化区 80 之后或者位于结晶区 120 之后。可以存在三个液体置换区 40(如图 2 所示)或任何的组合(如图 2 所示)。

[0071] 步骤(c)包括任选地在分级氧化区 80 中氧化浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30,从而形成分级氧化组合物 110。

[0072] 在本发明的一种实施方案中,经管线 70 将浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 取出至分级氧化区 80,并且可以将其加热至约 140°C - 约 280°C。另一范围是约 160°C - 约 240 °C,另一范围是约 170°C - 约 200°C,并且利用管线 106 所提供的空气来进一步氧化,从而生成分级氧化组合物 110。另一范围为约 180°C - 约 280°C。

[0073] 分级氧化区 80 包括至少一个分级氧化反应器容器。浆液组合物 70 被进料到分级氧化区 80。术语“分级”是指氧化在所述初级氧化区 20 以及分级氧化区 80 中均发生。例如,分级氧化区 80 可以包括串联的分级氧化反应器容器。

[0074] 当羧酸为对苯二甲酸时,分级氧化区 80 包括可以被加热至约 140°C - 约 280°C 或者约 160°C - 约 240°C、或者约 170°C - 约 200°C、或者约 160°C - 约 210°C 的氧化反应器,并且进一步利用管线 106 提供的空气或者分子氧源来氧化,从而生成分级氧化组合物 110。在本发明的一种实施方案中,分级氧化区 80 中的氧化的温度高于初级氧化区 20 中的氧化的温度,从而增强杂质的除去。分级氧化区 80 以及物流 30 和 70 可以用溶剂蒸气或者蒸汽直接进行加热,或者通过本领域已知的方法间接进行加热。分级氧化区 80 中的纯化可以通过包括杂质的重结晶或者晶体生长和氧化的机制来进行。

[0075] 另外的空气或者分子氧可以经管道 106 以将在粗制羧酸组合物 30 或者浆液组合物 70 中的至少一部分的部分氧化产物如 4-羧基苯甲醛(4-CBA)和对甲苯甲酸氧化成相应

的羧酸所需要的量进料到分级氧化区 80。通常,在分级氧化区 80 中将至少 70wt% 的 4-CBA 转化为对苯二甲酸。优选地,在分级氧化区 80 中将至少 80wt% 的 4-CBA 转化为对苯二甲酸。4-羧基苯甲醛和对甲苯甲酸在对苯二甲酸产物中的显著浓度对聚合过程是特别有害的,因为它们在生产聚对苯二甲酸乙二酯 (PET) 中在对苯二甲酸和乙二醇的缩合反应期间起链终止剂的作用。

[0076] 当对苯二甲酸颗粒在分级氧化区 80 中溶解和重结晶时,粗制羧酸组合物 30 或者浆液组合物 70 中的杂质进入溶液中。来自分级氧化区 80 的废气被取出并且可以将其进料到回收系统,其中溶剂从含挥发性有机物 (VOC) 的废气中被除去。包括溴甲烷的 VOC 可以例如在催化氧化单元中通过焚烧进行处理。所述废气还可以在经管线 110 将分级氧化区 80 中的分级氧化组合物 110 取出之前进行处理。

[0077] 步骤 (d) 包括任选地在结晶区 120 中使浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 或者分级氧化组合物 110 结晶,从而形成结晶的浆液组合物 160。通常,结晶区 120 包括至少一个结晶器。来自于结晶区 120 的蒸气产物可以在至少一个冷凝器中冷凝并且返回到结晶区 120 中。任选地,来自于冷凝器的液体或者来自于结晶区 120 的蒸气产物可以进行循环,或者可以将其取出或者送到能量回收装置。

[0078] 此外,结晶器废气被除去并且可以被送往回收系统,在此溶剂被除去而含 VOC 的结晶器废气可以例如在催化氧化单元中通过焚烧进行处理。

[0079] 分级氧化区 80 中的分级氧化组合物 110 可以经管线 110 取出并且被进料到包括至少一个结晶器的结晶区 120,在此其被冷却至约 110°C - 约 190°C 的温度,从而形成结晶的浆液组合物 160,优选地被冷却至约 140°C - 约 180°C,和最优选地约 150°C - 约 170°C 的温度。

[0080] 结晶区 120 中的结晶的浆液组合物 160 经管线 160 取出。然后,一般地,结晶的浆液组合物 160 被直接进料到容器并被冷却,从而形成冷却的羧酸组合物 170。当羧酸为对苯二甲酸时,在被引入到用于以干燥粉末或者湿滤饼形式回收对苯二甲酸的工艺之前,在容器中将冷却的羧酸组合物 170 一般地冷却至约 160°C 或者更低的温度,优选地冷却至约 100°C 或者更低的温度。

[0081] 步骤 (e) 包括任选地在冷却区 165 中冷却结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30,从而形成冷却的羧酸组合物 170。

[0082] 将结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 进料到冷却区 165 并且将其冷却至约 5°C - 约 160°C,或者 5°C - 约 90°C,或者约 5°C - 约 195°C 或者约 20°C - 约 160°C 的温度范围内,从而形成冷却的羧酸组合物 170。在本发明的另一实施方案中,将结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 进料到冷却区 165 并且将其冷却至约 20°C - 约 90°C 的温度范围内,从而形成冷却的羧酸组合物 170。在本发明的另一实施方案中,将结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 进料到冷却区 165 并且将其冷却至约 20°C - 约 120°C 的温度范围内,从而形成冷却的羧酸组合物 170。在本发明的另一实施方案中,将结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 进料到冷却区 165 并且将其冷却至约 10°C - 约 90°C 的温度范围内,从而形成冷却的羧酸组合物 170。在本发明的另一实施方案中,将结晶的浆液

组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 进料到冷却区 165 并且将其冷却至约 20°C - 约 60°C 的温度范围内, 从而形成冷却的羧酸组合物 170。在本发明的另一实施方案中, 将结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 进料到冷却区 165 并且将其冷却至约 20°C - 约 40°C 的温度范围内, 从而形成冷却的羧酸组合物 170。

[0083] 在本发明的另一实施方案中, 任选地经导管 163 将一部分溶剂从结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 中除去, 从而生成冷却的羧酸组合物 170。在本发明的一个实施方案中, 一部分可以是指任意部分 (直至全部并且包括全部在内)。一部分可以是指至少 5wt% 的溶剂被除去。在本发明的另一实施方案中, 一部分可以是指至少 10wt% 的溶剂被除去。在本发明的另一实施方案中, 一部分可以是指至少 25wt% 的溶剂被除去。在本发明的另一实施方案中, 一部分可以是指至少 50wt% 的溶剂被除去。在本发明的另一实施方案中, 一部分可以是指至少 75wt% 的溶剂被除去。在本发明的另一实施方案中, 一部分可以是指至少 85wt% 的溶剂被除去。在本发明的另一实施方案中, 一部分可以是指至少 90wt% 的溶剂被从结晶的浆液组合物 160 或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 中除去。

[0084] 溶剂的除去可以通过本领域已知的任何方式实现。例如, 溶剂的除去可以通过蒸发或者通过闪蒸和在真空下除去溶剂而实现。

[0085] 在本发明的另一实施方案中, 兼用冷却和溶剂除去。

[0086] 步骤 (a) - 步骤 (d) 和步骤 (a) - (e) 将说明其中生成冷却的羧酸组合物 170 的本发明的实施方案。还应当指出, 液体置换区 40、分级氧化区 80 和结晶区 120 在本发明的这种实施方案中全都是任选的。例如, 可以使用生成冷却的羧酸组合物 170、或者结晶的浆液组合物 160、或者分级氧化组合物 110、或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 的其它方法。所述方法描述在美国专利 5, 877, 346、4, 158, 738、5, 840, 965、5, 877, 346、5, 527, 957 和 5, 175, 355 中, 将这些全部在其不抵触本文中所述内容的程度上以其全部内容引入本文作为参考。因此, 如图 3 所示, 可以使用本领域已知的能够生成结晶的浆液组合物 160 的任何方法。此外, 如图 4 所示, 可以使用本领域已知的能够生成粗制羧酸组合物 30 或者浆液组合物 70 的任何方法。

[0087] 通常, 如图 5 所示, 可以在步骤 (f) 中使用任何羧酸组合物 214, 条件是羧酸组合物或者冷却的羧酸组合物 170 包括至少一种羧酸、至少一种溶剂和至少一种催化剂。所述羧酸包括前述任何羧酸或者任何能够通过氧化前述可氧化的化合物而生成的羧酸。溶剂一般为乙酸, 但是可以是前述任何溶剂。催化剂是前述任何催化剂。图 6 显示了在步骤 (f) 中使用冷却的羧酸组合物 170 的方法。

[0088] 步骤 (f) 包括使冷却的羧酸组合物 170、或者结晶的浆液组合物 160、或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70 或者粗制羧酸组合物 30 与洗涤剂进料 175 和任选的富集进料 220 在催化剂除去区 180 中接触, 从而形成催化剂富液 185、洗涤剂物流 62、任选的废弃的富集液物流 230 和催化剂除去后组合物 200。

[0089] 使冷却的羧酸组合物 170、或者结晶的浆液组合物 160、或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70、或者粗制羧酸组合物 30 在催化剂除去区 180 中与洗涤剂进料 175 接触。在本发明的一种实施方案中, 冷却的羧酸组合物 170 可以是干燥粉末、湿滤饼、液体或者气

体夹带液、固体、浆液、溶液或者其组合的形式。

[0090] 使洗涤剂进料 175 与冷却的羧酸组合物 170、或者结晶的浆液组合物 160、或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70、或者粗制羧酸组合物 30 在催化剂除去区 180 中接触，从而从冷却的、纯化的羧酸组合物 170 中除去一部分催化剂而形成催化剂除去后组合物 200。在本发明的一种实施方案中，催化剂除去后组合物 200 包括羧酸、溶剂、催化剂和任选地，一种或者多种选自下列一组的化合物：间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、羟甲基苯甲酸异构体、羟基苯甲酸异构体、苯甲酸和甲苯甲酸异构体。在本发明的另一实施方案中，催化剂除去后组合物 200 包括羧酸、溶剂和任选地，一种或者多种选自下列一组的化合物：间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、苯甲酸、4-羟基苯甲酸、4-羟甲基苯甲酸、4,4'-二羧基联苯、2,6-二羧基蒽醌、4,4'-二羧基芪、2,5,4'-三羧基联苯、2,5,4'-三羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基偶苯酰、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸、乙酰-羟甲基苯甲酸、 $\alpha$ -溴-对甲苯甲酸、溴苯甲酸、溴乙酸、对甲苯甲醛和对苯二甲醛。在本发明的一种实施方案中，催化剂除去后组合物 200 可以是干燥粉末、湿滤饼、浆液、溶液、液体、夹带气体的液体或者固体的形式。在本发明的另一实施方案中，催化剂除去后组合物 200 可以包含随后将描述的适于生成干燥羧酸组合物 280 的任何组合物。

[0091] 一部分催化剂经催化剂富液 185 和洗涤剂液 62 从冷却的羧酸组合物 170、或者结晶的浆液组合物 160、或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70、或者粗制羧酸组合物 30 中除去，从而生成催化剂浓度小于按重量计 1000ppm 的催化剂除去后组合物 200。催化剂富液 185 包括溶剂、催化剂和一种或多种氧化副产物。洗涤剂液 62 包括至少一种溶剂、至少一种催化剂和至少一种氧化副产物。如本文所使用，催化剂可以是催化剂体系中前述的至少一种催化剂。在本发明的另一实施方案中，催化剂可以是用于芳族原料的氧化反应的任何催化剂。在本发明的另一实施方案中，一部分催化剂被除去，这时催化剂除去后组合物 200 的催化剂浓度小于按重量计 500ppm。在本发明的另一实施方案中，一部分是使得催化剂除去后组合物 200 的催化剂浓度小于按重量计 250ppm 的被除去的催化剂的量。在本发明的另一实施方案中，一部分是使得催化剂除去后组合物 200 的催化剂浓度小于按重量计 75ppm 的被除去的催化剂的量。另一范围是小于按重量计 50ppm。在其它范围中，催化剂除去后组合物 200 的催化剂浓度小于按重量计 20ppm 或者小于按重量计 10ppm。在其它范围中，催化剂浓度小于按重量计 5ppm 或者小于按重量计 1ppm。如本文所用，“催化剂浓度”是指组合物中全部催化剂的总浓度。

[0092] 洗涤剂进料 175 包括能够生成前述催化剂除去后组合物 200 的组合物。在本发明的一种实施方案中，洗涤剂进料 175 可以是液体或者可冷凝蒸气或者溶液的形式。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 大于 50wt% 水。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 大于 75wt% 水。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 大于 90wt% 水。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 大于 50wt% 溶剂。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 大于 75wt% 溶剂。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 大于 90wt% 溶剂。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 包括至少一种溶剂和任选地，至少一种选自下列一组的化合物：苯甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体和对甲苯甲酸。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 包括足以生成随后公开的干燥羧酸组合物 280 的组合物。在本发明的另一实施方案中，洗涤剂进料 175 包括至少

一种溶剂和任选地,至少一种选自间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、羟甲基苯甲酸异构体、羟基苯甲酸异构体、苯甲酸和甲苯甲酸异构体的化合物,并且其中至少一种化合物被富集高于催化剂除去后组合物 200 的浓度。在本发明的另一实施方案中,洗剂进料 175 包括至少一种溶剂,和任选地,一种或者多种选自以下的化合物:间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、苯甲酸、4-羟基苯甲酸、4-羟甲基苯甲酸、4,4'-二羧基联苯、2,6-二羧基蒽醌、4,4'-二羧基芪、2,5,4'-三羧基联苯、2,5,4'-三羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基偶苯酰、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸、乙酰-羟甲基苯甲酸、*a*-溴-对甲苯甲酸、溴苯甲酸、溴乙酸、对甲苯甲醛和对苯二甲醛。

[0093] 在本发明的一种实施方案中,洗剂进料的温度范围为溶剂冰点-约 90°C,或者约 5°C-约 90°C,或者约 5°C-约 195°C,或者约 5°C-约 100°C,或者溶剂冰点-约 70°C,或者约 5°C-约 70°C,或者约 30°C-约 70°C,或者溶剂冰点-约 30°C。

[0094] 在本发明的一种实施方案中,洗剂比为约 0.2-约 6.0,或者约 0.2-约 4.0,或者约 0.2-约 1.0,或者约 0.4-约 1,或者约 0.5-约 2.0,或者约 1-约 3。如本文所使用,“洗剂比”是指洗剂进料 175 的总质量除以催化剂除去后组合物 200 的质量,基于干燥固体计。

[0095] 催化剂除去区 180 包括至少一个能够使冷却的羧酸组合物 170 或者结晶的浆液组合物 160、或者分级氧化组合物 110 或者浆液组合物 70、或者粗制羧酸组合物 30 与洗剂进料 175 接触从而生成催化剂除去后组合物 200 的固液分离装置。

[0096] 例如,催化剂除去区 180 包括一种固液分离装置,其中形成催化剂除去后组合物 200 并然后用洗剂溶剂将其洗涤。实例包括但不限于旋转真空转鼓吸滤机、真空带式过滤器、旋转压滤器、压滤机和加压叶片过滤机。当与再成浆装置联用时,能够形成滤饼但不允许洗涤的固液分离装置也是有用的。固液分离装置如无孔转鼓式离心机可用于形成滤饼,所述滤饼可以在单独的混合器中用洗剂溶剂进行再成浆,从而通过稀释而实现洗涤。通过稀释进行的洗涤通常需要多级的滤饼形成和随后以逆流方式操作的再成浆。

[0097] 步骤 (g) 包括任选地使催化剂除去后组合物 200 与富集进料 220 在富集区 210 中接触,从而形成贫化的富集物流 230 和富集组合物 240;其中富集组合物 240 包括一种或者多种选自间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、羟甲基苯甲酸异构体、羟基苯甲酸异构体、苯甲酸和甲苯甲酸异构体的化合物,并且其中至少一种化合物被富集到高于催化剂除去后组合物 200 的浓度。在本发明的另一实施方案中,富集组合物 240 包括一种或者多种选自以下的化合物:间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、苯甲酸、4-羟基苯甲酸、4-羟甲基苯甲酸、4,4'-二羧基联苯、2,6-二羧基蒽醌、4,4'-二羧基芪、2,5,4'-三羧基联苯、2,5,4'-三羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基二苯甲酮、4,4'-二羧基偶苯酰、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸、乙酰-羟甲基苯甲酸、*a*-溴-对甲苯甲酸、溴苯甲酸、溴乙酸、对甲苯甲醛和对苯二甲醛。

[0098] 术语“富集的”是指离开富集区或者多个富集区或者本文中提及的任何区或者任何输送机的主出口物流具有比进入富集区或者多个富集区的主进口物流更高浓度的任何所选富集化合物(一种或多种),其中一种或多种富集化合物包括至少一种选自以下的化合物:对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯-三羧酸异构体、苯甲酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基芪异构体、三羧基联苯异构体、三羧基二苯甲酮异构体、二羧基二苯甲酮异构体、二羧基偶苯酰异构体、甲酰-乙酰-羟基苯甲酸



异构体、乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、*a*-溴-甲苯甲酸异构体、溴苯甲酸、溴乙酸、甲苯甲醛异构体和苯二醛异构体。在本发明的另一实施方案中，富集化合物或者富集进料 220 还可以包括单体、共聚单体、添加剂或者可用于制备聚酯的任何化合物或者其任何组合。例如，在图 1A 和 1B 中所示的本发明的实施方案中，主出口物流为富集组合物 240，而主进口物流为催化剂除去后组合物 200。在图 9 所示的本发明的实施方案中，主进口物流为羧酸组合物 214 或者结晶的浆液组合物 160，而主出口物流为富集的羧酸物流 280。在图 10 所示的本发明的实施方案中，主进口物流为羧酸组合物 214，而主出口物流为富集的羧酸组合物 216。

[0099] 在本发明的其它实施方案中，术语“富集的”是指主出口物流中如前所述的任何所选化合物（一种或多种）的浓度比主进口物流高至少 5ppmw、或者至少 10ppmw、或者至少 100ppmw、或者至少 1000ppmw、或者至少 5wt%、或者至少 10wt%、或者至少 25wt%、或者至少 30wt% 或者至少 50wt%，全都以干燥固体为基准测量。

[0100] 富集进料 220 包括足以富集至少一种选自以下化合物的化合物：对苯二甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、苯-三羧酸异构体、苯甲酸、羟甲基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基茛异构体、三羧基联苯异构体、三羧基二苯甲酮异构体、二羧基二苯甲酮异构体、二羧基偶苯酰异构体、甲酰-乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、乙酰-羟甲基苯甲酸异构体、*a*-溴-甲苯甲酸异构体、溴苯甲酸、溴-乙酸、甲苯甲醛异构体、苄醇异构体、甲基苄醇异构体和苯二醛异构体。在本发明的另一实施方案中，富集进料 220 还可以包括单体、共聚单体、添加剂或者可用于制备聚酯的任何化合物或者其任何组合。在本发明的另一实施方案中，富集化合物或者富集进料 220 包括一种或者多种选自以下的化合物：茛异构体、二苯甲烷异构体、二苯乙烷异构体和饱和芳族异构体。饱和芳族异构体的实例包括但不限于环己烷羧酸和 1,4-环己烷二羧酸。

[0101] 在本发明的另一实施方案中，富集进料 220 包括足够以如图 7 所示富集催化剂除去后组合物 200 的化合物，使得基于干燥固体，富集组合物 240 包括等同于随后所述的干燥羧酸组合物 280 的组合物。对于富集进料 220 的状况没有特别的限制，除了它包括足以富集具有一种或多种前述富集化合物的催化剂除去后组合物 200 的化合物之外。例如，富集进料 220 可以是，但不限于滤饼、粉末、固体、洗剂进料、浆液、溶液、浆料或者夹带气体的固体或液体。

[0102] 应当指出，并不需要将富集进料 220 引入到富集区 210 中。如图 8 所示，富集进料 220 可以在多个位置（包括但不限于富集区 210、脱水区 250、干燥区 270）以及在聚酯工艺、或者更具体地在 PET 工艺中被引入。已经开发了若干聚酯工艺。早期工作使用了反应蒸馏（如美国专利 2,905,707 所示）和用乙二醇（“EG”）蒸气作为反应物的反应蒸馏（如美国专利 2,829,153 所示）从而生成 PET；这两篇专利在其不抵触本文中所述内容的程度上引入本文作为参考。如美国专利 4,110,316 所示，已经公开了多级搅拌釜以实现反应的进一步控制，该篇美国专利在其不抵触本文中所述内容的程度上引入本文作为参考。美国专利 3,054,776 公开了在 PET 工艺中在反应器之间使用较低的压降，而美国专利 3,385,881 公开了在一个反应器壳内的多个反应器级，这两篇专利在其不抵触本文中所述内容的程度上引入本文作为参考。这些设计经改善以解决夹带或者堵塞、热联合、传热、反应时间、反应器数目等问题，如美国专利 3,118,843、3,582,244、3,600,137、3,644,096、3,689,461、3,819,585、4,235,844、4,230,818 和 4,289,895 中所述；这些专利全部在其不抵触本文中

所述内容的程度上引入本文作为参考。

[0103] 在如图 8 所示的 PET 工艺 400 中,可以在浆料罐、酯化反应器和 / 或该工艺中的其它位置中引入富集进料 220。富集进料 220 可以同时或者随时间逐渐在多个位置或者在仅仅一个位置引入。

[0104] 由对苯二甲酸 (TPA) 制造逐步聚合物和共聚物的原料包括单体和共聚单体、一种或多种催化剂和添加剂。单体和共聚单体包括但不限于二胺、二醇和二酸等。可以使用 TPA 作为单体或者共聚单体制备的重要的工业逐步聚合物包括聚酰胺、聚酯,特别是聚(对苯二甲酸乙二酯) (PET)、共聚酰胺、共聚酯和共聚酯-酰胺。可以有利地将单体或者共聚单体、催化剂(一种或多种)和 / 或添加剂与对苯二甲酸一起引入并且对其实现均质混合,使得它们不必被单独于 TPA 添加到聚合工艺中。本发明的工艺允许以粉末、浆料、湿滤饼或者浆液的形式生产对苯二甲酸,并且其富集了某些单体或者共聚单体、催化剂(一种或多种)和 / 或添加剂。这种工艺实现了与 TPA 均质混合,从而消除了 PET 制造工艺中单独添加各种物质的需要。

[0105] 以下的描述将针对 PET,但是能够以直接方式延伸至使用 TPA 制备的其它逐步聚合物和共聚物。PET 的制造包括对苯二甲酸与乙二醇的酯化、形成预聚物、和缩聚以形成对于随后聚合物加工和应用来说的分子量足够高的 PET,所述加工和应用可以包括涂料、纤维、薄膜、容器和其它制品。还可能使用某些单体或者共聚单体、催化剂(一种或多种)和 / 或添加剂。除了乙二醇 (EG) 之外,最常用的共聚单体是间苯二甲酸 (IPA 或者 PIA) 和环己烷二甲醇 (CHDM)。对于 PET 制造,最常用的催化剂是锑和钛。可用于制造 PET 的添加剂包括但不限于含磷化合物、染料、颜料、着色剂、再热剂、多分散性改性剂、抗氧化剂和稳定剂(热、氧化、UV 等)、偶联或扩链剂、封端剂、遥爪改性剂、例如金属配位的磺基间苯二甲酸、乙醛还原剂、乙醛清除剂、缓冲剂、减少二甘醇 (DEG) 形成的试剂、抗静电剂、增滑剂或防粘连剂、阻隔调节剂、成核剂、二氧化钛及其他填料 / 遮光剂、防雾剂、荧光增白剂等。这种共聚单体、催化剂(一种或多种)和 / 或添加剂的引入通常在 PET 制造工艺中在与 TPA 的添加分开的多个点处进行。然而,可能有利的是,即在 PET 制造工艺之前,同 TPA 一起引入某些添加剂,特别是共聚单体,如间苯二甲酸和热稳定的染料或者着色剂。由此,共聚单体、催化剂(一种或多种)和添加剂可以在 TPA 制造工艺期间而不是在 PET 制造工艺期间同 TPA 一起引入和并且和 TPA 均质混合。其中可以实现添加剂(一种或多种)均质引入的具体的 TPA 制造步骤包括在用于分离 TPA 滤饼的固液分离装置处、在任何干燥设备处、在任何输送器管线或者工艺管线处或内以及在任何容器中装载 TPA 产物之前的添加。由此,任何形式的 TPA 产物,无论是干燥固体(具有残留水或者乙酸)、湿滤饼(具有一些液体水、或者甲醇、或者 EG、或者一些其它二醇或共聚单体、或者混合物)、湿浆料(具有一些液体水、或者甲醇、或者 EG、或者一些其它二醇或共聚单体、或者混合物)、或者浆液(具有水、或者甲醇、或者 EG、或者一些其它二醇或者共聚单体、或者混合物),都可以在 PET 制造中使用之前进行富集。

[0106] 此外,图 9 描述了在从结晶浆液组合物 160 至干燥羧酸组合物 280 的任何点处可以引入富集进料 220 并且可能发生富集。

[0107] 本发明的另一实施方案提供于图 10 中。在扩展的富集区 213 中可以对羧酸组合物 214 进行富集工艺,从而生成富集的羧酸组合物 216。富集进料 220 可以包括前述或者随

后公开的任何组合物。除了羧酸组合物 214 包括羧酸、任选的溶剂和任选的催化剂之外,对羧酸组合物没有任何限制。在本发明的另一实施方案中,羧酸组合物可用于生成干燥羧酸组合物 280。

[0108] 还应当指出,在本发明的另一实施方案中,可以将富集区 210 和催化剂除去区 180 合并成包括至少一个完成两种功能的装置的一个区,如图 11 所示。

[0109] 除了富集进料 220 具有适用于富集催化剂除去后组合物 200 的组成之外,对富集进料 220 没有特别的限制。例如,富集进料 220 可以是固体、洗剂、浆液、浆料、固体、溶液或者夹带气体的液体或者固体。在本发明的一种实施方案中,富集进料 220 包括能够制备干燥羧酸滤饼组合物 280 的组合物。在本发明的另一实施方案中,富集进料 220 仅仅为固体并且在一点或者遍及全部工艺将其加入,从而生成干燥羧酸滤饼组合物 280。

[0110] 图 12、13、14 和 15 图解说明了本发明的一种实施方案,该实施方案显示了可如何获得富集进料 220 并且如何在整个工艺中使用富集进料 220。在图 12、13、14 和 15 中,富集进料(一个或多个)被描述为物流 220。这将举例说明富集进料(一个或多个)220 可以取自于多种料源或者一种料源,并且富集进料(一个或多个)可以具有多种不同的组成、不同的物理形态和工艺中的不同的加料点。此外,富集进料 220 可以一次加入、间歇加入或者在整个工艺中逐渐加入。

[0111] 图 15 图解说明了可如何获得富集进料 220 的本发明的一种实施方案。将至少一部分催化剂富液 185 进料到冷却和/或浓缩区 300,从而形成浓缩的母液物流 310 和溶剂物流 311。在冷却和/或浓缩区 300 内实现充分的溶剂除去,从而使得浓缩的富催化剂物流 310 的固体百分含量可以为 10wt% -45wt%。

[0112] 将一部分浓缩母液物流 310 和萃取溶剂物流 323 进料到萃取区 320 中,从而形成富催化剂物流 324 和贫催化剂物流 350。将其余的浓缩母液物流 310 和洗剂物流 331 进料到固-液分离区(SLS 区),形成湿滤饼物流 340 和洗剂液物流 332,其包括母液和洗剂液。可以将湿滤饼物流 340 用作富集进料 220,并且可以将一部分湿滤饼物流 340 送至产物过滤器或者产物干燥器中,从而富集具有至少一部分湿滤饼物流 340 内容物的产品物流。或者,可以将一部分湿滤饼物流 340 和一部分贫催化剂物流 350 进料到任选的混合区,在其中将两种物流混合而形成富集进料 220,并且可以将这种物流的一部分送至产物过滤器或产物干燥器中,从而富集具有至少一部分富集进料 220 的内容物的产物物流。

[0113] 萃取区 320 包括至少一个萃取器。在萃取器中使用的萃取溶剂 323 应当基本上不溶于水,从而最小化溶于水级分中的有机溶剂的量。另外,优选地,萃取溶剂 323 是用于促进从有机萃取物中进行溶剂回收的共沸试剂。已经证实的特别有效的溶剂是 C1-C6 乙酸烷基酯,特别是乙酸正丙酯(n-PA)、乙酸异丙酯、乙酸异丁酯、乙酸仲丁酯、乙酸乙酯和乙酸正丁酯,不过也可以使用其它具有合适密度和足够低沸点的不溶于水的有机溶剂,比如对二甲苯。特别优选的是乙酸正丙酯和乙酸异丙酯,因为它们具有相对低的水溶性、优良的共沸性能和它们具有从含水混合物中除去剩余的乙酸以及高沸点有机杂质的能力。

[0114] 取决于萃取器进料的组成,可以使用每份萃取器进料约 1-约 4 重量份溶剂的溶剂比来进行萃取。至萃取器的总进料的空速通常为 1-约 3/hr。虽然萃取可以在环境温度和压力下进行,但是将溶剂和萃取器加热至约 30°C - 约 70°C,或者约 40°C - 约 60°C 是可以使用的。

[0115] 图 12、13 和 14 图解说明了本发明的一种实施方案,该实施方案显示了可如何在整个工艺中使用富集进料 220。将包含反应物和催化剂的芳族原料 10 进料到初级氧化区 20 中,从而形成粗制羧酸组合物 30。将粗制羧酸组合物 30 和溶剂物流 50 进料到液体置换区 40 中,从而实现将存在于物流 30 中的一部分氧化溶剂与纯溶剂的部分溶剂交换,形成置换溶剂物流 60 和浆液组合物物流 70。将浆液组合物 70 和含氧气体物流 106 进料到分级氧化区 80,从而形成分级氧化组合物 110。将分级氧化组合物 110 和溶剂物流 101 进料到液体置换区 100 中,从而实现将存在于分级氧化组合物 110 中的一部分氧化溶剂与纯溶剂的部分溶剂交换,形成置换溶剂物流 102 和溶剂交换后分级氧化组合物 115。将溶剂交换后分级氧化组合物 115 进料到结晶区 120,形成结晶的浆液组合物物流 160、任选的溶剂蒸气物流 121 和任选的液体溶剂物流 122。将结晶的浆液组合物物流 160 和任选的富集进料 220 进料到冷却区 165,在此形成冷却的羧酸组合物物流 170 和任选的氧化溶剂物流 163。将冷却的羧酸组合物 170、洗涤剂进料 175 和任选的富集进料 220 进料到催化剂除去区 180,从而形成催化剂除去后组合物 200、催化剂富液 185 和洗涤剂 62 以及贫化的富集进料 230。将催化剂除去后组合物 200、交换溶剂物流 201 和任选的富集进料 220 进料到任选的溶剂交换区 205,从而形成交换溶剂液 202 和溶剂交换后组合物 206。将溶剂交换后组合物 206 和富集进料 220 进料到富集区 210,从而形成富集的羧酸组合物物流 240 和贫化的富集进料 230。将富集组合物 240 和任选的富集进料 220 进料到任选的脱水区 250,从而形成脱水羧酸组合物 260。

[0116] 催化剂除去区 180、溶剂交换区 205、富集区 210、脱水区 250 和任选的干燥区 270 可以在单个固液分离装置中,优选在连续压滤器或者真空过滤器中,并且最优选在真空带式过滤器中实现。还可以使用连续转鼓式压滤器或者旋转真空转鼓吸滤机。将脱水富集的羧酸组合物 260 和任选的富集进料 220 进料到任选的干燥区 270,从而形成干燥富集的羧酸组合物 280 和溶剂蒸气物流 275。

[0117] 在本发明的另一实施方案中,富集进料 220 包括大于 50wt% 的量的水。在本发明的另一实施方案中,富集进料 220 包括大于 75wt% 的量的水。在本发明的另一实施方案中,富集进料 220 包括大于 95wt% 的量的水。在本发明的另一实施方案中,富集进料 220 包括大于 99wt% 的量的水。

[0118] 在本发明的另一实施方案中,催化剂除去后组合物 200 在约 200°C - 富集进料 220 的冰点的温度范围内进入富集区 210。在本发明的另一实施方案中,催化剂除去后组合物 200 在约 100°C - 富集进料 220 的冰点的温度范围内进入富集区 210。在本发明的另一实施方案中,催化剂除去后组合物 200 在约 200°C - 约 0°C 的温度范围内进入富集区 210。在本发明的另一实施方案中,催化剂除去后组合物 200 在约 0°C - 100°C 的温度范围内进入富集区 210。其它范围为低于 100°C 至 20°C ;和 40°C 至小于 100°C。

[0119] 富集区 210 包括至少一个足以在富集进料 220 和催化剂除去后组合物 200 之间提供足量的接触时间的装置,从而使得至少一种选自苯甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、偏苯三酸、羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体和甲苯甲酸异构体的化合物得到富集。在本发明的另一实施方案中,富集区 210 或者扩展的富集区 213 包括在富集进料和催化剂除去后组合物 200 或者羧酸组合物 214 之间提供足量的接触时间的装置,从而使得单体、共聚单体、添加剂和其它可用于聚酯生产的化合物得到富集。在本发明的另一实施方案中,富集区

210 或者扩展的富集区 213 包括至少一种选自带式过滤器、压滤器、旋转压滤器、能够添加固体和 / 或洗剂物流的离心机（如多孔篮离心机、圆盘堆离心机等）等的装置。

[0120] 在本发明的另一实施方案中,基于干燥固体的富集组合物 240 包括在本说明书中随后所述的干燥羧酸组合物 280 的所有可能的组合物的组合。干燥固体基准将随后在本说明书中进行描述。

[0121] 全部组成是基于干燥固体测量的,其在本说明书中随后进行描述。以 ppm 计的测量值和权利要求都是以基于干燥固体按重量计的 ppm 为单位的。

[0122] 步骤 (h) 包括任选地在脱水区 250 中使富集组合物 240 脱水,从而形成脱水的催化剂除去后组合物 260。

[0123] 脱水可以通过本领域已知的任何方式进行。脱水产生含湿含量小于 25wt% 的脱水催化剂除去后组合物 260。其它含湿量范围是小于 15wt% 湿气或者小于 10wt% 湿气或者小于 5wt% 湿气。在本发明的另一实施方案中,脱水可以通过使用通常用于干燥的机械方式来实现,并且其中大部分干燥不是通过蒸发实现的。如本文所使用,大部分是指大于 50%。

[0124] 步骤 (i) 包括在过滤和干燥区 270 中过滤和任选地干燥富集组合物 240 或者脱水的催化剂除去后组合物 260,从而从富集组合物 240 或者脱水的催化剂除去后组合物 260 中除去一部分溶剂,以生成干燥羧酸组合物 280。

[0125] 将富集组合物 240 或者脱水的催化剂除去后组合物 260 从富集区 210 或者脱水区 250 中取出并且进料到过滤和干燥区 270 中。

[0126] 在本发明的一种实施方案中,使过滤滤饼通过最初的溶剂除去步骤,然后用酸洗剂漂洗以除去残余的催化剂,并且然后在送至干燥器前再次除去溶剂。

[0127] 干燥区 270 包括至少一个干燥器并且可以通过本领域已知的任何能够使至少 10% 残留在滤饼中的挥发物蒸发而生成干燥羧酸组合物 280 的方式实现。例如,可以使用包括旋转蒸汽管式干燥器、Single Shaft Porcupine<sup>®</sup> Processor 干燥器和 Bepex Solidaire<sup>®</sup> Processor 在内的间接接触干燥器进行干燥,从而生成干燥羧酸组合物 280。

包括流化床干燥器并且在输送管线中干燥的直接接触干燥器可用于进行干燥,从而生成干燥羧酸组合物 280。在本发明的另一实施方案中,干燥可以在固-液分离装置（例如真空带式过滤器或者旋转加压转鼓式过滤器）中通过使气体物流流过滤饼,由此除去挥发物而得到实现。在本发明的另一实施方案中,固-液分离装置可以包括下列各区的任何组合:催化剂除去区、富集区、脱水区和干燥区。干燥羧酸组合物可以是具有小于 5% 湿气,优选小于 2% 湿气,并且更优选小于 1% 湿气,并且更为优选小于 0.5%,并且更进一步优选小于 0.1% 的羧酸组合物。

[0128] 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 具有小于约 9.0 的  $b^*$ 。在本发明的另一实施方案中,干燥羧酸组合物 280 的  $b^*$  颜色小于约 6.0。在本发明的另一实施方案中,干燥羧酸组合物 280 的  $b^*$  颜色小于约 5.0。在本发明的另一实施方案中,干燥羧酸组合物 280 的  $b^*$  颜色小于约 4.0。在本发明的另一实施方案中,干燥羧酸组合物 280 的  $b^*$  颜色小于约 3。 $b^*$  颜色是在基于光谱反射率的仪器上测量的三色属性之一。反射率模式的 Hunter Ultrascan XE 仪器通常是该测量装置。正读数表示黄色度（或者蓝色的吸光度）,而负读数表示蓝色度（或者黄色的吸光度）。

[0129] 含至少一种羧酸的组合物

[0130] I. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0131] (1) 羧酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和任选地,

[0132] (2) (a) 羧基苯甲醛 (CBA) 异构体,其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0133] (b) 甲苯甲酸 (TA) 异构体,其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0134] (c) 以下两者:

[0135] (i) 羧基苯甲醛异构体,其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm;

[0136] (ii) 甲苯甲酸异构体,其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;

[0137] 其中羧基苯甲醛和甲苯甲酸异构体的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;和

[0138] (3) 下列中的至少 1 个,或者至少 2 个,或者至少 3 个,或者至少 4 个,或者至少 5 个,或者至少 6 个,或者至少 7 个,或者至少 8 个,或者至少 9 个,或者至少 10 个,或者至少 11 个,或者至少 12 个,或者至少 13 个,或者至少 14 个,或者至少 15 个,或者至少 16 个,或者至少 17 个,或者至少 18 个,或者至少 19 个,或者至少 20 个或者全部:

[0139] (a) 对苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm;

[0140] (b) 间苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm;

[0141] (c) 邻苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm;

[0142] (d) 苯-三羧酸异构体,其量为:至少 125ppm,或者 125ppm-1000ppm,或者 150ppm-750ppm,或者 175ppm-500ppm;

[0143] (e) 苯甲酸,其量为:至少 50ppm,或者至少 75ppm,或者至少 100ppm;或者 50ppm-500ppm,或者 75ppm-400ppm,或者 100ppm-300ppm;

[0144] (f) 羟基苯甲酸异构体,其量为:至少 3ppm,至少 5ppm,或者至少 20ppm,或者 3ppm-200ppm,或者 5ppm-175ppm,或者 20ppm-150ppm;

[0145] (g) 羟甲基苯甲酸异构体,其量为:至少 40ppm,或者至少 80ppm,或者至少 100ppm,或者 40ppm-200ppm,或者 80ppm-180ppm,或者 100ppm-160ppm;

[0146] (h) 二羧基联苯异构体,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm;

[0147] (i) 二羧基茛异构体,其量为:大于 7ppm;或者大于 10ppm;

[0148] (j) 三羧基联苯异构体,其量为:8ppm-100ppm,或者 9ppm-50ppm,或者 10ppm-25ppm;

[0149] (k) 三羧基二苯甲酮异构体, 其量为 :5ppm-100ppm, 或者 6ppm-75ppm, 或者 7ppm-60ppm ;

[0150] (l) 二羧基二苯甲酮异构体, 其量为 :10ppm-150ppm, 或者 12ppm-100ppm, 或者 15ppm-75ppm ;

[0151] (m) 二羧基偶苯酰异构体, 其量为 :1ppm-30ppm, 或者 2ppm-20ppm, 或者 3ppm-10ppm ;

[0152] (n) 甲酰-乙酰-羟基苯甲酸异构体, 其量为 :1ppm-20ppm, 或者 2ppm-15ppm, 或者 3ppm-10ppm ;

[0153] (o) 乙酰-羟甲基苯甲酸异构体, 其量为 :1ppm-30ppm, 或者 2ppm-20ppm, 或者 3ppm-15ppm ;

[0154] (p) a-溴-甲苯甲酸异构体, 其量为 :1ppm-100ppm, 或者 2ppm-50ppm, 或者 5ppm-25ppm ;

[0155] (q) 溴苯甲酸, 其量为 :5ppm-50ppm, 或者 10ppm-40ppm, 或者 15ppm-35ppm ;

[0156] (r) 溴-乙酸, 其量为 :1ppm-10ppm ;

[0157] (s) 甲苯甲醛异构体, 其量为 :7ppm-50ppm, 或者 8ppm-25ppm, 或者 9ppm-20ppm ;

[0158] (t) 苯二醛异构体, 其量为 :0.25ppm-10ppm, 或者 0.5ppm-5ppm, 或者 0.75ppm-2ppm ;

[0159] 其中, (3) 中所选的一种或多种化合物不同于 (1) 和 (2) 中所选的一种或多种化合物 ;和任选地,

[0160] (4) 下列中的至少 1 个, 或者至少 2 个, 或者至少 3 个, 或者至少 4 个, 或者至少 5 个, 或者至少 6 个, 或者至少 7 个, 或者至少 8 个或者全部 :

[0161] (a) 对苯二甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-5000ppm, 或者 5ppm-2500ppm, 或者 10ppm-2000ppm, 或者 15ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0162] (b) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-5000ppm, 或者 5ppm-2500ppm, 或者 10ppm-2000ppm, 或者 15ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0163] (c) 邻苯二甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-3000ppm, 或者 2ppm-2000ppm, 或者 3ppm-1000ppm, 或者 4ppm-500ppm ;

[0164] (d) 苯-三羧酸异构体, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-3000ppm, 或者 5ppm-2000ppm, 或者 10ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0165] (e) 苯甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-3000ppm, 或者 5ppm-2000ppm, 或者 10ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0166] (f) 羟基苯甲酸异构体, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 5ppm-400ppm, 或者 10ppm-200ppm ;

[0167] (g) 羟甲基苯甲酸异构体, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 5ppm-400ppm, 或者 10ppm-200ppm ;

[0168] (h) 二羧基联苯异构体, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 5ppm-400ppm, 或者 10ppm-200ppm ;

[0169] 其中 (4) 中所选的一种或多种化合物不同于 (3) 中所选的一种或多种化合物。

[0170] II. 在本发明的另一实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0171] (1) 羧酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0172] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0173] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0174] (c) 以下两者:

[0175] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA),其量为:1ppm-1000ppm,

[0176] 或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm;

[0177] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA),其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;

[0178] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;和

[0179] (3) 下列中的至少 2 个,或者至少 3 个,或者至少 4 个,或者至少 5 个,或者至少 6 个,或者至少 7 个或者全部:

[0180] (a) 间苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm,或者 50ppm 或 75 ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0181] (b) 苯-三羧酸异构体:140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm,或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm;

[0182] (c) 二羧基联苯异构体,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm,或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0183] (d) 邻苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm,或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0184] (e) 羟基苯甲酸异构体,其量为:3ppm-200ppm,或者 5ppm-175ppm,或者 20ppm-150ppm,或者 3ppm 或 5ppm 或 20ppm 至 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 或 500ppm 或 1000ppm;

[0185] (f) 羟甲基苯甲酸异构体,其量为:至少 40ppm,或者至少 80ppm,或者至少 100ppm,或者 40 ppm-200 ppm,或者 80 ppm-180ppm,或者 100ppm-160ppm,或者 40ppm 或 80ppm 或 100ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0186] (g) 苯甲酸:60ppm-500ppm,或者 75ppm-400ppm,或者 100ppm-300ppm,或者 60ppm



或 75ppm 或 100ppm 至 300ppm 或 500ppm 或 1000ppm。

[0187] (h) 对苯二甲酸, 其量为: 至少 20ppm, 或者至少 50ppm, 或者至少 100ppm, 或者 20ppm-1000ppm, 或者 50ppm-750ppm, 或者 100ppm-500ppm, 或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0188] III. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含:

[0189] (1) 羧酸, 其量为: 大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ; 和

[0190] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为: 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ; 或者

[0191] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为: 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ; 或者

[0192] (c) 以下两者:

[0193] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为: 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0194] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为: 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0195] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为: 1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ; 和

[0196] (3) 下列中的至少 2 个, 或者至少 3 个, 或者至少 4 个, 或者至少 5 个或者全部:

[0197] (a) 间苯二甲酸, 其量为: 至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0198] (b) 苯-三羧酸异构体: 140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0199] (c) 二羧基联苯异构体, 其量为: 20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0200] (d) 邻苯二甲酸, 其量为: 至少 20ppm, 或者至少 50ppm, 或者至少 100ppm, 或者 20ppm-1000ppm, 或者 50ppm-750ppm, 或者 100ppm-500ppm, 或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0201] (e) 苯甲酸: 60ppm-500ppm, 或者 75ppm-400ppm, 或者 100ppm-300ppm, 或者 60ppm 或 75ppm 或 100ppm 至 300ppm 或 500ppm 或 1000ppm。

[0202] (f) 对苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm,或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0203] IV. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0204] (1) 羧酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0205] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm ;或者

[0206] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm ;或者

[0207] (c) 以下两者:

[0208] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0209] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA),其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm ;

[0210] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm ;和

[0211] (3) 下列中的至少 2 个,或者至少 3 个,或者至少 4 个,或者全部:

[0212] (a) 间苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm,或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0213] (b) 苯-三羧酸异构体:140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm,或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0214] (c) 二羧基联苯异构体,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm,或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0215] (d) 邻苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm,或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0216] (e) 对苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm,或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或

10wt%或25wt%或49wt%，或者500ppm或750ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0217] V. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物 280 包含：

[0218] (1) 羧酸，其量为：大于50wt%，或者大于60wt%，或者大于70wt%，或者大于80wt%，或者大于90wt%，或者大于95wt%，或者大于97%，或者大于98%，或者大于98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0219] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0220] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0221] (c) 以下两者：

[0222] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm 或者1ppm-125ppm；

[0223] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA)，其量为：1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；

[0224] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为：1ppm-2000ppm，1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；和

[0225] (3) 下列中的至少2个，或者至少3个，或者全部：

[0226] (a) 间苯二甲酸，其量为：至少50ppm，或者50ppm-2000ppm，或者75ppm-1500ppm，或者100ppm-1000ppm，或者150ppm-500ppm，或者50ppm或75ppm或100ppm或150ppm至500ppm或1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%，或者500ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0227] (b) 苯-三羧酸异构体：140ppm-1000ppm，或者175ppm-750ppm，或者200ppm-500ppm，或者150ppm或175ppm或200ppm至500ppm或750ppm或1000ppm；

[0228] (c) 二羧基联苯异构体，其量为：20ppm-150ppm，或者25ppm-100ppm，或者25ppm-75ppm，或者200ppm或300ppm或500ppm至1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0229] (d) 对苯二甲酸，其量为：至少50ppm，或者50ppm-2000ppm，或者75ppm-1500ppm，或者100ppm-1000ppm，或者150ppm-500ppm，或者50ppm或75ppm或100ppm或150ppm至500ppm或1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%，或者500ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0230] VI. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物 280 包含：

[0231] (1) 羧酸，其量为：大于50wt%，或者大于60wt%，或者大于70wt%，或者大于80wt%，或者大于90wt%，或者大于95wt%，或者大于97%，或者大于98%，或者大于98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0232] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0233] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0234] (c) 以下两者 :

[0235] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0236] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0237] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0238] (3) 以下中的至少 2 个或者全部 :

[0239] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0240] (b) 苯 - 三 羧 酸 异 构 体 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0241] (c) 二羧基联苯异构体, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0242] VII. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0243] (1) 羧酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ;和

[0244] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0245] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0246] (c) 以下两者 :

[0247] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0248] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0249] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0250] (3) 以下两者 :

[0251] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或

25wt%或49wt%，或者500ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0252] (b) 苯-三羧酸异构体:140ppm-1000ppm，或者175ppm-750ppm，或者200ppm-500ppm，或者150ppm或175ppm或200ppm至500ppm或750ppm或1000ppm；

[0253] VIII. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物280包含：

[0254] (1) 羧酸，其量为：大于50wt%，或者大于60wt%，或者大于70wt%，或者大于80wt%，或者大于90wt%，或者大于95wt%，或者大于97%，或者大于98%，或者大于98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0255] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体(CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0256] (b) 甲苯甲酸异构体(TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0257] (c) 以下两者：

[0258] (1) 羧基苯甲醛异构体(CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm或者1ppm-125ppm；

[0259] (2) 甲苯甲酸异构体(TA)，其量为：1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；

[0260] 其中CBA和TA的总浓度为：1ppm-2000ppm，1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；和

[0261] (3) 以下两者：

[0262] (a) 间苯二甲酸，其量为：至少50ppm，或者50ppm-2000ppm，或者75ppm-1500ppm，或者100ppm-1000ppm，或者150ppm-500ppm，或者50ppm或75ppm或100ppm或150ppm至500ppm或1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%，或者500ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0263] (b) 二羧基联苯异构体，其量为：20ppm-150ppm，或者25ppm-100ppm，或者25ppm-75ppm，或者200ppm或300ppm或500ppm至1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0264] IX. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物280包含：

[0265] (1) 羧酸，其量为：大于50wt%，或者大于60wt%，或者大于70wt%，或者大于80wt%，或者大于90wt%，或者大于95wt%，或者大于97%，或者大于98%，或者大于98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0266] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体(CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0267] (b) 甲苯甲酸异构体(TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0268] (c) 以下两者：

[0269] (1) 羧基苯甲醛异构体(CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm或者1ppm-125ppm；

[0270] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0271] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0272] (3) 以下两者 :

[0273] (a) 苯 - 三 羧 酸 异 构 体 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0274] (b) 二羧基联苯异构体, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0275] X. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0276] (1) 羧酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ;和

[0277] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0278] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0279] (c) 以下两者 :

[0280] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0281] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0282] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0283] (3) 以下中的至少 2 个, 或者全部 :

[0284] (a) 对苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0285] (b) 苯 - 三 羧 酸 异 构 体 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0286] (c) 二羧基联苯异构体, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0287] XI. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0288] (1) 羧酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于

98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0289] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0290] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0291] (c) 以下两者：

[0292] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm；

[0293] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA)，其量为：1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；

[0294] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为：1ppm-2000ppm，1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；和

[0295] (3) 以下两者：

[0296] (a) 对苯二甲酸，其量为：至少 50ppm，或者 50ppm-2000ppm，或者 75ppm-1500ppm，或者 100ppm-1000ppm，或者 150ppm-500ppm，或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%，或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%；

[0297] (b) 苯-三羧酸异构体：140ppm-1000ppm，或者 175ppm-750ppm，或者 200ppm-500ppm，或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm；

[0298] XII. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物 280 包含：

[0299] (1) 羧酸，其量为：大于 50wt%，或者大于 60wt%，或者大于 70wt%，或者大于 80wt%，或者大于 90wt%，或者大于 95wt%，或者大于 97%，或者大于 98%，或者大于 98.5%，或者大于 99%，或者大于 99.5wt%；和

[0300] (2) (a) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0301] (b) 甲苯甲酸异构体 (TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0302] (c) 以下两者：

[0303] (1) 羧基苯甲醛异构体 (CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm；

[0304] (2) 甲苯甲酸异构体 (TA)，其量为：1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；

[0305] 其中 CBA 和 TA 的总浓度为：1ppm-2000ppm，1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；和

[0306] (3) 以下两者：

[0307] (a) 对苯二甲酸，其量为：至少 50ppm，或者 50ppm-2000ppm，或者 75ppm-1500ppm，或者 100ppm-1000ppm，或者 150ppm-500ppm，或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或

25wt%或49wt%，或者500ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0308] (b) 二羧基联苯异构体，其量为：20ppm-150ppm，或者25ppm-100ppm，或者25ppm-75ppm，或者200ppm或300ppm或500ppm至1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0309] XIII. 在本发明的另一实施方案中，干燥羧酸组合物280包含：

[0310] (1) 羧酸，其量为：大于50wt%，或者大于60wt%，或者大于70wt%，或者大于80wt%，或者大于90wt%，或者大于95wt%，或者大于97%，或者大于98%，或者大于98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0311] (2) 羧基苯甲醛异构体(CBA)，其量为：1ppm-500ppm，和

[0312] (3) 以下全部：

[0313] (a) 邻苯二甲酸异构体，其量为：至少50ppm，或者50ppm-2000ppm，或者75ppm-1500ppm，或者100ppm-1000ppm，或者150ppm-500ppm，或者50ppm或75ppm或100ppm或150ppm至500ppm或1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%，或者500ppm或1000ppm至2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0314] (b) 苯-三羧酸异构体：140ppm-1000ppm，或者175ppm-750ppm，或者200ppm-500ppm，或者150ppm或175ppm或200ppm至500ppm或750ppm或1000ppm；

[0315] (c) 二羧基联苯异构体，其量为：20ppm-150ppm，或者25ppm-100ppm，或者25ppm-75ppm，或者200ppm或300ppm或500ppm至1000ppm或2000ppm或0.5wt%或1wt%或2wt%或3wt%或5wt%或10wt%或25wt%或49wt%；

[0316] 间苯二甲酸组合物

[0317] I. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物280包含：

[0318] (1) 间苯二甲酸，其量为：大于50wt%，或者大于60wt%，或者大于70wt%，或者大于80wt%，或者大于90wt%，或者大于95wt%，或者大于97%，或者大于98%，或者大于98.5%，或者大于99%，或者大于99.5wt%；和

[0319] (2) (a) 3-羧基苯甲醛(3-CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0320] (b) 间-甲苯甲酸(m-TA异构体)，其量为：1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；或者

[0321] (c) 以下两者：

[0322] (1) 3-羧基苯甲醛(3-CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或

[0323] 者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm或者1ppm-125ppm；

[0324] (2) 间-甲苯甲酸异构体(m-TA)，其量为：1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm；

[0325] 其中，3-CBA和m-TA的总浓度为：1ppm-2000ppm，1ppm-1000ppm，或者1ppm-500ppm，或者1ppm-250ppm，或者1ppm-125ppm，和

[0326] (3) 下列中的至少1个，或者至少2个，或者至少3个，或者至少4个，或者至少5个，或者至少6个，或者至少7个，或者至少8个，或者至少9个，或者至少10个，或者至少



11 个,或者至少 12 个,或者至少 13 个,或者至少 14 个,或者至少 15 个,或者至少 16 个,或者至少 17 个,或者至少 18 个,或者至少 19 个或者全部:

[0327] (a) 对苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm;

[0328] (b) 邻苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm;

[0329] (c) 苯-三羧酸异构体,其量为:至少 140ppm,或者 140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm;

[0330] (d) 苯甲酸,其量为:至少 50ppm,或者至少 75ppm,或者至少 100ppm;或者 50ppm-500ppm,或者 75ppm-400ppm,或者 100ppm-300ppm;

[0331] (e) 3-羟基苯甲酸,其量为:至少 3ppm,至少 5ppm,或者至少 20ppm,或者 3ppm-200ppm,或者 5ppm-175ppm,或者 20ppm-150ppm;

[0332] (f) 3-羟甲基苯甲酸,其量为:至少 40ppm,或者至少 80ppm,或者至少 100ppm,或者 40ppm-200ppm,或者 80ppm-180ppm,或者 100ppm-160ppm;

[0333] (g) 3,3'-二羧基联苯异构体,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm;

[0334] (h) 二羧基蒽醌异构体,其量为:小于 1ppm,或者小于 0.5ppm,或者小于 0.4ppm,或者小于 0.35ppm;

[0335] (i) 二羧基茈异构体,其量为:大于 7ppm;或者大于 10ppm;

[0336] (j) 三羧基联苯异构体,其量为:8ppm-100ppm,或者 9ppm-50ppm,或者 10ppm-25ppm;

[0337] (k) 三羧基二苯甲酮异构体,其量为:5ppm-100ppm,或者 6ppm-75ppm,或者 7ppm-60ppm;

[0338] (l) 二羧基二苯甲酮异构体,其量为:10ppm-150ppm,或者 12ppm-100ppm,或者 15ppm-75ppm;

[0339] (m) 二羧基偶苯酰异构体,其量为:1ppm-30ppm,或者 2ppm-20ppm,或者 3ppm-10ppm;

[0340] (n) 甲酰-乙酰-羟基苯甲酸异构体,其量为:1ppm-20ppm,或者 2ppm-15ppm,或者 3ppm-10ppm;

[0341] (o) 乙酰-羟甲基苯甲酸异构体,其量为:1ppm-30ppm,或者 2ppm-20ppm,或者 3ppm-15ppm;

[0342] (p) a-溴-m-甲苯甲酸,其量为:1ppm-100ppm,或者 2ppm-50ppm,或者 5ppm-25ppm;

[0343] (q) 溴苯甲酸,其量为:5ppm-50ppm,或者 10ppm-40ppm,或者 15ppm-35ppm;

[0344] (r) 溴-乙酸,其量为:1ppm-10ppm;

[0345] (s) 间-甲苯甲醛,其量为:7ppm-50ppm,或者 8ppm-25ppm,或者 9ppm-20ppm;

[0346] (t) 间苯二甲醛,其量为:0.25ppm-10ppm,或者 0.5ppm-5ppm,或者 0.75ppm-2ppm;和任选地

[0347] (4) 下列中的至少 1 个,或者至少 2 个,或者至少 3 个,或者至少 4 个,或者至少 5

个,或者至少 6 个,或者至少 7 个,或者全部:

[0348] (a) 对苯二甲酸,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-5000ppm,或者 5ppm-2500ppm,或者 10ppm-2000ppm,或者 15ppm-1000ppm,或者 20ppm-500ppm;

[0349] (b) 邻苯二甲酸,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-3000ppm,或者 2ppm-2000ppm,或者 3ppm-1000ppm,或者 4ppm-500ppm;

[0350] (c) 苯-三羧酸异构体,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-3000ppm,或者 5ppm-2000ppm,或者 10ppm-1000ppm,或者 20ppm-500ppm;

[0351] (d) 苯甲酸,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-3000ppm,或者 5ppm-2000ppm,或者 10ppm-1000ppm,或者 20ppm-500ppm;

[0352] (e) 3-羟基苯甲酸,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 5ppm-400ppm,或者 10ppm-200ppm;

[0353] (f) 3-羟甲基苯甲酸,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 5ppm-400ppm,或者 10ppm-200ppm;

[0354] (g) 3,3'-二羧基联苯,其量为:至少 1ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 5ppm-400ppm,或者 10ppm-200ppm;

[0355] (h) 二羧基蒽醌异构体,其量为:至少 0.1ppm,或者 0.1ppm-5ppm,或者 0.2ppm-4ppm,或者 0.3ppm-3ppm;

[0356] 其中,(4)中所选的一种或多种化合物不同于(3)中所选的一种或多种化合物。

[0357] II. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0358] (1) 间苯二甲酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0359] (2) (a) 3-羧基苯甲醛(3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0360] (b) 间-甲苯甲酸(m-TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0361] (c) 以下两者:

[0362] (1) 3-羧基苯甲醛(3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm;

[0363] (2) 间-甲苯甲酸(m-TA),其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;

[0364] 其中,3-CBA 和 m-TA 的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;和

[0365] (3) 下列中的至少 2 个,或者至少 3 个,或者至少 4 个,或者至少 5 个,或者至少 6 个,或者全部:

[0366] (a) 对苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm,或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt%或 1 wt%或 2wt%或 3wt%或 5wt%或 10wt%或 25wt%或 49wt%,或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt%或 1wt%或 2wt%或 3wt%

或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0367] (b) 苯 - 三 羧 酸 异 构 体 :140ppm-1000ppm, 或 者 175ppm-750ppm, 或 者 200ppm-500ppm, 或 者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0368] (c) 3,3' - 二 羧 基 联 苯, 其 量 为 :20ppm-150ppm, 或 者 25ppm-100ppm, 或 者 25ppm-75ppm, 或 者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0369] (d) 邻 苯 二 甲 酸, 其 量 为 : 至 少 20ppm, 或 者 至 少 50ppm, 或 者 至 少 100ppm, 或 者 20ppm-1000ppm, 或 者 50ppm-750ppm, 或 者 100ppm-500ppm, 或 者 20ppm, 50ppm, 100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或 者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0370] (e) 3- 羟 基 苯 甲 酸 :3ppm-200ppm, 或 者 5ppm-175ppm, 或 者 20ppm-150ppm, 或 者 3ppm 或 5ppm 或 20ppm 至 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 或 500ppm 或 1000ppm ;

[0371] (f) 3- 羟 甲 基 苯 甲 酸, 其 量 为 : 至 少 40ppm, 或 至 少 80ppm, 或 至 少 100ppm, 或 者 40ppm-200ppm, 或 者 80ppm-180ppm, 或 者 100ppm-160ppm, 或 者 40ppm 或 80ppm 或 100ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0372] (g) 苯 甲 酸 :60ppm-500ppm, 或 者 75ppm-400ppm, 或 者 100ppm-300ppm, 或 者 60ppm 或 75ppm 或 100ppm 至 300ppm 或 500ppm 或 1000ppm。

[0373] III. 在 本 发 明 的 一 种 实 施 方 案 中, 干 燥 羧 酸 组 合 物 280 包 含 :

[0374] (1) 间 苯 二 甲 酸, 其 量 为 : 大 于 50wt%, 或 者 大 于 60wt%, 或 者 大 于 70wt%, 或 者 大 于 80wt%, 或 者 大 于 90wt%, 或 者 大 于 95wt%, 或 者 大 于 97%, 或 者 大 于 98%, 或 者 大 于 98.5%, 或 者 大 于 99%, 或 者 大 于 99.5wt% ; 和

[0375] (2) (a) 3- 羧 基 苯 甲 醛 (3-CBA), 其 量 为 :1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ; 或 者

[0376] (b) 间 - 甲 苯 甲 酸 (m-TA), 其 量 为 :1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ; 或 者

[0377] (c) 以 下 两 者 :

[0378] (1) 3- 羧 基 苯 甲 醛 (3-CBA), 其 量 为 :1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm 或 者 1ppm-125ppm ;

[0379] (2) 间 - 甲 苯 甲 酸 (m-TA), 其 量 为 :1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ;

[0380] 其 中, 3-CBA 和 m-TA 的 总 浓 度 为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ; 和

[0381] (3) 以 下 中 的 至 少 2 个、或 者 至 少 3 个、或 者 至 少 4 个, 或 者 全 部 :

[0382] (a) 对 苯 二 甲 酸, 其 量 为 : 至 少 50ppm, 或 者 50ppm-2000ppm, 或 者 75ppm-1500ppm, 或 者 100ppm-1000ppm, 或 者 150ppm-500ppm, 或 者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或 者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt%

或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0383] (b) 苯 - 三 羧 酸 异 构 体 :140ppm-1000ppm, 或 者 175ppm-750ppm, 或 者 200ppm-500ppm, 或 者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0384] (c) 3,3' - 二 羧 基 联 苯, 其 量 为 :20ppm-150ppm, 或 者 25ppm-100ppm, 或 者 25ppm-75ppm, 或 者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0385] (d) 邻 苯 二 甲 酸, 其 量 为 : 至 少 20ppm, 或 者 至 少 50ppm, 或 者 至 少 100ppm, 或 者 20ppm-1000ppm, 或 者 50ppm-750ppm, 或 者 100ppm-500ppm, 或 者 20ppm, 50ppm, 100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或 者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0386] (e) 苯 甲 酸 :60ppm-500ppm, 或 者 75ppm-400ppm, 或 者 100ppm-300ppm, 或 者 60ppm 或 75ppm 或 100ppm 至 300ppm 或 500ppm 或 1000ppm。

[0387] IV. 在 本 发 明 的 一 种 实 施 方 案 中, 干 燥 羧 酸 组 合 物 280 包 含 :

[0388] (1) 间 苯 二 甲 酸, 其 量 为 : 大 于 50wt%, 或 者 大 于 60wt%, 或 者 大 于 70wt%, 或 者 大 于 80wt%, 或 者 大 于 90wt%, 或 者 大 于 95wt%, 或 者 大 于 97%, 或 者 大 于 98%, 或 者 大 于 98.5%, 或 者 大 于 99%, 或 者 大 于 99.5wt% ; 和

[0389] (2) (a) 3- 羧 基 苯 甲 醛 (3-CBA), 其 量 为 :1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ; 或 者

[0390] (b) 间 - 甲 苯 甲 酸 (m-TA), 其 量 为 :1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ; 或 者

[0391] (c) 以 下 两 者 :

[0392] (1) 3- 羧 基 苯 甲 醛 (3-CBA), 其 量 为 :1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm 或 者 1ppm-125ppm ;

[0393] (2) 间 - 甲 苯 甲 酸 (m-TA), 其 量 为 :1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ;

[0394] 其 中, 3-CBA 和 m-TA 的 总 浓 度 为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或 者 1ppm-500ppm, 或 者 1ppm-250ppm, 或 者 1ppm-125ppm ; 和

[0395] (3) 以 下 中 的 至 少 2 个、或 者 至 少 3 个 或 者 全 部 :

[0396] (a) 对 苯 二 甲 酸, 其 量 为 : 至 少 50ppm, 或 者 50ppm-2000ppm, 或 者 75ppm-1500ppm, 或 者 100ppm-1000ppm, 或 者 150ppm-500ppm, 或 者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 小 于 49wt%, 或 者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0397] (b) 苯 - 三 羧 酸 异 构 体 :140ppm-1000ppm, 或 者 175ppm-750ppm, 或 者 200ppm-500ppm, 或 者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0398] (c) 3,3' - 二 羧 基 联 苯, 其 量 为 :20ppm-150ppm, 或 者 25ppm-100ppm, 或 者 25ppm-75ppm, 或 者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0399] (d) 邻苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm,或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0400] V. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0401] (1) 间苯二甲酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0402] (2) (a) 3-羧基苯甲醛 (3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0403] (b) 间-甲苯甲酸 (m-TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0404] (c) 以下两者:

[0405] (1) 3-羧基苯甲醛 (3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0406] (2) 间-甲苯甲酸 (m-TA),其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm ;

[0407] 其中,3-CBA 和 m-TA 的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm ;和

[0408] (3) 以下中的至少 2 个或者全部:

[0409] (a) 对苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm,或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0410] (b) 苯-三羧酸异构体:140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm,或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0411] (c) 3,3'-二羧基联苯,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm,或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0412] VI. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0413] (1) 间苯二甲酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0414] (2) (a) 3-羧基苯甲醛 (3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0415] (b) 间-甲苯甲酸 (m-TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0416] (c) 以下两者：

[0417] (1) 3- 羧基苯甲醛 (3-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0418] (2) 间 - 甲苯甲酸 (m-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0419] 其中,3-CBA 和 m-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0420] (3) 以下两者：

[0421] (a) 对苯二甲酸,其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75 ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或小于 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0422] (b) 苯 - 三羧酸异构体 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0423] VII. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含：

[0424] (1) 间苯二甲酸,其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ;和

[0425] (2) (a) 3- 羧基苯甲醛 (3-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0426] (b) 间 - 甲苯甲酸 (m-TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0427] (c) 以下两者：

[0428] (1) 3- 羧基苯甲醛 (3-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0429] (2) 间 - 甲苯甲酸 (m-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0430] 其中,3-CBA 和 m-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0431] (3) 以下两者：

[0432] (a) 对苯二甲酸,其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50 ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000 ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0433] (b) 3,3' - 二羧基联苯,其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0434] VIII. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0435] (1) 间苯二甲酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0436] (2) (a) 3-羧基苯甲醛(3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0437] (b) 间-甲苯甲酸(m-TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0438] (c) 以下两者:

[0439] (1) 3-羧基苯甲醛(3-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm;

[0440] (2) 间-甲苯甲酸(m-TA),其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;

[0441] 其中,3-CBA 和 m-TA 的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;和

[0442] (3) 以下两者:

[0443] (a) 苯-三羧酸异构体:140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm,或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm;

[0444] (b) 3,3'-二羧基联苯,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm,或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0445] IX. 在本发明的另一实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0446] (1) 间苯二甲酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0447] (2) 3-羧基苯甲醛(3-CBA),其量为:1ppm-500ppm,和

[0448] (3) 以下全部:

[0449] (a) 对苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或者 150ppm-500ppm,或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%,或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0450] (b) 苯-三羧酸异构体:140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm,或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm;

[0451] (c) 3,3'-二羧基联苯,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm,或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%;

[0452] 对苯二甲酸组合物

[0453] I. 在本发明的一种实施方案中,干燥羧酸组合物 280 包含:

[0454] (1) 对苯二甲酸,其量为:大于 50wt%,或者大于 60wt%,或者大于 70wt%,或者大于 80wt%,或者大于 90wt%,或者大于 95wt%,或者大于 97%,或者大于 98%,或者大于 98.5%,或者大于 99%,或者大于 99.5wt%;和

[0455] (2) (a) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0456] (b) 对-甲苯甲酸 (p-TA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;或者

[0457] (c) 以下两者:

[0458] (1) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA),其量为:1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm;

[0459] (2) 对-甲苯甲酸 (p-TA),其量为:1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;

[0460] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为:1ppm-2000ppm,1ppm-1000ppm,或者 1ppm-500ppm,或者 1ppm-250ppm,或者 1ppm-125ppm;和

[0461] (3) 下列中的至少 1 个,或者至少 2 个,或者至少 3 个,或者至少 4 个,或者至少 5 个,或者至少 6 个,或者至少 7 个,或者至少 8 个,或者至少 9 个,或者至少 10 个,或者至少 11 个,或者至少 12 个,或者至少 13 个,或者至少 14 个,或者至少 15 个,或者至少 16 个,或者至少 17 个,或者至少 18 个,或者至少 19 个,或者全部:

[0462] (a) 间苯二甲酸,其量为:至少 50ppm,或者 50ppm-2000ppm,或者 75ppm-1500ppm,或者 100ppm-1000ppm,或 150ppm-500ppm

[0463] (b) 邻苯二甲酸,其量为:至少 20ppm,或者至少 50ppm,或者至少 100ppm,或者 20ppm-1000ppm,或者 50ppm-750ppm,或者 100ppm-500ppm;

[0464] (c) 偏苯三酸,其量为:至少 140ppm,或者 140ppm-1000ppm,或者 175ppm-750ppm,或者 200ppm-500ppm;

[0465] (d) 苯甲酸,其量为:至少 50ppm,或者至少 75ppm,或者至少 100ppm;或者 50ppm-500ppm,或者 75ppm-400ppm,或者 100ppm-300ppm;

[0466] (e) 4-羟基苯甲酸,其量为:至少 3ppm,至少 5ppm,或者至少 20ppm,或者 3ppm-200ppm,或者 5ppm-175ppm,或者 20ppm-150ppm;

[0467] (f) 4-羟甲基苯甲酸,其量为:至少 40ppm,或者至少 80ppm,或者至少 100ppm,或者 40ppm-200ppm,或者 80ppm-180ppm,或者 100ppm-160ppm;

[0468] (g) 4,4'-二羧基联苯,其量为:20ppm-150ppm,或者 25ppm-100ppm,或者 25ppm-75ppm;

[0469] (h) 2,6-二羧基蒽醌,其量为:小于 1ppm,或者小于 0.5ppm,或者小于 0.4ppm,或者小于 0.35ppm;

[0470] (i) 4,4'-二羧基芪,其量为:大于 7ppm;或者大于 10ppm;

[0471] (j) 2,5,4'-三羧基联苯,其量为:8ppm-100ppm,或者 9ppm-50ppm,或者 10ppm-25ppm;

[0472] (k) 2,5,4'-三羧基二苯甲酮,其量为:5ppm-100ppm,或者 6ppm-75ppm,或者 7ppm-60ppm;



[0473] (1) 4,4' - 二羧基二苯甲酮, 其量为 :10ppm-150ppm, 或者 12ppm-100ppm, 或者 15ppm-75ppm ;

[0474] (m) 4,4' - 二羧基偶苯酰, 其量为 :1ppm-30ppm, 或者 2ppm-20ppm, 或者 3ppm-10ppm ;

[0475] (n) 甲酰 - 乙酰 - 羟基苯甲酸, 其量为 :1ppm-20ppm, 或者 2ppm-15ppm, 或者 3ppm-10ppm ;

[0476] (o) 乙酰 - 羟甲基苯甲酸, 其量为 :1ppm-30ppm, 或者 2ppm-20ppm, 或者 3ppm-15ppm ;

[0477] (p) a- 溴 - 对 - 甲苯甲酸, 其量为 :1ppm-100ppm, 或者 2ppm-50ppm, 或者 5ppm-25ppm ;

[0478] (q) 溴苯甲酸, 其量为 :5ppm-50ppm, 或者 10ppm-40ppm, 或者 15ppm-35ppm ;

[0479] (r) 溴 - 乙酸, 其量为 :1ppm-10ppm ;

[0480] (s) 对 - 甲苯甲醛, 其量为 :7ppm-50ppm, 或者 8ppm-25ppm, 或者 9ppm-20ppm ;

[0481] (t) 对苯二甲醛, 其量为 :0.25ppm-10ppm, 或者 0.5ppm-5ppm, 或者 0.75ppm-2ppm ; 和任选地,

[0482] (4) 以下中的至少 1 个, 或者至少 2 个, 或者至少 3 个, 或者至少 4 个, 或者至少 5 个, 或者至少 6 个, 或者至少 7 个, 或者全部 :

[0483] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-5000ppm, 或者 5ppm-2500ppm, 或者 10ppm-2000ppm, 或者 15ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0484] (b) 邻苯二甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-3000ppm, 或者 2ppm-2000ppm, 或者 3ppm-1000ppm, 或者 4ppm-500ppm ;

[0485] (c) 偏苯三酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-3000ppm, 或者 5ppm-2000ppm, 或者 10ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0486] (d) 苯甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-3000ppm, 或者 5ppm-2000ppm, 或者 10ppm-1000ppm, 或者 20ppm-500ppm ;

[0487] (e) 4- 羟基苯甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 5ppm-400ppm, 或者 10ppm-200ppm ;

[0488] (f) 4- 羟甲基苯甲酸, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 5ppm-400ppm, 或者 10ppm-200ppm ;

[0489] (g) 4,4' - 二羧基联苯, 其量为 :至少 1ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 5ppm-400ppm, 或者 10ppm-200ppm ;

[0490] (h) 2,6- 二羧基蒽醌, 其量为 :至少 0.1ppm, 或者 0.1ppm-5ppm, 或者 0.2ppm-4ppm, 或者 0.3ppm-3ppm ;

[0491] 其中, (4) 中所选的一种或多种化合物不同于 (3) 中所选的一种或多种化合物。

[0492] II. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0493] (1) 对苯二甲酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ; 和

[0494] (2) (a) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者

1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ; 或者

[0495] (b) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 : 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ; 或者

[0496] (c) 以下两者 :

[0497] (1) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 : 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0498] (2) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 : 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0499] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为 : 1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ; 和

[0500] (3) 以下中的至少 2 个, 或者至少 3 个, 或者至少 4 个, 或者至少 5 个, 或者至少 6 个, 或者全部 :

[0501] (a) 间苯二甲酸, 其量为 : 至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500 ppm 或 1000 ppm 至 2000 ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0502] (b) 偏苯三酸 : 140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0503] (c) 4,4' - 二羧基联苯, 其量为 : 20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0504] (d) 邻苯二甲酸, 其量为 : 至少 20ppm, 或者至少 50ppm, 或者至少 100ppm, 或者 20ppm-1000ppm, 或者 50ppm-750ppm, 或者 100ppm-500ppm, 或者 20ppm, 50ppm, 100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0505] (e) 4- 羟基苯甲酸 : 3ppm-200ppm, 或者 5ppm-175ppm, 或者 20ppm-150ppm, 或者 3ppm 或 5ppm 或 20 ppm 至 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 或 500ppm 或 1000ppm ;

[0506] (f) 4- 羟基甲基苯甲酸, 其量为 : 至少 40ppm, 或至少 80ppm, 或至少 100ppm, 或者 40ppm-200ppm, 或者 80ppm-180ppm, 或者 100ppm-160ppm, 或者 40ppm 或 80ppm 或 100ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0507] (g) 苯甲酸 : 60ppm-500ppm, 或者 75ppm-400ppm, 或者 100ppm-300ppm, 或者 60ppm 或 75ppm 或 100ppm 至 300ppm 或 500ppm 或 1000ppm。

[0508] III. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0509] (1) 对苯二甲酸, 其量为 : 大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ; 和

[0510] (2) (a) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0511] (b) 对-甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0512] (c) 以下两者 :

[0513] (1) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0514] (2) 对-甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0515] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0516] (3) 以下中的至少 2 个, 或者至少 3 个, 或者至少 4 个, 或者全部 :

[0517] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000 ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0518] (b) 偏苯三酸 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0519] (c) 4,4'-二羧基联苯, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0520] (d) 邻苯二甲酸, 其量为 :至少 20ppm, 或者至少 50ppm, 或者至少 100ppm, 或者 20ppm-1000ppm, 或者 50ppm-750ppm, 或者 100ppm-500ppm, 或者 20ppm, 50ppm, 100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0521] (e) 苯甲酸 :60ppm-500ppm, 或者 75ppm-400ppm, 或者 100ppm-300ppm, 或者 60ppm 或 75ppm 或 100ppm 至 300ppm 或 500ppm 或 1000ppm。

[0522] IV. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0523] (1) 对苯二甲酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ;和

[0524] (2) (a) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0525] (b) 对-甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0526] (c) 以下两者 :

[0527] (1) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者

1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0528] (2) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0529] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0530] (3) 以下中的至少 2 个, 或者至少 3 个, 或者全部 :

[0531] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000 ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0532] (b) 偏苯三酸 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0533] (c) 4,4' - 二羧基联苯, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0534] (d) 邻苯二甲酸, 其量为 :至少 20ppm, 或者至少 50ppm, 或者至少 100ppm, 或者 20ppm-1000ppm, 或者 50ppm-750ppm, 或者 100ppm-500ppm, 或者 20ppm、50ppm、100ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0535] V. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含 :

[0536] (1) 对苯二甲酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ;和

[0537] (2) (a) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0538] (b) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0539] (c) 以下两者 :

[0540] (1) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0541] (2) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0542] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0543] (3) 以下中的至少 2 个, 或者全部 :

[0544] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至

500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%，或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%；

[0545] (b) 偏苯三酸：140ppm-1000ppm，或者 175ppm-750ppm，或者 200ppm-500ppm，或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm；

[0546] (c) 4,4'-二羧基联苯，其量为：20ppm-150ppm，或者 25ppm-100ppm，或者 25ppm-75ppm，或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%；

[0547] VI. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物 280 包含：

[0548] (1) 对苯二甲酸，其量为：大于 50wt%，或者大于 60wt%，或者大于 70wt%，或者大于 80wt%，或者大于 90wt%，或者大于 95wt%，或者大于 97%，或者大于 98%，或者大于 98.5%，或者大于 99%，或者大于 99.5wt%；和

[0549] (2) (a) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0550] (b) 对-甲苯甲酸 (p-TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0551] (c) 以下两者：

[0552] (1) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm；

[0553] (2) 对-甲苯甲酸 (p-TA)，其量为：1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；

[0554] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为：1ppm-2000ppm，1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；和

[0555] (3) 以下两者：

[0556] (a) 间苯二甲酸，其量为：至少 50ppm，或者 50ppm-2000ppm，或者 75ppm-1500ppm，或者 100ppm-1000ppm，或者 150ppm-500ppm，或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%，或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%；

[0557] (b) 偏苯三酸：140ppm-1000ppm，或者 175ppm-750ppm，或者 200ppm-500ppm，或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm；

[0558] VII. 在本发明的一种实施方案中，干燥羧酸组合物 280 包含：

[0559] (1) 对苯二甲酸，其量为：大于 50wt%，或者大于 60wt%，或者大于 70wt%，或者大于 80wt%，或者大于 90wt%，或者大于 95wt%，或者大于 97%，或者大于 98%，或者大于 98.5%，或者大于 99%，或者大于 99.5wt%；和

[0560] (2) (a) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0561] (b) 对-甲苯甲酸 (p-TA)，其量为：1ppm-1000ppm，或者 1ppm-500ppm，或者 1ppm-250ppm，或者 1ppm-125ppm；或者

[0562] (c) 以下两者：

[0563] (1) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0564] (2) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0565] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0566] (3) 以下两者：

[0567] (a) 间苯二甲酸, 其量为 :至少 50ppm, 或者 50ppm-2000ppm, 或者 75ppm-1500ppm, 或者 100ppm-1000ppm, 或者 150ppm-500ppm, 或者 50ppm 或 75 ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%, 或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0568] (b) 4,4' - 二羧基联苯, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0569] VIII. 在本发明的一种实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含：

[0570] (1) 对苯二甲酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者大于 80wt%, 或者大于 90wt%, 或者大于 95wt%, 或者大于 97%, 或者大于 98%, 或者大于 98.5%, 或者大于 99%, 或者大于 99.5wt% ;和

[0571] (2) (a) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0572] (b) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;或者

[0573] (c) 以下两者：

[0574] (1) 4- 羧基苯甲醛 (4-CBA), 其量为 :1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm 或者 1ppm-125ppm ;

[0575] (2) 对 - 甲苯甲酸 (p-TA), 其量为 :1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;

[0576] 其中 4-CBA 和 p-TA 的总浓度为 :1ppm-2000ppm, 1ppm-1000ppm, 或者 1ppm-500ppm, 或者 1ppm-250ppm, 或者 1ppm-125ppm ;和

[0577] (3) 以下两者：

[0578] (a) 偏苯三酸 :140ppm-1000ppm, 或者 175ppm-750ppm, 或者 200ppm-500ppm, 或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm ;

[0579] (b) 4,4' - 二羧基联苯, 其量为 :20ppm-150ppm, 或者 25ppm-100ppm, 或者 25ppm-75ppm, 或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt% ;

[0580] IX. 在本发明的另一实施方案中, 干燥羧酸组合物 280 包含：

[0581] (1) 对苯二甲酸, 其量为 :大于 50wt%, 或者大于 60wt%, 或者大于 70wt%, 或者

大于 80wt%，或者大于 90wt%，或者大于 95wt%，或者大于 97%，或者大于 98%，或者大于 98.5%，或者大于 99%，或者大于 99.5wt%；和

[0582] (2) 4-羧基苯甲醛 (4-CBA)，其量为：1ppm-500ppm，和

[0583] (3) 以下全部：

[0584] (a) 间苯二甲酸，其量为：至少 50ppm，或者 50ppm-2000ppm，或者 75ppm-1500ppm，或者 100ppm-1000ppm，或者 150ppm-500ppm，或者 50ppm 或 75ppm 或 100ppm 或 150ppm 至 500ppm 或 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%，或者 500ppm 或 1000ppm 至 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%；

[0585] (b) 偏苯三酸：140ppm-1000ppm，或者 175ppm-750ppm，或者 200ppm-500ppm，或者 150ppm 或 175ppm 或 200ppm 至 500ppm 或 750ppm 或 1000ppm；

[0586] (c) 4,4'-二羧基联苯，其量为：20ppm-150ppm，或者 25ppm-100ppm，或者 25ppm-75ppm，或者 200ppm 或 300ppm 或 500ppm 至 1000ppm 或 2000ppm 或 0.5wt% 或 1wt% 或 2wt% 或 3wt% 或 5wt% 或 10wt% 或 25wt% 或 49wt%；

[0587] 在本发明的另一实施方案中，前述的干燥羧酸组合物 280 的所有组合物都进一步包括小于 1000ppm、或者 500ppm、或者 250ppm 或者 100ppm 的催化剂组合物。其它范围是小于 85ppm，和小于 50ppm。其它范围是小于 25ppm，或者小于 15ppm，或者小于 10ppm 或者小于 5ppm。在本发明的另一实施方案中，催化剂包括钴和锰。在本发明的另一实施方案中，催化剂包括钴。

[0588] 在本说明书和权利要求中，所有浓度都基于干燥固体计。TPA 产物的物理形态可以是干燥固体、湿滤饼、糊料或者浆液。为了一致性起见，当描述其组成时，任何存在于 TPA 产物中的液体都被忽略不计。组成将表示为基于干燥固体计（假定在产物中没有湿气）的重量百分数或者 ppmw（按重量计百万分之一）。例如，在 TPA 产物中的 500ppmw 对甲苯甲酸是指对于产物中每 1,000,000 克非液体物质，存在 500 克对甲苯甲酸，无论产物的实际物理形态如何。所有表示为 ppm 的测量值都是按重量计的 ppm。因此，在通篇本说明书中，ppm 等价于 ppmw。

[0589] 在本发明的另一实施方案中，所有前述的组成都是稳态运行期间连续时间内的平均组成。在本发明的另一实施方案中，前述组成都是在连续运转期间在 7 天周期，或者 14 天周期或 30 天周期内获得的时间平均组成。在本发明的另一实施方案中，前述组合物可以包括任何取自 1 公吨 (1000kg) 或更多的样品。在本发明的另一实施方案中，前述组合物可包括运输容器内或含至少 500kg 所述组合物的运输容器内的任何样品。

[0590] 在本发明的一种实施方案中，我们已说明的物质的组合物将用于制备 PET，其随后可以用于生产涂料、树脂、纤维、薄膜、薄板、容器或其它成形制品。

[0591] 在本发明的一种实施方案中，前述组合物可以在 PET 聚合中具有 0- 至少 3 个官能度。用于聚酯和共聚酯以及聚酰胺、共聚酰胺和其它共缩聚聚合物的缩聚聚合的官能团包括反应性羧基和反应性羟基。以下的论述将集中于多种杂质或者氧化副产物对例如聚（对苯二甲酸乙二酯）(PET) 的制造和性能的影响。

[0592] 零官能度杂质在 PET 制造中经排空工艺而除去或者在 PET 中作为稀释物质而告终。单-和三-官能度物质可能在熔体相和固态下影响聚合速率，但是通常在固态时更是如

此,这是因为难于获得高分子量,特别是当单官能链终止物质存在时。取决于浓度,单-和三-官能度物质还可以通过改变 PET 的分子量多分散性而影响 PET 产物性能。

[0593] 例如,对-甲苯甲酸(p-TA)是一种杂质,其在采用 PET 工艺聚合催化剂的 PET 聚合中是单官能度的。相反,当在 PET 聚合中与 Sb(锑)催化剂一起使用时,4-羧基苯甲醛(4-CBA)是单官能度的,但是当在 PET 聚合中与 Ti(钛)催化剂一起使用时,其可以是二官能度或三官能度的,这是由于醛基转化成了半缩醛或缩醛。偏苯三酸(1,2,4-苯三羧酸,或 TMA)是三官能度杂质。作为一级近似,单-和三-官能度杂质对于 PET 聚合具有抵消作用。即,通过增加三-或更大官能度杂质如偏苯三酸、2,5,4'-三羧基联苯、2,5,4'-三羧基二苯甲酮和 4-CBA(含 Ti 催化剂)等的浓度,可补偿单-官能度杂质如对甲苯甲酸、苯甲酸、单羧基茱萸酮、溴苯甲酸、溴乙酸和 4-CBA(含 Sb 催化剂)的增加量。当比较具有不同于 2 的官能度的杂质的聚合效果和当官能度大于 1 时,反应基团的相对活性(主要是羧基官能度)必须采用摩尔浓度而不是基于重量的浓度。幸运地,以显著浓度(大于数 ppmw)存在于 PTA 中的大部分杂质是双官能的并因此由于其官能度而对 PET 聚合没有消极影响,并且它们由于其低浓度而对 PET 聚合物性能没有消极影响。尤其如果是 Sb-催化的 PET 聚合过程,那么由于分子量不同,每 1.0ppmw 的 TMA 将大约抵消约 0.60ppmw 的苯甲酸(BA)或 0.65ppmw 的 p-TA。如果已知 PTA 杂质的分析信息,即该杂质的浓度及其官能度,则可以对 PET 聚合的影响进行相对全面的评估。

[0594] 注意:对于替代 TPA 的 IPA,所述化合物将是 3-羟基苯甲酸、3-羟甲基苯甲酸、3,3'-二羧基联苯、二羧基蒽醌异构体以及 3,3'-二羧基茱萸等。类似地,对于羧酸,所述化合物将是羟基苯甲酸异构体、羟甲基苯甲酸异构体、二羧基联苯异构体、二羧基蒽醌异构体和二羧基茱萸异构体等。

[0595] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的单官能度化合物的总浓度小于 0.5 摩尔%、或小于 0.25 摩尔%、或小于 0.1 摩尔%、或小于 0.05 摩尔%、或小于 0.025 摩尔%、或小于 0.01 摩尔%、或小于 0.005 摩尔%。

[0596] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的单官能度化合物的总浓度小于 5000ppm、或小于 2500ppm、或小于 1000ppm、或小于 500ppm、或小于 250ppm、或小于 100ppm、或小于 50ppm。

[0597] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的三-官能度和大于三官能度的化合物的总浓度小于 0.5 摩尔%、或小于 0.25 摩尔%、或小于 0.1 摩尔%、或小于 0.05 摩尔%、或小于 0.025 摩尔%、或小于 0.01 摩尔%、或小于 0.005 摩尔%。

[0598] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的三-官能度和大于三-官能度的化合物总浓度小于 5000ppm、或小于 2500ppm、或小于 1000ppm、或小于 500ppm、或小于 250ppm、或小于 100ppm、或小于 50ppm。

[0599] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的零-官能度化合物的总浓度小于 0.5 摩尔%、或小于 0.25 摩尔%、或小于 0.1 摩尔%、或小于 0.05 摩尔%、或小于 0.025 摩尔%、或小于 0.01 摩尔%、或小于 0.005 摩尔%。



[0600] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的零-官能化化合物的总浓度小于 5000ppm、或小于 2500ppm、或小于 1000ppm、或小于 500ppm、或小于 250ppm、或小于 100ppm、或小于 50ppm。

[0601] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的平均官能度(不包括零官能度物质)为至少 1.995 或更大,或至少 1.996 或更大,或至少 1.997 或更大,或至少 1.998 或更大,或至少 1.999 或更大,或至少 1.9995 或更大,或至少 1.9999 或更大。

[0602] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的平均官能度(不包括零官能度物质)在 1.995 或 1.996 或 1.997 或 1.998 或 1.999 或 1.9995 或 1.9999 与 2.0000 或 2.0001 或 2.0005 或 2.001 或 2.002 或 2.003 或 2.004 或 2.005 之间。

[0603] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的平均羧基官能度(不包括具有零羧基官能度的物质)为至少 1.995 或更大,或至少 1.996 或更大,或至少 1.997 或更大,或至少 1.998 或更大,或至少 1.999 或更大,或至少 1.9995 或更大,或至少 1.9999 或更大。

[0604] 在本发明的另一实施方案中,包括对苯二甲酸或间苯二甲酸或任何双官能度羧酸的前述羧酸组合物的平均羧基官能度(不包括具有零羧基官能度的物质)在 1.995 或 1.996 或 1.997 或 1.998 或 1.999 或 1.9995 或 1.9999 与 2.0000 或 2.0001 或 2.0005 或 2.001 或 2.002 或 2.003 或 2.004 或 2.005 之间。

[0605] 在本发明的另一实施方案中,提供了一种制备富集组合物 240 的方法,如图 20A 和 20B 所示。在该实施方案中,如图 20A 和 B 所示,催化剂除去区 180 是任选的,而富集区 210 是要求的。在本说明书中,在前面已经描述了图 20A 和 B 中的所有区。应该理解的是可按照任何其它合理的顺序来利用前述工艺区以生产干燥羧酸组合物 280。还应该理解,当重新排序工艺区时,可改变工艺条件。还应该理解的是可独立地使用各个工艺区。

[0606] 在本发明的另一实施方案中,各个实施方案可任选地包括附加的步骤,其包括使羧酸或酯化羧酸脱色。优选地,该脱色是通过加氢完成的。该脱色可在初级氧化区 20 后面的任何位置进行。

[0607] 羧酸浆液或酯化羧酸的脱色可通过本领域已知的任何方式来完成而限于加氢。但是,例如,在本发明的一种实施方案中,脱色可通过在加氢催化剂存在的条件下,使已经经过酯化处理的羧酸,例如,用乙二醇,与分子氢在脱色反应区中反应,以生成脱色羧酸溶液或脱色酯产物而完成。对于脱色反应区,在其形式和结构方面没有特别的限制,但要使装置能供给氢气,以实现羧酸或酯产物与催化剂在脱色反应区中均匀接触。典型地,加氢催化剂通常是单一的 VIII 族金属或几种 VIII 族金属的组合。优选地,加氢催化剂选自钨、钌、铑及其组合。该脱色反应区包括加氢反应器,其在足以将一部分黄色特征化合物加氢成无色衍生物的温度和压力下操作。

[0608] 在本发明的另一实施方案中,代替使用前述的干燥区,可将富集组合物 240 直接送至的酯化区 310,如图 16 所示。在这种实施方案中,富集组合物 240 中的湿含量绝大部分都是水,并且富集组合物 240 中的乙酸重量%小于 10%,优选小于 2%,最优选小于 0.1%。如本文所用,“绝大部分”是指大于 85%的总湿气质量。

[0609] 因此,在本发明的一种实施方案中,代替干燥,步骤(i)包括在酯化反应区 610 中将管道 600 中的二醇添加到富集组合物 240 以便通过管道 620 除去一部分湿气而在酯化反应区 610 中形成羧酸和二醇混合物。羧酸和二醇反应成羧烷基酯物流 630。所述羧烷基酯物流 630 包括羧烷基酯化合物。

[0610] 将管道 600 中的二醇以这样的方式引入,使其置换湿气成为主要的成浆液体。这可以通过将二醇在约 150°C - 约 300°C 的温度下以饱和液体的形式经管道 600 引入而完成。优选地,在约 150°C - 约 300°C 的温度范围内,以饱和或过热蒸气的形式,在具有足够焓值以使水蒸发而通过管道 320 离开的形式引入管道 600 中的二醇。管道 600 中的二醇选自乙二醇、二甘醇、三甘醇、1,3-丙二醇、1,2-丙二醇、1,4-丁二醇、1,3-丁二醇、环己烷二甲醇、新戊二醇、其它可用于制备聚酯和共聚酯的二醇及其混合物。优选地,管道 600 中的二醇是乙二醇。或者,可以使用外部热源来引入足够的焓值以使水蒸发,通过管道 620 离开。羧烷基酯物流混合物经管道物流 630 而离开。

[0611] 酯化反应区 610 在约 240°C 以上的温度下操作。优选地,酯化反应区 610 在约 260°C - 约 280°C 的温度范围内操作。酯化反应区 610 在约 40psia- 约 100psia 的压力下操作,以实现对本二甲酸和二醇混合物的酯化,从而生成对本二甲酸的羧乙基酯。

[0612] 在本发明的另一实施方案中,代替使用前述的干燥区,可将富集组合物 240 直接送至如图 17 所示的液体交换区 500。在这种实施方案中,富集组合物 240 中的含湿量含有相当量的溶剂。如本文中使用的“相当量”是指大于 1%,或大于 2%,或大于 5%,或大于 10%,或大于 15%。

[0613] 在液体交换区 500 中,用交换溶剂将富集组合物 240 进行洗涤或“漂洗”,其中一部分初始溶剂被交换溶剂置换,以形成交换溶剂富集组合物 246。交换溶剂包括水、甲醇、乙二醇和任何与聚酯或共聚酯制造工艺相容的二醇或单体。交换溶剂富集组合物 246,优选含 0.5-30wt% 湿气,更优选含约 1-20% wt% 湿气,最优选含约 1-5wt% 湿气。交换溶剂富集组合物 206 的残余湿气可以包含小于约 2wt% 溶剂,另一范围是小于 5w% 或小于 10wt%,或小于 20wt%。

[0614] 在本发明的一种实施方案中,交换溶剂被引入液体交换区 500。优选地,交换溶剂被连续地引入。对于交换溶剂的温度或压力没有限制,其包括使用蒸发的水、蒸汽或水和蒸汽的结合作为洗剂。

[0615] 液体交换区 500 包括至少一个固液分离装置。固液分离装置通常可包括但不限于以下类型的装置:离心机、旋风分离器、转鼓式过滤器、带式过滤器、压滤机等。固液分离装置可在约 5°C -195°C 的温度范围内操作。液体交换区和催化剂除去区可以在相同装置内,例如在带式过滤器内。交换溶剂富集组合物 246 随后被送到前述的酯化区 610。

#### [0616] 实施例

[0617] 本发明的实施方案可通过其优选实施方案的下列实施例进一步说明,但应理解,包含这些实施例仅仅是为了举例说明的目的,而不打算限制其范围。

#### [0618] PTA 滞留实验

[0619] 这组实验的目的是测定冷却的羧酸组合物物流 170 中的 IPA 的滞留如何随着催化剂除去区 180 中的洗剂温度和洗剂进料物流 175 的洗剂比而变化。全部实验利用小型 Pannevis 真空过滤机设备。通过使结晶的浆液组合物物流 160 在 30wt% 固体下成浆并且将

溶剂汽化直至达到 50% 固体而制备冷却的羧酸组合物物流 170。然后将浆液冷却到 30℃，以形成冷却的羧酸组合物物流 170，并将其装料到真空过滤机，然后用洗涤剂进料物流 175 洗涤。在实验中改变洗涤剂比和洗涤剂温度。使用的洗涤剂比为 1 和 0.5。使用的洗涤剂温度为 90℃ 和 10℃。洗涤剂为 90% 的乙酸和 10% 的水。添加洗涤剂后直到观察到滤饼的干燥顶部的时间称为干燥顶部时间，并将其记录。分析催化剂除去后组合物 200 的样品的 IPA (ppmw)。

[0620] 实验 1 (无洗涤剂)

[0621] 将 700.10 克结晶的浆液组合物物流 160 加料到不锈钢烧杯中。加热该浆液直至浆液重量减少到 420 克。利用湿冰使浆液迅速冷却到 30℃ 而形成冷却的羧酸组合物物流 170。将冷却的羧酸组合物物流 170 进料到小型 Pannevis 真空过滤机。将冷却的羧酸组合物物流 170 进料到真空过滤机后，16.5 克冷却的羧酸组合物物流 170 留在钢制烧杯中。至过滤机的冷却的羧酸组合物物流 170 的实际质量为 403.5 克 (420 克 - 16.5 克)。湿滤饼催化剂除去前组合物物流的重量为 266.38 克。湿滤饼的固体百分率为 94.2%。将来自湿滤饼的样品进行 IPA 分析。

[0622] 实验 2 (洗涤剂比 0.5, 洗涤剂温度 90℃)

[0623] 将 700.04 克结晶的浆液组合物物流 160 加料到不锈钢烧杯中。加热该浆液直至浆液重量减少到 420.73 克。利用湿冰使浆液迅速冷却到 30℃ 而形成冷却的羧酸组合物物流 170。将冷却的羧酸组合物物流 170 进料到小型 Pannevis 真空过滤机。将冷却的羧酸组合物物流 170 进料到真空过滤机后，16.5 克冷却的羧酸组合物物流 170 留在不锈钢烧杯中。至过滤机的冷却的羧酸组合物物流 170 的实际质量为 405.94 克 (420.73 克 - 14.79 克)。用 100.18 克 90℃ 的乙酸 / 水溶液洗涤剂进料物流 175 洗涤滤饼。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的重量为 232.83 克。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的固体百分率是 99.2%。将来自湿滤饼的样品进行 IPA 分析。

[0624] 实验 3 (洗涤剂比 1.0, 洗涤剂温度 90℃)

[0625] 将 700.39 克结晶的浆液组合物物流 160 加料到不锈钢烧杯中。加热该浆液直至浆液重量减少到 420.25 克。利用湿冰使浆液迅速冷却到 30℃ 而形成冷却的羧酸组合物物流 170。将冷却的羧酸组合物物流 170 进料到小型 Pannevis 真空过滤机。将物流 170 进料到真空过滤机后，12.69 克的物流 170 留在不锈钢烧杯中。至过滤机的物流 170 的实际质量为 407.56 克 (420.25 克 - 12.69 克)。用 200.14 克 90℃ 的乙酸 / 水溶液洗涤剂进料物流 175 洗涤滤饼。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的重量为 226.61 克。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的固体百分率是 95.4%。将来自催化剂除去后组合物 200 的样品进行 IPA 分析。

[0626] 实验 4 (洗涤剂比 0.5, 洗涤剂温度 10℃)

[0627] 将 700.3 克结晶的浆液组合物物流 160 加料到不锈钢烧杯中。加热浆液直至浆液重量减少到 420.3 克。利用湿冰使浆液迅速冷却到 30℃ 而形成冷却的羧酸组合物物流 170。将物流 170 进料到小型 Pannevis 真空过滤机。将物流 170 进料到真空过滤机后，15.29 克物流 170 留在不锈钢烧杯中。至过滤机的物流 170 的实际质量为 405.01 克 (420.3 克 - 15.29 克)。用 100.37 克 10℃ 的乙酸 / 水溶液洗涤剂进料物流 175 洗涤滤饼。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的重量为 248.84 克。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的固体百分率是 90.75%。将来自催化剂除去后组合物的样品进行 IPA 分析。

**[0628] 实验 5 (洗剂比 1.0, 洗剂温度 10℃)**

[0629] 将 700.44 克结晶的浆液组合物物流 160 加料到不锈钢烧杯中。加热该浆液直至浆液重量减少到 420.35 克。利用湿冰使浆液迅速冷却到 30℃ 而形成冷却的羧酸组合物物流 170。将冷却的羧酸组合物物流 170 进料到小型 Pannevis 真空过滤机。将物流 170 进料到真空过滤机后, 9.3 克物流 170 留在不锈钢烧杯中。至过滤机的物流 170 的实际质量为 411.05 克 (420.35 克 - 9.3 克)。用 200.06 克 10℃ 的乙酸 / 水溶液洗剂进料物流 175 洗涤滤饼。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的重量为 225.06 克。湿滤饼催化剂除去后组合物物流 200 的固体百分率是 89.55%。将来自催化剂除去后组合物 200 的样品进行 IPA 分析。

**[0630] 结果****[0631]**

实验	洗剂温度	洗剂比	IPA (ppmw)	干燥顶部 (秒)
1	无洗剂	无洗剂	3249	Na
2	90℃	0.5	146	5
3	90℃	1.0	25	10
4	10℃	0.5	39	9
5	10℃	1.0	20	17

[0632] 显然 IPA 的滞留随着洗剂温度和洗剂比而改变, 所以能够控制催化剂除去后组合物物流 200 中的 IPA 含量。在以上实验中, 物流 200 中的 IPA 含量范围在 146ppm-20ppm 之间变化, 取决于洗剂的量和温度。通过施用于催化剂除去区 180 中的洗剂进料物流 175 的温度、组成和量, 可以控制所选氧化副产物的滞留。该数据以使用 IPA 为例说明了氧化副产物在催化剂除去区中的滞留。IPA 被认为是代表性的, 因此其它氧化副产物在特定的洗剂温度和洗剂比的组合下能够显示出类似的滞留性能。

**[0633] 含有间苯二甲酸的 PTA 的富集**

[0634] 本实验的目的是举例说明对苯二甲酸的富集。

[0635] 在实验 1 中, 将冷却的羧酸组合物物流 170 浆液加料到小型 Pannevis 真空过滤机设备并且分析所得的催化剂除去后组合物 200 的 IPA 含量。

[0636] 在实验 2 和 3 中, 将冷却的羧酸组合物物流 170 浆液加料到小型 Pannevis 真空过滤机并且用洗剂进料物流 175 洗涤所得的湿滤饼以及分析催化剂除去后组合物物流 200 的 IPA 含量。洗剂进料物流 175 包含 90wt% 的乙酸和 10wt% 的水。

[0637] 在实验 4 和 5 中, 将冷却的羧酸组合物物流 170 浆液加料到小型 Pannevis 真空过滤机并且用热洗剂进料物流 175 洗涤所得的湿滤饼。然后用富集进料物流 220 洗涤所得的催化剂除去后组合物物流 200 湿滤饼, 并且分析所得的富集的羧酸盐组合物物流的 IPA 含量。借助小型 Pannevis 真空过滤机设备实现催化剂除去区 180 和富集区 210。

[0638] 就此制备实验 4 和 5 中使用的富集进料物流 220。将乙酸加热到 80℃ 并且添加足

够的 IPA 直到 IPA 不再进入溶液。

[0639] 实验 1(无滤饼洗剂、无富集洗剂)

[0640] 将 401.67 克处于 23.9°C 的冷却的羧酸物流 170 进料到催化剂除去区 180, 其为小型 Pannevis 真空过滤机。没有洗剂进料物流 175。物流 200 湿滤饼的重量为 145.55 克以及固体百分率为 89.4%。对湿滤饼的样品进行 IPA 分析。

[0641] 实验 2(80°C 滤饼洗剂、无富集洗剂)

[0642] 将 400.33 克处于 29.3°C 的冷却的羧酸组合物物流 170 浆液进料到催化剂除去区 180, 其为小型 Pannevis 真空过滤机。用 100.11 克 80.2°C 的洗剂进料物流 175 洗涤滤饼。所得的催化剂除去后物流 200 的重量为 139.49 克以及固体百分率为 99.94%。对来自催化剂除去后组合物 200 的样品进行 IPA 分析。

[0643] 实验 3(80°C 滤饼洗剂, 无富集洗剂)

[0644] 将 401.17 克处于 24°C 的冷却的羧酸组合物物流 170 进料到催化剂除去区 180, 其为小型 Pannevis 真空过滤机。用 100.05 克 80.0°C 的洗剂进料物流 175 洗涤滤饼。所得的催化剂除去后组合物重量为 124.07 克以及固体百分率为 99.95%。对催化剂除去后组合物 200 的样品进行 IPA 分析。

[0645] 实验 4(80°C 滤饼洗剂, 80°C 富集洗剂)

[0646] 将 400.45 克处于 24.3°C 的冷却的羧酸组合物物流 170 进料到催化剂除去区 180, 其为小型 Pannevis 真空过滤机。用 100.11 克 80.1°C 的洗剂进料物流 175 洗涤滤饼。然后用 100.52 克 80.2°C 的富集进料物流 220 使湿滤饼富集。所得的富集的羧酸组合物物流 240 重量为 131.33 克以及固体百分率为 99.9%。对来自富集的羧酸组合物物流 240 的样品进行 IPA 分析。

[0647] 实验 5(80°C 滤饼洗剂, 80°C 富集洗剂)

[0648] 将 400.55 克处于 24.4°C 的冷却的羧酸组合物物流 170 进料到催化剂除去区 180, 其为小型 Pannevis 真空过滤机。用 100.28 克 80.2°C 的洗剂进料物流 175 洗涤滤饼。然后用 100.54 克 80.0°C 的富集进料物流 220 使湿滤饼富集。所得的富集的羧酸组合物物流 240 重量为 144.54 克以及固体百分率为 98.8%。对来自富集的羧酸组合物物流 240 的样品进行 IPA 分析。

[0649] 结果

[0650]

<u>实验序号</u>	<u>ppm IPA</u>
1	2199
2	1087
3	804
4	4676
5	5535

[0651] 在实验 1 中,湿滤饼未被洗涤,导致 IPA 浓度为 2199ppm。在实验 2 和 3 中,用物流 175 洗涤了湿滤饼,生成了平均 IPA 浓度为约 900ppm 的催化剂除去后组合物 200。在实验 4 和 5 中,用富集物流 220 使催化剂除去后组合物 200 富集,从而生成了平均 IPA 浓度为约 5000ppm 的富集的羧酸组合物 240。从这些数据显然可见,在物流 240 中使 IPA 富集至高于催化剂除去后组合物的浓度。这些数据以使用 IPA 为例说明了氧化副产物在富集区中的富集。IPA 被认为是其它氧化副产物的代表,其它氧化副产物在催化剂除去区中的滞留可能受洗剂条件(包括洗剂比、洗涤溶剂组成和洗剂温度)以及滤饼厚度和颗粒大小分布(这影响滤饼孔隙度)的影响。

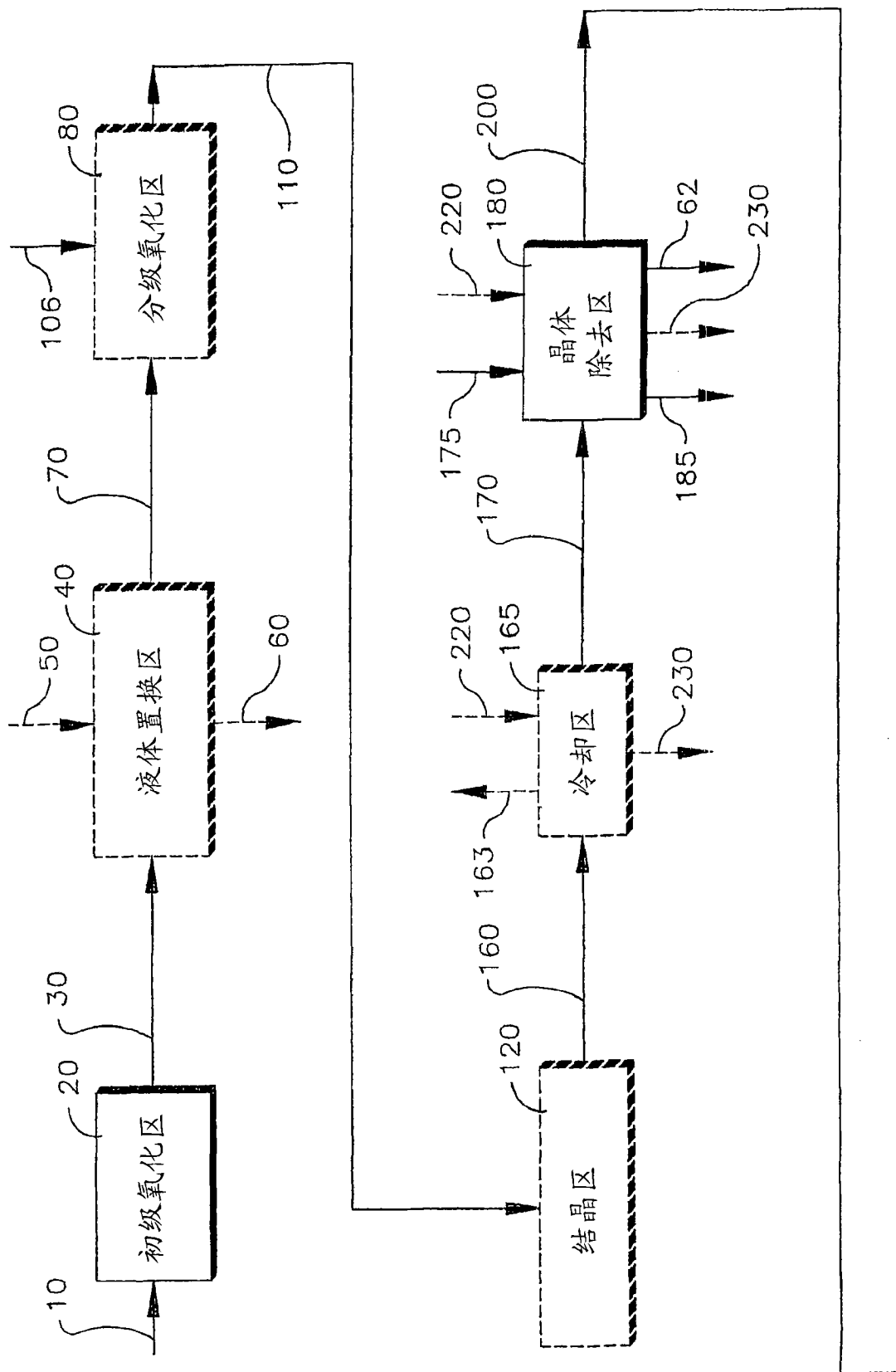


图 1A

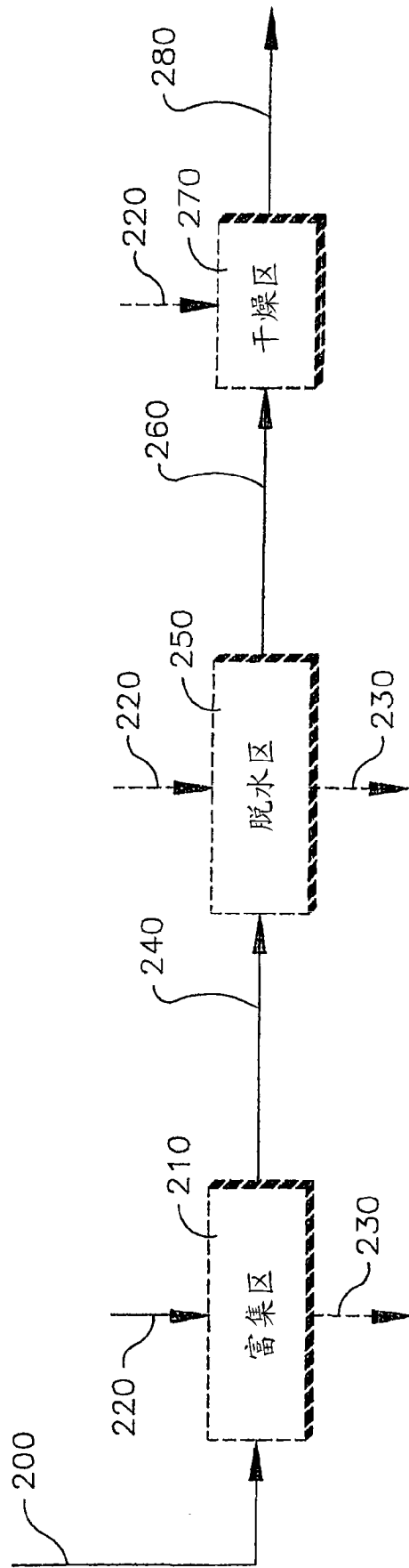


图 1B



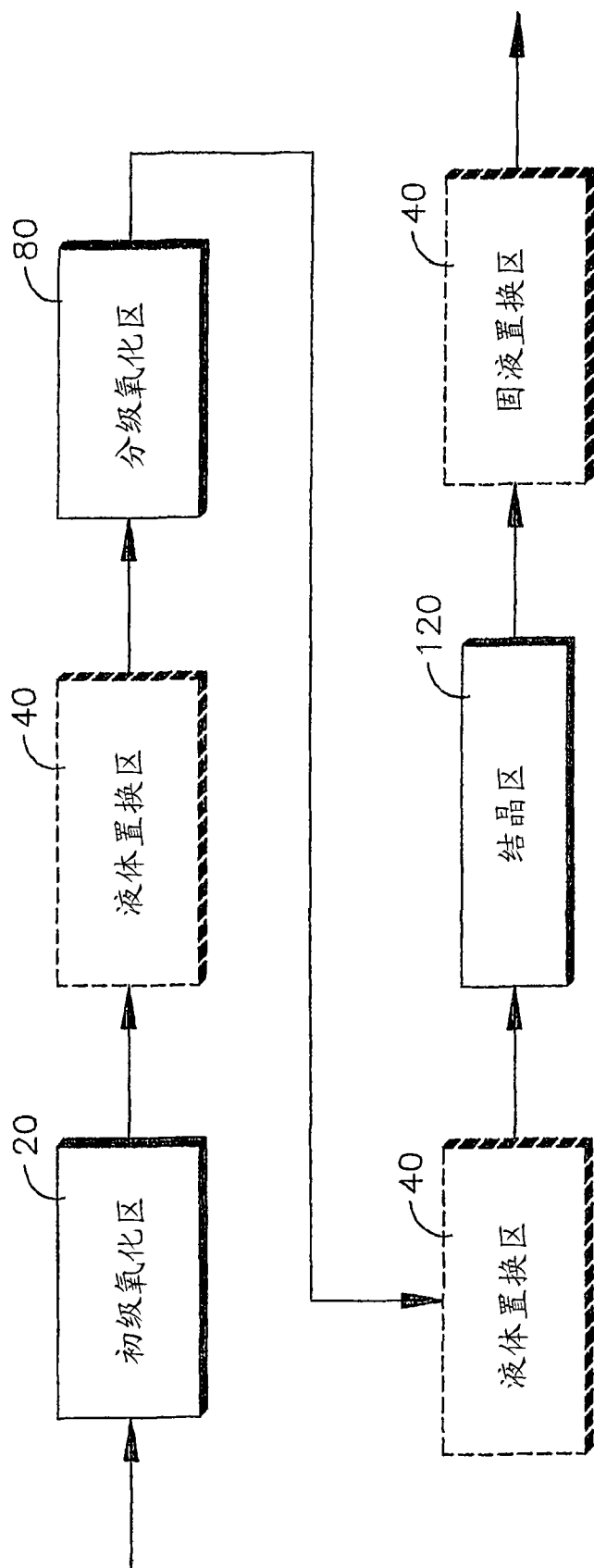


图 2

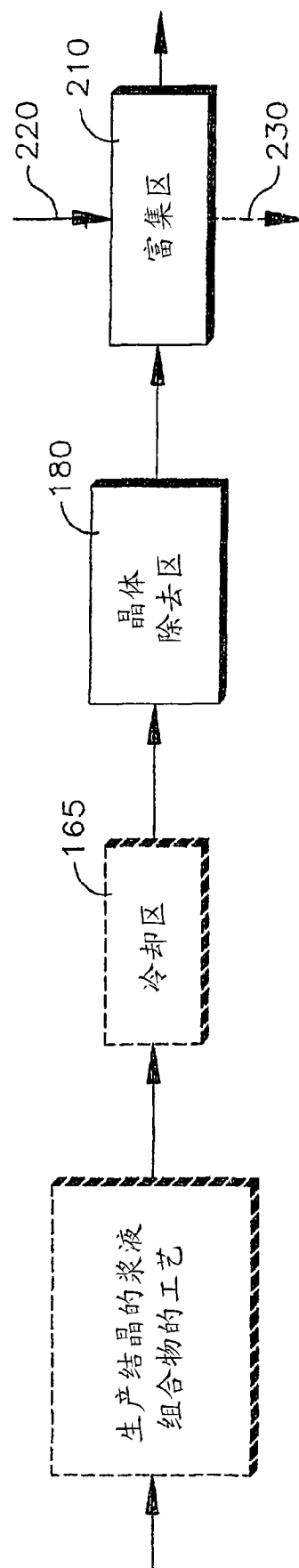


图 3

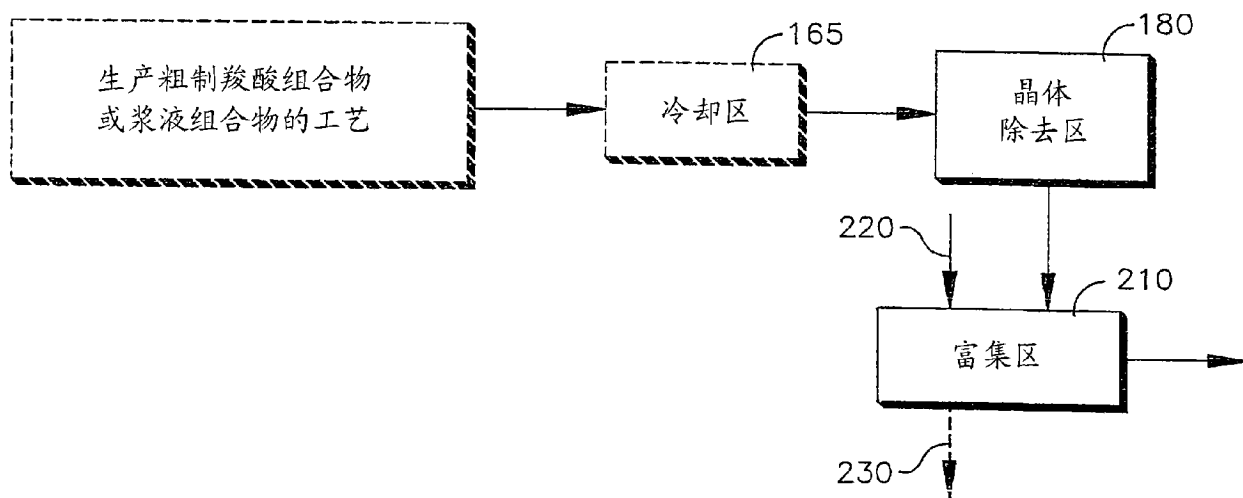


图 4

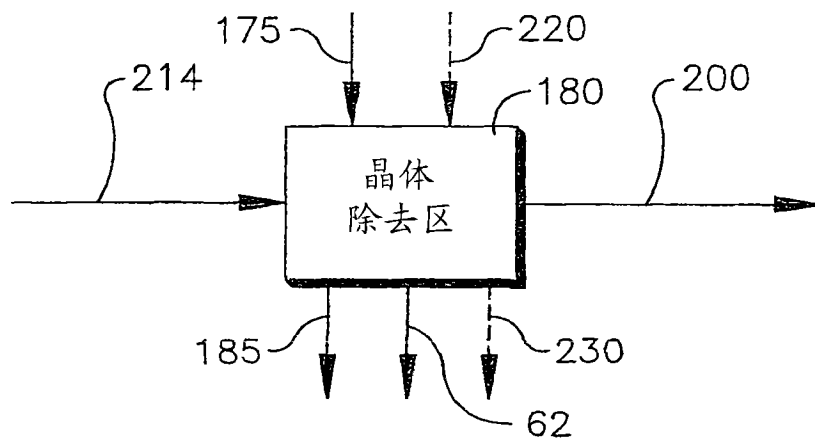


图 5

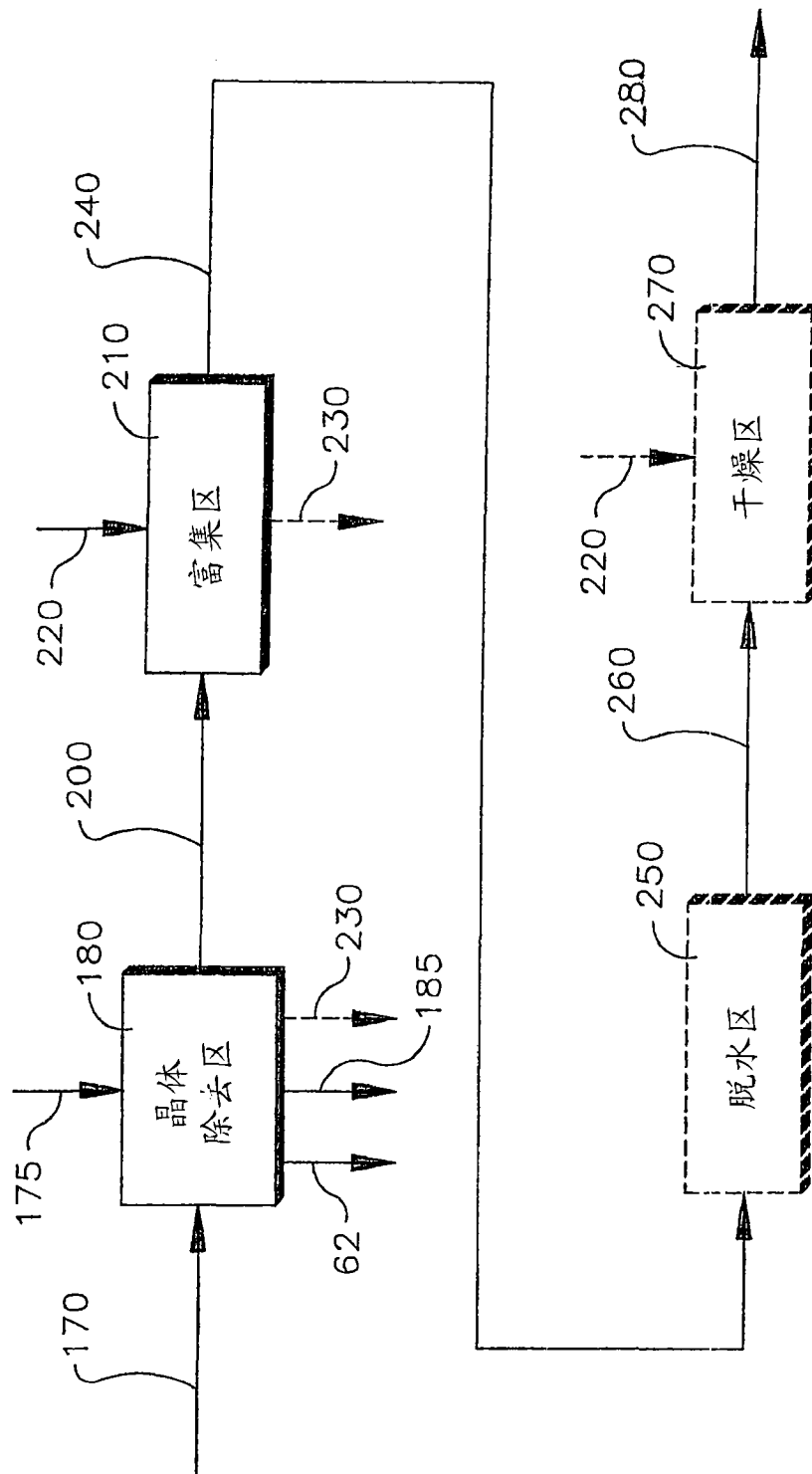


图 6

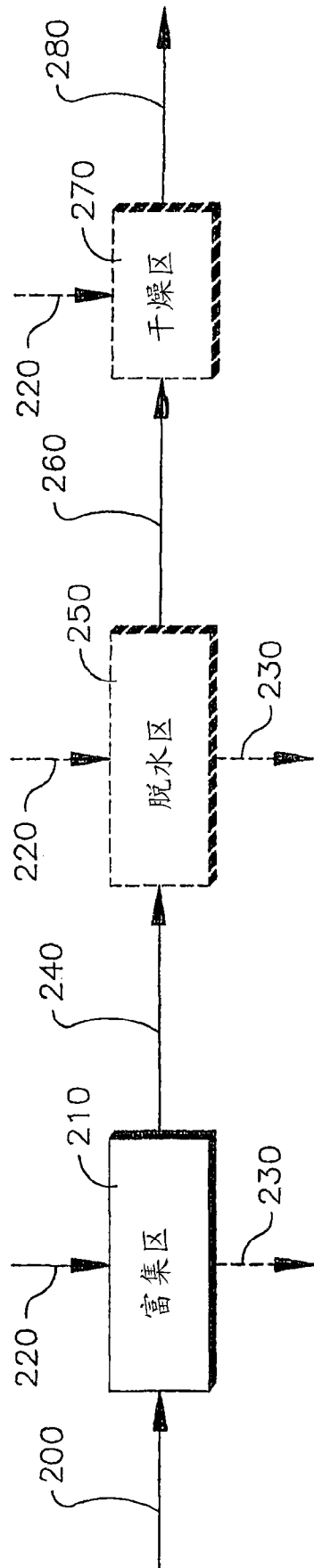


图 7

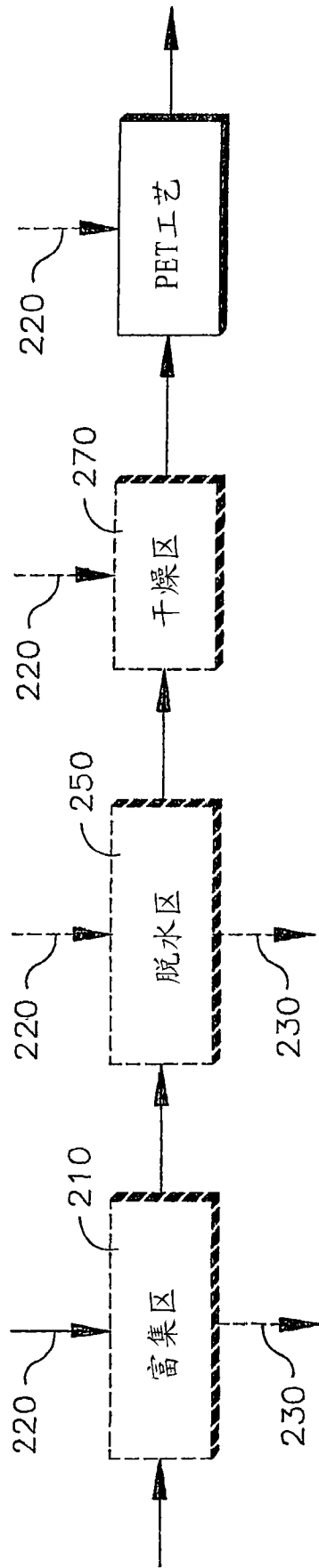


图 8

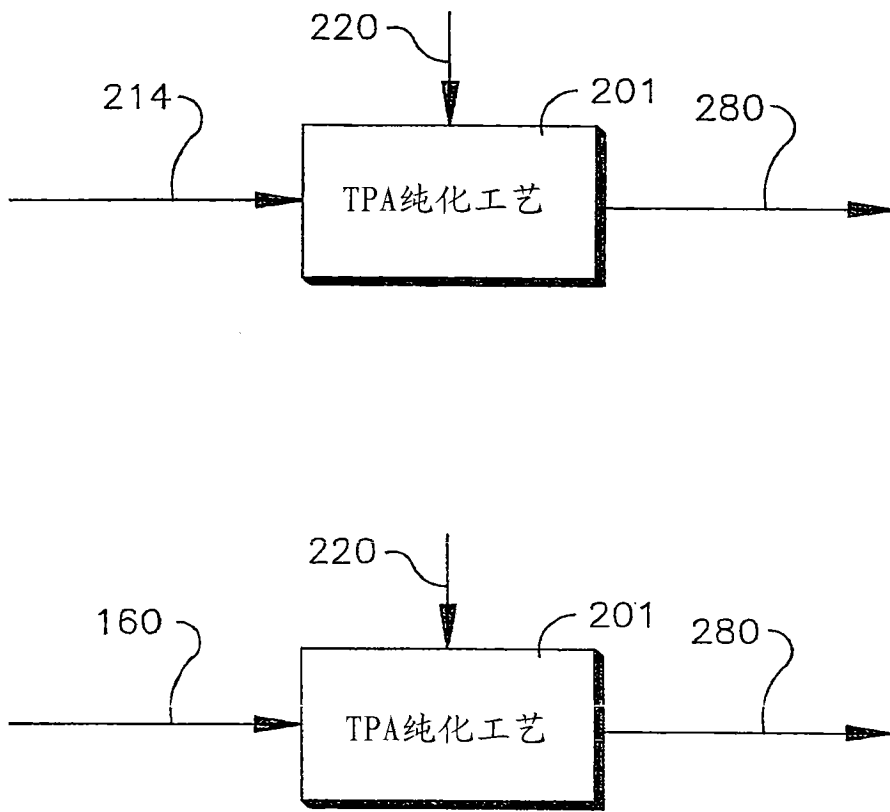


图 9

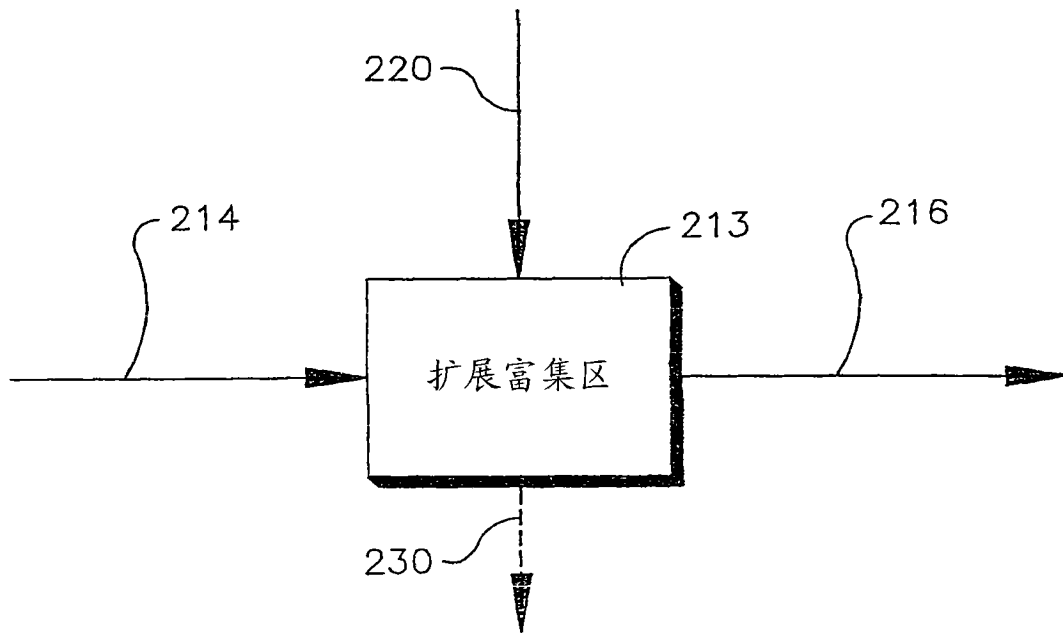


图 10

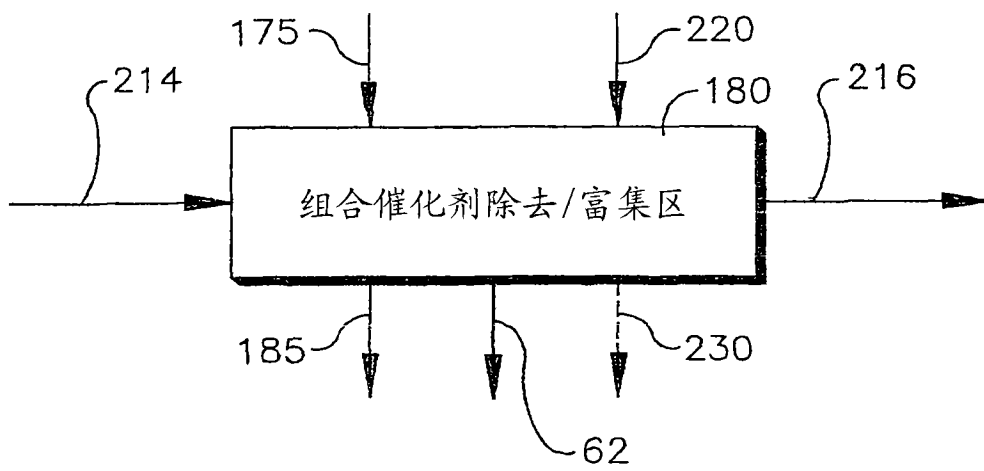


图 11

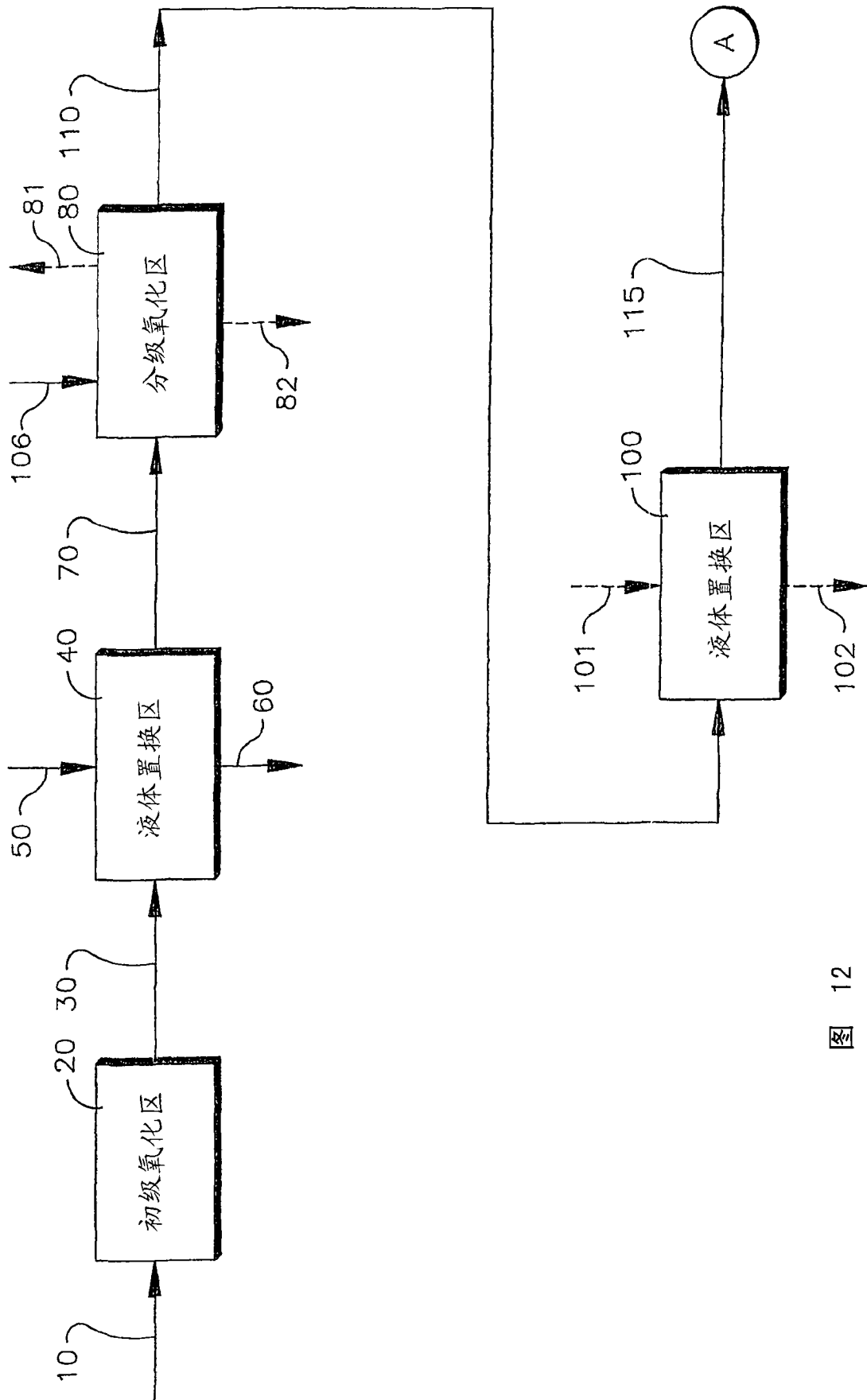


图 12



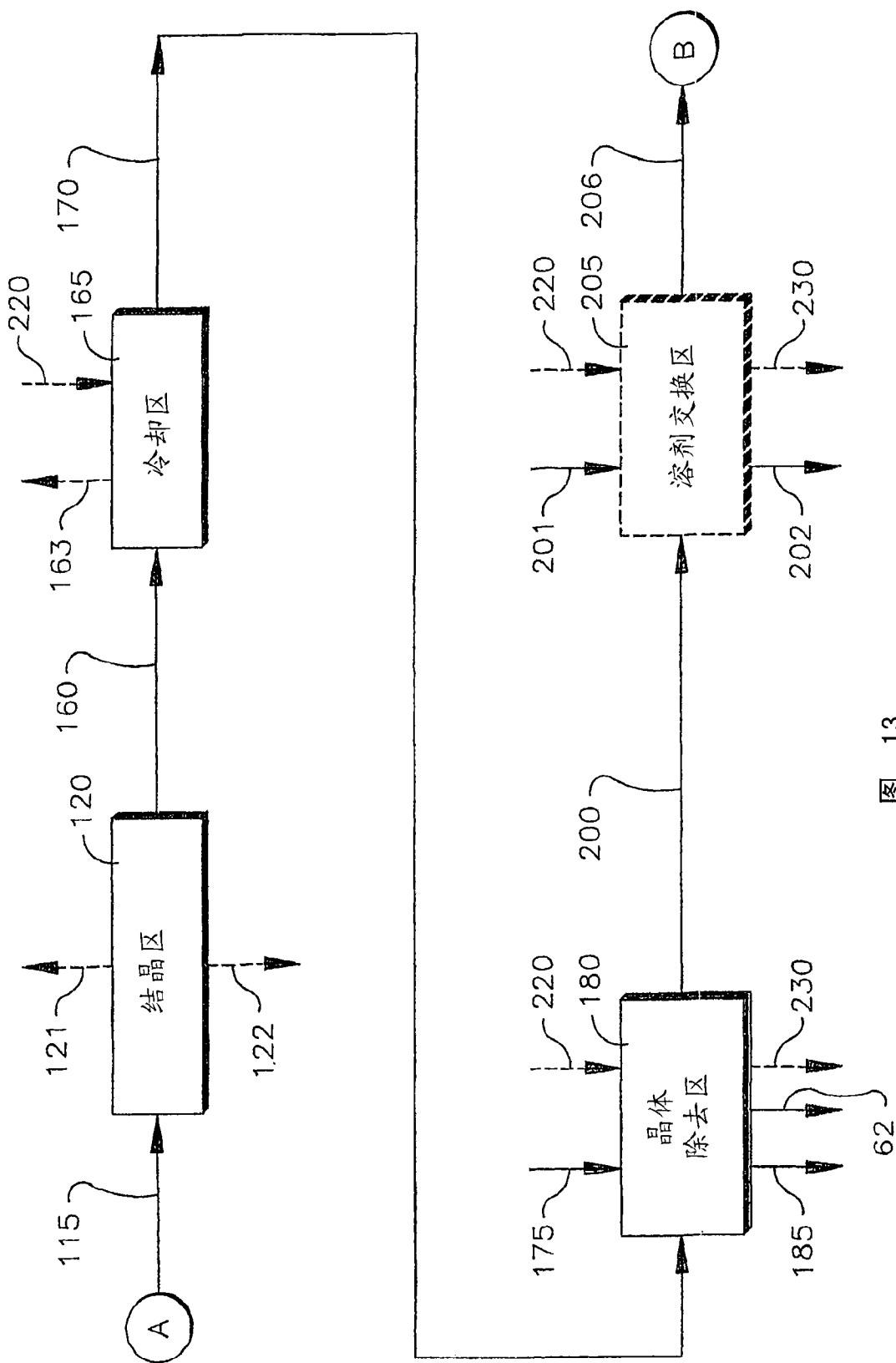


图 13

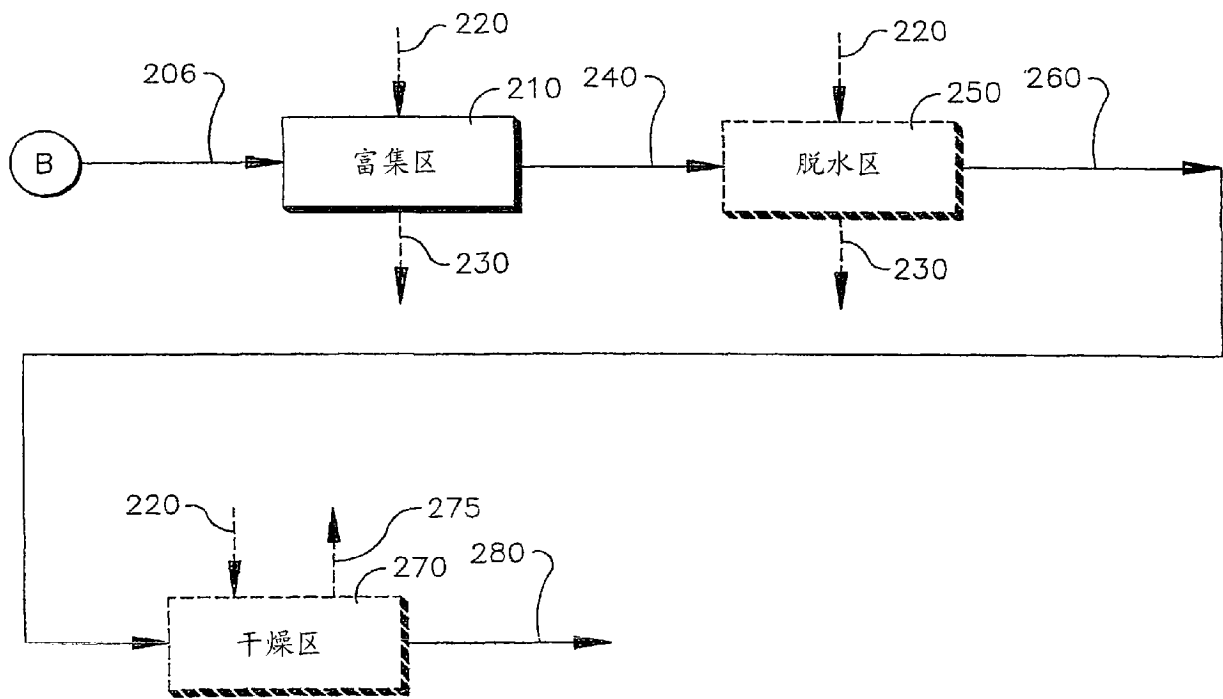


图 14

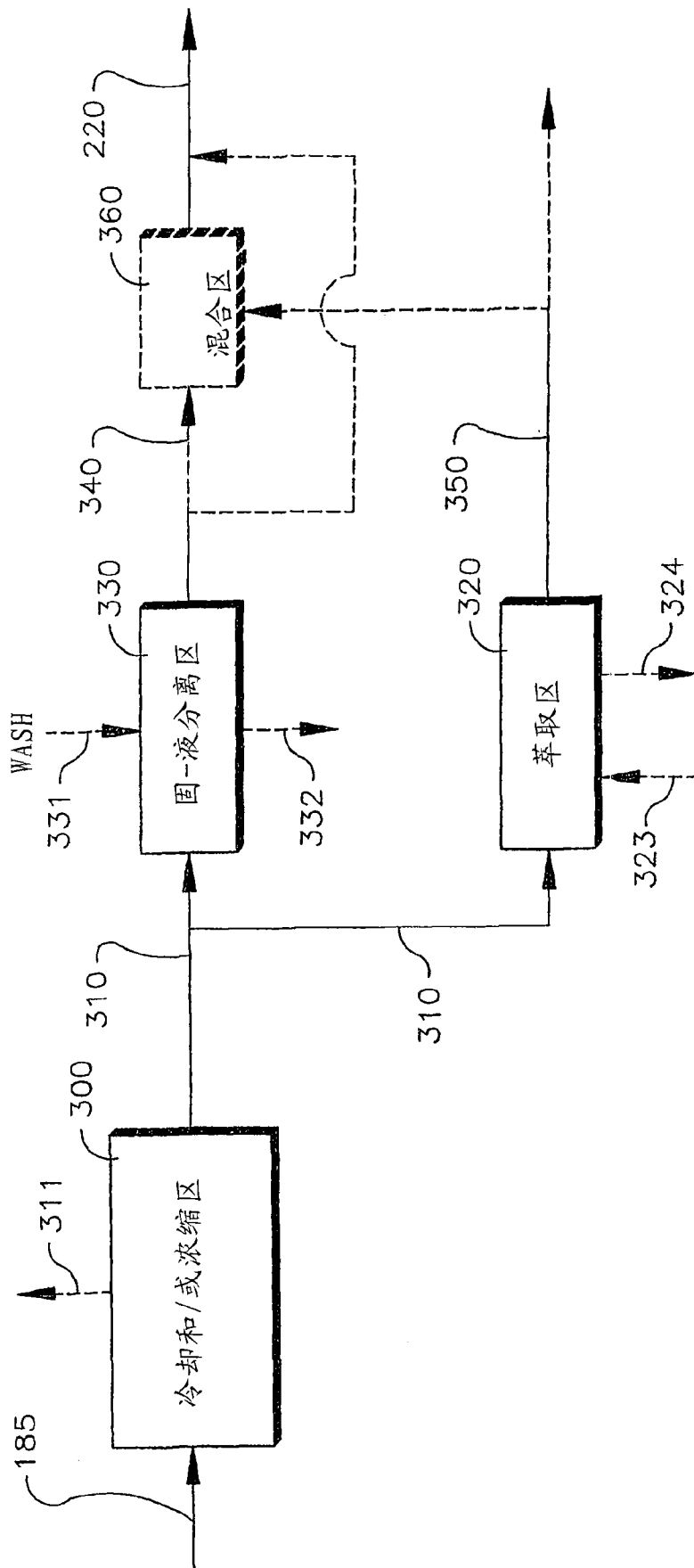


图 15

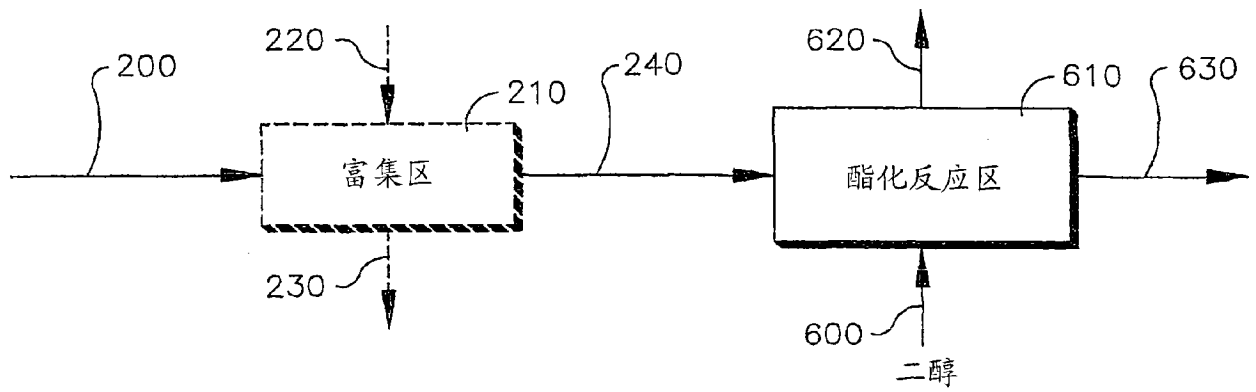


图 16

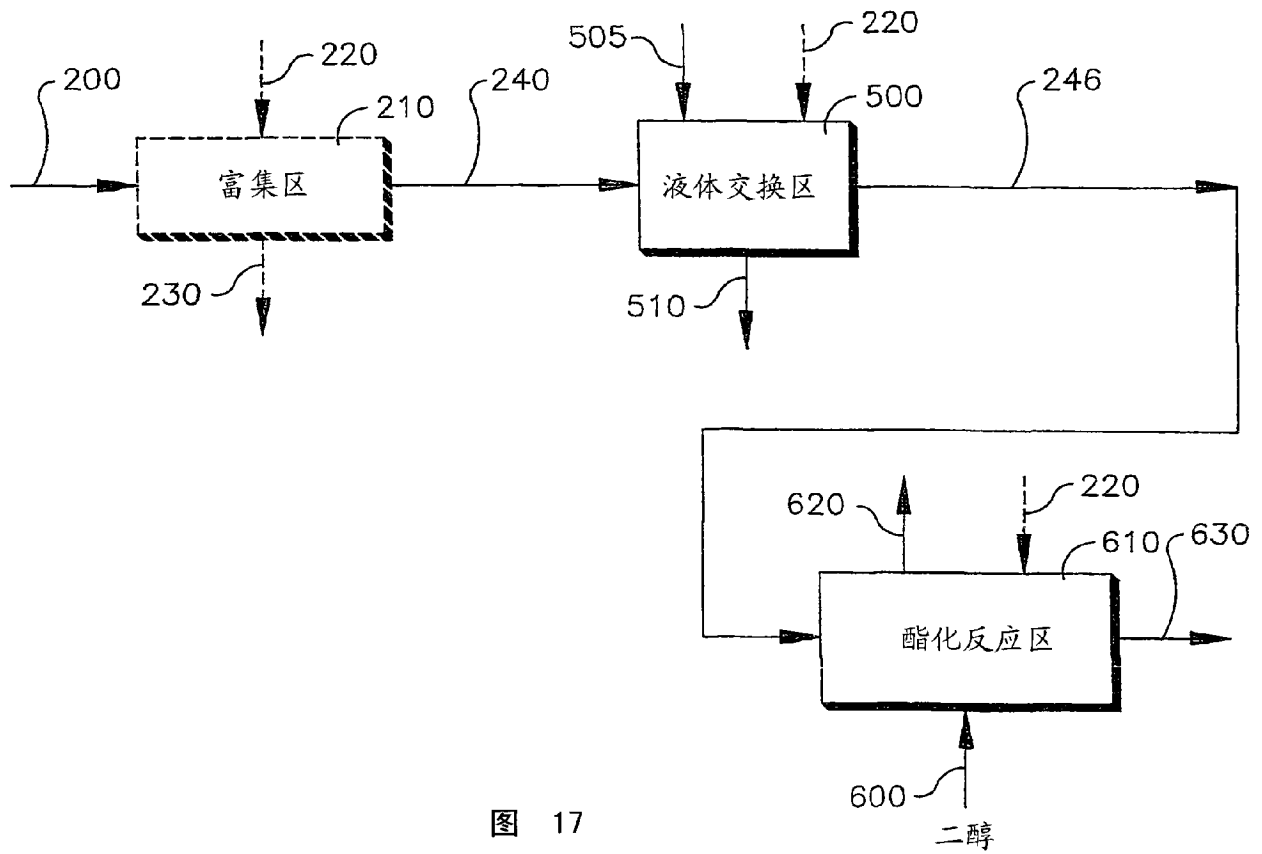


图 17

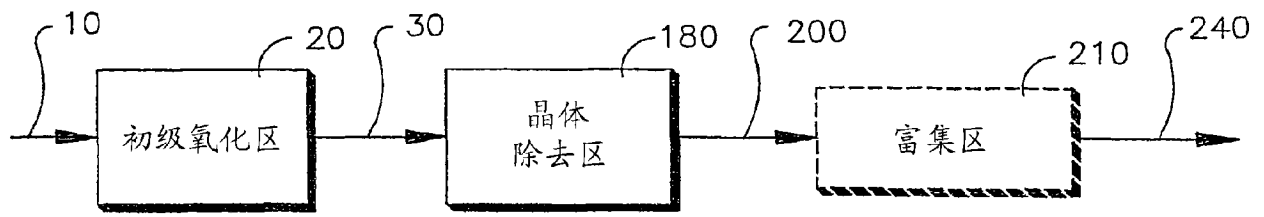


图 18

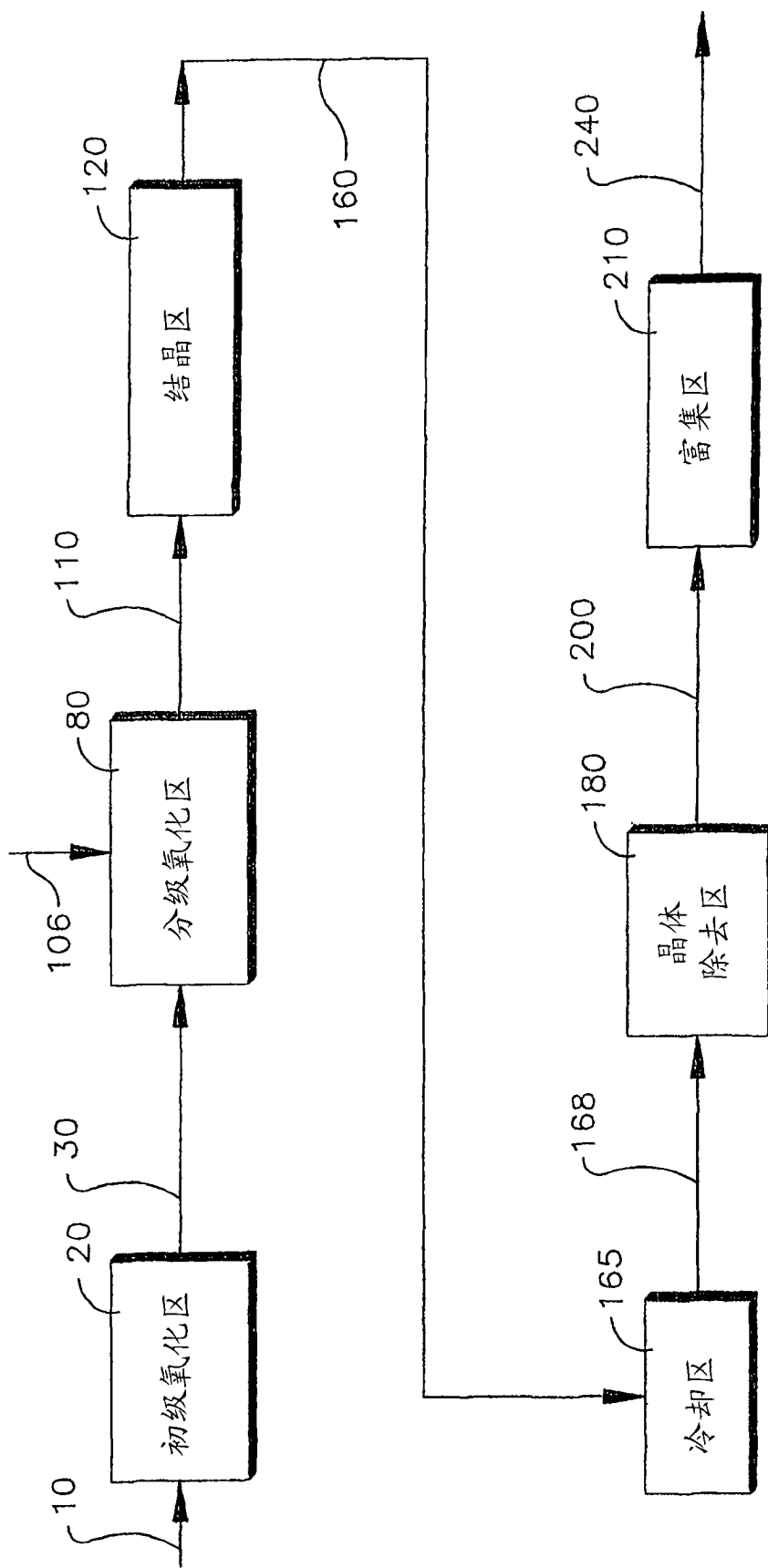


图 19

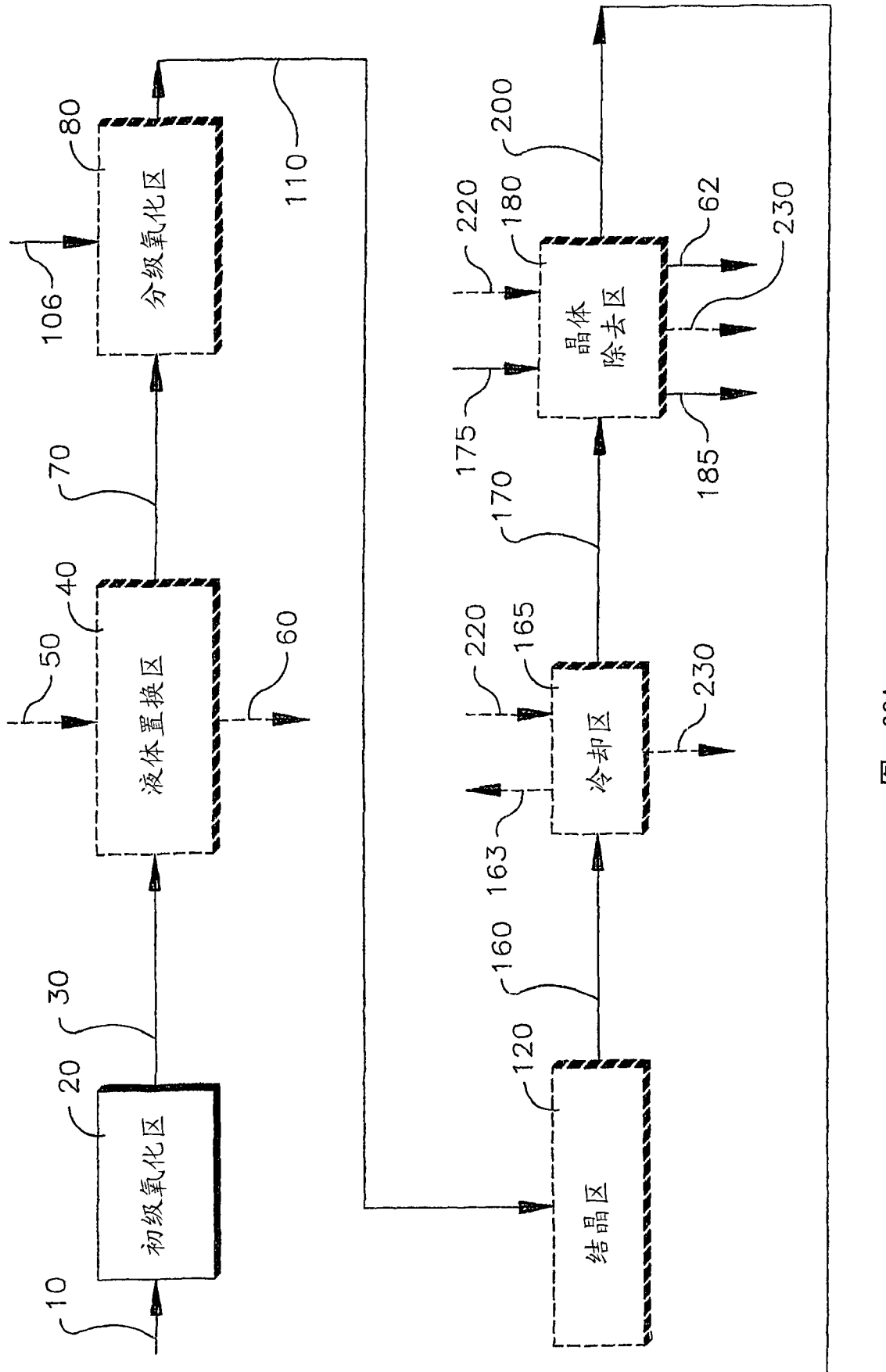


图 20A

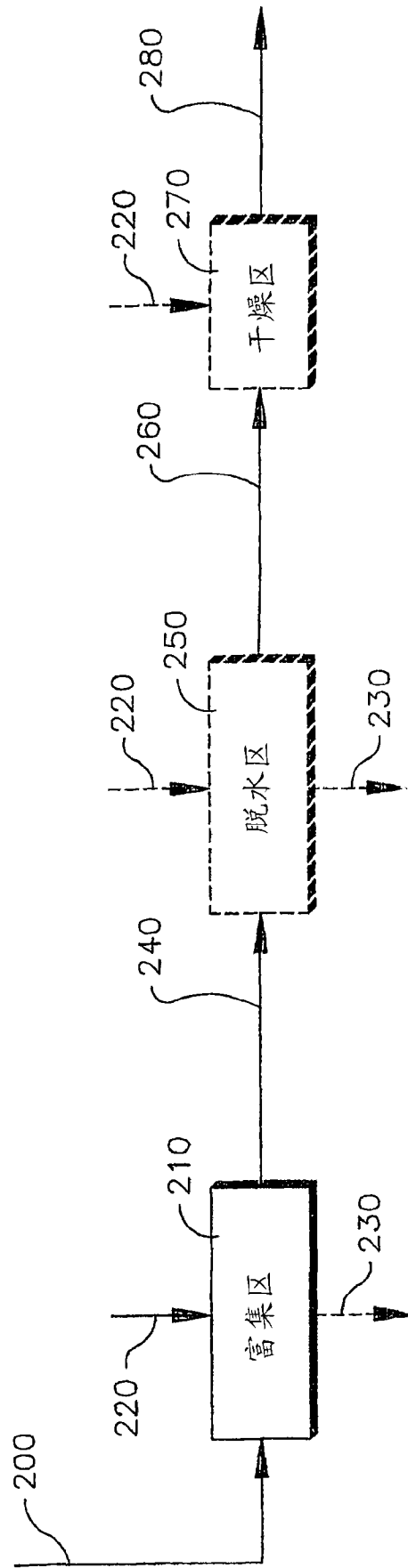


图 20B