



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 05.05.78 (P. 206653)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.80

Opis patentowy opublikowano: 15.04.1985

Int. Cl.³ C07C 69/82

Twórcy wynalazku: Andrzej Lubawy, Alicja Lewandowska,
Kazimierz Noga, Henryk Boebel

Uprawniony z patentu: Zakłady Włókien Chemicznych
„CHEMITEX-ELANA”, Toruń (Polska)

Sposób wydzielania izomerów przy wytwarzaniu tereftalanu dwumetylu

1

Wynalazek dotyczy sposobu wydzielania izomerów — izoftalanu dwumetylu i ortoftalanu dwumetylu, przy wytwarzaniu tereftalanu dwumetylu na drodze utleniania p-ksylenu i jego pochodnych, estryfikacji otrzymanego oksydatu metanolem i oczyszczanie powstałych estrów metylowych na drodze rektyfikacji i krystalizacji, przy czym filtrat z krystalizacji zawierający między innymi rozpuszczony izoftalan i ortoftalan dwumetylu poddaje się frakcjonowanej rektyfikacji i otrzymuje frakcję o stężeniu 10—55% wagowych izoftalanu dwumetylu i 2—25% wagowych ortoftalanu dwumetylu (ca 80% wagowych sumy izomerów), z której odzyskuje się tereftalan dwumetylu na drodze ekstrakcji lub na drodze krystalizacji i ekstrakcji. Otrzymany w ten sposób produkt, głównie tereftalan dwumetylu jest recyrkulowany do głównego strumienia produkcyjnego.

Stosowany do procesu wytwarzania tereftalanu dwumetylu podstawowy surowiec — p-ksylen zawiera również izomery orto- i meta-ksylenu. Są one stosunkowo trudne do ilościowego wydzielenia z mieszaniny ksylenów. Zawartość głównego składnika w stosowanym w procesie wytwarzania DMT p-ksylenie wynosi na ogół 97,5 do 99,5% wag. Produktami końcowymi orto- i meta-ksylenów są orto- i izoftalany dwumetylu (DMO i DMI).

W niektórych technologiach otrzymywania DMT — np. w sposobu Katzschmanna, zwanego inaczej metodą Witten — stosuje się znaczną ilość strumieni zawrotowych, co powoduje wzbogacenie głównego strumienia technologicznego produktami DMI i DMO.

2

Począwszy od pewnej granicy związki te hamują szybkość syntezy DMT i powodują nadmierne obciążenie aparatury produkcyjnej. Ponadto przy zbyt wysokich stężeniach mogą powodować zagrożenie dla jakości produktu finalnego-DMT, co z kolei rzutuje niekorzystnie na dalsze fazy jego przerobu na polimer włóknotwórczy i włókno poliestrowe.

Przedostanie się nadmiernych ilości DMI i DMO do produktu finalnego powoduje zakłócenia w ukształtowaniu łańcucha polimerowego, zmieniając w ten sposób własności włóknotwórcze polimeru.

Wydzielanie izomerów można najkorzystniej przeprowadzić z takiego strumienia masowego, gdzie ich koncentracja jest najwyższa. Do tego celu najlepiej nadaje się pozostałość po oddestylowaniu filtratu metanolowego otrzymanego w wyniku przeprowadzonej krystalizacji, która jest najskuteczniejszym sposobem rozdzielenia związków o zbliżonej lotności, zwłaszcza izomerów.

W metodzie otrzymywania DMT wg Katzschmanna główna część pozostałości po oddestylowaniu metanolu z filtratu, zawierająca obok DMT i DMO szereg półproduktów z procesu wytwarzania DMT, a przede wszystkim p-toluilanu metylu (pTE), benzoesan metylu (BE), p-formylobenzoesan metylu (TAE), związki wyżej wrzące od DMT (ww) jest recyrkulowana do stadium utleniania p-ksylenu i jego pochodnych, następnie produkt oksydacji jest estryfikowany metanolem. Uzyskane w ten sposób estrы metylowe są oczyszczane przez rektyfikację i krystalizację.

Reszta pozostałości po destylacji filtratu metanolewego stanowiąca 1—10% całkowitej ilości tej pozostałości poddawana jest rektyfikacji ciągłej lub periodycznej z odbiorem frakcji, w skład której wchodzi głównie DMT, DMI, DMO, TAE i ewentualnie mniejsze ilości innych związków, w tym także wyższych wrzących od DMT.

Ze wszystkich występujących strumieni technologicznych strumień ten zwany dalej Frakcją DMT/DMI — zawiera najwyższą koncentrację izomerów tereftalanu dwumetylu (stężenie izoftalanu dwumetylu 10—55% wag. i orto- i izoftalanu dwumetylu 2,25% wag. — co 80% wag. sumy izomerów) i z tej frakcji izomery te zostają wydzielone. Frakcja ta zawiera do 55% wag. DMT i pożądaną jest odzyskanie jego maksymalnej ilości. W tym celu frakcję tę poddaje się procesowi krystalizacji z roztworu o temperaturze ok. 100°C otrzymywanego przez jej rozpuszczenie w metanolu przy stosunku objętościowym metanol do frakcji DMT/DMI jak 4 : 1 w podwyższonej temperaturze.

Proces krystalizacji prowadzony jest poprzez odprowadzenie części rozpuszczalnika z jednoczesnym przepływem oziębianiem roztworu. Metoda ta wymaga bardzo wolnego oziębiania mieszaniny za względu na konieczność otrzymania dużych i jednorodnych kryształów oraz możliwość zarastania elementów chłodzących w urządzeniu do krystalizacji, co z kolei znacznie pogarsza i przedłuża czas schładzania.

Otrzymana w ten sposób mieszanina rozdzielana jest na wirówce filtracyjnej. Faza stała ulega następnie stapianiu i zostaje zwracana do procesu, natomiast filtrat poddawany jest regeneracji celem odzysku rozpuszczalnika (metanolu).

Udział DMT w otrzymanej po odprowadzeniu metanolu pozostałości wynosi 20—30% i uzależniony jest od jakości otrzymanych kryształów w procesie krystalizacji i ilości rozpuszczalnika.

Wydajność odzyskiwania DMT wg powyższego sposobu wynosi 70—80% w stosunku do ilości tego produktu zawartego we frakcji DMT/DMI.

Nieoczekiwanie stwierdzono, iż przy prowadzeniu procesu ekstrakcji frakcji DMT/DMI metanolem, nawet przy małym (ok. dwukrotnie mniejszym) udziale metanolu, można następnie dokonać sedymentacyjnego rozdzielania otrzymanych kryształów eliminując potrzebę otrzymywania jednorodnych i dużych kryształów.

Istota wynalazku polega na przeprowadzeniu wielostopniowej ekstrakcji frakcji DMT/DMI o stężeniu do 80% wagowych sumy izomerów metanolem. Metanol jest dobrym rozpuszczalnikiem wszystkich związków występujących we frakcji DMT/DMI — w tym również DMI i DMO, natomiast stosunkowo słabo rozpuszcza DMT, zwłaszcza poniżej 50°C. Na każdym stopniu zawiesina DMT w metanolu jest rozdzielana grawitacyjnie lub na innej drodze. Produkt końcowy w postaci zawiesiny DMT jest kierowany do procesu wytwarzania DMT np. do krystalizacji względnie innego etapu poprzedzającego krystalizację.

Sposobem według wynalazku frakcję DMT/DMI o średnim procentowym składzie wagowym:

px	— 0,01
x	— 0,01
BE	— 0,1—0,2
pTE	— 2,5—3,0

TAE	— 3,0—4,0
DMO	— 10,0—12,0
DMT	— 40,0—45,0
DMI	— 37,0—43,0

gdzie:

px	— p-ksylen
x	— związek niezidentyfikowany

10 poddaje się wielostopniowej ekstrakcji metanolem, przy czym każdorazowo pozostałość będąca zawiesiną DMT w metanolu zadaje się świeżą porcją rozpuszczalnika — metanolem.

15 Na pierwszym stopniu do metanolu o temp. ok. 25°C wprowadza się frakcję DMT/DMI w stanie ciekłym o temp. ok. 150°C. Stosunek wagowy metanolu do frakcji DMT/DMI wynosi 0,8 : 1 do 3 : 1 najkorzystniej 1,6 : 1 do 2,1 : 1.

20 Przy wprowadzaniu ciekłego DMT/DMI zawartość ekstraktora jest mieszana, ustala się temperatura ok. 60°C. Proces wyekstrahowania (wylugowania) związków rozpuszczalnych w metanolu trwa ok. 0,5 godz., przy czym temperatura obniża się. Końcowa temperatura procesu nie może być niższa od 28°C.

25 Następnie zawartość ekstraktora jest opróżniana do zbiornika, gdzie zachodzi sedymentacja kryształów DMT. Po ustaleniu warstwy rozdzielu odprowadza się ekstrakt, natomiast zawiesinę poddaje się dalszej ekstrakcji metanolem. Stosunek wagowy metanolu do zawiesiny na 2-gim i dalszych stopniach kształtuje się w zakresie 0,1 : 1 do 0,5 : 1, najkorzystniej 0,17 : 1 do 0,25 : 1.

30 Jeżeli w wyniku doprowadzenia metanolu do drugiego i dalszych stopni ekstrakcji temperatura zawartości ekstraktora obniży się poniżej ustalonej końcowej temperatury, zawartość ekstraktora przeponowo podgrzewa się do takiej temperatury, aby przy 30 minutowym mieszanym końcowa temperatura w ekstraktorze nie była niższa od ustalonej temperatury ekstrakcji, której minimum wynosi 28°C.

40 Po wykonaniu ostatniego procesu ekstrakcji i odprowadzeniu ekstraktu, najkorzystniej należy stosować ekstrakcję 3-stopniową, do pasty DMT wprowadza się pewną ilość metanolu celem uzyskania takiej konsystencji, którą można łatwo przesłać do procesu technologicznego w produkcji DMT, najlepiej do krystalizacji DMT.

45 Należy podkreślić, że produkt ekstrakcji (zawiesina ciał stałych) winna posiadać taki skład, by minimalny stosunek tereftalanu dwumetylu do sumy izo- i orto- i izoftalanu dwumetylu wynosił jak 2 : 1. Otrzymana zawiesina produktu z ekstrakcji zawiera średni wagowy skład procentowy:

H ₂ O	— 0,3—0,5
metanol	— 60—70
BE	— 0,1
pTE	— 0,2—0,6
x	— 0,05
TAE	— 0,15—0,30
DMO	— 1,5—2,0
DMT	— 20,0—30,0
DMI	— 4,0—7,0
ww	— 0,6—1,0

65 Opisany sposób wydzielania izomerów DMT z frakcji DMT/DMI może być zmodyfikowany w ten sposób,

że zamiast pierwszego stopnia ekstrakcyjnego prowadzi się proces krystalizacji.

Stosunki wsadowe są identyczne jak przy przedstawionej powyżej ekstrakcji. W tym celu po załadowaniu zbiornika — krystalizatora metanolem i frakcją DMT/DMI zawartość jego ciągle mieszając podgrzewa się do ok. 100°C. Wytwarza się wtedy ciśnienie Pa = 0,35—0,39 MPa. Następnie krystalizator oziębia się do temp. 66—69°C przez odparowanie metanolu na drodze rozprężania.

Skondensowany metanol zbiera się w specjalnym zbiorniku, skąd zostaje spuszczone do krystalizatora. Dalsze obniżanie temperatury osiąga się przez stosowanie krystalizacji próżniowej. Końcowa temperatura procesu wynosi minimalnie 28°C. Następnie prowadzi się sedymentację i ekstrakcję jak wyżej, przy czym ekstrakcja przebiega jak na stopniu drugim i dalszych.

Podkreślenia wymaga fakt, że podany sposób prowadzenia procesu umożliwia w sposób prosty rozdział DMT od ekstraktów (filtratów) bez użycia kosztownych urządzeń uciążliwych w eksploatacji oraz wyeliminowanie dodatkowych operacji, a jednocześnie umożliwia dobry odzysk DMT z frakcji DMT/DMI, wynoszący ok. 90%.

Dla dokładniejszego zobrazowania sposobu według wynalazku podaje się przykłady I-III, gdzie stężenia wyrażone są w procentach wagowych.

Przykład I. Zbiornik ze stali kwasoodpornej o pojemności 5 m³ napełniono ilością 1120 kg metanolu o temperaturze 25°C posiadający następujący skład:

woda	— 0,10
metanol	— 94,92
x	— 0,04
octan metylu	— 2,93
toluen	— 0,08
px	— 1,93

Następnie załadowano 700 kg frakcji DMT/DMI w temperaturze 155°C i składzie:

BE	— 0,20
pTE	— 3,96
x	— 0,09
TAE	— 3,45
DMO	— 9,83
DMT	— 42,50
DMI	— 39,97

Ładowanie frakcji DMT/DMI odbywało się przy włączonym mieszadle przy 63 obrotach/minutę. Po wyrównaniu temperatur w zbiorniku stwierdzono 63°C.

Proces ekstrakowania prowadzono przez 0,5 godziny, przy włączonym mieszadle. Temperatura zbiornika obniżała się, osiągając przy końcu 58°C, przy czym włączono przepływ wody przez wężownicę i chłodzono przez około 40 minut do temperatury 35°C. Następnie zawartość ekstraktora przesłano do zbiornika pośredniego o objętości 5 m³. W zbiorniku tym zgromadzono produkty z trzech wykonanych w ten sam sposób szarż. Cały czas w zbiorniku tym utrzymywano minimalną temperaturę mieszaniny na poziomie 35°C. Po wyłączeniu mieszadła kryształy DMT rozdzielono przez sedymentację w ciągu 0,5 godziny. Ekstrakt spuszczone przy pomocy odpowiednio usytuowanych króćców (tzw. ekstrakt I) w ilości 3000 kg i następnie załadowano 600 kg metanolu o temperaturze i składzie jak wyżej. Otrzymano temperaturę zawiesiny 32°C. Za-

wartość zbiornika podgrzano przeponowo parą wodną celem osiągnięcia 35°C mieszając w czasie 20 minut. Następnie warstwy rozdzielono jak wyżej (otrzymując tzw. ekstrakt II) i powtórzono całą operację. Odebrano po 630 kg ekstraktu II i ekstraktu III. Otrzymał pastę DMT w ilości ok. 2400 kg zadano metanolem i przesłano grawitacyjnie do stopnia krystalizacji w procesie wytwarzania DMT. Składy % otrzymanych w wyniku przeprowadzonego procesu produktów podano w tabeli I.

Tabela I

Składniki	Ekstrakt I	Ekstrakt II	Ekstrakt III	Pasta DMT
woda	0,07	0,05	0,05	0,07
metanol	72,67	72,48	77,67	50,11
toluen	0,05	0,06	0,05	0,05
px	1,26	1,16	1,13	1,49
octan metylu	1,86	2,11	2,05	2,19
x	0,05	0,08	0,08	0,05
BE	0,06	0,09	0,08	0,05
pTE	1,24	1,70	1,40	1,11
TAE	0,36	0,38	0,25	0,22
DMO	3,59	4,01	3,17	2,23
DMT	2,82	2,11	1,77	32,65
DMI	15,23	14,45	13,03	9,24
ww	0,77	1,32	1,27	0,54

Odzysk DMT wynosi 93,3% w stosunku do ilości tego produktu zawartego we frakcji DMT/DMI.

Otrzymany w procesie wytwarzania DMT produkt charakteryzował się dobrymi właściwościami do dalszego przerobu na polimer poliestrowy włóknotwórczy.

Przykład II. Zbiornik ze stali kwasoodpornej o pojemności 5 m³ napełniono ilością 1120 kg metanolu o temperaturze 25°C posiadający skład jak w przykładzie I. Następnie załadowano 700 kg frakcji DMT/DMI w temperaturze 155°C i składzie:

BE	— 0,09
pTE	— 3,40
TAE	— 3,19
DMO	— 9,85
DMT	— 43,15
DMI	— 40,32

Warunki ładowania frakcji EMT/DMI, przebieg procesu ekstrakcji oraz gromadzenie w zbiorniku pośrednim trzech szarż jak w przykładzie I. Ekstrakt (tzw. ekstrakt I) spuszczone przy pomocy odpowiednio usytuowanych króćców w ilości 3000 kg. Następnie załadowano 400 kg metanolu o temperaturze i składzie jak w przykładzie I. Uzyskano temperaturę 33°C. Zawartość zbiornika podgrzano przeponowo parą wodną celem osiągnięcia temperatury 35°C mieszając w czasie 20 minut.

Następnie warstwy rozdzielono jak w przykładzie I (otrzymując tzw. ekstrakt II) w ilości 420 kg i powtórzano całą operację czterokrotnie odbierając po 410 kg ekstraktu III, ekstraktu IV, ekstraktu V i ekstraktu VI.

Otrzymał pastę DMT w ilości 2400 kg zadano metanolem i przesłano grawitacyjnie do stopnia krystalizacji w procesie wytwarzania DMT. Składy otrzymanych w wyniku przeprowadzonego procesu produktów podano w tabeli II.

Tabela II

Składniki	Ekst. I	Ekst. II	Ekst. III	Ekst. IV	Ekst. V	Ekst. VI	Pasta DMT
woda	0,05	0,14	0,12	0,12	0,12	0,12	0,05
metanol	70,47	74,28	77,15	79,44	82,19	83,71	55,82
toluen	0,05	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,05
px	1,45	1,36	1,41	1,41	1,44	1,44	1,28
oct. met.	1,87	2,64	2,63	2,83	2,80	2,73	1,86
x	0,02	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,02
BE	0,03	0,02	0,05	0,05	0,05	0,02	0,01
pTE	1,31	1,22	0,97	0,97	0,78	0,78	0,50
TAE	0,33	0,17	0,15	0,15	0,18	0,12	0,05
DMO	4,32	3,02	2,63	2,25	1,74	1,51	1,33
DMT	3,21	2,15	2,05	2,02	2,00	1,97	31,99
DMI	16,32	13,17	11,35	9,46	7,58	6,72	6,57
ww	0,57	1,71	1,37	1,18	0,88	0,76	0,47

Odzysk DMT wynosi 84,7% w stosunku do ilości tego produktu zawartego we frakcji DMT/DMI.

Otrzymany w procesie wytwarzania DMT produkt charakteryzował się dobrymi własnościami do dalszego przerobu na polimer poliestrowy włóknotwórczy.

Przykład III. Zbiornik ze stali kwasoodpornej o pojemności 5 m³ napełniono ilością 1120 kg metanolu o temperaturze 25°C i składzie jak w przykładzie I. Następnie załadowano 700 kg frakcji DMT/DMI w temperaturze 150°C i składzie:

BE	—	0,25
x	—	0,09
pTE	—	2,89
TAE	—	3,54
DMO	—	10,41
DMT	—	43,91
DMI	—	38,91

Zawartość zbiornika podgrzewano przeponowo parą wodną do temperatury 105°C, co spowodowało wytworzenie ciśnienia w zbiorniku P_A = 0,36 MPa.

Po uzyskaniu wyżej wymienionych parametrów rozpoczęto obniżanie temperatury zawartości krystalizatora na drodze rozprężania do ciśnienia atmosferycznego (temperatura 68°C). Następnie rozpoczęto dalsze obniżanie temperatury do 30°C poprzez chłodzenie przeponowo wodą z jednoczesnym odparowaniem metanolu pod próżnią. Zawartość krystalizatora przesłano do zbiornika pośredniego ze stali kwasoodpornej, w którym zgromadzono trzy szarże po krystalizacji przeprowadzone w ten sam sposób. W przypadku obniżenia temperatury zawiesiny poniżej 30°C, zawartość zbiornika podgrzano przeponowo parą wodną. Po wyłączeniu mieszkadła kryształ DMT rozdzielono przez sedymentację w ciągu 0,5 godziny. Ług pokrystaliczny w ilości 3000 kg spuszczone przy pomocy odpowiednio usytuowanych króćców i następnie załadowano 400 kg metanolu o temperaturze i składzie jak w przykładzie I. Wytworzyła się temperatura 28°C. Zawartość zbiornika podgrzano przeponowo parą wodną celem osiągnięcia 31°C mieszając w czasie 20 minut. Następnie warstwy rozdzielono jak wyżej, otrzymując tzw. ekstrakt I i powtórzono całą operację. Odebrano po 430 kg ekstraktu I i ekstraktu II.

Otrzymaną w zbiorniku pastę DMT w ilości 2400 kg zadano metanolem i przesłano grawitacyjnie do stopnia krystalizacji w procesie wytwarzania DMT. Składy

otrzymanych w wyniku przeprowadzonego procesu produktów podano w tabeli III.

Tabela III

Składniki	Ług pokrystal.	Ekstrakt I	Ekstrakt II	Pasta DMT
woda	0,07	0,05	0,05	0,07
metanol	72,92	74,19	76,53	46,38
toluen	0,06	0,07	0,05	0,04
px	1,24	2,16	2,12	1,03
octan metylu	1,84	2,69	2,67	1,81
x	0,05	0,02	0,02	0,07
BE	0,08	0,09	0,07	0,09
pTE	1,17	0,91	0,74	0,77
TAE	0,11	0,05	0,07	0,19
DMO	3,85	3,09	2,35	3,32
DMT	2,38	2,30	2,21	34,64
DMI	14,39	13,61	12,38	11,40
ww	1,83	0,77	0,74	0,19

Odzysk DMT wynosi 90,15% w stosunku do ilości tego produktu zawartego we frakcji DMT/DMI.

Otrzymany w procesie wytwarzania DMT produkt charakteryzował się dobrymi właściwościami do dalszego przerobu na polimer poliestrowy włóknotwórczy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania izomerów — izoftalanu dwumetylu i ortoftalanu dwumetylu przy wytwarzaniu tereftalanu dwumetylu na drodze utleniania p-ksylenu i jego pochodnych, estryfikacji otrzymanego oksydatu metanolem i oczyszczanie powstałych estrów metylowych na drodze rektyfikacji i krystalizacji, przy czym filtrat z krystalizacji zawierający między innymi rozpuszczony izoftalan i ortoftalan dwumetylu poddaje się frakcjonowanej rektyfikacji i otrzymuje frakcję o stężeniu 10—55% wagowych izoftalanu dwumetylu i 2—25% wagowych ortoftalanu dwumetylu z której odzyskuje się tereftalan dwumetylu, znamienny tym, że frakcję o stężeniu do 80% wagowych sumy izoftalanu i ortoftalanu dwumetylu poddaje się wielostopniowej ekstrakcji przy stosunku wagowym metanolu do

frakcji zawierającej izoftalan i ortoftalan dwumetylu 0,8 : 1 do 3 : 1, najkorzystniej 1,6 : 1 do 2,1 : 1 dla pierwszego stopnia ekstrakcyjnego.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że na dalszych stopniach ekstrakcji stosunek wagowy rozpuszczalnika do poddawanej ekstrakcji frakcji z zawartością izomerów tereftalanu dwumetylu wynosi 0,1 : 1 do 0,5 : 1, najkorzystniej 0,17 : 1 do 0,25 : 1.

3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że minimalna końcowa temperatura procesu wynosi 28°C.

4. Sposób wydzielania izomerów przy wytwarzaniu tereftalanu dwumetylu na drodze utleniania p-ksylenu i jego pochodnych, estryfikacji otrzymanego oksydatu metanolem i oczyszczanie powstałych estrów metylo-
wych na drodze rektyfikacji i krystalizacji, przy czym filtrat z krystalizacji zawierający między innymi rozpuszczony izoftalan i ortoftalan dwumetylu poddaje się frakcjonowanej rektyfikacji i otrzymuje frakcję

o stężeniu 10—55% wagowych izoftalanu dwumetylu i 2—25% wagowych ortoftalanu dwumetylu z której odzyskuje się tereftalan dwumetylu, **znamienny tym**, że frakcję o stężeniu do 80% wagowych sumy izoftalanu i ortoftalanu dwumetylu poddaje się procesowi krystalizacji metanolem, przy czym stosunek wagowy metanolu do frakcji zawierającej izoftalan i ortoftalan dwumetylu 0,8 : 1 do 3 : 1, najkorzystniej 1,6 : 1 do 2,1 : 1, a następnie otrzymaną frakcję zawierającą izomery tereftalanu dwumetylu poddaje się wielo-
stopniowej ekstrakcji metanolem.

5. Sposób, według zastrz. 4, **znamienny tym**, że na kolejnych stopniach ekstrakcji stosunek wagowy rozpuszczalnika do poddawanej ekstrakcji frakcji z zawartością izomerów tereftalanu dwumetylu wynosi 0,1 : 1 do 0,5 : 1, najkorzystniej 0,17 : 1 do 0,25 : 1.

6. Sposób według zastrz. 4 albo 5, **znamienny tym**, że minimalna końcowa temperatura procesu wynosi 28°C.