

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4919086号
(P4919086)

(45) 発行日 平成24年4月18日 (2012. 4. 18)

(24) 登録日 平成24年2月10日 (2012. 2. 10)

(51) Int. Cl.

F 1

C O 7 C 7/12 (2006. 01)

C O 7 C 7/12

C O 7 C 15/24 (2006. 01)

C O 7 C 15/24

C O 7 C 5/27 (2006. 01)

C O 7 C 5/27

C O 7 B 61/00 (2006. 01)

C O 7 B 61/00 3 0 0

請求項の数 10 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2007-512942 (P2007-512942)
 (86) (22) 出願日 平成18年4月6日 (2006. 4. 6)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2006/307321
 (87) 国際公開番号 W02006/109667
 (87) 国際公開日 平成18年10月19日 (2006. 10. 19)
 審査請求日 平成21年3月31日 (2009. 3. 31)
 (31) 優先権主張番号 特願2005-109737 (P2005-109737)
 (32) 優先日 平成17年4月6日 (2005. 4. 6)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000004466
 三菱瓦斯化学株式会社
 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号
 (74) 代理人 100117891
 弁理士 永井 隆
 (72) 発明者 長尾 伸一
 岡山県倉敷市水島海岸通3丁目10番地
 三菱瓦斯化学株式会社 水島工場内
 (72) 発明者 小川 博史
 岡山県倉敷市水島海岸通3丁目10番地
 三菱瓦斯化学株式会社水島工場内

審査官 増永 淳司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 2, 7-ジメチルナフタレンの精製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンの混合物を含有する原料油を展開溶媒とともにL型ゼオライトに接触させ、1,7-ジメチルナフタレンを吸着させる工程(A)を含むことを特徴とする2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

【請求項 2】

展開溶媒が、脂肪族炭化水素および/または脂環式炭化水素であることを特徴とする請求項1に記載の2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

【請求項 3】

原料油とL型ゼオライトの接触温度が、10~200 であることを特徴とする請求項1に記載の2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。 10

【請求項 4】

展開溶媒量が、原料油中のジメチルナフタレンの総量に対して1~200重量倍である請求項1に記載の2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

【請求項 5】

吸着工程(A)を擬似移動床方式で行うことを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載の2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

【請求項 6】

1,7-ジメチルナフタレンが吸着されたL型ゼオライトに脱離溶媒を接触させ、ジメチルナフタレンを脱離する工程(B)を含む請求項1に記載の2,7-ジメチルナフタレンの精製方 20

法。

【請求項 7】

脱離溶媒が、芳香族炭化水素であることを特徴とする請求項 6 に記載の 2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

【請求項 8】

吸着工程 (A) および / または脱離工程 (B) を擬似移動床方式で行うことを特徴とする請求項 6 又は 7 に記載の 2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

【請求項 9】

吸着工程 (A) における留出液から展開溶媒を分離する工程 (C) を含む請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の 2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

10

【請求項 10】

原料油が以下の工程 (1) ~ (3) からなる原料油製造工程 (D) により得られたものである請求項 1 記載の 2,7-ジメチルナフタレンの精製方法。

工程 (1) パラキシレンおよび 1,3-ブタジエンから 5-パラトルイル-2-ペンテンを得るアルケニル化工程、

工程 (2) 5-パラトルイル-2-ペンテンから 1,7-ジメチルナフタレンを得る環化・脱水素工程、

工程 (3) 1,7-ジメチルナフタレンを異性化して 2,7-ジメチルナフタレンを得る異性化工程

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、1,7-ジメチルナフタレンと 2,7-ジメチルナフタレンの混合物を含む原料油から 2,7-ジメチルナフタレンを効率よく分離するための方法に関し、特に高純度での分離精製が困難な 2,7-ジメチルナフタレンの分離方法に関する。この 2,7-ジメチルナフタレンを酸化して 2,7-ナフタレンジカルボン酸にしたもの、あるいはこれをエステル化して 2,7-ナフタレンジカルボン酸ジメチルにしたものは耐熱性や物理的強度に優れた高性能ポリエステル原料として極めて有用である。

【背景技術】

【0002】

30

ジメチルナフタレン (以下「DMN」と記すことがある) には、10 種類の異性体が存在する。一般に、有機化合物の精製は、蒸留や晶析、吸着等の操作により、あるいはそれらの方法を組み合わせることにより行われる。しかしながら、これらジメチルナフタレン異性体の融点差ならびに沸点差が非常に小さいため、蒸留や晶析による容易な精製も困難である。従来ジメチルナフタレン混合物の分離法としては、晶析、吸着剤により分離する方法等が知られている。

例えば、エチルアルコールを溶媒として、ジメチルナフタレン異性体混合物から、2,7-ジメチルナフタレン (以下「2,7-DMN」と記すことがある) を選択的に析出させ、融点の低い DMN 類が液体状態を保っている間に過分離する方法 (特許文献 1 参照) や、2,7-DMN を含む DMN 異性体混合物をメタノールで処理して、晶析分離して 2,7-DMN を得る方法 (特許文献 2 参照) や、DMN 異性体を含む原料油から、圧力晶析によって純度の高い 2,7-DMN を得る方法 (特許文献 3 参照) や、DMN 異性体混合物から、吸着剤として 10 員環を有するゼオライト等を使用することによって 2,7-DMN および 2,6-ジメチルナフタレンを高選択率で吸着させ分離する方法 (特許文献 4 参照) 等が知られている。

40

しかしながら、ジメチルナフタレン混合物の中で、特に、2,7-ジメチルナフタレンと 1,7-ジメチルナフタレン (以下「1,7-DMN」と記すことがある) 等の混合物からの 2,7-ジメチルナフタレンを高純度、高収率でかつ製造コストが安価で簡便な構成で工業的に安定して製造する高純度 2,7-ジメチルナフタレンの分離方法は、未だ確立されていない。

【0003】

これらの異性体を含むジメチルナフタレンを酸化 / エステル化して得られるナフタレン

50

ジメチルジエステルをポリエステル原料として用いた場合、得られる樹脂は耐熱性、機械的強度、寸法安定性等の物理的特性や機械的特性が低下するため、ポリエステル等の原料として用いることができない。このため高純度のジメチルナフタレンの工業的に有利な分離方法について、長期にわたって研究が続けられている。

【 0 0 0 4 】

【特許文献 1】特開平9 - 124520号公報

【特許文献 2】特開昭 48-22448号公報

【特許文献 3】特開平4-120027号公報

【特許文献 4】特開平1-224336号公報

【発明の開示】

10

【 0 0 0 5 】

本発明は、上記課題を解決するもので、本発明の目的は、ジメチルナフタレン異性体混合物から、高純度、高収率で2,7-ジメチルナフタレンを製造コストが安価で簡便な構成で工業的に安定して製造する方法を提供することにある。

【 0 0 0 6 】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンを含む原料油から吸着分離法により2,7-ジメチルナフタレンを分離するにあたり、ある特定の吸着剤に対する1,7-ジメチルナフタレンの吸着力を利用して、適切に選ばれた吸着剤を使用することによって非吸着物である2,7-ジメチルナフタレンの選択的な分離が可能であることを見出した。具体的には、吸着剤としてL型ゼオライトを用い、展開溶媒として脂肪族炭化水素や脂環式炭化水素を用いることで2,7-ジメチルナフタレンが高純度で分離精製できることを見出し、本発明に到達した。

20

即ち、本発明は1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンの混合物を含有する原料油を展開溶媒とともにL型ゼオライトに接触させ、1,7-ジメチルナフタレンを吸着させる工程を含むことを特徴とする2,7-ジメチルナフタレンの精製方法である。

【 0 0 0 7 】

本発明によれば簡便な構成で1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンとを含むジメチルナフタレン混合物から、2,7-ジメチルナフタレンを効率よく、かつ高純度で分離することができ、工業的意義が極めて大きい。

【発明を実施するための最良の形態】

30

【 0 0 0 8 】

本発明の2,7-ジメチルナフタレンの精製方法は1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンの混合物を含有する原料油を展開溶媒とともにL型ゼオライトに接触させ、1,7-ジメチルナフタレンを吸着させる工程（A）を含む。

【 0 0 0 9 】

本発明で精製に供される1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンの混合物を含む原料油は、1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンをあわせた量が70重量%以上含有されたものが好ましい。1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンの混合物を含む原料油の製造方法は限定されないが、以下に示す工程（1）～（3）からなる原料油製造工程（D）により得られることが好ましい。工程（1）はパラキシレンおよび1,3-ブタジエンから5-パラトルイル-2-ペンテンを得るアルケニル化工程であり、工程（2）は5-パラトルイル-2-ペンテンから1,7-ジメチルナフタレンを得る環化・脱水素工程であり、工程（3）は1,7-ジメチルナフタレンを異性化して2,7-ジメチルナフタレンを得る異性化工程である。なお、異性化工程（3）の異性化については種々の方法を用いることができるが、固体酸触媒等を用いることにより比較的容易に行うことができる。

40

この（1）～（3）からなる原料油製造工程（D）によれば、1,7-ジメチルナフタレンと2,7-ジメチルナフタレンをあわせた量が70重量%以上含有された原料油を容易に得ることができる。

【 0 0 1 0 】

工程（1）の例として下記が挙げられる。

50

水酸化カリウム水溶液に酸化ジルコニウム粉末を加え、攪拌下加熱して含浸する。減圧下加熱して水を留去し、そのままの状態に加熱して一晩乾燥した後、更に空気中で温度を上げて焼成する。このようにして得られた触媒をガラス製フラスコに供給し、窒素雰囲気下加熱して攪拌し、そこへ金属ナトリウムを加えた後、その温度で攪拌する。次いで、パラキシレンをガラス製フラスコに供給し、加熱する。強く攪拌しながら1,3-ブタジエンを導入してバッチ反応させる。反応終了後冷却し、別のガラス容器に移送し、攪拌しながら硫酸水溶液を供給し静置する。この上澄み液を減圧下、蒸留塔へ供給し低沸点留分を留去し、塔底液を抜き出し、さらに減圧度を上げた高沸カット蒸留塔で、高沸点留分を抜き出しながら、5-パラトルイル-2-ペンテンを抜き出す。

【0011】

10

工程(2)の例として下記が挙げられる。

H型モルデナイト、シリカ、及びバインダーとしてアルミナを含有するアルミナゾルに純水を加えて室温下よく混合攪拌する。その後、押し出し成形器を用いて成形後、加熱乾燥し、さらに温度を上げて焼成して触媒を調製する。この触媒をステンレス製の筒状の環化反応器に充填し、常圧、加熱下、上記で得られた5-パラトルイル-2-ペンテン及び窒素を供給し、環化反応を行う。環化反応後、引き続きこの反応液を、白金/活性炭触媒を充填したステンレス製の筒状の脱水素反応器に供給する。希釈溶媒としてヘプタンを同時に供給しながら、加熱して脱水素反応を行う。反応後、減圧したガラス製蒸留塔に供給し、ヘプタンを回収する。ヘプタン除去後の反応液を、減圧したガラス製の蒸留塔に供給し、低沸点留分および高沸点留分を抜き出し、98%純度の1,7-DMNを蒸留塔の中段から抜き出す。

20

【0012】

工程(3)の例として下記が挙げられる。

$\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ 比が203のH型モルデナイトとアルミナゾルを純水に加えてよく練り合わせる。加熱して乾燥後、空気中でさらに加熱して焼成し、砕いて粒径1.0~2.0mmのものを集め触媒とする。この触媒をステンレス製の筒状反応器に充填し、1,7-DMNを、異性化反応器下部より供給し常圧下、加熱して異性化反応を行う。得られた反応液の1,7-DMNと2,7-DMNの混合比は重量比で、2/3~1/1のものである。

【0013】

1,7-DMNと2,7-DMNの混合物を含む原料油は、好ましくは有機溶媒からなる展開溶媒とともに、L型ゼオライトに接触させることで、1,7-DMNがL型ゼオライトに選択的に吸着される(吸着工程(A))。

30

【0014】

本発明で好適に用いられる展開溶媒としては、脂肪族炭化水素(直鎖、分岐)および脂環式炭化水素が挙げられ、その炭素数が6~14であるものが好ましい。例えばn-ヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン、イソオクタン、n-ノナン、n-デカン、n-ウンデカン、n-ドデカン、シクロヘキサン、デカリン、メチルシクロヘキサンが挙げられ、特に2,7-ジメチルナフタレンとは沸点が大きく異なる物質が好ましい。後に展開溶媒を分離する際に蒸留法を用いることができるからである。

なお、上記脂肪族炭化水素および脂環式炭化水素は、これらを単独で用いてもよいし、混合して用いてもよい。また、脂肪族炭化水素と脂環式炭化水素を併用してもよい。

40

【0015】

また、本発明で用いるL型ゼオライトとしては、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ 比(モル比)が5.2~7.0のものであり、好ましくは5.6~7.0の範囲のものである。また、0.7nmの直径(酸素12員環)をもつ1次元の細孔を有し、孔路系のタイプは3次元のものが好ましい。L型ゼオライトとしては、KL型ゼオライトが挙げられ、市販のKL型ゼオライトとしては、和光純薬(株)製「HS-500」($\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ 比(モル比)6.0)が挙げられる。

さらに、L型ゼオライトとしては、KL型のほか、KL型ゼオライトをアルカリ金属またはアルカリ土類金属の中から選ばれた金属イオン、例えばナトリウム、リチウム、ルビジウム、セシウム、バリウム、カルシウム、マグネシウム、ストロンチウム、ランタン等

50

の金属イオンのいずれか一種または二種以上で置換したＬ型ゼオライトを用いることができる。また、これらのゼオライトは、これをそのまま用いてもよく、またスチーム処理、アルカリ処理、酸処理、イオン交換等を行って用いても良い。形状としては、球状またはヌードル状または円柱状に成型されて使用するのが好ましい。

【００１６】

原料油および展開溶媒と、Ｌ型ゼオライトを接触させる方法に特に制限はないが、本発明は、上記Ｌ型ゼオライトが充填された吸着層に、原料油を通液すると同時に、前記展開溶媒を通液するか、予め原料油に前記展開溶媒を添加して吸着層に通液する方法により行うことが好ましい。

この場合、前記展開溶媒量は、原料油中のジメチルナフタレンの総量に対して１～２００重量倍、好ましくは５～１５０重量倍、より好ましくは１０～１００重量倍用いるとよい。また、前記吸着層への通液量は、吸着層に対するＬＨＳＶ（原料油と展開溶媒の合計）として０．１～１０．０ h^{-1} の範囲であることが好ましい。通液時の吸着層の温度は、１０～２００の範囲が好ましく、さらに好ましくは２０～１５０の範囲である。

【００１７】

上記吸着操作により、１，７-ジメチルナフタレンが選択的に吸着され、主として２，７-ジメチルナフタレンと展開溶媒を含む液が留出する。この留出液から、蒸留等により展開溶媒を分離することにより、高純度の２，７-ジメチルナフタレンが得られる（展開溶媒の分離工程（Ｃ））。

一般に目的物を吸着させると、その脱離・回収のために煩雑な操作や条件管理が必要であるが、本発明では、目的物である２，７-ジメチルナフタレンを吸着させないので、簡便な操作で目的物を得ることができる。

【００１８】

上記吸着操作（吸着工程（Ａ））の後、ゼオライトに吸着されたジメチルナフタレン（主に１，７-ジメチルナフタレン）を脱離して分離／回収するためには、脱離溶媒を使用する。本発明においては、脱離時間等の観点から、芳香族系炭化水素を使用することが好ましく、例えばベンゼン、トルエン、オルソキシレン、パラキシレン、メタキシレン、エチルベンゼン、ジエチルベンゼン等が挙げられる。脱離溶媒の使用量は、原料油中のジメチルナフタレンの総量に対して１～２００重量倍であることが好ましい。また、この時の通液量は、吸着層に対するＬＨＳＶとして０．０５～２０．０ h^{-1} の範囲であることが好ましい。通液時の吸着層の温度は、１０～２００、好ましくは２０～１５０の範囲である。なお、回収された１，７-ジメチルナフタレンは、上記異性化工程（３）の原料としてリサイクルすることができる。

【００１９】

本発明における吸着工程（Ａ）や脱離工程（Ｂ）は、バッチ式、連続式、あるいはセミバッチ式のいずれで行ってもよく、固定床、流動床、移動床など、種々の方式にて実施可能であるが、工業的には、既に確立された技術である、擬似移動床方式（例えば、特開平８－２１７７００号公報参照）にて実施することが好ましい。

【実施例】

【００２０】

次に実施例により本発明を更に具体的に説明する。但し、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。以下の実施例および比較例において、原料および目的物は、ガスクロマトグラフィーにより分析した。なお、以下に示す部は重量部を意味する。

【００２１】

合成例１

<パラキシレンおよび１，３-ブタジエンから５-パラトルイル-２-ペンテンを得るアルケニル化工程（工程（１））>

水酸化カリウム５部を含有する水溶液に酸化ジルコニウム粉末３０部を加え、攪拌下５０で１時間含浸した。減圧下７０で水を留去し、１１５で一晩乾燥した後、更に空气中５００で焼成した。このようにして得られた触媒１０部をガラス製フラスコに供給

10

20

30

40

50

し、窒素雰囲気下 180 で攪拌し、そこへ金属ナトリウム 0.5 部を加えた後、その温度で 60 分攪拌した。パラキシレン 1000 部をガラス製フラスコに供給し、140 に加熱した。強く攪拌しながら 1,3-ブタジエン 70 部を 1 時間で導入してバッチ反応した。反応終了後冷却し、別のガラス容器に移送し、攪拌しながら 50 部の 10% 硫酸水溶液を供給し静置した。5-パラトルイル-2-ペンテンの反応したパラキシレンあたりの収率は 82% であった。この上澄み液を 23 kPa の蒸留塔へ 63 部/h の速度で供給し低沸点留分を留去した。塔底液を抜き出し、5 kPa の高沸カット蒸留塔で、高沸点留分を 2 部/h で抜き出しながら、5-パラトルイル-2-ペンテンを 10 部/h で抜き出して得た。

【0022】

<5-パラトルイル-2-ペンテンから 1,7-ジメチルナフタレンを得る環化・脱水素工程（工程（2））>

東ソー製 H 型モルデナイト 15 部、シリカ 270 部、及びバインダーとしてアルミナ含量 70 重量% のアルミナゾル 21 部に純水 500 部を加えて室温下よく混合攪拌した。その後、押し出し成形器を用いて成形後、110 で乾燥し、350 で 3 時間焼成して触媒を調製した。この触媒をステンレス製の筒状の環化反応器に充填し、常圧下、反応温度 170 で、上記で得られた 5-パラトルイル-2-ペンテンを 10 部/h の速度で、および窒素 250 部/min で供給し、環化反応を行った。希釈媒の原料に対するモル比は 11 であった。環化反応後、引き続きこの反応液を、1% 白金/活性炭触媒（NEケムキャット社製）を 40 部充填したステンレス製の筒状の脱水素反応器に供給した。反応温度は 280 であった。希釈溶媒として n-ヘプタンを 20 部/h 同時に供給しながら、脱水素反応を行った。反応後、19 kPa に減圧したガラス製蒸留塔に供給し、n-ヘプタンを回収した。n-ヘプタン除去後の反応液を、13 kPa に減圧したガラス製の蒸留塔に供給し、低沸点留分を 0.05 部/h で、高沸点留分を 0.3 部/h で抜き出し、98% 純度の 1,7-DMN を蒸留塔の中段から 9.4 部抜き出した。

【0023】

<1,7-ジメチルナフタレンを固体酸触媒等で異性化する異性化工程（工程（3））>

SiO₂/Al₂O₃ 比が 203 の H 型モルデナイト（東ソー製）100 部とアルミナゾル（触媒化成製アルミナ 70 wt%）20 部を純水に加えてよく練り合わせた。110 で乾燥後、空气中 500 で 2 時間焼成し、砕いて粒径 1.0 ~ 2.0 mm のものを集め触媒とした。この触媒 20 部をステンレス製の筒状反応器に充填した。1,7-DMN を、異性化反応器下部より 9.4 部/h で供給し常圧下、225 で異性化反応を行った。得られた反応液の 1,7-DMN と 2,7-DMN の混合比は重量比で、2/3 ~ 1/1 のものであった。この混合物の組成を表 1 に示す。

【0024】

実施例 1

吸着剤として市販の KL 型ゼオライト（和光純薬（株）製、「HS-500」、SiO₂/Al₂O₃ 比（モル比）6.0）を用い、これを内容積 25 mL のガラス製チューブ型カラム（8 mm φ × 500 mm）へ充填して、吸着分離カラムとし、これを外部から加熱して充填層の温度を 40 に保持した。次に、原料油として、表 1 に示す組成のジメチルナフタレン異性体混合物を、展開溶媒である n-ヘプタンに溶解して 5 重量% の濃度のジメチルナフタレン溶液を調製し、吸着剤容量に対する流量（LHSV）を 2.0 h⁻¹ として、上記吸着分離カラム（KL 型ゼオライト層）に通液して吸着展開した（吸着工程（A））。この吸着分離カラムから留出する留出液を回収し、n-ヘプタンを蒸留分離した結果、純度 99.1% の 2,7-ジメチルナフタレンが回収率 42%（原料油中の 2,7-ジメチルナフタレン基準、以下同様）で得られた（展開溶媒分離工程（C））。吸着操作後、脱離溶媒であるオルソキシレンを吸着剤容量に対する流量（LHSV）を 1.0 h⁻¹ として、該吸着分離カラムの KL 型ゼオライト層へ通液して、ジメチルナフタレンを脱離させたところ、2,7-ジメチルナフタレン 37.9%、1,7-ジメチルナフタレン 62.1% からなるジメチルナフタレン混合物が得られた（脱離工程（B））。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 5 】

実施例 2

展開溶媒が n - デカンである以外は、実施例 1 と同様に行った。吸着分離層から留出する溶液を回収し、n - デカンを蒸留分離した結果、純度 9 7 . 2 % の 2,7-ジメチルナフタレンが回収率 4 1 % で得られた。

【 0 0 2 6 】

実施例 3

実施例 1 で使用したのと同じ原料油 (1 0 0 g) と K L 型ゼオライト (1 5 g) を攪拌機付き容器内で 4 0 にて接触させた。2 時間後、ゼオライトをろ別し、n - ヘプタンを蒸留分離した結果、純度 9 9 . 2 % の 2,7-ジメチルナフタレンが回収率 4 0 % で得られた。

【 0 0 2 7 】

比較例 1

吸着剤であるゼオライトが N a Y 型ゼオライト (和光純薬 (株) 製、H S - 3 2 0) 、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ 比 (モル比) 5.5) である以外は、実施例 1 と同様に行った。この場合、1,7-ジメチルナフタレンの選択的吸着はみられず、1,7-ジメチルナフタレン、2,7-ジメチルナフタレンいずれもほぼ全量吸着された。吸着分離層から留出する溶液を回収したところ、原料油中の 1,7-ジメチルナフタレンと 2,7-ジメチルナフタレンの合計に対して 1 % に相当するジメチルナフタレン (2,7-ジメチルナフタレン 5 6 % 、1,7-ジメチルナフタレン 4 4 %) が含まれていた。

【 0 0 2 8 】

比較例 2

吸着剤であるゼオライトが Z S M - 5 プロトンタイプ (エヌ・イー ケムキャット (株) 製) 、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ 比 (モル比) 26) である以外は、実施例 1 と同様に行った。この場合、1,7-ジメチルナフタレンの選択的吸着はみられず、1,7-ジメチルナフタレン、2,7-ジメチルナフタレンいずれもほとんど吸着されなかった。吸着分離層から留出する溶液を回収したところ、原料油中の 1,7-ジメチルナフタレンと 2,7-ジメチルナフタレンの合計に対して 9 4 % に相当するジメチルナフタレン (2,7-ジメチルナフタレン 5 9 % 、1,7-ジメチルナフタレン 4 1 %) が含まれていた。

【 0 0 2 9 】

【表 1】

成分	組成 (wt%)
2,7-ジメチルナフタレン	55. 9
1,7-ジメチルナフタレン	43. 3
その他	0. 8

【産業上の利用可能性】

【 0 0 3 0 】

本発明によれば簡便な構成で 1,7-ジメチルナフタレンと 2,7-ジメチルナフタレンを含むジメチルナフタレン混合物から、2,7-ジメチルナフタレンを効率よく、かつ高純度で分離することができ、工業的意義が極めて大きい。この 2,7-ジメチルナフタレンを酸化して 2,7-ナフタレンジカルボン酸にしたもの、あるいはこれをエステル化して 2,7-ナフタレンジカルボン酸ジメチルにしたものは耐熱性や物理的強度に優れた高性能ポリエステルの原料として極めて有用である。

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 2 - 6 3 2 0 (J P , A)
特開昭 6 2 - 2 4 0 6 3 2 (J P , A)
特開平 1 - 2 2 4 3 3 6 (J P , A)
特開平 5 - 2 1 3 7 8 7 (J P , A)
特開平 9 - 1 2 4 5 2 0 (J P , A)
特開昭 4 8 - 2 2 4 4 8 (J P , A)
特開平 4 - 1 2 0 0 2 7 (J P , A)
特開平 8 - 2 1 7 7 0 0 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C07C 7/12
C07C 5/27
C07C 15/24
C07B 61/00
CA/REGISTRY(STN)