

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

國（地區） 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

日本	1999 年 9 月 9 日	11-255118	☒ 有主張優先權
日本	2000 年 4 月 26 日	2000-125371	☒ 有主張優先權
日本	2000 年 4 月 26 日	2000-125372	☒ 有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝

訂

線

五、發明說明(1)

本發明係有關由含氧化鈦或氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物分別凝聚氧化鈦或氧化鐵紅後，有效去除之方法。

先行技術中，目前，雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之主要用途領域為對苯二甲酸酯系聚酯者，具有該對苯二甲酸酯系聚酯之特點之1係具有極適於纖維、薄膜、樹脂等各種成形品之廣泛領域性能者。此等廣泛用途領域中，特別以纖維領域為中心，一般於聚合物中使氧化鈦存在做為去光之主要目的。以瓶子等成型品領域為中心，做為將來商業性嘗試性進行於聚合物中使氧化鐵紅存在者。另外，具有該聚酯之另一特點者係藉由解聚後，回歸原料階段者較易進行者。

以聚酯，特別是以聚對苯二甲酸乙酯為中心之對苯二甲酸酯系聚酯如上述被廣泛做為各種用途使用之，做為其製造方法者係藉由對苯二甲酸與乙二醇直接酯化，或藉由對苯二甲酸之低級烷酯，特別是二對苯二甲酸甲酯與乙二醇經酯交換反應後，經過含雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之中間狀態後，通常將此直接於高溫、高真空下進行縮聚之供與階段之方法，目前主要實用上供與之。該對苯二甲酸酯系聚酯係藉由解聚後，回歸於其原料階段，可再度聚合後，做成聚酯，由省資源面亦可謂理想材料者。

惟，當回收之聚酯為含氧化鈦之聚酯、或含氧化鐵紅之聚酯時，其含量及不同場合下，其他添加物種類、含量多半變動每次回收之聚酯，其解聚反應後之目的物分解多

五、發明說明(2)

半受障礙，因此，實際上之操作亦障礙連連。

本發明之目的係為提供一種由含氧化鈦之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物以良好操作性，且，有效去除氧化鈦之方法者。

本發明另一目的係為提供一種由含氧化鈦之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物有效去除氧化鈦後取得實際上未含氧化鈦之聚酯分解生成物之方法者。

本發明另一目的更為提供一種極容易可再利用回收含氧化鈦之聚酯，因此由其乙二醇溶劑分解生成物有效去除氧化鈦之方法者。

本發明更有其他目的為提供一種由含氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物以良好操作性且，有效去除氧化鐵紅之方法者。

本發明更另有其他目的為提供一種由含氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物有效去除氧化鐵紅後，取得實質上未含氧化鐵紅之聚酯分解生成物之方法者。

本發明另一目的係提供一種極容易，可再利用回收含氧化鐵紅之聚酯，因此，由其乙二醇溶劑分解生成物可有效去除氧化鐵紅之方法者。

本發明更有其他目的為提供一種含氧化鐵紅之聚酯即使更含有碳黑仍可以良好操作性有效去除氧化鐵紅之方法者。

由以下說明有明確顯示本發明更有其他目的及優點。

根據本發明之本發明上述目的及優點係第 1 之特徵藉

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明⁽³⁾

由（1）選自至少1種氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鈣及氧化鐵紅所成群中之化合物（以下稱特定化合物）混合於含有含氧化鈦之聚酯的乙二醇溶劑分解物之氧化鈦聚酯分解生成物中後，凝聚該聚酯分解生成物中之氧化鈦，再以由（2）使凝聚氧化鈦附與固液分離後去除為特徵之聚酯分解生成物中去除氧化鈦之方法（以下稱第1方法）後達成者。

根據本發明之本發明上述目的及優點係第2之特徵藉由

（1）混合氧化鈦於含有含氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解物之氧化鐵紅聚酯分解生成物後，凝聚該聚酯分解生成物中之氧化鐵紅；再以由（2）使凝聚物附與固液分離後去除為特徵之聚酯分解生成物中去除氧化鐵紅之方法（以下稱第2本發明方法）後達成者。

以下，先針對第1本發明方法進行說明。

做為本發明乙二醇溶劑分解對象之聚酯係含有氧化鈦者。氧化鈦含量為聚酯之10重量%以下者宜、2重量%以下者較佳、0.5重量%以下者為更理想。

又，聚酯之種類並無限定，主要之二羧酸成份為芳香族二羧酸如：對苯二甲酸或2,6-萘二羧酸者，而，主要之二醇成份為乙二醇之芳香族聚酯者宜。其中，特別以對苯二甲酸乙酯做為主要構成成份之對苯二甲酸酯系聚酯者宜。

本發明中，對苯二甲酸酯系聚酯係指以聚對苯二甲酸

五、發明說明(4)

乙酯做為主要構成成份者，亦含極小比例共聚 1 種以上其他構成成份者。其他共聚成份之範圍整體而言亦即以總酸成份與總二醇成份合計為基準後，以 40 莫耳 % 以下者宜，較佳者為 30 莫耳 % 以下，更佳者為 20 莫耳 % 以下者。做為共聚所得成份之例者有做為二羧酸類者如：異苯二甲酸、二苯基二羧酸、二苯磺二羧酸、二苯醚二羧酸、萘二羧酸、二苯氧基乙烷二羧酸、異苯二甲酸硫鈉類之芳香族二羧酸、癸二酸、己二酸類之脂肪族二羧酸、六氫對苯二甲酸類之脂環族二羧酸類等例。又，做為二醇類者如：三甲烯二醇、四甲烯二醇、六甲烯二醇、環己二甲醇、雙- β -羥乙基雙酚 A、雙- β -羥乙氧基二苯磺、雙- β -羥乙氧基二苯醚、二乙二醇、聚乙二醇等例。又，做為羥基羧酸類者如：對-羥乙氧基苯基羧酸類者之例。更且，併用 3 官能以上多官能化合物及／或單官能化合物者其聚酯實質上亦可維持線狀性質之範圍者。做為 3 官能以上之多官能化合物例者如：均苯三酸、甘油、季戊四醇等，另外，做為單官能化合物之例者如：二苯基單羧酸、二苯醚單羧酸、苯氧基聚乙二醇等例。此等各種共聚成份做成酯狀態等，可做為機能性衍生物使用者，又，其可為 1 種或 2 種以上使用之。

對苯二甲酸酯系聚酯可於顆粒狀、碎片狀、線狀、塊狀等，各種形態下使用之。

本發明方法係首先準備含氧化鈦之聚酯的乙二醇溶劑分解物。乙二醇溶劑分解可於其本體公知之反應條件下進

五、發明說明⁽⁵⁾

行之。針對 100 重量份之含氧化鈦聚酯時該乙二醇以 300 ~ 500 重量份之比例使用者宜。反應溫度為 200 ~ 220 °C 者宜，反應進行時間可為 2.5 ~ 5.0 小時者。反應時添加適當反應觸媒更為理想。做為該反應觸媒之例者有公知之酯交換反應觸媒，如：鈉、鎂之甲醇鈉、硼酸鋅、醋酸鋅等之鋅、鎘、錳、鈷、鈣、鋇等脂肪酸鹽、碳酸鹽、金屬鈉、鎂及此等氧化物等例。此等此以 1 種或 2 種以上使用之。其添加量通常為原料之對苯二甲酸酯系聚酯之 0.05 ~ 3.0 重量% 者佳。

本發明方法之第 1 步驟係混合該特定化合物於該乙二醇溶劑分解物後，凝聚氧化鈦。具體之實施形態係 (i) 實施含有氧化鈦之聚酯的乙二醇溶劑分解前使該聚酯與特定化合物呈相同者，再附與乙二醇溶劑分解反應後進行混合之方法，(ii) 附與該聚酯於乙二醇溶劑分解後，於完成分解乙二醇溶劑前之反應途中添加特定化合物於反應系中進行混合之方法或 (iii) 針對完成該聚酯之乙二醇溶劑分解後取得之分解生成物添加特定化合物後進行混合之方法例者。此等實施形態亦可併用 2 種以上進行之。且，在不造成乙二醇溶劑分解反應障礙之範圍下，此等實施亦可於加壓下，常壓下，減壓下任何條件下進行之。

該 (i) 及 (ii) 之方法中，乙二醇溶劑分解反應於特定化合物之存在下被進行之。因此，於取得聚酯分解生成物中均勻混合特定化合物，此時，氧化鈦僅冷卻所取得聚酯分解生成物即可凝聚之。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明⁽⁶⁾

該 (i i i) 之方法中，該乙二醇溶劑分解反應係於未存在特定化合物下進行者，特定化合物係添加於完成乙二醇溶劑分解後者。此時，添加特定化合物後，以 150℃ 以上之溫度下進行加熱 10 分鐘以上之後，可使氧化鈦有效凝膠之。

又，該乙二醇溶劑分解之方法中，可任意使用 (1) 於聚酯本體添加過剩之乙二醇後進行分解之方法與 (2) 聚酯經雙 - (β - 羥乙基) 對苯二甲酸酯及 / 或聚酯低縮合物之加熱後，使聚酯進行預備分解，於取得預備分解物中加入過剩之乙二醇後，進行分解之方法之任意方法者。

該 (i) 、 (i i) 及 (i i i) 之方法中，特定化合物合成 1 次或 2 次以上之複數次後，可錯開時間分別添加之。此等方法中，特別以該 (i) 之方法為較佳。

做為該特定化合物者可使用氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鈣或氧化鐵紅。此等特定化合物可以 1 種或 2 種以上使用之。

該氧化鐵紅通常做為著色劑使用之，可任意使用之。

此等特定化合物做為乙二醇中生料之添加者宜。

該特定化合物針對 1 重量份之含於分解對象聚酯中之氧化鈦時，以 0.1 ~ 5.0 重量份者宜，0.5 ~ 2.5 重量份為較佳，特別以 0.8 ~ 1.5 重量份更佳。

針對該特定化合物之添加可發揮極大效果氧化鈦凝膠之理由未不盡詳細，惟，可考量者係此等特定化合物與氧

五、發明說明(7)

化鈦引起某種化學反應者。

本發明所使用之該特定化合物較難溶於乙二醇者。不可使用氯化鈣、醋酸鈣類易溶於乙二醇者。

又，根據本發明者之討論結果，以廣泛使用之硫酸鈣做為特定化合物使用時，將助長乙二醇增加之副作用之同時如後述之去陰離子步驟中成為負荷量增加之主因，而不理想。

本發明方法之第2步驟係藉由含第1步驟取得之凝聚氧化鈦之聚酯分解生成物附與固液分離後，去除凝聚氧化鈦後進行者。

固液分離係藉由其本身公知之方法，如：過濾、離心分離等後，進行者。

本發明可取得實質上未含氧化鈦之聚酯分解生成物如：由雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯所成之聚酯分解生成物者。

以下，針對第2本發明方法進行說明。

第2本發明方法中去除以下所載之事項，該第1本發明方法中去除對象之氧化鈦改成氧化鐵紅之說明被適用後，則可理解之。

第1步驟之具體實施形態中，於含氧化鈦於聚酯中之狀態下所使用之形態亦即，含氧化鐵紅之聚酯與含氧化鈦之聚酯同時附與乙二醇溶劑分解後進行混合之方法亦含於本發明之實用形態者。又，於未存在氧化鈦下進行乙二醇溶劑分解反應後，氧化鈦添加於完成乙二醇溶劑分解後之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明()

實施形態（相當於該（ i i i ）之實施形態）時，使氧化鈦添加後，以 190 ~ 280℃ 之溫度進行加熱 0.5 ~ 5 小時後，可有效凝聚氧化鐵紅。

做為氧化鈦者如：銳鈦礦型、金紅石型等任一型態均可。此等氧化鈦可以 1 種以上使用之。氧化鈦做為乙二醇中生料之添加者宜。

該氧化鈦針對 1 重量之含於分解對象之聚酯中之氧化鐵紅時，為 0.1 ~ 1.0 重量份者宜，0.2 ~ 8.0 重量份為更佳，0.3 ~ 5.0 重量份為特別理想者。

針對添加該氧化鈦發揮極大凝聚氧化鐵紅之效果之理由並無詳解，惟，可考量者係氧化鈦與氧化鐵紅具某種化學性、物理性相互作用者。

本發明所使用之氧化鈦於乙二醇中為難溶性者。於鈦丁醇金屬鹽類之乙二醇中呈易溶性者不可使用之。

本發明，聚酯除氧化鐵紅，亦含碳黑時，幾乎可同法取得。此時，碳黑、氧化鐵紅均形成氧化鈦之凝聚物。

本發明方法之第 2 步驟係使第 1 步驟所取得之含凝聚氧化鈦聚酯分解生成物附與固液分離後去除凝聚物後進行者。

固液分離係藉由其本身公知之方法，如：過濾、離心分離等進行者。

根據本發明於固液分離後，可取得實質上依氧化鐵紅及不同場合未含碳黑之聚酯分解生成物如：雙 - β - 羥乙基對苯二甲酸酯所成之聚酯分解生成物。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明⁽⁹⁾

以下，記載本發明第 1 方法及本發明第 2 方法之共通說明者。

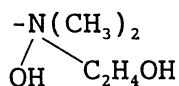
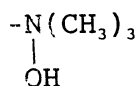
本發明所取得之聚酯分解生成物以如下附與去陰離子及去陽離子步驟者宜。亦即，理想之聚酯分解生成物於固形份濃度 5 ~ 80 重量 % 中使陽離子交換體及陰離子交換相互接觸後，使離子含量減至 50 ppm 以下。

做為陽離子交換體及陰離子交換體者如：粒子狀、鏈狀、纖維狀或無定型狀者。若為粒子狀之離子交換體時，填充此於柱體後，於所填充之柱體中藉由通過溶液組成物後可使兩者相互接觸之。

做為陽離子交換體者以陽離子交換樹脂者宜，陰離子交換體之例以陰離子交換樹脂者宜。

做為陽離子交換樹脂者其陽離子交換官能基例以具有如： $-SO_3H$ 、 $-COOH$ 、 $-N(CH_2COOH)_2$ 等者為理想例者。做為此等陽離子交換樹脂之例者如：Daiyaon（三菱化學（股份）製）之 SK 系列、PK 系列、WK 系列、苯酚甲醛（Iom and Haworth Japan（股份）製）之 IR 系列，可做為市販使用者。此等市販品其離子交換官能基通常做成鈉鹽等之鹽被安定化者，因此，使用時如上述變更游離之酸基者。

又，做為陰離子交換樹脂者，其陰離子交換官能基之例如：具有



（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明⁽¹⁰⁾

等之例。做為此等陰離子交換樹脂者可以 Daia ion (三菱化學(股份)製)之 S A 系列、P A 系列、W A 系列、苯酚甲醛 (Lon & Haworth (股份)製)之 I R A 系列、

I R A 系列 - 9 0 0 系列等做為市販使用者。此等市販品其離子交換官能基通常非氫氧化離子 (OH^-) 以具有鹵素陰離子者被安定化者，因此，使用時，一般如上述交換成具有氫氧基陰離子者。

又，做為陰離子交換樹脂者其凝膠型中有龜裂型與無龜裂型者，而，無龜裂型之雙 - β - 羥乙基對苯二甲酸酯之吸著量較少，更為理想者。

更且，亦可使用比凝膠型更具物理性耐久性，交換吸著速度大之離子交換樹脂多孔體之 M R 型 (micro porous 型) 者。

可任選陽離子交換體或陰離子交換體使用之，亦可同時使用兩者。若做為不純物者含有陽離子與陰離子之溶液組成物其一離子高出另一離子極多含量。另一離子之含量不造成問題時，可使用僅去除該其一離子之離子交換體者。

一般以陽離子交換體與陰離子交換體兩者之使用者宜。此時，溶液組成物可同時或漸次接觸陽離子交換體與陰離子交換體。例如：陽離子交換樹脂與陰離子交換樹脂之混合物接觸溶液組成物為同時，依序於陽離子交換樹脂填充柱體與陰離子交換樹脂填充柱體之接觸為漸次者。首先，先與陽離子交換體接觸，再與陰離子交換體接觸之漸次

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明⁽¹¹⁾

接觸法為較佳。

陽離子交換體與陰離子交換體之溶液組成物接觸係不由溶媒中析出雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之結晶，且，務必使離子交換樹脂為最高使用溫度以下者，較理想者為20～120℃之溫度，更佳者為30～70℃之溫度下進行之。

接觸可於常壓、減壓及加壓下進行之。當然，接觸係其溶液組成物於維持溶液狀態之濃度、溫度、壓力等條件下進行者。

本發明中，與離子交換體接觸後，針對雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯僅含50ppm以下之不純物陽離子，取得含離子量少之雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯。

根據本發明者之討論結果後，發現若以藉由適用本發明方法所得之雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯做為其至少一部份之製造原料使用後取得之聚酯可任意做為纖維、薄膜、瓶等各種成型品使用之。

更且，解聚各種聚酯成型物後，實質上回歸雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之階段時，一般，其由使用如上述過剩量之乙二醇後，進行解聚步驟所取得之解聚物可取得以乙二醇做為主溶媒之雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之液狀組成物者，其組成物直接或調成適當濃度，必要時進行觸媒去除等之處理後，可取得高品質化之雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯。又，此等，必要時於之前、之中、之後之任一階段下以1次以上之脫色工程進行後，極易取得高品質

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明⁽¹²⁾

之雙－ β －羥乙基對苯二甲酸酯。

適用本發明方法取得之雙－ β －羥乙基對苯二甲酸酯以其直接之溶液狀態、或調成適當濃度之溶液狀態下、或經由再結晶步驟，供入蒸餾步驟後，可做為再度製造高品質聚酯之至少一部份原料供與之。此時，做為解聚合成之聚酯成型物使呈商品形態與其他材料混合之，或以塵垢類之異物與之混合之狀態時，本發明均可任意於必要時藉由選別、濾別、等適用異物去除步驟後進行之。此具體例如：聚酯為纖維狀之商品形態時，混合異種纖維後，或，含染料、顏料類之各種物質之狀態，聚酯為薄膜狀之形態時與他種薄膜材料混合，或含所使用之各種潤滑劑等各種添加劑於聚酯中之狀態，聚酯為其他各種成型品，如：瓶狀之形態時，混有蓋部份，瓶部份等所使用之聚乙烯等其他類之材料之碎片狀態，混有封條等所使用之紙，塑料類之他種材料狀態，一般之狀態下，根據本發明者討論結果，若現，液液分離，固液分離等，適用先行公知之方法後，更與本發明方法藉由於必要時使用上述各種方法後，可於12分鐘內達成所期待之目的。

更以具體之形態進行本發明之說明，如以下實施例。本發明並非僅限於此等實施例者。

〔實施例〕

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(3)

(實施例 1)

將 12 kg 之使用過之聚酯棉被棉（中空形態，6 旦尼爾 51 mm、氧化鈦含量 0.397 重量%、極限粘度 = 0.630 者）與 6 kg 之雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯置入附套之 150 l 之高壓鍋（附固定型攪拌器），以攪拌器旋轉數 5 rpm 漸次昇溫後，進行聚酯之預備分解，約 30 分鐘取得 225℃ 之熔融狀態之低聚物。

再於取得之低聚物中加入 70 kg 之乙二醇、60 g 之甲醇鈉以及 60 g 之氫氧化鈣後，於常壓、乙二醇之沸點下進行約 60 分鐘低聚物之解聚後，取得聚乙烯對苯二甲酸酯之解聚物。

將此解聚物冷卻至 85℃ 後，於高壓鍋內以氮氣加入計示壓力 19,600 Pa (0.2 kg/cm²) 之壓力後，擠出解聚物後，同時以設置於高壓鍋之取出口之 10 μm 聚丙烯纖維以卷筒式濾器進行保溫過濾。所得之解聚物過濾溶液於目測下呈極透明者，完全無氧化鈦之沈澱。

(2) 再於此解聚溶液中追加常溫之 80 kg 乙二醇後，取得以主為乙二醇溶媒之以雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯為主之溶質溶液。此溶液於 55℃ 溫度下藉由全量活性碳進行脫色處理後，更藉由陽離子交換樹脂（Organo 公司製苯酚甲醛 IR 120-B）進行脫陽離子，再藉由陰離子交換樹脂（Organ 公司製苯酚甲醛 IRA-400）進行脫陰離子。將此脫陽離子、脫陰離子之溶液置入

500 l 附攪拌器，附真空產生裝置高壓鍋後，於 135

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明⁽¹⁴⁾

℃、10,670 Pa (80 mm Hg) 之條件下，使溶液中乙二醇殘餘重量呈20%為止進行餾去乙二醇後，以傳熱面積0.5 m²之真空薄膜蒸發器於150℃、200 Pa (1.5 mm Hg) 之條件下使低於雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯沸點之低沸點物質含量濃縮至5.0重量%為止後，取得合粗雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之組成物，更使含此粗雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之組成物以傳熱面積0.5 m²之分子蒸餾機於溫度200℃、24 Pa (0.18 mm Hg) 之條件下進行分子蒸餾75分鐘後，取得精製雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯。所取得之精製雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之品質分析如表1所記。再將500 g 取得之精製雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯之常溫粉末置入1,000 cc 之附攪拌器之玻璃製聚合器中，以氮氣充份取代後，於氮氣氛下加溫至130℃為止，進行熔融雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯後，於預先沸騰狀態之乙二醇中於氮氣氛下以2.7 g 之完全溶解之六法晶系二氧化鋯之0.2重量份二氧化鋯溶液做為聚合觸媒之添加同時攪拌後，進行20分鐘昇溫至乙二醇之沸點(197℃)後，更於常壓，197℃之條件下進行45分鐘之加熱，攪拌後，取得聚對苯二甲酸乙酯之低聚物。再將此低聚物於280℃，90 Pa (0.7 mm Hg) 之條件下進行2小時縮聚後，取得聚對苯二甲酸乙酯。所取得之聚對苯二甲酸乙酯品質分析值載於表2。精製雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯及聚對苯二甲酸乙酯其實用上均達

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(15)

極佳品質之水準。

表 1

1	光學密度	0.059
2	酸價(KOH mg/g)	0.4
3	皂化價(KOH mg/g)	439
4	融點(℃)	112
5	白度	L=98.7,a=-0.7,b=1.2
6	總陽離子重量(ppm)	0.76
7	總陰離子重量(ppm)	0
8	雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯(重量%)	97.93
9	單-β-羥乙基對苯二甲酸酯(重量%)	1.33
10	低聚物(重量%)	0.74

表 1 中光學密度係指雙 - β - 羥乙基對苯二甲酸酯之品質評定法者，以著色物含量為比例之量者。於波長 380nm、單元長 10mm 進行測定 10% 甲醇溶液之吸光度者。又，白度係以測色色差計進行測定後，顯示亨特多法之 L（亮度）、a（紅色度）、b（黃色度）值者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝訂線

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (16)

表 2

1	極 限 粘 度 [η]	0.695
2	二 乙 二 醇 (重 量 %)	1.11
3	羧 基 末 端 基 (μ eq/g)	9.9
4	白 度	L=83.0, a=-2.2, b=-4.5

表 2 中之極限粘度係於 30℃ 下進行鄰氯苯酚之測定。又，白度係以測色色差計進行測定後，顯示亨特多法之 L（亮度）、a（紅色度）、b（黃色度）值。

（實施例 2）

以碳酸鈣微粉末取代實施例 1 之氫氧化鈣使用後，與實施例 1 同條件下取得聚對苯二甲酸乙酯之解聚物。所取得之解聚物之過濾溶液於目測下仍呈現極透明者，完全無氧化鈦之沈澱者。

以此過濾溶液做為原料與實施例 1 相同條件下生成精製雙-β-羥乙基對苯二甲酸酯及聚對苯二甲酸乙酯，其實用上均為極佳品質之水準者。

（比較例 1）

將 10 kg 之做為去光劑含有之 0.4% 氧化鈦之用過之聚對苯二甲酸乙酯短纖維與 72 kg 之乙二醇置入 240 l 之附攪拌器之高壓鍋中，加入 0.07 kg 之公知交換觸媒之甲醇鈉後，於 200℃，常壓條件下進行 3

五、發明說明(17)

小時加熱，攪拌後，使小瓶子與聚對苯二甲酸乙酯短纖維進行解聚。解聚後取得之溶液中存在氧化鈦之凝聚物，解聚溶液呈白濁。此解聚溶液於 55℃ 之溫度下，藉由全量活性碳進行脫色處理，更藉由陽離子交換樹脂（Organo 公司製，苯酚甲醛 I R 1 2 0 - B）進行脫陽離子，再藉由陰離子交換樹脂（Organo 公司製，苯酚甲醛）進行脫陰離子，氧化鈦凝聚物於離子交換樹脂之填充塔呈阻塞，無法連續安定操作之。

（實施例 3）

於聚對苯二甲酸乙酯樹脂中添加 2 重量 % 等級顏料之氧化鐵紅與碳黑後，於 400 g 之粉碎著色薄片中加入 2,840 g 之乙二醇及做為觸媒之 2 g 甲醇鈉、8 g 氧化鈦後，於壓力 0.15 MPa、220℃ 之溫度下 4 L 之高壓鍋中進行 3 小時解聚。取得解聚液於 55 ± 3℃ 下保持 3 小時後，進行低聚物之晶析，藉由 0.8 ~ 1 μm 之膜過濾器進行保溫過濾後，去除氧化鐵紅、碳黑、及氧化鈦之凝聚粗大粒子以及晶析之低聚物。再進行脫色、脫離子處理後，於 -5℃ 之鹽水下冷卻至 0 ~ 5℃ 後，進行粗雙 - β - 羥乙基對苯二甲酸酯之晶析，分離之後，使結晶於 9.31 KPa (70 Torr)、133℃ 下，餾去低沸物後，於 13 Pa (0.1 Torr)、187℃ 下進行分子蒸餾後取得純度為 99.0 %、色相（亨特多值）L = 97.0、a = -0.60、b = 0.90 之雙

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(¹⁸)

— β — 羥乙基對苯二甲酸酯。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要(發明之名稱：由含氧化鈦或氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物去除氧化鈦或氧化鐵紅的方法)

本發明係提供一種由含氧化鈦或氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物分別有效去除氧化鈦或氧化鐵紅的方法。

(1) 至少1種選自氧化鈣、碳酸鈣及氫氧化鈣所成群之鈣化合物混合於含有含氧化鈦之聚酯的乙二醇溶劑分解物之氧化鈦聚酯分解生成物中後，凝聚該聚酯分解生成物中之氧化鈦、或使氧化鈦混合於含有含氧化鐵紅之聚酯的乙二醇分解物之氧化鐵紅之聚酯分解生成物中，凝聚該聚酯分解生成物中之氧化鐵紅；(2) 使凝聚物附與固液分解後，由聚酯分解生成物去除氧化鈦或氧化鐵紅之方法。

英文發明摘要(發明之名稱：)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

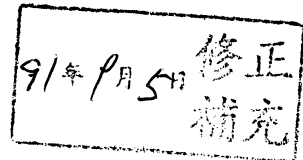
訂

線

公 告 本

申請日期	89 年 9 月 8 日
案 號	89118518
類 別	C07C67/56.28

A4
C4



(以上各欄由本局填註)

574208

發 明 型 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	由含氧化鈦或氧化鐵紅之聚酯的乙二醇溶劑分解生成物去除氧化鈦或氧化鐵紅的方法
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1) 稻田修司 (2) 佐藤菊智
	國 籍	(1) 日本 (2) 日本 (1) 日本國大阪府吹田市藤白台四丁目六番六號
	住、居所	(2) 日本國廣島縣福山市加茂町中野三丁目六八番地
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 愛伊斯股份有限公司 株式会社アイエス
	國 籍	(1) 日本 (1) 日本國東京都港區虎之門一丁目一八番一號
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	(1) 藤田博

裝

訂

線

六、申請專利範圍

第 89118518 號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 92 年 4 月 4 日修正

1. 一種由聚酯分解生成物去除氧化鈦的方法，其特徵為由：

(1) 於包含氧化鈦的聚酯之加乙二醇分解物之含氧化鈦的聚酯分解生成物中，混合至少一種選自氧化鈣、碳酸鈣、氫氧化鈣及氧化鐵紅所成群的化合物，以凝集該聚酯分解生成物中的氧化鈦之第 1 步驟、在此第 1 步驟為 (i) 實施含有氧化鈦的聚酯之加乙二醇分解前，把該聚酯與該化合物放在一起，再施予 $200 \sim 220^{\circ}\text{C}$ 下，2.5~5.0 小時的加乙二醇分解反應予以混合之方法、(ii) 使該聚酯於 $200 \sim 220^{\circ}\text{C}$ 下，進行 2.5~5.0 小時的加乙二醇分解，於加乙二醇分解終了前之反應途中，將該化合物添加於反應系統中予以混合之方法，或 (iii) 對該聚酯的加乙二醇分解終了後所得分解生成物中添加該化合物，實施 $150 \sim 220^{\circ}\text{C}$ 下，10 分鐘~5.0 小時的混合方法；繼而施予 (2) 對凝集氧化鈦施予固液分離予以去除之第 2 步驟所成。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中含有氧化鈦的聚酯為含有氧化鈦之聚對苯二甲酸乙酯。

3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中對 1 重量份的聚酯中所含氧化鈦而言、使用 0.1~5.0 重量份該化合物。

4. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中聚酯分解生成物中所含游離之乙二醇量為對分解生成物而言至少為 5 重

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

六、申請專利範圍

量 %。

5. 一種由聚酯分解生成物去除氧化鈦的方法，其特徵為由：

(1) 於包含氧化鐵紅的聚酯之加乙二醇分解物之氧化鐵紅的聚酯分解生成物中，混合氧化鈦以凝集該聚酯分解生成物中的氧化鐵紅之第 1 步驟、其中第 1 步驟為 (i) 實施含有氧化鈦的聚酯之加乙二醇分解前，把該聚酯與該化合物放在一起，再施予 200~220℃ 下，2.5~5.0 小時的加乙二醇分解反應予以混合之方法、(ii) 使該聚酯於 200~220℃ 下，進行 2.5~5.0 小時的加乙二醇分解，於加乙二醇分解終了前之反應途中，將該化合物添加於反應系統中予以混合之方法，或 (iii) 對該聚酯的加乙二醇分解終了後所得分解生成物中添加該化合物，實施 190~280℃ 下，0.5~5.0 小時的混合方法；繼而

(2) 對凝集物施予固液分離予以去除之第 2 步驟所成。

6. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中含有氧化鐵紅的聚酯為含有氧化鐵紅的聚對苯二甲酸乙酯。

7. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中對 1 重量份聚酯中所含氧化鐵紅而言、使用 0.1~10 重量份比率之氧化鈦。

8. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中聚酯分解生成物中對該分解生成物而言含有至少 5 重量 % 之游離乙二醇。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

象

六、申請專利範圍

9. 如申請專利範圍第 5 項之方法，其中含有氧化鐵紅的聚酯中更含有碳黑。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線