

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第1区分

【発行日】平成22年4月2日(2010.4.2)

【公表番号】特表2009-537429(P2009-537429A)

【公表日】平成21年10月29日(2009.10.29)

【年通号数】公開・登録公報2009-043

【出願番号】特願2009-510320(P2009-510320)

【国際特許分類】

C 01 B 7/07 (2006.01)

F 25 J 3/02 (2006.01)

【F I】

C 01 B 7/07 B

F 25 J 3/02 Z

【手続補正書】

【提出日】平成22年2月9日(2010.2.9)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

酸素を用い、場合により触媒に基づくHCl酸化法の生成ガスから塩素を選択的に分離する方法であって、生成ガスは、塩素に加え、少なくとも過剰の酸素、化学的に不活性な成分、特に二酸化炭素と場合により希ガス、及び場合によりHClも含有し、蒸留と、塩素を含まない酸素流をHCl酸化法に再循環することによる塩素の選択的分離方法であり、

蒸留は、精留セクションとストリッピングセクションを形成する1又はそれ以上の蒸留塔を用いて操作され、分離すべき混合物は、蒸留塔の精留セクションとストリッピングセクションとの間に供給されること、

蒸留は、8～30バール(8000～30000MPa)の圧力下、-10～-60の塔頂温度で行われること、

蒸留塔内の液体塩素は、蒸留塔の塔底から取り出されること、及び

蒸留塔の塔頂において、二酸化炭素と酸素を含む混合物が形成され、混合物の一部は還流として蒸留塔に供給され、混合物の一部は取り出されてHCl酸化法に供給することを特徴とする方法。

【請求項2】

蒸留に供給される生成ガスは、乾燥されることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項3】

HCl酸化法の塩化水素は、イソシアネート製造方法に由来し、精製された塩素は、イソシアネート製造方法に戻されることを特徴とする請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】

蒸留中、蒸留塔の塔底は、液体塩素を含み、一連の酸素、二酸化炭素、窒素、場合により希ガス及び場合により塩化水素からの低沸点化合物を実質的に含まないことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】

蒸留塔の塔頂で生成する混合物は、二酸化炭素、酸素及び塩化水素を実質的に含んで成り、この混合物は蒸留塔に還流として供給されることを特徴とする請求項1～4のいずれ

かに記載の方法。

【請求項 6】

蒸留塔の塔頂で生成する混合物は、一連の酸素、二酸化炭素、窒素、場合により希ガス及び場合により塩化水素からの全ての低沸点化合物を含み、実質的に塩素を含まないことを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

塔頂における凝縮温度を高めるため、蒸留塔の投入流に塩化水素ガスを追加して加えること、及び／又は蒸留塔の気体と一緒に塩化水素ガスを蒸留塔のオーバーヘッドコンデンサーに加えることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】

上流の HCl 酸化法の予め精製された HCl ガスの最大で 30 容量 % を、その HCl 酸化の前に分岐して、HCl 酸化法からの生成混合物の蒸留に加えることを特徴とする請求項 7 に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0001】

本発明は、酸素を用い、場合により触媒に基づく（又は触媒を利用する）HCl 酸化法の生成ガスから選択的に塩素を分離する方法であって、生成ガスは、塩素の他に、少なくとも過剰の酸素、化学的に不活性の成分、特に二酸化炭素及び希ガスと、場合により HCl も含有し、蒸留することと、塩素を含まない酸素流を HCl 酸化法に再循環することによる塩素の選択的分離方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0061】

上記に示した方法によって分離され、場合により精製された塩化水素を、その後酸素を用いる HCl 酸化に供給することができる。

本発明の主な態様を以下に記載する。

1. 酸素を用い、場合により触媒に基づく HCl 酸化法の生成ガスから塩素を選択的に分離する方法であって、生成ガスは、塩素に加え、少なくとも過剰の酸素、化学的に不活性な成分、特に二酸化炭素と場合により希ガス、及び場合により HCl も含有し、蒸留と、塩素を含まない酸素流を HCl 酸化法に再循環することによる塩素の選択的分離方法であり、

蒸留は、精留セクションとストリッピングセクションを形成する 1 又はそれ以上の蒸留塔を用いて操作され、分離すべき混合物は、蒸留塔の精留セクションとストリッピングセクションとの間に供給されること、

蒸留は、8～30 バール（8000～30000 HPa）の圧力下、-10～-60 の塔頂温度で行われること、

蒸留塔内の液体塩素は、蒸留塔の塔底から取り出されること、及び
蒸留塔の塔頂において、二酸化炭素と酸素を含む混合物が形成され、混合物の一部は還流として蒸留塔に供給され、混合物の一部は取り出されて HCl 酸化法に供給されることを特徴とする方法。

2. 蒸留に供給される生成ガスは、乾燥されることを特徴とする上記 1 に記載の方法。

3. HCl 酸化法は、ディーコン法であることを特徴とする上記 1 又は 2 に記載の方法

。

4 . H C l 酸化法の塩化水素は、イソシアネート製造方法に由来し、精製された塩素は、イソシアネート製造方法に戻されることを特徴とする上記 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。

5 . H C l 酸化法の塩化水素は、塩素化芳香族に関する有機化合物の塩素化方法に由来し、精製された塩素は、塩素化方法に戻ることを特徴とする上記 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。

6 . 蒸留は、10 ~ 25 バール (10000 ~ 25000 H P a) の圧力下、-25 ~ -45 の塔頂温度で操作されることを特徴とする上記 1 ~ 5 のいずれかに記載の方法。

7 . 蒸留中、蒸留塔の塔底は、液体塩素を含み、一連の酸素、二酸化炭素、窒素、場合により希ガス及び場合により塩化水素からの低沸点化合物を実質的に含まないことを特徴とする上記 1 ~ 6 のいずれかに記載の方法。

8 . 蒸留塔の塔頂で生成する混合物は、二酸化炭素、酸素及び塩化水素を実質的に含んで成り、この混合物は蒸留塔に還流として供給されることを特徴とする上記 1 ~ 7 のいずれかに記載の方法。

9 . 蒸留塔の塔頂で生成する混合物は、一連の酸素、二酸化炭素、窒素、場合により希ガス及び場合により塩化水素からの全ての低沸点化合物を含み、実質的に塩素を含まないことを特徴とする上記 1 ~ 8 のいずれかに記載の方法。

10 . 塔頂における凝縮温度を高めるため、蒸留塔の投入流に塩化水素ガスを追加して加えること、及び / 又は蒸留塔の気体と一緒に塩化水素ガスを蒸留塔のオーバーヘッドコンデンサーに加えることを特徴とする上記 1 ~ 9 のいずれかに記載の方法。

11 . 上流の H C l 酸化法の予め精製された H C l ガスの最大で 30 容量 % を、その H C l 酸化の前に分岐して、H C l 酸化法からの生成混合物の蒸留に加えることを特徴とする上記 10 に記載の方法。

12 . 蒸留塔の塔頂後のコンデンサー出口領域における二酸化炭素含量は、特に蒸留の上流の H C l 酸化の始動時の間も、20 ~ 70 容量 % 、特に好ましくは 30 ~ 50 容量 % の範囲であることを特徴とする上記 1 ~ 11 のいずれかに記載の方法。