

【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 2 区分

【発行日】平成29年9月7日 (2017.9.7)

【公表番号】特表2016-525565(P2016-525565A)

【公表日】平成28年8月25日 (2016.8.25)

【年通号数】公開・登録公報2016-051

【出願番号】特願2016-530579(P2016-530579)

【国際特許分類】

C 0 7 C 67/08 (2006.01)

C 0 7 C 69/54 (2006.01)

C 0 7 C 67/54 (2006.01)

C 0 7 C 57/04 (2006.01)

C 0 7 C 57/065 (2006.01)

C 0 7 C 51/25 (2006.01)

C 0 7 C 51/377 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 67/08

C 0 7 C 69/54 Z

C 0 7 C 67/54

C 0 7 C 57/04

C 0 7 C 57/065

C 0 7 C 51/25

C 0 7 C 51/377

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成29年7月21日 (2017.7.21)

【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】

軽質アルコールと、8 % より高い重量含有率でマイケル付加物を含む粗製エステルグレードのアクリル酸の流れとの反応による、軽質アクリレートの連続製造方法であって、粗製エステルグレードのアクリル酸の流れに存在するマイケル付加物、または反応ゾーン中でその場で生成されるマイケル付加物の熱解離、並びに、粗製エステルグレードのアクリル酸の流れに存在するアクリル酸および / または前記熱解離でその場で生成されるアクリル酸と、軽質アルコールとのエステル化反応が、単一の反応ゾーンで同時に行われ、次いで、反応ゾーンを離れる流出物が、精製された軽質アクリレートの取得を導く一連の処理および精製に供され、反応残留物は、ポンプを使用して取り出すのに十分に流動的なままである、前記方法。

【請求項 2】

蒸留装置に接続された反応器を含む反応ゾーン中で、少なくとも 1 つの酸触媒および少なくとも 1 つの重合抑制剤の存在下で、軽質アルコールと粗製エステルグレードのアクリル酸の流れとの反応による、軽質アクリレートの連続製造方法であって、

- 粗製エステルグレードのアクリル酸の流れが、8 % より高い重量含有率でアクリル酸

のオリゴマーを含み；

- 粗製エステルグレードのアクリル酸の流れの中に単量体、二量体または三量体の形態で含まれるアクリル酸に対するアルコールのモル比が、1．2から1．5の間であり；
 - 反応温度が、130を超える温度であり；
 - 酸触媒の重量濃度が、反応混合物中で2．5％を超える濃度に維持され；
 - 反応器内の重合抑制剤の濃度が、50ppmよりも大きい値に調整され；
 - 蒸留装置を離れる流出物が、精製された軽質アクリレートの取得を導く一連の処理および精製に供され；
 - 反応器内での反応残留物の滞留時間が、50時間より長く維持される；
- ことを特徴とする前記方法。

【請求項3】

粗製エステルグレードのアクリル酸の流れの中に単量体、二量体または三量体の形態で含まれるアクリル酸に対するアルコールのモル比が、1．3から1．45の間であることを特徴とする、請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】

酸触媒の重量濃度が、反応混合物中で3％から5％の間に維持されることを特徴とする、請求項1から3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】

反応器内での反応残留物の滞留時間が、100時間より長く維持されることを特徴とする、請求項1から4のいずれか一項に記載の方法。

【請求項6】

軽質アクリレートが、メチルアクリレートまたはエチルアクリレート、好ましくはメチルアクリレートであることを特徴とする、請求項1から5のいずれか一項に記載の方法。

【請求項7】

アクリル酸が、原料としてプロピレンを使用する製造方法から得られることを特徴とする、請求項1から6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項8】

アクリル酸が、原料としてグリセロール若しくはグリセリンを使用する製造方法から、または乳酸、3-ヒドロキシプロピオン酸若しくはそれらのアンモニウム塩の脱水方法から得られることを特徴とする、請求項1から6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項9】

粗製エステルグレードのアクリル酸の流れが、アクリル酸合成反応器の出口において、水または疎水性溶媒のような溶媒を供給した吸着カラムを用いて回収される粗製アクリル酸の精製中に得られることを特徴とする、請求項1から8のいずれか一項に記載の方法。

【請求項10】

粗製エステルグレードのアクリル酸の流れが、アクリル酸合成反応器の出口において、抽出または共沸蒸留用の溶媒を用いることなく、脱水カラムにより回収されるアクリル酸の精製中に得られることを特徴とする、請求項1から8のいずれか一項に記載の方法。

【請求項11】

粗製エステルグレードのアクリル酸の流れが、アクリル酸の合成工程でテーリングと呼ばれる最後の精製工程の底部で分離される重質留分を含むか、または該重質留分からなることを特徴とする、請求項1から10のいずれか一項に記載の方法。

【請求項12】

5％未満の水を含む軽質アクリレート相が、反応物質の供給物の質量流量との比較で、0．8より大きい質量流量で、反応ゾーンへ還流として送られることを特徴とする、請求項1から11のいずれか一項に記載の方法。

【請求項13】

5％未満の水を含む軽質アクリレート相が、反応物質の供給物の質量流量との比較で、1から2．5の間の質量流量で、反応ゾーンへ還流として送られることを特徴とする、請求項12に記載の方法。

【請求項 1 4】

触媒がメタンスルホン酸であることを特徴とする、請求項 2 から 1 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 5】

フェノチアジン、またはフェノチアジンとヒドロキノンとの混合物が、重合抑制剤として使用されることを特徴とする、請求項 2 から 1 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 6】

残留物の動的粘度が、2 0 0 c P 未満であることを特徴とする、請求項 1 から 1 5 のいずれか一項に記載の方法。