

【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】令和 3 年 4 月 15 日 (2021.4.15)

【公表番号】特表 2020-509071 (P2020-509071A)

【公表日】令和 2 年 3 月 26 日 (2020.3.26)

【年通号数】公開・登録公報 2020-012

【出願番号】特願 2019-548631 (P2019-548631)

【国際特許分類】

C 0 7 C 201/08 (2006.01)

C 0 7 C 205/11 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 201/08

C 0 7 C 205/11

【手続補正書】

【提出日】令和 3 年 3 月 4 日 (2021.3.4)

【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】

硝酸 (2) および硫酸 (3) によるベンゼン (1) のニトロ化を含む、ニトロベンゼンを調製する連続操作方法であって、

(i) 前記ニトロ化には、

・ベンゼン (1) を含み、該ベンゼン (1) の質量比が w_1 である、質量流量が m_{10} の流れ 10、

・硝酸 (2) を含み、該硝酸 (2) の質量比が w_2 である、質量流量が m_{20} の流れ 20、

・硫酸 (3) を含み、該硫酸の質量比が w_3 である、質量流量が m_{30} の流れ 30 が適用され；

(ii) w_1 および w_2 の定められた値に対して、ベンゼン (1) が硝酸 (2) に対して化学量論的に過剰になるように m_{10} および m_{20} が常に変更され、(iii) (ii) に対して選択される硝酸 (2) の質量流量 $m_2(A) = m_{20}(A) \cdot w_2(A)$ 、ベンゼン (1) の質量流量 $m_1(A) = m_{10}(A) \cdot w_1(A)$ 、および硫酸 (3) の質量流量 $m_3(A) = m_{30}(A) \cdot w_3(A)$ によって定義される開始状態 A から、(iv) (ii) に対して選択される硝酸 (2) の質量流量 $m_2(E) = m_{20}(E) \cdot w_2(E)$ 、ベンゼン (1) の質量流量 $m_1(E) = m_{10}(E) \cdot w_1(E)$ 、および硫酸 (3) の質量流量 $m_3(E) = m_{30}(E) \cdot w_3(E)$ によって定義される最終状態 E までに、

質量流量 m_{20} でニトロ化に供給される硝酸 (2) の量が所望の変化をした場合、質量流量 m_{20} でニトロ化に供給される硝酸 (2) の量の少なくとも 1 つのそのような変化が達成され、質量流量 m_{20} でニトロ化に供給される硝酸 (2) の量の少なくとも 1 つのそのような変化が、

(I) 0.50 時間を超える時間での値 $m_2(E) < 0.95 \cdot m_2(A)$ への減少、または、

(II) 0.50 時間を超える時間での値 $m_2(E) > 1.05 \cdot m_2(A)$ への増大となるように、質量流量 m_{20} および質量比 w_2 は、所望の値 $m_2(E)$ が確立されるよ

うに選択され、

(I)の場合、

(a) 比率 $m_1(E)/m_2(E)$ は、比率 $m_1(A)/m_2(A)$ と比較して、 $1.03 \cdot m_1(A)/m_2(A) > m_1(E)/m_2(E) > 1.50 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ となるように増大し、かつ、

比率 $m_2(E)/m_3(E)$ は、比率 $m_2(A)/m_3(A)$ と比較して、 $0.98 \cdot m_2(A)/m_3(A) < m_2(E)/m_3(E) < 1.02 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ となるように最大限に変更されるか、または、

(b) 比率 $m_2(E)/m_3(E)$ は、比率 $m_2(A)/m_3(A)$ と比較して、 $0.45 \cdot m_2(A)/m_3(A) < m_2(E)/m_3(E) < 0.97 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ となるように減少し、かつ、

比率 $m_1(E)/m_2(E)$ は、比率 $m_1(A)/m_2(A)$ と比較して、 $0.98 \cdot m_1(A)/m_2(A) < m_1(E)/m_2(E) < 1.02 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ となるように最大限に変更されるか、または、

(c) 比率 $m_1(E)/m_2(E)$ は、比率 $m_1(A)/m_2(A)$ と比較して、 $1.03 \cdot m_1(A)/m_2(A) > m_1(E)/m_2(E) > 1.50 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ となるように増大し、かつ、

比率 $m_2(E)/m_3(E)$ は、比率 $m_2(A)/m_3(A)$ と比較して、 $0.45 \cdot m_2(A)/m_3(A) < m_2(E)/m_3(E) < 0.97 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ となるように減少し、

(II)の場合、

(a) 比率 $m_1(E)/m_2(E)$ は、比率 $m_1(A)/m_2(A)$ と比較して、 $0.45 \cdot m_1(A)/m_2(A) < m_1(E)/m_2(E) < 0.97 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ となるように減少し、かつ、

比率 $m_2(E)/m_3(E)$ は、比率 $m_2(A)/m_3(A)$ と比較して、 $0.98 \cdot m_2(A)/m_3(A) < m_2(E)/m_3(E) < 1.02 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ となるように最大限に変更されるか、または、

(b) 比率 $m_2(E)/m_3(E)$ は、比率 $m_2(A)/m_3(A)$ と比較して、 $1.03 \cdot m_2(A)/m_3(A) > m_2(E)/m_3(E) > 1.50 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ となるように増大し、かつ、

比率 $m_1(E)/m_2(E)$ は、比率 $m_1(A)/m_2(A)$ と比較して、 $0.98 \cdot m_1(A)/m_2(A) < m_1(E)/m_2(E) < 1.02 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ となるように最大限に変更されるか、または、

(c) 比率 $m_1(E)/m_2(E)$ は、比率 $m_1(A)/m_2(A)$ と比較して、 $0.45 \cdot m_1(A)/m_2(A) < m_1(E)/m_2(E) < 0.97 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ となるように減少し、かつ、

比率 $m_2(E)/m_3(E)$ は、比率 $m_2(A)/m_3(A)$ と比較して、 $1.03 \cdot m_2(A)/m_3(A) > m_2(E)/m_3(E) > 1.50 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ となるように増大する、

前記方法。

【請求項2】

ベンゼンからニトロベンゼンへのニトロ化が断熱的に行われる、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

ベンゼンからニトロベンゼンへのニトロ化が以下の工程を含む、請求項2に記載の方法：

(I) ベンゼン含有流10を質量流量 m_{10} で、硝酸含有流20を質量流量 m_{20} で、硫酸含有流30質量流量 m_{30} で反応器内に導入し、反応器内でベンゼンを硝酸と硫酸でニトロ化してニトロベンゼンを形成する工程；

(II) 工程(I)からの反応混合物の相を、相分離装置で水性硫酸含有相と有機ニト

ロベンゼン含有相とに分離する工程；

(I I I) 蒸発装置で水を蒸発させることにより、工程 (I I) で得られた水相を濃縮して、硫酸濃度が高められた水性硫酸含有相を得、濃縮硫酸含有水相を工程 (I) に再循環させ、硫酸含有流 3 0 の成分とし使用する工程；

(I V) 工程 (I I) で得られた有機ニトロベンゼン含有相を少なくとも 2 段階で洗浄し、各段階の後に水相を分離する工程；

(V) 工程 (I V) の最後の段階で得られた有機ニトロベンゼン含有相を蒸留し、未変換ベンゼンを除去し、これを工程 (I) に再循環させ、ベンゼン含有流 1 0 の成分として使用する工程。

【請求項 4】

比率 $m_1(A)/m_2(A)$ が $1.26 \sim 1.74$ の範囲である、請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

$0.40 \cdot m_2(A) \sim m_2(E) \sim 2.50 \cdot m_2(A)$ である、請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

(a) の変形が行われる請求項 5 に記載の方法であって、

(I) の場合、次の関係が適用され：

$m_2(E)$ が $0.80 \cdot m_2(A) \sim < 0.95 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E)/m_2(E)$ は $1.03 \cdot m_1(A)/m_2(A) \sim 1.20 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ の範囲の値に調整され；

$m_2(E)$ が $0.65 \cdot m_2(A) \sim < 0.80 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E)/m_2(E)$ は $> 1.20 \cdot m_1(A)/m_2(A) \sim 1.40 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ の範囲の値に調整され；かつ、

$m_2(E)$ が $0.40 \cdot m_2(A) \sim < 0.65 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E)/m_2(E)$ は $> 1.40 \cdot m_1(A)/m_2(A) \sim 1.50 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ の範囲の値に調整され；

さらに、(I I) の場合、次の関係が適用され：

$m_2(E)$ が $> 1.05 \cdot m_2(A) \sim 1.50 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E)/m_2(E)$ は $0.97 \cdot m_1(A)/m_2(A) \sim 0.75 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ の範囲の値に調整され；

$m_2(E)$ が $> 1.50 \cdot m_2(A) \sim 2.00 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E)/m_2(E)$ は $0.55 \cdot m_1(A)/m_2(A) \sim < 0.75 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ の範囲の値に調整され；かつ、

$m_2(E)$ が $> 2.00 \cdot m_2(A) \sim 2.50 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E)/m_2(E)$ は $0.45 \cdot m_1(A)/m_2(A) \sim < 0.55 \cdot m_1(A)/m_2(A)$ の範囲の値に調整される、

前記方法。

【請求項 7】

変形 (b) が行われる請求項 5 に記載の方法であって、

(I) の場合、次の関係が適用され：

$m_2(E)$ が $0.80 \cdot m_2(A) \sim < 0.95 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_2(E)/m_3(E)$ は $0.80 \cdot m_2(A)/m_3(A) \sim 0.97 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ の範囲の値に調整され；

$m_2(E)$ が $0.65 \cdot m_2(A) \sim < 0.80 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_2(E)/m_3(E)$ は $0.65 \cdot m_2(A)/m_3(A) \sim < 0.80 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ の範囲の値に調整され；かつ、

$m_2(E)$ が $0.40 \cdot m_2(A) \sim < 0.65 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_2(E)/m_3(E)$ は $0.40 \cdot m_2(A)/m_3(A) \sim < 0.65 \cdot m_2(A)/m_3(A)$ の範囲の値に調整され；

さらに、(II)の場合、次の関係が適用され：

$m_2(E)$ が $> 1.05 \cdot m_2(A) \sim 1.50 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $1.03 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 1.50 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され；

$m_2(E)$ が $> 1.50 \cdot m_2(A) \sim 2.00 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $> 1.50 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 2.00 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され；かつ、

$m_2(E)$ が $> 2.00 \cdot m_2(A) \sim 2.50 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $> 2.00 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 2.50 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整される、

前記方法。

【請求項 8】

変形(c)が行われる請求項5に記載の方法であって、

(I)の場合、次の関係が適用され：

$m_2(E)$ が $0.80 \cdot m_2(A) \sim < 0.95 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E) / m_2(E)$ は $1.03 \cdot m_1(A) / m_2(A) \sim 1.20 \cdot m_1(A) / m_2(A)$ の範囲の値に調整され、かつ、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $0.80 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 0.97 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され； $m_2(E)$ が $0.65 \cdot m_2(A) \sim < 0.80 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E) / m_2(E)$ は $> 1.20 \cdot m_1(A) / m_2(A) \sim 1.40 \cdot m_1(A) / m_2(A)$ の範囲の値に調整され、かつ、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $0.65 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim < 0.80 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され；かつ、 $m_2(E)$ が $0.40 \cdot m_2(A) \sim < 0.65 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E) / m_2(E)$ は $> 1.40 \cdot m_1(A) / m_2(A) \sim 1.50 \cdot m_1(A) / m_2(A)$ の範囲の値に調整され、かつ、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $0.40 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim < 0.65 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され；さらに、(II)の場合、次の関係が適用され：

$m_2(E)$ が $> 1.05 \cdot m_2(A) \sim 1.50 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E) / m_2(E)$ は $0.75 \cdot m_1(A) / m_2(A) \sim 0.97 \cdot m_1(A) / m_2(A)$ の範囲の値に調整され、かつ、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $1.03 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 1.50 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され； $m_2(E)$ が $> 1.50 \cdot m_2(A) \sim 2.00 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E) / m_2(E)$ は $0.55 \cdot m_1(A) / m_2(A) \sim < 0.75 \cdot m_1(A) / m_2(A)$ の範囲の値に調整され、かつ、 $m_2(E) / m_3(E)$ は $> 1.50 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 2.00 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整され；かつ、 $m_2(E)$ が $> 2.00 \cdot m_2(A) \sim 2.50 \cdot m_2(A)$ の範囲にある場合、 $m_1(E) / m_2(E)$ は $0.45 \cdot m_1(A) / m_2(A) \sim < 0.55 \cdot m_1(A) / m_2(A)$ の範囲の値に調整され、かつ、 $m_2(E) / m_3(E)$ が $> 2.00 \cdot m_2(A) / m_3(A) \sim 2.50 \cdot m_2(A) / m_3(A)$ の範囲の値に調整される、前記方法。

【請求項 9】

$0.98 \cdot m_3(A) \sim m_3(E) \sim 1.02 \cdot m_3(A)$ である、請求項7または8に記載の方法。

【請求項 10】

$w_1(A) = w_1(E)$ および / または $w_2(A) = w_2(E)$ および / または $w_3(A) = w_3(E)$ である、請求項1～9のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

$w_1(A) = w_1(E)$ 、 $w_2(A) = w_2(E)$ および $w_3(A) = w_3(E)$ である、請求項10に記載の方法。

【請求項 12】

(I)の場合において、質量流量 m_{20} でニトロ化に供給される硝酸(2)の量の減少

を含み、該減少が変形 (b) によって行われる、請求項 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 3】

(I I) の場合において、質量流量 m_{20} でニトロ化に供給される硝酸 (2) の量の増大を含み、該増大が変形 (b) によって行われる、請求項 1 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の方法。