

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7003037号
(P7003037)

(45)発行日 令和4年1月20日(2022.1.20)

(24)登録日 令和4年1月5日(2022.1.5)

(51)国際特許分類

| | | | | |
|---------|------------------|-----|---------|--------|
| B 0 1 D | 3/14 (2006.01) | F I | B 0 1 D | 3/14 |
| B 0 1 D | 3/42 (2006.01) | | B 0 1 D | 3/42 |
| C 0 7 C | 255/08 (2006.01) | | C 0 7 C | 255/08 |
| C 0 7 C | 253/34 (2006.01) | | C 0 7 C | 253/34 |

A

請求項の数 8 (全11頁)

(21)出願番号 特願2018-531191(P2018-531191)
 (86)(22)出願日 平成28年11月29日(2016.11.29)
 (65)公表番号 特表2019-500211(P2019-500211)
 A)
 (43)公表日 平成31年1月10日(2019.1.10)
 (86)国際出願番号 PCT/US2016/063962
 (87)国際公開番号 WO2017/105820
 (87)国際公開日 平成29年6月22日(2017.6.22)
 審査請求日 令和1年11月29日(2019.11.29)
 (31)優先権主張番号 201510947436.6
 (32)優先日 平成27年12月17日(2015.12.17)
 (33)優先権主張国・地域又は機関
 中国(CN)

(73)特許権者 513099153
 イネオス ヨーローブ アクチエンゲゼル
 シャフト
 スイス ツェーハー - 1180 ヴォー
 ロール アベニュー デ ユタン 3
 (74)代理人 100094569
 弁理士 田中 伸一郎
 (74)代理人 100088694
 弁理士 弟子丸 健
 (74)代理人 100103610
 弁理士 吉田 和彦
 (74)代理人 100084663
 箱田 篤
 (74)代理人 100093300
 弁理士 浅井 賢治

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 回収カラム制御

(57)【特許請求の範囲】**【請求項1】**

回収カラムの操作方法であって、前記回収カラムに供給されるアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物からアクリロニトリルが分離されて、アクリロニトリルと0.05質量%以下のアセトニトリルを含むオーバーヘッド流が生成されるものであり、

その方法が回収カラムへの供給原料流の導入の前に、100 ~ 105 の温度を回収カラム中の制御トレーに与えることを含み、

制御トレーが回収カラムのミドルセクションに配置され、

回収カラムのミドルセクションが回収カラム中の全トレー数の25 ~ 40 %を含み、且つアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物が回収カラムのミドルセクションに供給される、前記方法。

【請求項2】

100 以下の温度を回収カラムへの供給原料流の導入の前に回収カラムのトップセクションに与えることを更に含む、請求項1記載の方法。

【請求項3】

回収カラムのトップセクションが回収カラムへの供給原料流の導入の前に70 ~ 90 である、請求項2記載の方法。

【請求項4】

回収カラムのトップセクションが、回収カラム中の全トレー数の25 ~ 40 %を含む、請求項2に記載の方法。

【請求項 5】

供給原料流が有機物を含む、請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】

有機物がアクリロニトリル、メタクリロニトリル、アセトニトリル及びこれらの混合物からなる群から選ばれた有機物を含む、請求項 5 記載の方法。

【請求項 7】

回収カラム温度制御が一つ以上のリボイラー及び／又は一つ以上の熱交換機により与えられる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 8】

水性溶媒を回収カラムのトップセクションに与える、請求項 1 記載の方法。

10

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

方法がアクリロニトリルをアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物から分離するために提供される。更に詳しくは、その方法がその混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、そのアクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離することを含む。

【背景技術】**【0002】**

アクリロニトリルについての回収及び精製システムが知られている。例えば、米国特許第 4,234,510 号、同第 3,936,360 号、同第 3,885,928 号、同第 3,433,822 号、及び同第 3,399,120 号を参照のこと。典型的には、プロピレン、アンモニア及び空気が気相中でアンモ酸化触媒を用いて反応させられる。次いでその蒸気の反応器流出物が反応停止システムに通され、そこで、その反応器流出物が水性反応停止液体、通常水と直接に接触させられる。この反応停止は未反応のアンモニア及び重質ポリマーを除去する。次いで反応停止されたガスが吸収カラムに進む。

20

吸収塔中で、ガスが吸収液体、再度通常、水と直接に接触させられる。水、アクリロニトリル、アセトニトリル、HCN 及び混在不純物が水溶液中で吸収塔の底を出る。不活性ガスが吸収塔の上から除去される。次いで水溶液が回収カラムに進む。このカラムがアセトニトリルを抽出蒸留により水溶液から除去する。

30

【発明の概要】**【0003】**

アクリロニトリルをアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物から分離するため方法は、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、アクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離してアクリロニトリル - 水共沸混合物及び約 0.05 質量 % 以下のアセトニトリルを含むオーバーヘッド流を得ることを含む。

別の局面において、アクリロニトリルをアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物から分離するため方法はアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、約 0 質量 % ~ 約 0.0075 質量 % のアセトニトリルを含む底流、及び約 5 質量 % ~ 約 70 質量 % のアセトニトリルを含む側流を得ることを含む。

40

別の局面において、アクリロニトリルをアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物から分離するため方法はアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を複数のトレーを有する回収カラムに与え（この場合、その複数のトレーは上部分のトレー、中間部分のトレー、及び底部分のトレーを含む）、水性溶媒をトレーの上部分に与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、そのアクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離してアクリロニトリル - 水共沸混合物及び約 0.05 質量 % 以下のアセトニトリルを含むオーバーヘッド流を得ることを

50

含む。

別の局面において、アクリロニトリルをアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物から分離するため方法はアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を複数のトレーを有する回収カラムに与え（この場合、その複数のトレーは上部分のトレー、中間部分のトレー、及び底部分のトレーを含む）、水性溶媒を上部分のトレーに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、約0質量%～約0.0075質量%のアセトニトリルを含む底流、及び約5質量%～約70質量%のアセトニトリルを含む側流を得ることを含む。

別の局面において、アクリロニトリルをアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物から分離するため方法はアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、回収カラムの上部分の上部中で約55～約80の温度を維持し、回収カラムの中間部分の上部中で約65～約85の温度を維持し、回収カラムの中間部分の下部で約100～約120の温度を維持し、回収カラムの底部分の下部中で約105～約125の温度を維持し、アクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離してアクリロニトリル - 水共沸混合物を含むオーバーヘッド流、底流、及び側流を得ることを含む。10

【0004】

別の局面において、回収カラムの操作方法は回収カラムへの供給原料流の導入の前に約100～約105の温度を回収カラム中の制御トレーに与えることを含む。20

別の局面において、回収カラムの操作方法は回収カラムへの供給原料流の導入の前に約100以下の温度を回収カラムの上部分に与えることを含む。

別の局面において、回収カラムの操作方法は回収カラムへのアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物の導入の前に約100～約105の温度を回収カラム中の制御トレーに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、回収カラムの上部分の上部中で約55～約80の温度を維持し、回収カラムの中間部分の上部中で約65～約85の温度を維持し、回収カラムの中間部分の下部中で約100～約120の温度を維持し、回収カラムの底部分の下部中で約105～約125の温度を維持し、アクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離してアクリロニトリル - 水共沸混合物を含むオーバーヘッド流、底流、及び側流を得ることを含む。30

その方法の先の局面及びその他の局面、幾つかの局面の特徴及び利点は下記の図面から一層明らかであろう。

【図面の簡単な説明】

【0005】

【図1】図1は、回収カラムの一般図を示す。

【図2】図2は、回収カラムの別の図を示す。

【図3】図3は、アセトニトリル濃縮ゾーンを含む回収カラムを示す。

【図4】図4は、回収カラム温度プロフィールを示す。

【0006】

相当する参照符号は図面の幾つかの図中の相当する構成部品を示す。当業者は図中の部材がわかりやすさ及び明瞭化のために示され、必ずしも縮尺して描かれたとは限らないことを認めるであろう。例えば、図中の部材の幾つかの寸法が種々の局面の理解を改善することを助けるためにその他の部材に対して拡大されているかもしれない。また、商業上実現可能な局面に有益又は必要である普通だが、良く理解されている部材がこれらの種々の局面のそれ程遮られないで見ることを促すためにしばしば示されていない。

【発明を実施するための形態】

【0007】

以下の記載は限定の意味に解されるべきではないが、例示の実施態様の一般原理を記載する目的のために単になされている。本発明の範囲は特許請求の範囲を参照して決められる40

べきである。

回収カラム

あらゆる型の回収カラムが本方法に関して利用されてもよい。幾つかの型の回収カラム構成が例として本明細書に記載される。

アセトニトリルからのアクリロニトリルの分離のための通常の方法が図1に示される。図1に示されるように、アクリロニトリル吸収塔（示されていない）からの供給原料流1が第一のカラム10に送られる。供給原料流1は典型的にはアクリロニトリル、シアノ化水素(HCN)、アセトニトリル、及び水を含む。アセトニトリルを実質的に含まない水流2が抽出蒸留によるアクリロニトリル及びHCNからのアセトニトリルの分離を促進するために第二のカラム20の底付近から第一のカラム10の上部に循環される。供給原料1からのアクリロニトリル、HCN、及び水の一部を含む流れ3が第一のカラム10の上から除去される。水及びアセトニトリルを含む液体流4が第一のカラム10の底から第二のカラム20に供給原料として送られる。第二のカラム20からの蒸気流5が第一のカラム10に送られて第一のカラム10中の蒸留に必要とされる熱を与える。蒸気側流4vが第二のカラム20を上に移動し、アセトニトリルを含む。アセトニトリル、水及び少量のアクリロニトリル及びHCNを含む粗アセトニトリル流6が第二のカラム20の上から除去される。残りの水流7（これはアクリロニトリル、HCN、及びアセトニトリルを実質的に含まず、第一のカラム10に水流2として逆に循環されない）が、第二のカラム20の底付近で第二のカラム20から排出される。

【0008】

粗アセトニトリルからのアクリロニトリルの分離のための別の通常の方法が図2に示される。図2に示されるように、アクリロニトリル吸収塔（示されていない）からの供給原料流101がカラム110に送られる。供給原料流101は典型的にはアクリロニトリル、シアノ化水素(HCN)、アセトニトリル、及び水を含む。アセトニトリルを実質的に含まない底流102が抽出蒸留によるアクリロニトリル及びHCNからのアセトニトリルの分離を促進するためにカラム110の底付近からカラム110の上に循環される。カラム110の上に循環されない底流102の一部がカラム110から流れ107として排出される。供給原料流101からのアクリロニトリル、HCN、及び水の一部を含むオーバーヘッド流103がカラム110の上から除去される。蒸気側流5vがカラム110を上に移動し、水及びアセトニトリルを含む側流104（図1中の4vに相当する）がカラム110から除去される。

【0009】

回収カラムの別の例が図3に示される。この局面において、装置300がカラム310を含む。カラム310は上部分330、中間部分340、及び底部分350を含む。单一カラム310の中間部分340は供給原料流301を受け取るように構成されてもよい。一局面において、そのカラムが上部分及び中間部分を含み、中間部分対上部分の直径の比が約0.8～約1.2、別の局面において約0.9～約1.1であり、別の局面において約1.5～約2.5であり、別の局面において約1.75～約2.25であり、また別の局面において、約1.8～約2である。一局面において、そのカラムが中間部分及び底部分を含み、底部分対中間部分の直径の比が約0.8～約1.2であり、別の局面において約0.9～約1.1であり、別の局面において約1.5～約2.5であり、別の局面において約1.75～約2.25であり、また別の局面において約1.8～約2である。一局面において、上部分、中間部分及び底部分がそれぞれ回収カラムの高さ（タンジェント間距離）の約25%～約40%である。

図3に示されるように、アクリロニトリル、HCN及び水を含むオーバーヘッド流303がカラム310の上から除去される。回収カラムが粗アセトニトリル濃縮ゾーン342を含んでいてもよい。粗アセトニトリル濃縮ゾーン342は内部垂直じゃま板344を含む。粗アセトニトリル濃縮ゾーンは複数のトレーを含んでいてもよい。トレーはカラムの異なる高さに配置され、それぞれのトレーが粗アセトニトリル濃縮ゾーン342の断面を横切って延

10

20

30

40

50

びる水平面を含む。粗アセトニトリル濃縮ゾーン 342 は側流 306 が粗アセトニトリル濃縮ゾーン 342 のカラム 310 から流出することを可能にするように構成された上部出口を含む。蒸気が流れ 304 又は蒸気流 5v としてじゃま板 344 の両側を上に流れてもよい。カラム 310 の上に循環されない底流 302 の一部が流れ 307 として排出される。

【 0010 】

回収カラムは上部分、中間部分及び底部分を含んでいてもよい。一局面において、上部分、中間部分及び底部分がそれぞれ回収カラムの高さ（タンジェント間距離）の約 25% ~ 約 40% である。それぞれの回収カラム部分は更に部分に分けられてもよい。例えば、回収カラムの中間部分が上部、中間部及び下部を含む。この局面において、上部、中間部及び下部がそれぞれ回収カラムの中間部分の高さの約 25% ~ 約 40% である。別の局面において、回収カラムの上部分が上部及び下部を含み、これらはそれぞれ回収カラムの上部分の高さの約 40% ~ 約 60% である。別の局面において、回収カラムの底部分が上部及び下部を含み、これらはそれぞれ回収カラムの底部分の高さの約 40% ~ 約 60% である。

別の局面において、回収カラムが約 80 ~ 約 120 のトレーを含んでいてもよく、別の局面において、約 80 ~ 約 100 のトレーを含んでいてもよい。回収カラム中の複数のトレーは上部分（トップセクション）のトレー、中間部分（ミドルセクション）のトレー、及び底部分（ボトムセクション）のトレーを含む。この局面において、上部分のトレー、中間部分のトレー及び底部分のトレーはそれぞれ回収カラム中のトレーの合計数の約 25% ~ 約 40% である。

回収カラムの上部分（トップセクション）のトレーは上部（トップポーション）のトレー及び下部（ボトムポーション）のトレーを含み、これらはそれぞれ回収カラム中の上部分のトレーにおける合計トレー数の約 40% ~ 約 60% である。中間部分（ミドルセクション）のトレーは上部（トップポーション）のトレー、中間部（ミドルポーション）のトレー及び下部（ボトムポーション）のトレーを含む。上部のトレー、中間部のトレー及び下部のトレーはそれぞれ回収カラムの中間部分のトレーにおける合計トレー数の約 25% ~ 約 40% である。回収カラムの底部分（ボトムセクション）のトレーは上部（トップポーション）のトレー及び下部（ボトムポーション）のトレーを含み、これらはそれぞれ回収カラム中の底部分のトレーにおける合計トレー数の約 40% ~ 約 60% である。

【 0011 】

回収カラム操作

回収カラムに与えられる供給原料流は典型的にはアクリロニトリル、シアン化水素（HCN）、アセトニトリル、及び水を含む（図 1 中に供給原料流 1 として、図 2 中に供給原料流 10 1 として、また図 3 中に供給原料流 301 として示される）。この局面において、回収カラムに与えられる供給原料流は約 2 質量% ~ 約 10 質量% のアクリロニトリル、別の局面において、約 3 質量% ~ 約 7 質量%、また別の局面において、約 4 質量% ~ 約 6 質量% のアクリロニトリルを含む。また、その混合物は約 0.1 質量% ~ 約 0.3 質量% の量のアセトニトリル、また別の局面において、約 0.15 質量% ~ 約 0.25 質量% のアセトニトリルを含む。また、その混合物はその他の成分、例えば、アクロレイン及び / 又はオキサゾールを小量で含んでいてもよい。

溶媒水は回収カラムにカラムの上部で入る（図 1 中に水流 2、図 2 中に水流 102、また図 3 中に水流 302 として示される）。回収カラムの上に導入される溶媒水はトレーを横切ってその塔を下に流れて、それが回収カラムの底に移動する際にアセトニトリルを凝縮し、抽出する。その液体が回収カラム中のトレーを横切って塔の底に降りる際に、ストリッパーからの熱蒸気及び添加された生の流れからの熱が、トレー孔を通って塔を上に移動し、それらの上で液体との緊密な接触を可能にする。熱移動が液体と蒸気通行の間に起こり、全ての有機物（アセトニトリル以外）をカラムの上まで移動させる傾向がある。

回収カラムにより生成されるオーバーヘッド流（図 1 中で流れ 3、図 2 中で流れ 103、また図 3 中で流れ 303 として示される）はアクリロニトリル、HCN、及び供給原料流からの水の一部を含んでいてもよい。回収カラムは水及びアセトニトリルを含み、アクリロニトリル及び HCN を実質的に含まない蒸気側流を与えてよい（図 2 中で流れ 104、また

10

20

30

40

50

図3中で304として示される)。また、回収カラムは回収カラムの底部から出る底流(図1中で底流2、図2中で底流102、また図3中で底流302として示される)を与えてもよい。底流の少なくとも一部が回収カラムの上部に逆に循環されてもよい。回収カラムを加熱するための既知の方法は、例えば、スチーム、スチーム加熱リボイラー及び/又は他のプロセス流との熱交換を含む。

温度制御

図4は回収カラム操作のための温度プロフィールを記載する。適当な温度制御及び図4に記載された温度プロフィールが適当なカラム操作に重要である。図4中の点線により特定された温度プロフィール内の変化が溶媒水及び供給原料の温度、溶媒水割合、及びスチーム割合を伴なう変化の組み合わせによりもたらされ得る。

曲線上の点“A”的上の変化は主として組成及び圧力の変化のためである。点“A”的上の温度変化は重要ではないが、オーバーヘッド温度がオーバーヘッドに入るオキサゾール、アセトニトリル、アセトン及び水の量を最小にするためにできるだけ低く保たれるべきである。点“B”的下の温度変化は主としてトレー圧力変化のためである。何とならば、この部分における組成が殆ど水であるからである。

【0012】

回収カラムの温度制御はリボイラー及び熱交換機を含み得る既知の温度制御システムを含む。一局面において、回収カラムの底中の必要な沸騰を生じるのに必要とされる熱負荷はあらゆる通常のリボイリング装置中の伝熱により与えられてもよい。通常のリボイラーはシェル及びチューブ交換機の或る別型を含んでいてもよい。リボイラー構成の幾つかの例として、ケトル、サーモサイフォン、強制循環、スタブ-イン・バンドル(stab-in bundle)、水平フィルム、垂直フィルム及び落下フィルムが挙げられる。一局面において、その方法が液体を回収カラムの底付近で除去し、液体をサーモサイフォンリボイラー中に交換することにより温度を制御することを含む。この局面において、サーモサイフォンリボイラーからの流出物が回収カラムに戻される。生の流れが補給のため又は回収カラムの必要とされる熱負荷を置換するために注入されてもよい。別の局面において、その方法がタービン排出に由来する加圧スチームを使用して、平行な二つの垂直のサーモサイフォンリボイラーによる回収カラムのリボイリングを含む。

一局面において、回収カラム温度が以下のように維持される:

回収カラムの中間部分の上部が約65 ~ 約85 、また別の局面において、約70 ~ 約80 の温度に維持され、

回収カラムの中間部分の下部が約100 ~ 約120 、また別の局面において、約105 ~ 約115 に維持され、

回収カラムの上部分の上部が約55 ~ 約80 、また別の局面において、約60 ~ 約75 に維持され、

回収カラムの上部分の上部及び下部が約0 ~ 約20 、また別の局面において、約5 ~ 約15 の温度差を有し、

回収カラムの底部分の下部が約105 ~ 約125 、また別の局面において、約110 ~ 約120 に維持され、かつ

回収カラムの底部分の上部及び下部が約0 ~ 約15 、また別の局面において、約7 ~ 約13 の温度差を有する。

【0013】

別の局面において、回収カラム温度が以下のように維持される:

回収カラムの中間部分の上部が約65 ~ 約85 、また別の局面において、約70 ~ 約80 の温度に維持され、

回収カラムの中間部分の下部が約100 ~ 約120 、また別の局面において、約105 ~ 約115 に維持され、

回収カラムの上部分の上部が約55 ~ 約80 、また別の局面において、約60 ~ 約75 に維持され、

回収カラムの上部分の上部及び下部が約0 ~ 約20 、また別の局面において、約5 ~

10

20

30

40

50

約15 の温度差を有し、

回収カラムの底部分の下部が約105 ~ 約125 、また別の局面において、約110 ~ 約120 に維持され、かつ

回収カラムの底部分の上部及び下部が約0 ~ 約15 、また別の局面において、約7 ~ 約13 の温度差を有する。

別の局面において、温度が以下のように回収カラムの中間部分中で制御される：

一局面において、回収カラムの中間部分中の温度低下が回収カラムの上トレーから底トレーまでの温度低下の約35%以上であり、

別の局面において、回収カラムの中間部分中の温度低下が回収カラムの上トレーから底トレーまでの温度低下の約50%以上であり、

別の局面において、回収カラムの中間部分中の温度低下が回収カラムの上トレーから底トレーまでの温度低下の約75%以上であり、

別の局面において、回収カラムの中間部分中の温度低下が回収カラムの上トレーから底トレーまでの温度低下の約75%であり、また

別の局面において、回収カラムの中間部分中の温度低下が回収カラムの上トレーから底トレーまでの温度低下の約80%である。

【0014】

回収カラムの温度制御が下記の組成を有するオーバーヘッド流、底流及び側流を与える：

アクリロニトリル - 水共沸混合物及び約0.05質量%以下のアセトニトリル、別の局面において、約0.03質量%以下のアセトニトリル、また別の局面において、約0.01質量%以下のアセトニトリルを含むオーバーヘッド流；

約70質量% ~ 約90質量%のアクリロニトリル、また別の局面において、約75質量% ~ 約85質量%のアクリロニトリルを含むオーバーヘッド流、

約0質量% ~ 約0.0075質量%のアセトニトリル、別の局面において、約0.0025質量% ~ 約0.007 質量%のアセトニトリル、また別の局面において、約0.0025質量% ~ 約0.005 質量%のアセトニトリルを含む底流、及び

約5質量% ~ 約70質量%のアセトニトリル、別の局面において、約5質量% ~ 約50質量%のアセトニトリル、また別の局面において、約6質量% ~ 約12質量%のアセトニトリルを含む側流。

回収カラムの操作方法であって、その方法が回収カラムへの供給原料流の導入の前に約100 ~ 約105 の温度を回収カラム中の制御トレーに与えることを含む。この局面において、制御トレーが回収カラムの中間部分中に配置される。更に、その方法は回収カラムへの供給原料流の導入の前に約100 以下の温度を回収カラムの上部分中に与えることを含み、別の局面において、回収カラムの上部分が回収カラムへの供給原料流の導入の前に約70 ~ 約90 である。この局面において、供給原料流が有機物を含む。有機物がアクリロニトリル、メタクリロニトリル、アセトニトリル及びこれらの混合物を含んでいてよい。

【0015】

示された温度を与えた後に、その方法はアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてアクリロニトリル - 水共沸混合物を得、アクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離してアクリロニトリル - 水共沸混合物及び約0.05質量%以下のアセトニトリルを含むオーバーヘッド流を得ることを含む。その方法は約0質量% ~ 約0.0075質量%のアセトニトリルを含む底流、及び約5質量% ~ 約70質量%のアセトニトリルを含む側流を与える。

別の局面において、回収カラムの操作方法は回収カラムへの供給原料流の導入の前に約100 以下の温度を回収カラムの上部分に与えることを含む。この局面において、回収カラムの上部分が回収カラムへの供給原料流の導入の前に約70 ~ 約90 である。

示された温度を与えた後に、その方法はアクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与え、アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を水性溶媒と接触させてア

10

20

30

40

50

クリロニトリル - 水共沸混合物を得、アクリロニトリル - 水共沸混合物をアセトニトリルから分離してアクリロニトリル - 水共沸混合物及び約0.05質量%以下のアセトニトリルを含むオーバーヘッド流を得ることを含む。その方法は約0質量%～約0.0075質量%のアセトニトリルを含む底流、及び約5質量%～約70質量%のアセトニトリルを含む側流を与える。

本明細書に開示された発明が特別な実施態様、例及びこれらの適用により記載されたが、多くの変更及び変化が特許請求の範囲に示される発明の範囲から逸脱しないで当業者によりなし得る。

なお、本発明としては、以下の態様も好ましい。

[1]

回収カラムの操作方法であって、その方法が約80～約105の温度を回収カラム中の制御トレーに与えることを含み、その回収カラム中のHCNの量が200 ppm以下であることを特徴とする前記方法。

[2]

制御トレーが回収カラムの中間部分中に配置される、[1]記載の方法。

[3]

制御トレーにおけるHCNの量が200 ppm以下である、[1]記載の方法。

[4]

回収カラム中の制御トレーにおける温度が約100～約105である、[1]記載の方法。

[5]

約100以下の温度を回収カラムの上部分中に与えることを更に含む、[1]記載の方法。

[6]

回収カラムの上部分が先に約70～約90である、[5]記載の方法。

[7]

回収カラムの操作方法であって、その方法が約100～約105の温度を回収カラムへの供給原料流の導入の前に回収カラム中の制御トレーに与えることを特徴とする前記方法。

[8]

制御トレーが回収カラムの中間部分中に配置される、[7]記載の方法。

[9]

約100以下の温度を回収カラムへの供給原料流の導入の前に回収カラムの上部分に与えることを更に含む、[7]記載の方法。

[10]

回収カラムの上部分が回収カラムへの供給原料流の導入の前に約70～約90である、[9]記載の方法。

[11]

供給原料流が有機物を含む、[7]記載の方法。

[12]

有機物がアクリロニトリル、メタクリロニトリル、アセトニトリル及びこれらの混合物からなる群から選ばれた有機物を含む、[11]記載の方法。

[13]

回収カラム温度制御が一つ以上のリボイラー及び一つ以上の熱交換機により与えられる、[7]記載の方法。

[14]

アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与えることを更に含む、[7]記載の方法。

[15]

アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムの中間部分に与える、[14]記載の方法。

10

20

30

40

50

[1 6]水性溶媒を回収カラムの上部分に与える、[1 4] 記載の方法。[1 7]回収カラムの操作方法であって、その方法が約100 以下の温度を回収カラムへの供給原料流の導入の前に回収カラムの上部分中に与えることを特徴とする前記方法。[1 8] 回収カラムの上部分が回収カラムへの供給原料流の導入の前に約70 ~ 約90 である、[1 7] 記載の方法。[1 9]供給原料流が有機物を含む、[1 7] 記載の方法。[2 0]有機物がアクリロニトリル、メタクリロニトリル、アセトニトリル及びこれらの混合物からなる群から選ばれた有機物を含む、[1 9] 記載の方法。

10

[2 1]回収カラム温度制御が一つ以上のリボイラー及び一つ以上の熱交換機により与えられる、[1 7] 記載の方法。[2 2]アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムに与えることを更に含む、[1 7] 記載の方法。

20

[2 3]アクリロニトリルとアセトニトリルの混合物を回収カラムの中間部分に与える、[2 2] 記載の方法。[2 4]水性溶媒を回収カラムの上部分に与える、[1 7] 記載の方法。**【 符号の説明 】****【 0 0 1 6 】**

- 1、1 0 1、3 0 1 - 供給原料流
- 2、1 0 2、3 0 2 - 水流
- 3、1 0 3、3 0 3 - オーバーヘッド流
- 4 - 液体流
- 5 - 蒸気流
- 1 0 - 第一のカラム
- 2 0 - 第二のカラム
- 1 0 4 - 側流
- 3 4 2 - 粗アセトニトリル濃縮ゾーン

30

40

50

【図面】

【図 1】

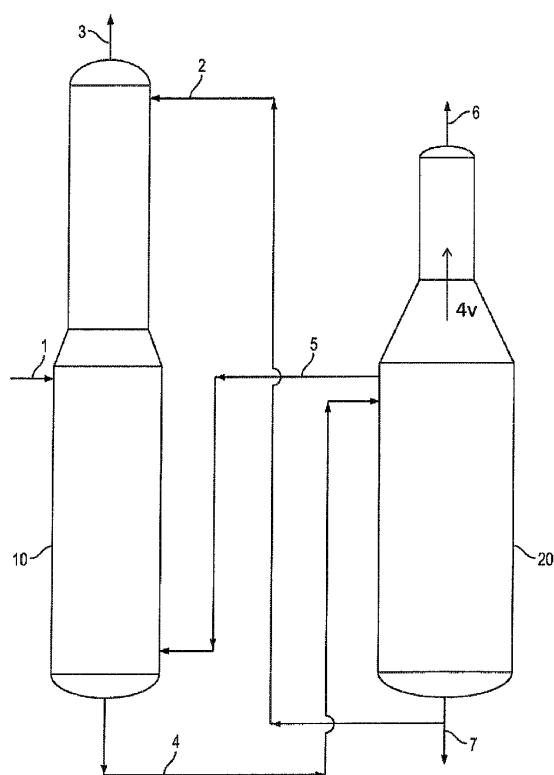


FIG. 1

【図 2】

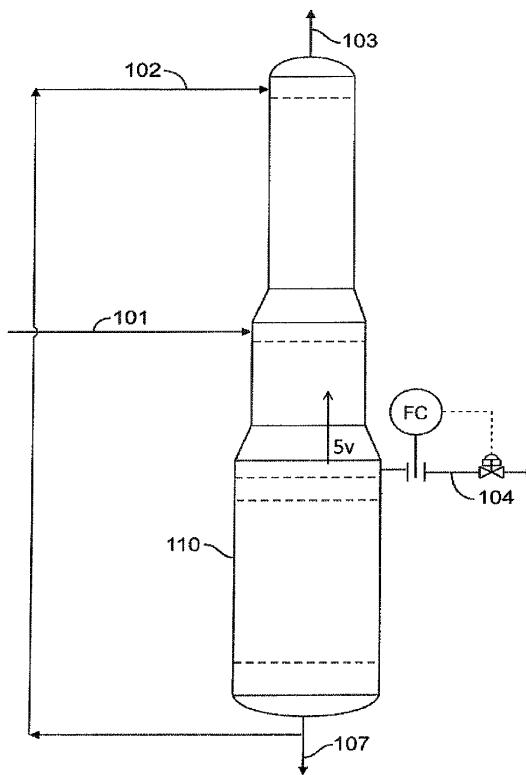


FIG. 2

【図 3】

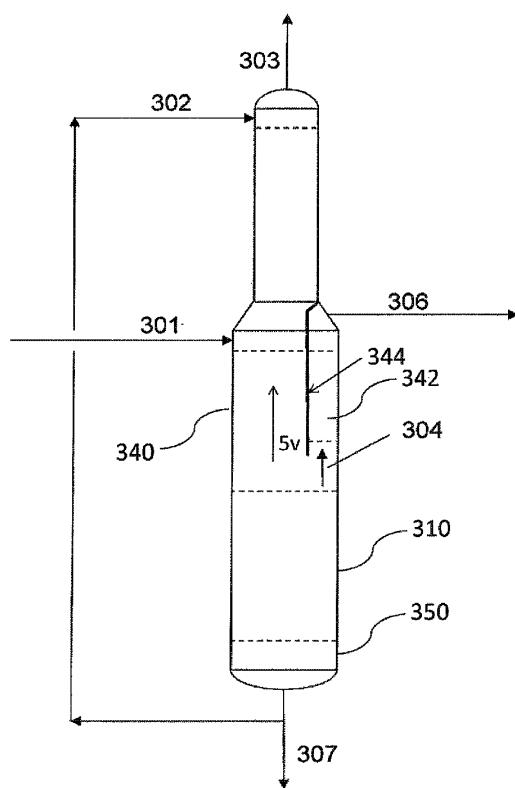


FIG. 3

【図 4】

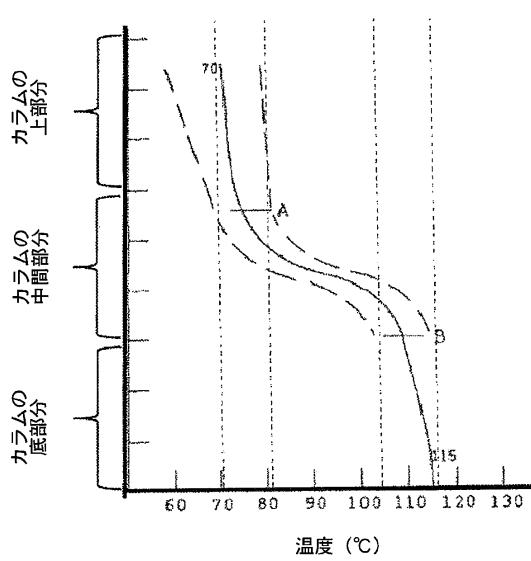


FIG. 4

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(74)代理人 100119013
弁理士 山崎 一夫

(74)代理人 100123777
弁理士 市川 さつき

(74)代理人 100111796
弁理士 服部 博信

(74)代理人 100168631
弁理士 佐々木 康匡

(72)発明者 マクドナル ティモシー ロバート
アメリカ合衆国 イリノイ州 60119 エルバーン エロディー ドライヴ 2エヌ935

(72)発明者 カウチ ジェイ ロバート
アメリカ合衆国 イリノイ州 60564 ネイパーウィル チェサピーク レーン 3623

(72)発明者 ヴァヒテンドルフ ポール トリッグ
アメリカ合衆国 テキサス州 77904 ヴィクトリア ブルーステム ストリート 46

審査官 目代 博茂

(56)参考文献 国際公開第2015/183866 (WO, A1)
特公昭53-006134 (JP, B1)
特開2003-176253 (JP, A)
国際公開第2015/134718 (WO, A1)
国際公開第2009/146289 (WO, A1)
米国特許第03445347 (US, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
B01D1/00 - 5/00
C07C253/00 - 255/67