

(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

F I

B 0 1 D 3/14 (2006.01)

B 0 1 D 3/14

A

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

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 ユーロープ アクチェンゲゼル
シャフトスイス ツェーハー - 1 1 8 0 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。

【 0 0 0 4 】

別の局面において、回収カラムの操作方法是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。

別の局面において、回収カラムの操作方法是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是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。

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】

【 0 0 0 5 】

【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。

【 0 0 0 6 】

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】

【 0 0 0 7 】

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

10

20

30

40

50

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、シアン化水素 (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 からの蒸气流 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。

【 0 0 0 8 】

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、シアン化水素 (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。

【 0 0 0 9 】

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。単一カラム 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、そのカラムが上部分及び底部分を含み、底部分対上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

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101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少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、トレー孔を通して塔を上に移動し、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もよい（図2中で流れ104、また

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 / 又はその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ァイルを記載する。適当な温度制御及び図 4 に記載された温度プロファイ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ァイ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 ” の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 ” の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 ” の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。

【 0 0 1 2 】

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で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。

【 0 0 1 3 】

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：

一局面上において、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イから底トレイ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イから底トレイ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イから底トレイ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イから底トレイ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イから底トレイ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イに与えることを含む。この局面において、制御トレイ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もよい。

【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是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。

〔 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。

〔 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

10

20

30

40

50

【図面】

【図 1】

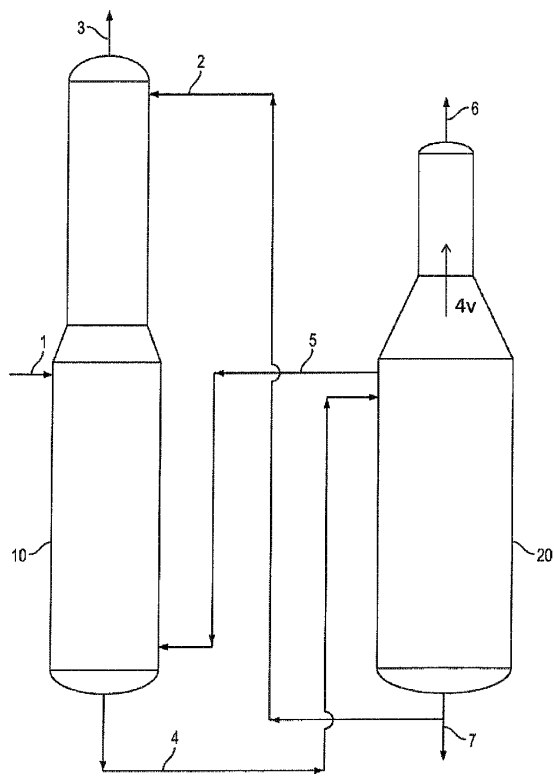


FIG. 1

【図 2】

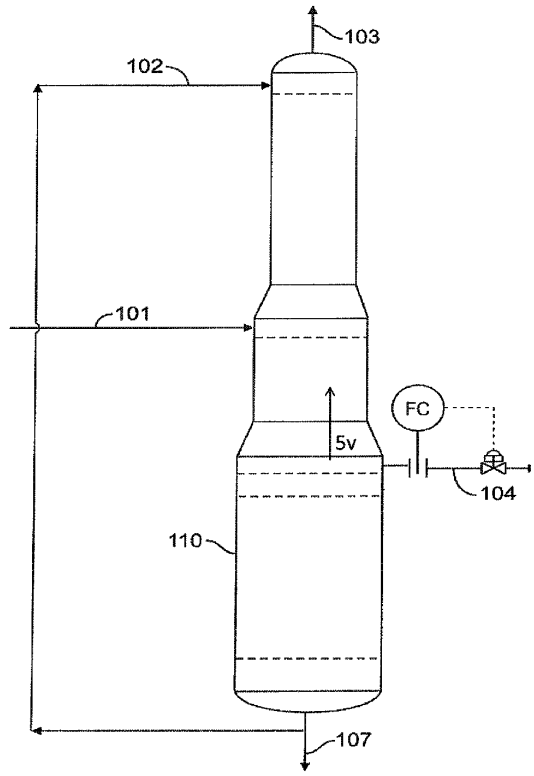


FIG. 2

【図 3】

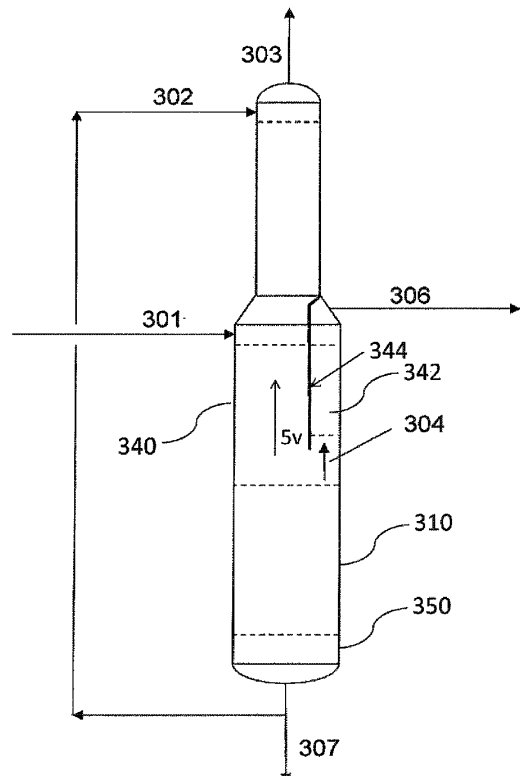


FIG. 3

【図 4】

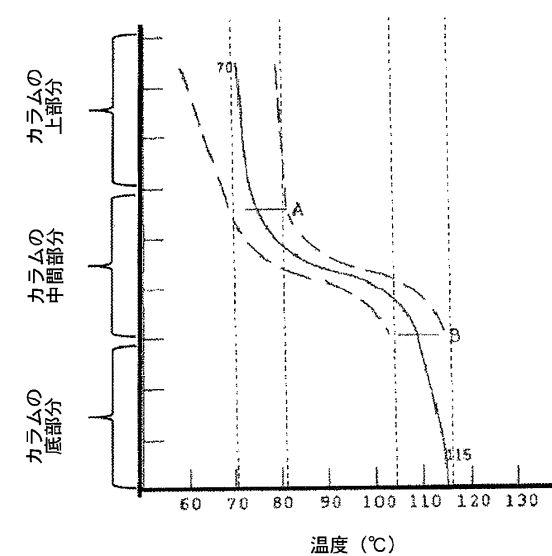


FIG. 4

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 マクドネル 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 ネイパーヴィル 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