

【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28年6月2日(2016.6.2)

【公表番号】特表2015-520110(P2015-520110A)
 【公表日】平成27年7月16日(2015.7.16)
 【年通号数】公開・登録公報2015-045
 【出願番号】特願2015-516054(P2015-516054)
 【国際特許分類】

C 0 1 B 7/09 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 7/09 B

【手続補正書】

【提出日】平成28年4月5日(2016.4.5)

【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】

カラムの充填部分内で少なくとも1の液体アルキル芳香族炭化水素と向流接触させて、臭素汚染されたガス状の無水HBrを供給することによって1以上の液体プロモアルキル芳香族化合物および減少した臭素含量を有したガス状のHBrを形成すること、ならびに添加されるプロム化触媒を使用しないで、12秒未満の平均反応時間のための80～105の範囲内の温度で充填カラムを遊離基プロム化状態に維持することによって、ガス状のHBrの臭素含量が減少し、および1以上の液体 - プロモアルキル芳香族化合物が生成する、ことを含む、元素の臭素で汚染されたガス状の無水のHBrの精製方法。

【請求項2】

前記反応域温度が約85～約101の範囲である、請求項1の記載の方法。

【請求項3】

少なくとも98%の遊離臭素が取り除かれたガス状のHBrを別々に回収することを更に含む、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

(i)の少なくとも一部の回収されたガス状のHBrを、少なくとも1つが芳香族エーテルおよびルイス酸プロム化触媒を含む1以上の後続の液相と接触させて供給し、少量の残留する臭素を取り除くことを含む、請求項3に記載の方法。

【請求項5】

前記の少なくとも1の液体アルキル芳香族炭化水素が、(i)1,2-ジフェニルエタン、1,4'-ビス(フェネチル)ベンゼン、もしくは1,4'-ビス(フェネチル)ピベンジル、または、これらの任意の2つまたは3つ全部、あるいは、(ii)スチレン系のプロム化が可能なアルキル芳香族スクラパーを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記工程が連続または半連続ベースで実行される、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

ガス状混合物を、ガス状混合物から相当量の臭素を取り除く初生スクラパー組成物と接触して通過させ、そして、結果として生じる部分的に脱プロム化したガス状混合物を、ガス状のHBrから追加の臭素を除去する第2スクラパー組成物と接触して通過させることを含む、臭化水素および臭素を含むガス状混合物から臭素を除去する方法であって；

A) 前記初生スクラバー組成物は、

(1) 1, 2 - ジフェニルエタンおよびそのオリゴマーを含むがこれに限らないアルキル化芳香族を含む混合物であって、最高約30重量%の1, 2 - ジフェニルエタンを含む混合物、または、

(2) (1)のブロム化が可能な部分的に臭素化された基質組成物、または、

(3) (1)および(2)の混合物を含む；および、

前記初生スクラバー組成物は、任意の添加されるブロム化触媒を含まない；

B) 前記第2スクラバー組成物は、

(4) 塩化アルミニウムおよび/または臭化アルミニウムブロム化触媒、

(5) (i) 窒素下、70 で熱的に安定である、

(ii) 少なくとも最高120 でHBrの存在下、化学的および熱的に安定である1以上の活性芳香族化合物；

(6) 任意の1以上の(5)の構成要素の部分的にブロム化した誘導体を含む；および、

C) 前記初生スクラバー組成物および第2スクラバー組成物は、ガス洗浄操作の間、それぞれのスクラバー組成物を流動可能な液態に維持する温度に保たれる、方法。

【請求項8】

ガス状混合物および初生スクラバー組成物が第1反応器を通して向流として接触される、および、結果として生じる部分的に脱ブロム化されたガス状混合物と第2スクラバー組成物が、第2反応器を通して向流として接触される、請求項7に記載の方法。

【請求項9】

少なくとも第1反応器が充填カラムであるか、第2反応器が充填カラムであるか、第1反応器と第2反応器が別々の充填カラムである、請求項8に記載の方法。

【請求項10】

第1反応器が第1充填カラムおよび第2反応器が第2充填カラムであって、ガス状混合物が第1充填カラム下部または第1充填カラム内の充填物の底部に供給され、第1充填カラム内の充填物上部から、または、それより上から第1充填カラムを去る、ならびに、結果として生じる部分的に脱ブロム化された気体混合物が第2充填カラム下部、または第2充填カラム内の充填物の底部に供給されて、第2充填カラム上部から、または、それより上から第2充填カラムを去る、請求項8に記載の方法。

【請求項11】

初生スクラバー組成物が、1, 4' - ビス(フェネチル)ベンゼンおよび/または1, 4' - ビス(フェネチル)ビベンジルを包含するアルキル化芳香族を含む混合物を備える、請求項7に記載の方法。

【請求項12】

第2スクラバー組成物が1, 2 - ジフェニルエタン、1, 4 - ジフェノキシベンゼン、ビスフェノールA、もしくはジフェニルエーテルまたはこれらの材料の任意の2以上の混合物を含む、請求項7に記載の方法。

【請求項13】

結果として生じる精製されたガス状のHBrがカーボン粒子層の中に入る、または通る、請求項7に記載の方法。

【請求項14】

第1充填カラムが、新鮮初生スクラバー組成物の供給ライン、循環ラインおよびポンプを、初生スクラバー組成物が第1充填カラムのトップに入り、その一部のスクラバー組成物が循環ラインを流れ続け、その別の一部が非水溶性急冷液に導入されて、スクラバー組成物に存在する場合がある残留触媒を破壊するように配置して備える、ならびに、第2充填カラムが、循環ラインの供給ライン、およびポンプを、第2スクラバー組成物が第2充填カラムのトップに入り、その一部のスクラバー組成物が循環ラインを流れ続け、その別の一部が非水溶性急冷液に導入されて、第2スクラバー組成物中の残留触媒を破壊するように配置して備える、請求項10に記載の方法。

【請求項 15】

各々の前記接触時間が約 10 秒以下である、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 16】

少なくとも 1 の液体アルキル芳香族炭化水素が、融解した 1, 2 - ジフェニルエタンおよびそのオリゴマーを一定量の流動化剤テトラヒドロナフタレンと組合せて含む混合物を備える、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 17】

遊離基ブロム化条件下で、添加されるブロム化触媒を使用しないで、少なくとも 1 の液体スクラバー組成物にガス状混合物を供給し、1 以上の液体アルファプロモアルキル（アルキレン）芳香族化合物が 1 モルのガス状の無水 HBr と共に生成される、元素の臭素を含有する無水 HBr のガス状混合物の精製方法。

【請求項 18】

アルファプロモアルキル（アルキレン）芳香族化合物が、(i) 融解した 1, 2 - ジフェニルエタンおよび少なくとも 1 のそのオリゴマー、すなわち 1, 4' - ビス（フェネチル）ベンゼンおよび 1, 4' - ビス（フェネチル）ビベンジルを、(ii) 一定量の流動化剤テトラヒドロナフタレンを組合せて含む、および、(i) : (ii) の重量比が 3.5 ~ 4.5 : 1.0 の範囲である、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

(i) : (ii) の重量比が約 80 : 20 の範囲である、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 20】

初生スクラバー組成物に接触して通過させる前記ガス状混合物が、毎分約 300 ~ 約 900 mL の範囲の無水 HBr の流速で、初生スクラバー組成物に供給される、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 21】

無水 HBr の流速が毎分約 300 ~ 約 400 mL の範囲である、請求項 20 に記載の方法。