

【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22年5月27日(2010.5.27)

【公表番号】特表2009-539835(P2009-539835A)

【公表日】平成21年11月19日(2009.11.19)

【年通号数】公開・登録公報2009-046

【出願番号】特願2009-514302(P2009-514302)

【国際特許分類】

C 0 7 C 51/083 (2006.01)

C 0 7 C 51/56 (2006.01)

C 0 7 C 53/08 (2006.01)

C 0 7 C 53/12 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 C 51/083

C 0 7 C 51/56

C 0 7 C 53/08

C 0 7 C 53/12

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成22年4月7日(2010.4.7)

【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】

酢酸または酢酸と無水酢酸との混合物を液相中で製造する方法であって、

(1) (i) 酢酸メチル、ジメチルエーテルまたはこれらの混合物から選択される原料化合物、(i i) ヨウ化メチル、(i i i) 溶存触媒成分、(i v) 酢酸、および(v) 一酸化炭素を、反応ゾーンに連続的に供給し、該原料化合物を温度 1 0 0 から 3 0 0 および総圧 2 1 から 2 7 6 b a r g a u g e で無水酢酸に変換して(i) 酢酸メチル、ジメチルエーテルまたはこれらの混合物から選択される原料化合物、(i i) ヨウ化メチル、(i i i) 溶存触媒成分、(i v) 酢酸、(v) 溶存一酸化炭素、および(v i) 無水酢酸生成物、を含む液体カルボニル化生成物混合物を生成すること；

(2) 液体カルボニル化生成物流出物を、反応ゾーンから、総圧 1 から 1 0 b a r g の少なくとも 1 つの蒸発容器を含む蒸発ゾーンに供給すること；

(3) 蒸発ゾーンに供給された液体カルボニル化生成物の 3 0 から 9 0 質量パーセントを構成し、かつ原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸、および任意に無水酢酸を含む蒸気生成物流出物を蒸発ゾーンから取出すこと；ならびに

(4) 蒸発ゾーンに供給された液体反応混合物の 1 0 から 7 0 質量パーセントを構成し、かつ酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を蒸発ゾーンから取出すこと；

を含み、メタノール、水、またはこれらの混合物が、(i) 蒸発ゾーンに供給される、および/または(i i) 蒸発ゾーン内の、液体カルボニル化生成物流出物と組合され、無水酢酸と発熱的に反応して酢酸または酢酸と酢酸メチルとの混合物を生成し、そしてメタノール/無水酢酸および/または水/無水酢酸の反応熱が蒸発ゾーンから取出される蒸気生

成物の質量パーセントを増大させる、方法。

【請求項 2】

蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流出物と組合されるメタノールおよび／または水の総量が、生成物流中に存在する無水酢酸モル当たりメタノール 0.1 から 1 モルである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流出物と組合されるメタノールおよび／または水の総量が、生成物流中に存在する無水酢酸モル当たりメタノール 0.3 から 0.6 モルである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

メタノールを、蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流出物と組合せ、得られる混合物を蒸発容器に供給し；蒸発容器に供給された液体カルボニル化生成物の 30 から 80 質量パーセントを構成し、かつ原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物を蒸発容器から取出し；低沸点物を回収して酢酸および無水酢酸を分離および回収する精製系に蒸気生成物を供給し、そして；酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を反応ゾーンに再循環させる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

液体カルボニル化生成物流出物を第 1 の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

メタノールを、第 1 の蒸発容器からの液体生成物流出物と組合せ、得られる混合物を第 2 の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

蒸発ゾーンに供給された液体カルボニル化生成物の 30 から 80 質量パーセントを構成し、かつ第 2 の蒸発容器から取出した原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む、第 1 および第 2 の蒸発容器からの蒸気生成物流出物を、低沸点物を回収して酢酸および無水酢酸を分離および回収する精製系に供給し、そして；

第 2 の蒸発容器からの、酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を、反応ゾーンに再循環させる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

液体カルボニル化生成物流出物を第 1 の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

メタノールを、第 1 の蒸発容器からの液体生成物流出物と組合せ、得られる混合物を第 2 の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

第 2 の蒸発容器からの液体生成物流出物を加熱し、第 3 の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

蒸発ゾーンに供給された液体カルボニル化生成物の 30 から 90 質量パーセントを構成し、かつ第 3 の蒸発容器から取出した原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む、第 1、第 2 および第 3 の蒸発容器からの蒸気生成物流出物を、低沸点物を回収して酢酸および無水酢酸を分離および回収する精製系に供給し、そして；

第 2 の蒸発容器からの、酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を、反応ゾーンに再循環させる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

水を、蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流出物と組合せ、得られる混合物を蒸発容器に供給し；

蒸発容器に供給された液体カルボニル化生成物の30から80質量パーセントを構成し、かつ原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および任意に無水酢酸を含む蒸気生成物流出物を蒸発容器から取出し；

低沸点物を回収して酢酸および任意に無水酢酸を分離および回収する精製系に蒸気生成物流出物を供給し、そして；

酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を反応ゾーンに再循環させる、請求項1に記載の方法。

【請求項8】

液体カルボニル化生成物流出物を第1の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

水を、第1の蒸発容器からの液体生成物流出物と組合せ、得られる混合物を第2の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および任意に無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

蒸発ゾーンに供給された液体カルボニル化生成物の30から80質量パーセントを構成し、かつ第2の蒸発容器から取出した原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および任意に無水酢酸を含む、第1および第2の蒸発容器からの蒸気生成物流出物を、低沸点物を回収して酢酸および任意に無水酢酸を分離および回収する精製系に供給し、そして；

第2の蒸発容器からの、酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を、反応ゾーンに再循環させる、請求項1に記載の方法。

【請求項9】

液体カルボニル化生成物流出物を第1の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

水を、第1の蒸発容器からの液体生成物流出物と組合せ、得られる混合物を第2の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および任意に無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

第2の蒸発容器からの液体生成物流出物を加熱し、第3の蒸発容器に供給して、原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および任意に無水酢酸を含む蒸気生成物流出物、ならびに酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を生成し；

蒸発ゾーンに供給された液体カルボニル化生成物の30から90質量パーセントを構成し、かつ第3の蒸発容器から取出した原料化合物、ヨウ化メチル、酢酸および任意に無水酢酸を含む、第1、第2および第3の蒸発容器からの蒸気生成物流出物を、低沸点物を回収して酢酸および無水酢酸を分離および回収する精製系に供給し、そして；

第2の蒸発容器からの、酢酸、任意に無水酢酸、および溶存触媒成分を含む液体生成物流出物を、反応ゾーンに再循環させる、請求項1に記載の方法。

【請求項10】

ステップ(i)の溶存触媒成分(i i i)が、ロジウム、イリジウムおよびこれらの化合物から選択され、そしてステップ(1)の原料化合物を温度175から220 および総圧37から106 bar gaugeで無水酢酸に変換し；

ステップ(3)の蒸気流出物が、蒸発ゾーンに供給された液体カルボニル化生成物の30から90質量パーセントを構成し、かつ原料化合物、ヨウ化メチルおよび無水酢酸を含み；

ステップ(4)の液体生成物流出物が、蒸発ゾーンに供給された液体反応混合物の10から70質量パーセントを構成し、かつ酢酸、無水酢酸および溶存触媒成分を含み；そして、

メタノールが、(i)蒸発ゾーンに供給される、および/または(i i)蒸発ゾーン内の、液体カルボニル化生成物流出物と組合せられ、無水酢酸と発熱的に反応して酢酸と酢酸メ

チルとを生成し、そしてメタノール／無水酢酸の反応熱が蒸発ゾーンから取出される蒸気生成物の質量パーセントを増大させ、そして、蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流と組合されるメタノールの総量が、生成物流中に存在する無水酢酸モル当たりメタノール 0.3 から 0.6 モルである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

ステップ (1) の溶存触媒成分 (iii) が、ロジウム、イリジウムおよびこれらの化合物から選択され、そしてステップ (1) の原料化合物を温度 175 から 220 および総圧 37 から 106 bar で無水酢酸に変換し；そして、水を、(i) 蒸発ゾーンに供給される、および／または (ii) 蒸発ゾーン内の、液体カルボニル化生成物流出物と組合せて、無水酢酸と発熱的に反応させて酢酸を生成し、そして水／無水酢酸の反応熱が蒸発ゾーンから取出される蒸気生成物の質量パーセントを増大させ、そして、蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流と組合される水の総量が、生成物流中に存在する無水酢酸モル当たり水 0.1 から 1.0 モルである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

蒸発ゾーンに供給される液体カルボニル化生成物流出物が、15 から 50 質量パーセントの無水酢酸を含む、請求項 1、10 または 11 に記載の方法。