(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4790346号
(P4790346)
(45)発行日　平成23年10月12日(2011.10.12)　(24)登録日　平成23年7月29日(2011.7.29)

(51)Int.Cl.　　F I
C07C 41/26 (2006.01)　　C07C 41/26
C07C 43/13 (2006.01)　　C07C 43/13　A

請求項の数 11　(全 12 頁)

(21)出願番号　特願2005-240276 (P2005-240276)
(22)出願日　平成17年8月22日 (2005.8.22)
(65)公開番号　特開2007-55909 (P2007-55909A)
(43)公開日　平成19年3月8日 (2007.3.8)
審査請求日　平成20年2月14日 (2008.2.14)

(73)特許権者　000000918
花王株式会社
東京都中央区日本橋茅場町１丁目１４番１０号
(74)代理人　100077931
弁理士　前田　弘
(74)代理人　100113262
弁理士　竹内　祐二
(72)発明者　中　兼一
和歌山市湊１３３４番地　花王株式会社研究所内

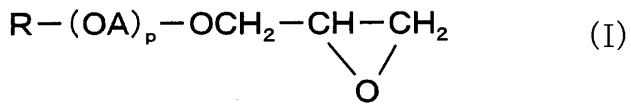
審査官　太田　千香子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】加水分解物の製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
有機物と水とを混合して有機物の加水分解反応を行う加水分解物の製造方法であって、前記有機物と水との混合を５．５（１／ｓｅｃ）以上の剪断速度Ｕ／Ｄｍｉｎ（ただし、Ｄｍｉｎは混合部の流路最小内径（ｍｍ）であり、ＵはＤｍｉｎにおける有機物と水の混合物の流速（ｍｍ／ｓｅｃ）である）で行い、前記有機物の加水分解反応を２５０～３５０℃の反応温度、水の飽和蒸気圧以上の反応圧力下で行う、加水分解物の製造方法。
【請求項２】
有機物の加水分解反応を無触媒下で行う、請求項１記載の製造方法。
【請求項３】
有機物と水との混合とともに、有機物の加水分解反応を行う、請求項１又は２記載の製造方法。
【請求項４】
有機物と水と混合し、ついで有機物の加水分解反応を行う、請求項１又は２記載の製造方法。
【請求項５】
有機物の加水分解反応が水による開環反応である、請求項１～４いずれか記載の製造方法。
【請求項６】
有機物が、一般式（Ｉ）

【化１】



(I)

（式中、Ｒは一部もしくは全部の水素原子がフッ素原子で置換されていてもよい炭素数１～２０の飽和もしくは不飽和の炭化水素基を示し、ＯＡは同一でも異なっていてもよい炭素数２～４のオキシアルキレン基を示し、ｐは０～２０の数を示す。）
で示されるグリシジルエーテルである、請求項１～５いずれか記載の製造方法。
【請求項７】
有機物に対する水の量が、モル換算で、反応に必要な水の化学量論量の２０～５００倍である、請求項１～６いずれか記載の製造方法。
【請求項８】
加水分解反応を連続的に行う、請求項１～７いずれか記載の製造方法。
【請求項９】
混合部の流路最小内径が１～１５ｍｍである、請求項１～８いずれか記載の製造方法。
【請求項１０】
有機物と水との混合を静止型混合器を用いて行う、請求項１～９いずれか記載の製造方法。
【請求項１１】
静止型混合器が縮流型混合器である、請求項１０記載の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、加水分解物の製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
有機物の開環反応等の加水分解反応は工業的によく行われる。例えば、グリシジルエーテルを開環して得られるグリセリルエーテルは、溶剤、乳化剤、分散剤、洗浄剤、増泡剤等として有用な化合物である。
【０００３】
一般に、グリセリルエーテルは触媒を用いて製造するが、無触媒でグリセリルエーテルを製造し得る方法としては、例えば、亜臨界状態の水でグリシジルエーテルを加水分解する方法等が知られている（特許文献１参照）。
【特許文献１】特開２００２－８８０００号公報
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００４】
しかしながら、従来の方法においては、有機物と水の混合状態によって、反応時間の遅延や原料の有機物と生成した加水分解物の２量体化の副反応が増加する等の問題が生じる。
【０００５】
すなわち、本発明は、有機物と水を反応に良好な混合状態にすることにより、高品質な加水分解物の効率的な製造方法を提供することを目的とする。
【課題を解決するための手段】
【０００６】
本発明は、有機物と水とを混合して有機物の加水分解反応を行う加水分解物の製造方法であって、前記有機物と水との混合を5.5(1/sec)以上の剪断速度Ｕ／Ｄmin（ただし、Ｄminは混合部の流路最小内径(mm)であり、ＵはＤminにおける有機物と水の混合物の流速(mm/sec)である）で行い、前記有機物の加水分解反応を150～350℃の反応温度、水の飽和蒸

気圧以上の反応圧力下で行う、加水分解物の製造方法に関する。

【発明の効果】

【０００７】

本発明により、副反応物の生成を抑制して、高品質な加水分解物を効率的に製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【０００８】

本発明は、有機物と水とを混合して有機化合物の加水分解反応を行うにあたり、有機物と水との混合及び有機物の加水分解反応を特定の条件下で行うことに特徴を有する。

【０００９】

本発明においては、加水分解反応時に原料である有機物の分解や副反応を抑制することができ、生成した加水分解物の色相の悪化等を防止することができる。さらに、本発明では、加水分解反応を高温条件下で行うために、該反応は無触媒下においても高い反応選択率で進行し、また、反応物からの触媒の除去操作を省略することができ、高品質な加水分解物を効率的に製造することができる。

【００１０】

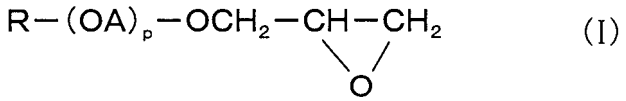
なお、以下において説明する成分等は、本発明の所望の効果の発現を阻害しない限り、それぞれ単独で若しくは２種以上を混合して用いることができる。

【００１１】

本発明において、原料として使用する有機物は、加水分解され得る化合物であれば特に限定されない。加水分解反応は水による開環反応であることが好ましい。従って、原料として使用する有機物は、環状構造を有し、加水分解反応により該環状構造が開環される化合物が好ましい。かかる化合物としては、一般式(I)

【００１２】

【化１】



(I)

【００１３】

（式中、Ｒは一部もしくは全部の水素原子がフッ素原子で置換されていてもよい炭素数1～20の飽和もしくは不飽和の炭化水素基を示し、ＯＡは同一でも異なっていてもよい炭素数2～4のオキシアルキレン基を示し、ｐは0～20の数を示す。）

で示されるグリシジルエーテルが好ましい。グリシジルエーテルを開環して得られるグリセリルエーテルは、溶剤、乳化剤、分散剤、洗浄剤、増泡剤等として有用な化合物である。

【００１４】

上記式中、Ｒで示される一部もしくは全部の水素原子がフッ素原子で置換されていてもよい炭素数1～20の炭化水素基としては、例えば、炭素数1～20の直鎖又は分岐鎖のアルキル基、炭素数2～20の直鎖又は分岐鎖のアルケニル基、炭素数6～14のアリール基等が挙げられる。

【００１５】

当該炭化水素基として具体的には、例えば、メチル基、エチル基、ｎ－プロピル基、ｎ－ブチル基、ｎ－ペンチル基、ｎ－ヘキシル基、ｎ－ヘプチル基、ｎ－オクチル基、ｎ－ノニル基、ｎ－デシル基、ｎ－ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、エイコシル基、２－プロピル基、２－ブチル基、２－メチル－２－プロピル基、２－ペンチル基、３－ペンチル基、２－ヘキシル基、３－ヘキシル基、２－オクチル基、２－エチルヘキシル基、フェニル基、ベンジル基等が挙げられる。また、炭化水素基の水素原子がフッ素原子に置換されたものとしては、例えば、ナノフルオロヘキシル基、ヘキ

サフルオロヘキシル基、トリデカフルオロオクチル基、ヘプタデカフルオロオクチル基、ヘプタデカフルオロデシル基等のパーフルオロアルキル基等、前記例示する炭化水素基の水素原子がフッ素原子に、置換度及び置換位置は特に限定されず任意に置換されたものが挙げられる。

【００１６】

ＯＡで示される炭素数２～４のオキシアルキレン基の具体例としては、オキシエチレン基、オキシトリメチレン基、オキシプロピレン基、オキシブチレン基等のアルキレンオキサイドが挙げられる。

【００１７】

なお、Ｒとして示される炭化水素基の炭素数としては、反応選択率を向上させる観点から、好ましくは1～12である。また、ｐとしては、好ましくは0～6、より好ましくは0である。

【００１８】

本発明において、原料として好適に使用されるグリシジルエーテルとしては、具体的には、例えば、ｎ－ブチルグリシジルエーテル、２－メチル－プロピルグリシジルエーテル、ｎ－ペンチルグリシジルエーテル、２－メチル－ブチルグリシジルエーテル、ｎ－ヘキシルグリシジルエーテル、２－メチル－ペンチルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、ｎ－オクチルグリシジルエーテル、２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテル、イソデシルグリシジルエーテル、ｎ－ステアリルグリシジルエーテル等が挙げられる。

【００１９】

本発明において、原料の加水分解反応に使用される水の種類は、本発明の所望の効果の発現を阻害しない限り特に限定されるものではない。水としては、例えば、イオン交換水、蒸留水、逆浸透濾過処理水等が挙げられ、本発明の本質を損なわない範囲で、水道水のような塩類等を含有するものを使用しても差し支えない。

【００２０】

有機物に対する水の量は、特に限定されないがモル換算で、その化学量論量の好ましくは20～500倍であり、より好ましくは40～300倍であり、さらに好ましくは70～200倍である。かかる範囲内において、原料としての有機物と生成した加水分解物の二量化等の副反応の進行が抑制されて、加水分解物の反応選択率がより高まる。

【００２１】

本発明の製造方法では、上記のような原料となる有機物及び水を混合して有機物の加水分解反応を行う。

【００２２】

本発明において、有機物と水との混合及び有機物の加水分解反応は、反応器中で混合とともに、加水分解反応を行ってもよく(態様１)、混合器にて混合し、ついで反応器中で加水分解反応を行ってもよい(態様２)。なお、態様１においては、反応器が混合部と反応部を兼ねることになり、態様２においては、混合器が混合部に、反応器が反応部に、それぞれ対応する。

【００２３】

有機物と水との混合は、5.5(1/sec)以上、好ましくは10(1/sec)以上、より好ましくは20(1/sec)以上、さらに好ましくは100(1/sec)以上の剪断速度Ｕ／Ｄminで行う。かかる剪断速度で有機物と水とを混合することにより、有機物と水とを反応に良好な混合状態で加水分解反応に供することができる。従って、態様２において、混合した有機物と水の混合物は、その混合状態を維持した状態で速やかに加水分解反応に供することが好ましい。

【００２４】

剪断速度Ｕ／Ｄminにおいて、Ｄminは混合部の流路最小内径(㎜)であり、ＵはＤminにおける有機物と水の混合物の流速(㎜/sec)である。なお、混合物の流量をＱ（ml／sec）とするとＵ(㎜/sec)は次式（１）で求めることができる。ここでｎは、流路最小内径の数を示し、例えば多孔版タイプの縮流型混合器を使用する場合は該混合器における孔数をあ

らわす。

$$U(mm/sec)=Q\times1000/(n\times\pi\times(Dmin)^2/4) \quad (1)$$

また、混合部の断面形状は必ずしも円でなくても良い。円以外の形状の場合にUは流路最小断面積における流速を意味する。この場合、Dminには流路最小断面積と等しい面積を有する円の直径を用いる。

【００２５】

混合部の流路最小内径は、生産性の観点からは1ｍｍ以上が好ましく、有機物と水との混合が良好になる観点からは15ｍｍ以下が好ましい。以上の観点から、流路最小内径は、1～15ｍｍが好ましく、1～10ｍｍがより好ましい。なお、混合部の流路最小内径とは、態様１においては混合器の流路最小内径を、態様２においては反応器の流路最小内径を、それぞれ指すものとする。

【００２６】

混合時間としては、有機物と水とが十分に混ざり合う程度であれば特に限定されないが、連続式の場合は、概ね0.001秒～10時間の範囲で選択されることが好ましく、0.001秒～1時間の範囲で選択されることがより好ましく、0.001秒～10分の範囲で選択されることがさらに好ましい。なお、連続式の混合器における混合時間とは、かかる混合器に反応液が滞留している時間を意味し、混合器の容積を反応器に供給される単位時間あたりの原料流量で除した値を示す。

【００２７】

また、加水分解反応の反応温度は、有機物と水との反応性を高める観点及び反応装置の腐食を抑制する観点から、150～350℃、好ましくは200～300℃、より好ましくは250～290℃である。反応圧力は、水の飽和蒸気圧以上の加圧下で、水を液体状に保持しうる条件下である。

【００２８】

反応時間としては、反応温度や用いる原料の種類等により異なり一概には決められないが、回分式の場合は、原料等の仕込み終了から、一方、連続式の場合は、反応の定常状態に達してから、概ね0.1分～10時間の範囲で選択されることが好ましく、より好ましくは0.1分～1時間、さらに好ましくは0.1分～10分である。なお、連続式の反応器における反応時間とは、かかる反応器に反応液が滞留している時間を意味し、反応器の容積を反応器に供給される単位時間あたりの原料流量で除した値を示す。

【００２９】

本発明においては、加水分解反応を高温で行うため、無触媒下でも反応が進行するが、酸やアルカリの触媒を添加することも可能である。本発明において使用される触媒としては特に限定されるものではないが、例えば、一般に加水分解反応において使用される、酸、塩基、酸と塩基の併用系等を挙げることができる。

【００３０】

触媒を使用する場合、その使用量としては、所望の原料の加水分解反応効率が得られれば特に限定されるものではないが、概ね原料である有機物100重量部に対して、好ましくは0.01～10重量部、より好ましくは0.1～5重量部である。

【００３１】

予め有機物と水とを混合するために使用する混合器としては、回分式では、例えば、プロペラミキサー、アジホモミキサー、ホモミキサーや、剪断性の高いディスクタービン型攪拌翼、傾斜パドル型攪拌翼、パドル型攪拌翼等が好適に使用され、連続式では、例えば、パイプラインミキサー、ラインホモミキサー、超音波ミキサー、高圧ホモジナイザー、剪断性の高い渦巻きポンプ等のポンプ類、ディスパー、静止型混合器等が好適に使用される。これらのなかでは構造がシンプルでメンテナンスが容易なことから静止型混合器を使用することが好ましく、なかでも混合部の流体剪断速度が大きく混合効果が高いことからオリフィス型の縮流型混合器がより好ましい。

【００３２】

混合器にて有機物と水とを混合する際の温度は特に限定されないが、反応温度と同程度

の温度が好ましい。

【００３３】

加水分解反応を行うための反応器としては、連続式では、管型反応器、塔型反応器等の流通式管型形式の反応器や、連続式撹拌槽型反応器等の半回分形式の反応器等が挙げられる。

【００３４】

なお、態様１においては、反応器が混合部と反応部を兼ねることとなるが、この場合の混合は反応液の流動や拡散による。

【００３５】

本発明に用いる反応器の材質は特に限定されず、一般的に化学反応に利用される素材を任意に使用することができる。具体例としては、鋼材、ステンレス鋼、カーペンター２０等のＦｅ-Ｃｒ-Ｎｉ合金、銅合金、アルミニウム合金、Ｎｉ-Ｃｒ-Ｆｅ合金、Ｎｉ-Ｃｕ合金、Ｎｉ-Ｍｏ-Ｆｅ-Ｃｒ合金、コバルト合金、チタン合金、ジルコニウム合金、モリブデン、クロム等の金属材料；硬質ガラス、石英ガラス、磁器、グラスライニング、合成樹脂、セラミック材料等が挙げられる。これらの中でも材質腐食が懸案される超臨界水条件に近い温度条件で反応を行う場合には、オーステナイト系ステンレス鋼、Ｎｉ-Ｃｒ-Ｆｅ合金、Ｎｉ-Ｍｏ-Ｆｅ-Ｃｒ合金等の金属材料が好ましく、Ｎｉ-Ｃｒ-Ｆｅ合金及びＮｉ-Ｍｏ-Ｆｅ-Ｃｒ合金がより好ましい。

【００３６】

本発明の方法において、加水分解反応は、原料を１バッチ当たりに要する量だけ供給し、単回で加水分解反応を行う回分式、及び原料を連続的に供給して加水分解反応を行う連続式のいずれの方法によっても実施することができるが、温度の昇降にかかる時間が短く、反応条件の制御が容易であり、反応を効率的に進行させうる特性を有する観点から、加水分解反応を連続的に行うことが好ましい。

【００３７】

加水分解反応を連続的に行うに際しては、操作性や高圧反応時の耐圧性が良好であることから、管型反応器を使用することが好ましい。さらに混合器を使用する場合には、構造がシンプルでメンテナンスが容易なことから、静止型混合器を使用することが好ましく、なかでも混合部の流体剪断速度が大きく混合効果が高いことからオリフィス型の縮流型混合器がより好ましい。

【００３８】

反応終了後は、例えば、得られた反応混合物を所望の温度まで冷却し、所望により、公知の方法に従って蒸発又は蒸留、自然沈降又は遠心沈降等を行って該混合物を精製し、未反応の水と分離することにより加水分解物を得ることができる。

【実施例】

【００３９】

実施例１

図１に示す反応装置を用いた。図１に示す装置は、管型反応器１、冷却器２、原料供給部３、水供給部４及び分離回収槽５を備えている。原料供給部３と水供給部４はそれぞれ管型反応器１に接続されている。

【００４０】

原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを0.73ｇ/minで、イオン交換水を7.03ｇ/minで、原料供給部３及び水供給部４から、反応温度と同じ温度に予熱した後に、管型反応器１（流路最小内径：1.0ｍｍ、管長：10m、材質：SUS316）に連続的に供給した。

【００４１】

管型反応器１において、内部流体の温度（反応温度）は250℃になるように加熱し、管型反応器１内の圧力（反応圧力）は5MPaとなるように背圧弁６で調整して、かかる温度及び圧力条件下で原料有機物の加水分解反応を行った。なお、250℃における水の飽和蒸気圧は4.0MPaであり、反応の定常状態において原料有機物に対する水の量は、モル換算で、

その化学量論量の100倍であった。

【００４２】

加水分解反応後、反応混合物を冷却器２で40～50℃に冷却した後、背圧弁６を通して分離回収槽５に回収した。分離回収槽５で反応混合物を分層し、反応物は上層として回収した。

【００４３】

グリシジルエーテルを供給し、加水分解反応を開始してから１時間後に反応物をサンプリングして、ガスクロマトグラム（ガスクロマトグラフィー装置：Agilent Technologies製、Agilent 6850 Series II、キャピラリーカラム：HP-ULTRA2　12m×0.2mm×0.33μm、内標物質：ｎ－デカン）からグリセリルエーテルの反応転化率及び２量体生成率を求めた。結果を表１に示す。なお、反応転化率は、反応したグリシジルエーテル(モル)／供給したグリシジルエーテル(モル)×100により算出した。また、副反応を示す２量体生成率は、反応物中の２量体量(モル％)／反応転化率(モル％)×100により算出した。

【００４４】

実施例２

管長3.1mの管型反応器１を用い、反応温度を270℃、反応圧力を７MPaに調整し、原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを0.23ｇ/minで、イオン交換水を2.2ｇ/minで供給した以外は実施例１と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。なお、270℃における水の飽和蒸気圧は5.5MPaである。

【００４５】

実施例３

原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを1.64ｇ/minで、イオン交換水を15.9ｇ/minで、流路最小内径3.0ｍｍ、管長2.0mの管型反応器１に連続的に供給した以外は実施例２と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００４６】

実施例４

反応温度を290℃、反応圧力を９MPaに調整した以外は、実施例３と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。なお、290℃における水の飽和蒸気圧は7.4MPaである。

【００４７】

実施例５

原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを18.17ｇ/minで、イオン交換水を176ｇ/minで、流路最小内径10ｍｍ、管長2.0mの管型反応器１に連続的に供給した以外は、実施例４と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００４８】

実施例６

図２に示す反応装置を用いた。図２に示す装置は、管型反応器１、冷却器２、原料供給部３、水供給部４、分離回収槽５及び混合器７を備えている。原料供給部３と水供給部４はそれぞれ混合器７に接続されている。

【００４９】

原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを67.9ｇ/minで、イオン交換水を657ｇ/minで、原料供給部３及び水供給部４から反応温度と同じ温度に予熱した後に混合器７に供給した。混合器７の配管内には縮流型混合器（商品名：分散君、（株）フジキン製、縮流部内径1.0ｍｍφ、管長：0.05m、４孔タイプと５孔タイプで１セットになったものを５セット使用）を設置した。混合器にて混合された反応原料は、管型反応器１（流路最小内径：16ｍｍ、管長：5.4m、材質：SUS316）に連続的に供給した。

【００５０】

管型反応器１において、内部流体の温度（反応温度）を270℃になるように加熱し、管型反応器１内の圧力（反応圧力）を7MPaとなるように調整し、かかる温度、圧力条件下で原料有機物の加水分解反応を行った。反応の定常状態において原料有機物に対する水の量

は、モル換算で、その化学量論量の100倍であった。

【００５１】

加水分解反応後、反応混合物を冷却器２で40～50℃に冷却した後、背圧弁６を通して分離回収槽５に回収した。分離回収槽５で反応混合物を分層し、反応物は上層として回収した。

【００５２】

グリシジルエーテルを供給し、加水分解反応を開始してから１時間後に反応物をサンプリングして、ガスクロマトグラムからグリセリルエーテルの反応転化率及び２量体生成率を求めた。結果を表１に示す。

【００５３】

実施例７

反応温度を290℃、反応圧力を9MPaに調整し、原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを102ｇ/minで、イオン交換水を985ｇ/minで混合器７に連続的に供給した以外は実施例６と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００５４】

実施例８

原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを69.7ｇ/minで、イオン交換水を472ｇ/minで混合器７に連続的に供給し、反応の定常状態において原料有機物に対する水の量をモル換算で、その化学量論量の70倍とした以外は実施例６と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００５５】

実施例９

原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを26.9ｇ/minで、イオン交換水を520ｇ/minで混合器７に連続的に供給し、反応の定常状態において原料有機物に対する水の量をモル換算で、その化学量論量の200倍とした以外は実施例８と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００５６】

実施例１０

管長10.8ｍの管型反応器１を用い、原料としてイソデシルグリシジルエーテルを77.0ｇ/minで、イオン交換水を647ｇ/minで混合器７に連続的に供給し、反応温度を280℃に、反応圧力を8MPaに調整し調整した以外は実施例６と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。なお、280℃における水の飽和蒸気圧は6.4MPaである。

【００５７】

実施例１１

図２に示す反応装置を用い、原料として２－エチル－ヘキシルグリシジルエーテルを4650ｇ/minで、イオン交換水を45000ｇ/minで反応温度と同じ温度に予熱した後に連続的に供給し、混合器７の配管内には縮流型混合器（商品名：分散君、（株）フジキン製、縮流部内径3.0ｍｍφ、管長：0.05m、２０孔タイプと２５孔タイプで１セットになったものを５セット使用）を設置した。混合器にて混合された反応原料は、管型反応器１（流路最小内径：50ｍｍ、管長：74m）に連続的に供給した。

管型反応器１において、反応温度を250℃になるように加熱し、反応圧力を8MPaとなるように調整し、かかる温度、圧力条件下で原料有機物の加水分解反応を行った。

結果を表１に示す。

【００５８】

比較例１

図２に示す反応装置の代わりに図１に示す反応装置を用い、混合器７を使用しなかった以外は、実施例６と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００５９】

比較例２

図２に示す反応装置の代わりに図１に示す反応装置を用い、混合器７を使用しなかった

以外は、実施例８と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００６０】

比較例３

図２に示す反応装置の代わりに図１に示す反応装置を用い、混合器７を使用しなかった以外は、実施例９と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００６１】

比較例４

図２に示す反応装置の代わりに図１に示す反応装置を用い、混合器７を使用しなかった以外は、実施例１０と同様にして、グリセリルエーテルを製造した。結果を表１に示す。

【００６２】

なお、実施例１～５及び比較例１～４では、混合器を有していない反応装置を使用しているが、反応器が混合部と反応部を兼ねているものとする。

【００６３】

【表１】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
原料有機物*	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	A	A	A	A	B
原料流量															
原料有機物 (g／min)	0.73	0.23	1.64	1.64	18.17	67.9	102	69.7	26.9	77.0	4,650	67.9	69.7	26.9	77.0
(ml/nin)	1.02	0.33	2.35	2.41	26.70	97.45	150	100	38.6	111	6,522	97.4	100	38.6	111
水 (g／min)	7.03	2.20	15.9	15.9	176	657	985	472	520	647	45,000	657	472	520	647
(ml/nin)	9.17	3.01	21.7	22.9	254	898	1,420	645	711	907	58,693	898	645	711	907
混合器	—	—	—	—	—	縮流型	縮流型	縮流型	縮流型	縮流型	縮流型	—	—	—	—
流路最小内径 Dmin (mm)	—	—	—	—	—	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	3.0	—	—	—	—
管長 (m)	—	—	—	—	—	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	—	—	—	—
滞留時間 t (min)	—	—	—	—	—	0.11	0.071	0.14	0.14	0.11	0.013	—	—	—	—
反応器	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型	管型
流路最小内径 Dmin (mm)	1.0	1.0	3.0	3.0	10	16	16	16	16	16	50	16	16	16	16
管長 (m)	10	3.1	2.0	2.0	2.0	5.4	5.4	5.4	5.4	10.8	74	5.4	5.4	5.4	10.8
滞留時間 t (min)	1.0	1.0	0.8	0.8	0.8	1.5	1.0	2.0	2.0	3.0	3.0	1.5	2.0	2.0	3.0
混合器または反応器															
流路最小内径 Dmin (mm)	1.0	1.0	3.0	3.0	10	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	3.0	16	16	16	16
流路最小内径の数 n (-)	1	1	1	1	1	4	4	4	4	4	20	1	1	1	1
流速 U (mm/sec)	216	71	57	60	59	5,280	8,326	3,951	3,974	5,405	7,689	83	63	64	83
U／Dmin (1/sec)	216	71	19	20	5.9	5,280	8,326	3,951	3,974	5,405	2,563	5.2	4.0	4.0	5.2
反応条件															
反応温度 (℃)	250	270	270	290	290	270	290	270	270	280	250	270	270	270	280
反応圧力 (MPa)	5	7	7	9	9	7	9	7	7	8	8	7	7	7	8
水／原料有機物の混合比 (モル比) —	100	100	100	100	100	100	100	70	200	100	100	100	70	200	100
反応結果															
反応転化率 (モル%)	99.5	99.2	97.8	100.0	99.3	82.8	100.0	83.7	99.1	96.5	99.6	60.3	66.8	76.7	94.9
反応物中の2量体量 (モル%)	1.4	1.2	2.0	2.2	2.1	1.8	1.6	2.1	1.7	3.8	3.2	1.2	1.7	1.2	5.1
2量体生成率 (モル%)	1.4	1.3	2.1	2.2	2.1	2.1	1.6	2.5	1.7	3.9	3.2	1.9	2.6	1.6	5.4

＊ 原料有機物A：2-エチルヘキシルグリシジルエーテル
原料有機物B：インデシルグリシジルエーテル

【００６４】

以上の結果より、比較例と対比して、実施例は、反応転化率が高く、２量体生成率も低

いため、効率よく加水分解できていることが分かる。

【産業上の利用可能性】

【００６５】

本発明により得られる加水分解物、例えば、グリシジルエーテルを加水分解して得られるグリセリルエーテルは、溶剤、乳化剤、分散剤、洗浄剤、増泡剤等に使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【００６６】

【図１】本発明の製造方法の実施に好適に使用される装置の一例を示す装置概略図である。

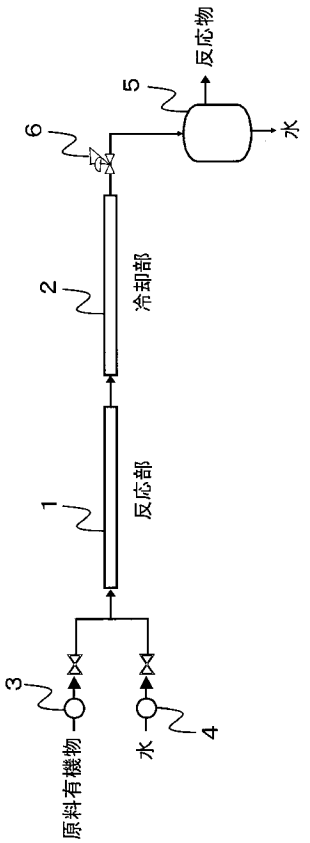
【図２】本発明の製造方法の実施に好適に使用される装置の一例を示す装置該略図である。

【符号の説明】

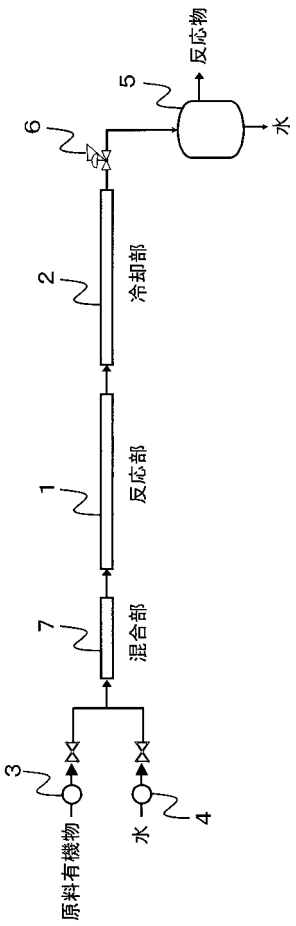
【００６７】

1　管型反応器
2　冷却器
3　原料供給部
4　水供給部
5　分離回収槽
6　背圧弁
7　混合器

【図１】



【図２】



フロントページの続き

(56)参考文献　特開２００３－２６７９０２（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０７Ｃ　４１／２６
Ｃ０７Ｃ　４３／１３