

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号
特表2023-535357
(P2023-535357A)

(43)公表日 令和5年8月17日(2023.8.17)

(51)国際特許分類	F I	テーマコード(参考)
C 0 7 C 45/78 (2006.01)	C 0 7 C 45/78	4 H 0 0 6
C 0 7 C 49/08 (2006.01)	C 0 7 C 49/08	J
C 0 7 C 45/82 (2006.01)	C 0 7 C 45/82	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全15頁)

(21)出願番号	特願2023-503035(P2023-503035)	(71)出願人	508364749 ケロッグ ブラウン アンド ルート エル エルシー
(86)(22)出願日	令和3年7月15日(2021.7.15)		アメリカ合衆国 77002 テキサス州 ヒューストン ジェファーソン ストリート 601 Jefferson Street Houston TX 77002 (U.S.)
(85)翻訳文提出日	令和5年2月22日(2023.2.22)	(74)代理人	610000578 名古屋国際弁理士法人
(86)国際出願番号	PCT/US2021/041877	(72)発明者	ヴァー トリュック ヴァン アメリカ合衆国 テキサス州 77002 ヒューストン ジェファーソン アヴェニュー 601 シー／オー ケロッグ ブラ 最終頁に続く
(87)国際公開番号	WO2022/016007		最終頁に続く
(87)国際公開日	令和4年1月20日(2022.1.20)		
(31)優先権主張番号	16/932,244		
(32)優先日	令和2年7月17日(2020.7.17)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		
(81)指定国・地域	AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA, ,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,A T,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR ,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC, 最終頁に続く		

(54)【発明の名称】 低アルデヒド類含量アセトンの製造方法

(57)【要約】

クメンヒドロペルオキシド(CHP)からアセトンを生成するための方法およびシステムが開示される。当該方法およびシステムは、アセトンを生成物/反応物の流れに含まれる他の成分から分離するように構成されたアセトン精製塔を含む。アセトン精製塔には、塔の内容物の一部を苛性処理槽へ送るように構成されたサイドドローが備えられ、苛性処理槽では、内容物を希アルカリ性水溶液と反応させて、アセトン生成物からアルデヒド類を除去する。苛性処理槽の内容物は、その後、アセトン精製塔に戻される。アルデヒド類の除去に独立した苛性処理槽を用いることによって、アセトン生成物とアルカリ溶液との接触時間が長くなり、それによってより多くのアルデヒド類の除去が可能になる。

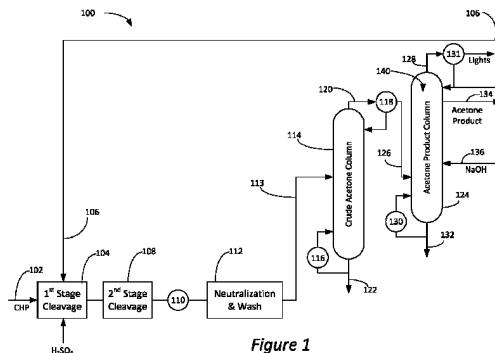


Figure 1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

アセトン生成プロセスにおいてアセトンを精製する方法であって、粗アセトン留分をアセトン精製塔（A P C）における第1供給点へ供給することと、前記粗アセトン留分の一部を、前記第1供給点の上方に位置する前記A P Cの第1サイドドローを経由して、前記A P Cから移すことと、前記粗アセトン留分の移された前記一部を苛性処理槽に供給することと、アルカリ性水溶液を前記苛性処理槽に供給することと、塔底流を、前記苛性処理槽から、前記第1供給点と前記第1サイドドローとの間に位置している第2供給点を経由して前記A P Cへ戻すことと、第1サイドドローの上方に位置する第2サイドドローから精製アセトンを取得することと、を備える方法。

【請求項 2】

前記粗アセトン留分は、前記A P Cの上流の粗アセトン塔（C A C）からの塔頂流として取得される、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記粗アセトン留分は、アセトン、水、クメン、アルファ-メチルスチレン（A M S）、フェノール、メタノール、およびアルデヒド類を含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項 4】

前記粗アセトン留分は、60から1000 ppm (v o l) のアルデヒド類を含んでおり、前記アルデヒド類は、アセトアルデヒドおよび／またはプロピオナルデヒドを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 5】

前記粗アセトン留分は、50から500 ppm (v o l) のメタノールを含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項 6】

前記アルカリ性水溶液は、アルカリまたはアルカリ土類金属の酸化物、水酸化物、またはフェネートを含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項 7】

前記アルカリ性水溶液は、水酸化ナトリウムを含んでいる、請求項4に記載の方法。

【請求項 8】

前記水酸化ナトリウムは、約0.1から約15%の濃度を有する、請求項5に記載の方法。

【請求項 9】

前記苛性処理槽は、約45から約75の温度を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項 10】

前記苛性処理槽は、内部部品を備えない、請求項1に記載の方法。

【請求項 11】

前記苛性処理槽は、混合を行う固定式の内部部品を備える、請求項1に記載の方法。

【請求項 12】

前記苛性処理槽は、攪拌機を備える、請求項1に記載の方法。

【請求項 13】

前記苛性処理槽は、循環ポンプを備える、請求項1に記載の方法。

【請求項 14】

前記苛性処理槽は、約3から約60分の滞留時間を探する、請求項1に記載の方法。

【請求項 15】

前記粗アセトン留分の移された前記一部を前記苛性処理槽に供給する前に、前記粗アセトン留分の移された前記一部をゼオライト吸着剤に接触させて、前記粗アセトン留分の移された前記一部からメタノールを除去することを更に備える、請求項1に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 1 6】

前記精製アセトンは、総量で約 2 0 p p m w t 未満のアルデヒド類を含んでいる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 7】

前記精製アセトンは、1 2 時間を超える過マンガン酸時間有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 8】

前記精製アセトンは、1 0 0 p p m (w t) 未満のメタノールを含有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 9】

精製アセトンを回収するためのシステムであって、
クメンヒドロペルオキシド開裂反応の生成物を、粗アセトンを含んでいる塔頂留分とフエノールを含んでいる塔底留分とに分離するように構成された粗アセトン塔 (C A C) と

、
アセトン精製塔 (A P C) であって、

前記粗アセトンを前記 A P C における第 1 供給点で受け取り、

前記粗アセトンを精製アセトンと残存重質化合物とに分離し、

前記精製アセトンを、前記第 1 供給点の上方に位置する第 1 サイドドローにて供給するように構成されたアセトン精製塔 (A P C) と、

苛性処理槽であって、

前記 A P C における前記第 1 供給点の上方かつ第 1 サイドドローの下方に位置する前記 A P C の第 2 サイドドローから引き出された前記粗アセトンの一部を受け取り、

アルカリ性水溶液の供給を受け、

前記粗アセトンの前記一部と前記アルカリ性水溶液とを混合し、

前記苛性処理槽の内容物を前記 A P C の第 2 供給点に戻すように構成されており、

前記第 2 供給点が、前記第 1 供給点と前記第 2 サイドドローとの間に位置する苛性処理槽と、

を備えるシステム。

【請求項 2 0】

前記粗アセトン留分は、アセトン、水、クメン、アルファ - メチルスチレン (A M S) 、フェノール、メタノール、およびアルデヒド類を含んでいる、請求項 1 5 に記載のシステム。

【請求項 2 1】

前記アルカリ性水溶液は、水酸化ナトリウムを含んでいる、請求項 1 5 に記載のシステム。

【請求項 2 2】

前記苛性処理槽は、約 3 から約 6 0 分の滞留時間を提供する、請求項 1 5 に記載のシステム。

【請求項 2 3】

前記苛性処理槽は、内部部品を備えない、請求項 1 5 に記載のシステム。

【請求項 2 4】

前記苛性処理槽は、混合を行う固定式の内部部品、攪拌機、または循環ポンプのうちの 1 つ以上を備える、請求項 1 5 に記載のシステム。

【発明の詳細な説明】**【0 0 0 1】****[発明の分野]**

本願は、クメンからアセトンを生成するための方法およびシステムに関する。より具体的には、実施形態は、生成されたアセトンの純度を向上させることに関する。

【0 0 0 2】**[始めに]**

10

20

30

40

50

フェノールおよびアセトンは様々な方法で製造されており、最も一般的な方法は、とりわけホック法、ホック・ラング法、またはクメン・フェノール法として様々に知られている。この方法は、クメン(イソプロピルベンゼン)を酸化してクメンヒドロペルオキシド(CHP)を生成することから始まる。CHPは、その後、酸触媒の存在下で開裂され、フェノール、アセトン、および/またはアルファ-メチルスチレン('AMS')の混合物を生成する。当該混合物は、続いて中和および分留されて、最終生成物のフェノール、アセトン、および/またはAMSが回収される。

【0003】

このような方法は何十年も使用されてきたが、生成されたアルデヒド類の純度を最適化することが、引き続き求められている。

10

【0004】

[概要]

本明細書には、アセトン生成プロセスにおいてアセトンを精製する方法が開示されている。当該方法は、粗アセトン留分をアセトン精製塔(APC)における第1供給点へ供給することと、粗アセトン留分の一部を、第1供給点の上方に位置するAPCの第1サイドドローを経由して、APCから移すことと、粗アセトン留分の移された一部を苛性処理槽へ供給することと、アルカリ性水溶液を苛性処理槽に供給することと、塔底流を、苛性処理槽から、第1の供給点と第1サイドドローとの間に位置している第2供給点を経由してAPCへ戻すことと、第1サイドドローの上方に位置する第2サイドドローから精製アセトンを取得することと、を備える。いくつかの実施形態によると、粗アセトン留分は、APCの上流の粗アセトン塔(CAC)からの塔頂流として取得される。いくつかの実施形態によると、粗アセトン留分は、アセトン、水、クメン、アルファ-メチルスチレン(AMS)、フェノール、メタノール、およびアルデヒド類を含んでいる。いくつかの実施形態によると、粗アセトン留分は、60から1000 ppm(v/o)のアルデヒド類を含んでおり、当該アルデヒド類は、アセトアルデヒドおよび/またはプロピオンアルデヒドを含む。いくつかの実施形態によると、粗アセトン留分は、50から500 ppm(v/o)のメタノールを含んでいる。いくつかの実施形態によると、アルカリ性水溶液は、アルカリまたはアルカリ土類金属の酸化物、水酸化物、またはフェネートを含んでいる。いくつかの実施形態によると、アルカリ性水溶液は、水酸化ナトリウムを含んでいる。いくつかの実施形態によると、水酸化ナトリウムは、約0.1から約15%の濃度を有する。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、約45から約75の温度を有する。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、内部部品を備えない。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、混合を行う固定式の内部部品を備える。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、攪拌機を備える。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、循環ポンプを備える。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、約3から約60分の滞留時間を提供する。いくつかの実施形態によると、当該方法は、粗アセトン留分の移された一部を苛性処理槽に供給する前に、粗アセトン留分の移された一部をゼオライト吸着剤に接触させて、粗アセトン留分の移された一部からメタノールを除去することを更に備える。いくつかの実施形態によると、精製アセトンは、総量で約20 ppmwt未満のアルデヒド類を含んでいる。いくつかの実施形態によると、精製アセトンは、12時間を超える過マンガン酸時間を持つ。いくつかの実施形態によると、精製アセトンは、100 ppm(wt)未満のメタノールを含有する。

20

30

40

【0005】

本明細書中には、精製アセトンを回収するためのシステムも開示されている。当該システムは、クメンヒドロペルオキシド開裂反応の生成物を、粗アセトンを含んでいる塔頂留分とフェノールを含んでいる塔底留分とに分離するように構成された粗アセトン塔(CAC)と、アセトン精製塔(APC)であって、粗アセトンをAPCにおける第1供給点で受け取り、粗アセトンを精製アセトンと残存重質化合物とに分離し、精製アセトンを、第1供給点の上方に位置する第1サイドドローにて供給するように構成されたアセトン精製塔(APC)と、苛性処理槽であって、APCの第1供給点の上方かつ第1サイドドロー

50

の下方に位置する A P C の第 2 サイドドローから引き出された粗アセトンの一部を受け取り、アルカリ性水溶液の供給を受け、粗アセトンの一部とアルカリ性水溶液とを混合し、苛性処理槽の内容物を A P C の第 2 供給点に戻すように構成されており、第 2 供給点が、第 1 供給点と第 2 サイドドローとの間に位置する苛性処理槽と、を備える。いくつかの実施形態によると、粗アセトン留分は、アセトン、水、クメン、アルファ - メチルスチレン (A M S)、フェノール、メタノール、およびアルデヒド類を含んでいる。いくつかの実施形態によると、アルカリ性水溶液は、水酸化ナトリウムを含んでいる。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、約 3 から約 60 分の滞留時間を提供する。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、内部部品を備えない。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽は、混合を行う固定式の内部部品、攪拌機、または循環ポンプのうちの 1 つ以上を備える。

10

【図面の簡単な説明】

【0 0 0 6】

【図 1】図 1 は、アセトンおよびフェノールをクメンヒドロペルオキシド (C H P) から生成するためのシステムの実施形態を示している。

【図 2】図 2 は、アセトンを精製するための改良型システムであって、生成されたアセトンの一部が苛性反応槽内で苛性物質と反応するシステムの実施形態を示している。

【図 3】図 3 は、アセトンを精製するための改良型システムであって、生成されたアセトンの一部を吸着剤槽内を通過させて、生成されたアセトンからアルキルアルコールを除去するシステムの実施形態を示している。

20

【図 4】図 4 は、アセトンを精製するための改良型システムであって、生成されたアセトンの一部を吸着剤槽内を通過させて、生成されたアセトンからアルキルアルコールを除去するシステムの更なる実施形態を示している。

【発明を実施するための形態】

【0 0 0 7】

〔 詳細な説明 〕

図 1 は、アセトンおよびフェノールをクメンヒドロペルオキシド (C H P) から生成するためのシステム 100 を示している。システム 100 (および本明細書に記載されているその他のシステム) の一部の特徴および設備であって、本明細書には特に関連しないがこのようなシステムの実際の動作において実装されるものについては、ここでは述べられていないことを理解されたい。このような特徴および設備は当該技術分野で知られており、上記の組み込まれた参考文献に記載されている可能性がある。

30

【0 0 0 8】

濃縮された C H P は、ライン 102 を経由してシステムに入る。ライン 102 内での C H P の濃度は、約 65 ~ 90 w t % 、より一般的には約 80 ~ 85 w t % 、例えば約 82 w t % まであってもよい。C H P は、例えば、その全内容が参照により本明細書に組み込まれる米国特許第 8,697,917 号に記載されているように、クメンの酸化によって生成されてもよい。クメンの酸化 (図示なし) から得られる酸化生成物は、C H P を含んでおり、また、アルファ - メチルスチレン (A M S) 、ジメチルベンジルアルコール (D M B A) 、および / またはアセトフェノン (A C P) のうちの 1 つ以上を含んでいてよい。

40

【0 0 0 9】

濃縮された C H P は、例えば米国特許第 5,371,305 号に記載されているように、1 つまたは直列の 2 つの開裂反応器に供給される。図示のシステム 100 では、直列の 2 つの開裂反応器が示されている。C H P は、第 1 開裂反応器 104 に供給され、そこで酸触媒によって開裂される。酸触媒は、例えば硫酸 (H₂S O₄) であってもよい。図示の実施形態において、第 1 開裂反応器は、例えば逆混合槽型反応器であってもよく、50

から 80 の間で稼働してもよい。第 1 開裂反応器では、C H P は、i) C H P が開裂され、フェノールおよびアセトンを生成する、および ii) C H P が平衡反応において D M B A と一部反応し、中間生成物であるジクミルペルオキシド (D C P) および水を生成

50

する、という2つの反応において一部反応する。DMAは、一部脱水されてAMSになる。AMSは、逐次反応においてフェノールと反応し、高沸点クミルフェノールになる。またAMSは、高沸点の二量体を生成し得る。ハイドロキシアセトン(HA)、2-メチルベンゾフラン(2-MBF)、および酸化メシチル(MO)等の更なる副生成物も生成し得る。開裂反応は発熱性の高い反応であるため、再循環されたアセトンを開裂反応器に供給して適切な希釈を継続し、それによって望ましくない副生成物の生成を最小限に抑えてもよい。図示の実施形態では、再循環される生成物であるアセトンが、ライン106を経由して第1開裂反応器に供給される。水を加えて開裂の収率を最適化してもよい。

【0010】

図示の実施形態において、第1開裂反応器104の生成物は、第2開裂反応器108に供給され、そこでは、i) 第1開裂反応器からの残存CHPがフェノールとアセトンとに開裂する、ii) 第1開裂反応器からの残存DMAが脱水によりAMSになる、およびiii) DCPがAMS、フェノール、およびアセトンに変換される、という3つの主な反応が起こる。第2段階の開裂反応器は、例えば約105から145の温度のプラグフロー反応器であってもよく、蒸気で加熱されてもよい。

【0011】

図示のシステム100では、第2開裂反応器108からの開裂生成物は、冷却器110を用いて冷却され、1つ以上の中和・洗浄ユニット112へ導かれる。開裂を経た流出物には、開裂反応の触媒として使用された硫酸が含まれている。下流の設備における腐食の問題を防ぐためには、酸を抽出し、水酸化ナトリウム等の1つ以上の塩基、および/または1種以上の塩類溶液を用いて中和する必要がある。例えば、塩類溶液はナトリウムフェネートであるか、またはナトリウムフェネートを含み得る。塩類溶液は、開裂生成物内で継続している開裂反応を、低減または停止させることが可能である。したがって、中和・洗浄ユニット112は、中和された開裂生成物を生成可能である。

【0012】

開裂および中和に続くステップ(すなわち、アセトン分留)は、主に、生成物(アセトンおよびフェノール)の精製と、副生成物および再循環可能なクメンの回収を目指している。アセトン分留システムは、(1)分留供給物中の軽質成分および重質成分の粗分離、および(2)アセトン生成物の精製、を行うためのものである。中和ユニット112からの有機流出物は、ライン113を経由して第1蒸留塔へ流れる。第1蒸留塔は、本明細書では粗アセトン塔(CAC)114と呼ばれる。CACの機能は、中和生成物をフェノール留分とアセトン留分とに分けることである。CACの態様は、米国特許第8,889,915号に記載されており、その全内容は参照により本明細書に組み込まれる。蒸気留分(ライン120)は、アセトン、水、クメン、AMS、少量のフェノール、および供給物中のその他の軽質物質を含んでいる。CACは、CACリボイラ116およびCACコンデンサ118を備えていてもよい。CACリボイラ116は、例えば、高圧蒸気によって加熱される強制循環型熱交換器であってもよい。フェノールを多く含んだ塔底物質(ライン122)は、フェノール分留ユニット(図示なし)へ導かれてよい。塔頂の蒸気(ライン120)は、CACコンデンサ118で一部凝縮される。凝縮された液体はCAC114へ戻され、蒸気留分は、ライン126を経由して、本明細書ではアセトン生成物塔またはアセトン精製塔(APC)124と呼ばれる、第2蒸留塔へ送られる。いくつかの実施形態によると、ライン126を経由してAPC124に供給される蒸気留分は、約7から約12volum-%のクメン、約0.1から約0.2volum-%のフェノール、約40から約50volum-%のアセトン、約1から約2volum-%のAMS、約200から約500ppm(volum-%)のメタノール、および総量で約100から約1000ppm(volum-%)のアルデヒド類を含んでいてよい。

【0013】

APC124は、アセトン生成物から軽質成分を(主にアセトアルデヒドを、ライン128経由で)除去し、アセトンを水、クメン、AMS、およびその他の重質有機物から分離するためのものである。APCの態様は、米国特許第4,340,447号(「'44

10

20

30

40

50

7特許」)に記載されており、その内容は参照により組み込まれる。APCは、APCリボイラ130とAPCコンデンサ131とを備えている。APCリボイラ130への供給は、APC124の塔底トレイの外側の液体トラップから、また塔底からの再循環流から行われてもよく、APCリボイラ130は低圧蒸気によって加熱されてもよい。

【0014】

APC124の内容積部140は、空であってもよく、1つ以上の充填材(fills materials)(図示なし)によって部分的に、または完全に充填されていてもよい。具体的な充填材は、トレイ、充填物(packing)、またはその組合せを含み得るが、これらに限定されない。本明細書中で用いられるように、「トレイ」の語は、APC124内の気相と液相との接触を高め得る1種以上のトレイを含み得るが、これに限定されない。具体的なトレイは、有孔トレイ、シープトレイ、バブルキャップトレイ、フローティングバルブトレイ、固定バルブトレイ、カートリッジトレイ、デュアルフロートトレイ、バッフルトレイ、シャワーデッキトレイ、チムニートレイ、スリットトレイ、またはこれらの任意の組合せを含み得るが、これらに限定されない。本明細書中で用いられるように、「充填材(packing material)」または「充填物(packing)」の語は、APC124内に配置された1種以上の規則的および/または不規則な形状の材料を含み得るが、これに限定されない。充填材は、APC124内の有効表面積を増加させることが可能であり、それによってAPC124内の液相と気相との間の物質移動を向上させることが可能である。充填材は、例えば、金属、非金属、ポリマー、セラミック、ガラス、またはこれらの任意の組合せ等、あらゆる適した材料で作成可能である。不規則充填材の具体例は、ラシヒリング、NeXRingTM、Nutter Ring^sTM、I-RingsTM、C-RingsTM、P-RingsTM、R-RingsTMおよびS-RingsTM、Intalox(登録商標)ULTRA、IMTP(登録商標)、HY-PAK(登録商標)、CASCADE MINI RINGS(登録商標)、FLEXIRING(登録商標)、AHPPサドルリング、ポールリング、SuperBlendTM2-Pac、またはこれらの任意の組合せを含み得るが、これらに限定されない。市販の規則充填物(structured packing)の具体例は、規則充填物(structured packing)、波状シート、捲縮シート(crimped sheets)、金網、格子、ワイヤーメッシュ、またはこれらの任意の組合せを含み得るが、それらに限定されない。充填材は、多成分の流体の物質移動および/または分離を向上させ得る。内容積部140内の充填材および/または充填パターンは、1つ以上の規則充填材および/または不規則充填材を含み得る。2種以上の充填材が、内容積部126内に配置されてもよい。APC124は、APC124の温度、圧力、および内容物と、物理的および化学的に適合する1つ以上の金属材料で作成可能である。適切な金属材料は、クラッド炭素鋼、304ステンレス鋼、316ステンレス鋼といったカーボンおよびステンレススチールを含む鉄合金と、二相ステンレス鋼と、これらの金属材料の組み合わせとを含み得るが、それらに限定されない。更に、APC124は、約40kPa、約50kPa、または約60kPaの最低値から、約80kPa、約90kPa、または約100kPaの最高値までの範囲の圧力温度で稼働可能である。

【0015】

APC124からの最終的な塔底流132は、粗AMS洗浄セクション(図示なし)に供給されてもよい。生成物であるアセトンは、サイドドロー134から取得されてもよい。APC124の還流の一部は、上述のように、ライン106を経由して開裂反応器セクション、例えば第1開裂反応器104に、再循環されてもよい。再循環されるアセトンの量は、開裂反応器へのCHPの供給量に基づいた比率として決められてもよい。例えば、開裂反応器へ再循環されるアセトンの量は、開裂反応器へのCHPの供給量に基づいて、重量比で約0.1から約0.5であってもよい。

【0016】

APC124には、苛性物質を加えるための苛性添加点136が設けられている。苛性物質は、例えば、アルカリまたはアルカリ土類金属の酸化物、水酸化物、またはフェネ-

10

20

30

40

50

トであってもよい。適切な苛性物質の一例は、水酸化ナトリウムである。苛性添加点 136 は、供給流 126 と生成物サイドドロー 134 との間に設けられている。苛性物質は、アセトン生成物中のアルデヒドの量を減らすために APC 124 に加えられる。アルデヒド類は、苛性物質の存在下でアルドール縮合反応を経て重いケトン類を生成し、それによってアセトン生成物を精製する。アセトン生成物中のアルデヒドの量を減らすために APC 124 で苛性物質を用いることは、組み込まれた ‘447 特許に記載されている。

【0017】

当該技術分野で知られているように、アセトン生成物の純度を判定するための試験には、過マンガン酸時間 (PMT) 試験がある。当該試験は、アセトン試料に少量の過マンガン酸カリウムを添加することと、その色が消失するのに要する時間を測定することとを含む。脱色時間 (PMT) が長いほど、試料に含まれるアルデヒド類等の還元性物質の量が少なく、アセトンの品質が高いことを示す。‘477 特許に記載されている方法によつて、約 4 時間の PMT (これは総量で約 60 から約 120 ppm (v o l) のアルデヒド不純物に相当する) を有するアセトンを生成可能である。

10

【0018】

図 1 に示され、‘477 特許に記載されているような実施形態では、アルデヒド類およびその他の還元性物質が APC 塔内の苛性物質と反応することによって除去される程度は、苛性物質が塔内のアルデヒド類と接触する時間によって限られている。アルドール縮合は、APC の蒸留トレイ上のアルデヒド類と苛性物質との接触時間に依存する。蒸留トレイでの滞留時間は短時間、例えば数分である場合がある。このため、アルデヒド類のアルドール縮合は完了していない場合があり、当該縮合は塔の動作処理量に大きく依存する。

20

【0019】

発明者らは、アルデヒド類と苛性物質との接触時間は、図 2 に示されるようなシステム 200 を使用することによって向上させることが可能である、ということに気づいた。図 2 において、同様の番号は、図 1 に示されたシステム 100 と同様の構成要素を表している。図 2 は、CAC 114 および APC 124 を示しており、両者はシステム 100 (図 1) の対応する設備に類似している。また、システム 200 は、図 1 に示される上流の設備、すなわち開裂反応器 (104, 108)、冷却器 (110)、および中和・洗浄ユニット (112) を備えているが、このような設備は、明確にするため図 2 から省略されている。システム 100 (図 1) と同様に、システム 200 (図 2) において、中和ユニットからの有機流出物は、ライン 113 を経由して CAC 114 へ流れる。CAC からの蒸気留分 (本明細書では「粗アセトン留分」と呼ばれる) は、ライン 126 を経由して APC 124 に供給され、フェノールを多く含んだ塔底物質は、ライン 122 を経由して CAC を出る。いくつかの実施形態によると、ライン 126 を経由して APC 124 に供給される粗アセトン留分は、約 12 v o l % のクメン、約 0.1 から約 0.2 v o l % のフェノール、約 40 から約 50 v o l % のアセトン、約 1 から約 2 v o l % のAMS、約 50 から約 500 ppm (v o l) のメタノール、および総量で約 60 から約 1000 ppm (v o l) のアルデヒド類を含んでいてもよい。より具体的には、粗アセトン留分は、約 60 から 1000 ppm (v o l) のアルデヒド類を含んでいてもよく、当該アルデヒド類は、アセトアルデヒドおよび / またはプロピオンアルデヒドを含む。

30

【0020】

システム 200 の APC 124 の内容積部 140 は、上述の通りである。システム 200 の APC 124 は、塔内の物質の一部の取得と苛性処理槽 204 への供給とを可能にする、サイドドロー 202 を備えている。サイドドローは、APC 124 上の任意の位置に構成されてもよいが、大多数の実施形態によると、図 2 に示すように、CAC からの流入ライン 126 とアセトン生成物ライン 134 との間に構成される。苛性物質は、ライン 206 を経由して苛性処理槽 204 に供給される。システム 100 (図 1) と同様に、苛性物質は、例えば、アルカリまたはアルカリ土類金属の酸化物、水酸化物、またはフェネートであつてもよい。適切な苛性物質の一例は、水酸化ナトリウムである。苛性処理槽 204 からの塔底流は、ライン 208 を経由して APC 124 へと戻される。ライン 208 も

40

50

、一般的には、ライン 126 とライン 134 との間の位置で APC に対して供給を行うよう構成されている。

【0021】

APC から物質の一部を取り出して、苛性処理槽 204 内で苛性物質と反応させてから苛性処理槽の内容物を APC に戻すことによって、苛性物質との接触時間が長くなる。これにより、システム 100 (図 1) と比較して、アセトン生成物からアルデヒド類がより効率的に除去される。また、システム 200 は、蒸気の形態の粗アセトン供給物 (すなわち、ライン 126 を経由して APC に入る供給物) により多くのアルデヒド類が含まれていても、取り扱いが可能である。高濃度のアルデヒドは、1) プラントに供給されるクメン原料中の不純物濃度が高いこと、および / または 2) フェノールプラントの下流でアセトンを使用する他の処理ユニットからの再循環アセトン流が存在すること、が原因であり得る。システム 200 において、苛性処理される流れ (すなわち、流れ 202) はフェノールを含んでおらず、クメンおよび AMS 等の他の有機不純物の濃度が低い。

10

【0022】

苛性処理槽 204 は、例えば、内部部品 (internal) を一切備えない槽であってもよい。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽 204 内で混合が行われてもよい。これは、混ぜ合わされる流れが 2 つの液相だからである。すなわち、流れ 202 は、主にアセトン、クメン、および AMS を含んでいる有機相であり、流れ 206 は水相である。混合は、例えば、槽内に設置された混合を行うタイプの固定式の内部部品、槽と共に設置された攪拌機、および / または 2 相の混合および接触を促すための循環ポンプ、を用いて実施されてもよい。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽内の内容物の滞留時間は、約 3 から約 60 分、例えば約 5 から 30 分であってもよい。

20

【0023】

いくつかの実施形態によると、苛性処理槽 204 内の苛性物質の濃度は、約 0.1 から約 15 % 苛性であってもよい。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽内の温度は、約 45 から約 75 、例えば 50 から 65 である。いくつかの実施形態によると、苛性処理槽内の温度は、 APC から移された物質の熱によって維持され、更なる加熱は必要ない。あるいは、追加の熱を、例えば蒸気加熱によって苛性処理槽に供給してもよい。

【0024】

上述のとおり、苛性処理された流れはライン 208 を経由して APC へと戻される。この流れは、例えば蒸気供給ライン 126 の真上で APC に入ってもよい。APC 内のフェノールは、苛性処理槽からの苛性供給物中に遊離した苛性物質が存在するため、ナトリウムフェネートに変換される。残存アルデヒド類も、APC のトレイ上で、フェノール / ナトリウムフェネート反応とともに重いケトンに変換される。クメンおよび AMS 等の他のより重い有機不純物は、蒸気が塔を上昇するにつれてアセトンから除去される。

30

【0025】

発明者らは、開示された方法およびシステム 200 等のシステムによって、総量で約 5 から約 40 ppm (wt) のアルデヒド類を含有するアセトンが生成可能であることを見出した。いくつかの実施形態によると、アルデヒド類の含量は、40 ppm (wt) 未満、20 ppm (wt) 未満、または 10 ppm (wt) 未満である。結果として得られるアセトンは、約 12 から約 24 時間の過マンガン酸時間を達成することができ、これは先行技術のシステムと比較して大幅に向かっている。例えば、いくつかの実施形態によると、過マンガ酸時間は、12 時間超、18 時間超、または 24 時間超である。

40

【0026】

図 3 および 4 は、APC においてアセトンを精製するための更なる実施形態を示している。図 3 および 4 では、APC および関連設備のみが示されている。システム 300 (図 3) および 400 (図 4) は、それぞれ図 1 および 2 に示される上流の設備を含むが、このような設備は、明確にするため図 3 および 4 から省略されていることを理解されたい。図 3 および 4 において、同様の番号は、それぞれ図 1 および 2 に示されたシステム 100 および 299 と同様の構成要素を表している。

50

【0027】

図3および4に示されるように、発明者らは、APC内容物の一部を、ゼオライト等の吸着剤、例えばモレキュラーシーブ材料、を通過させることによって、APC140で精製されたアセトンを更に精製し、メタノール等のアルキルアルコール類を除去可能であることに気づいた。図3を参照すると、APC140は第1サイドドロー202を備え、サイドドロー202は、システム200(図2)と同様に、APC内容物の一部がそこを通って苛性処理槽204へと送られるものである。また、APC140は更なるサイドドロー302を備え、サイドドロー302は、APC内容物の一部がそこを通って吸着剤槽304へと送られるものである。吸着剤槽304は、ゼオライトモレキュラーシーブ材料等の吸着剤を収容するように構成されている。適切なゼオライトモレキュラーシーブ材料の例には、約4から約5の細孔サイズを有するモレキュラーシーブが含まれる。吸着剤槽304からの内容物は、その後、ライン306を経由して苛性処理槽204に供給される。アルデヒド類は、上述のように苛性処理槽204内で除去される。苛性処理槽からの流出物の流れは、システム200(図2)について上述したように、ライン208を経由してAPC140へ戻される。

10

【0028】

図4は、別の実施形態のシステム400であって、アセトンからアルキルアルコールを除去するための、モレキュラーシーブ材料等の吸着剤を収容する吸着剤槽304を備えたAPC140を有する、システム400を示している。システム400は、APC140から苛性処理槽204へ送られるAPC内容物のすべてが吸着剤槽304を通過するという点で、システム300(図3)とは異なる。換言すれば、APC内容物の一部が、ライン302を経由して吸着剤槽304へと導かれる。吸着剤槽304の内容物は、その後、ライン306を経由して苛性処理槽204へ導かれる。APCの内容物を直接苛性処理槽204に供給するための、サイドドロー202(図3)等の他のサイドドローはない。その他の面において、システム300(図3)と400とは同じである。発明者らは、システム300(図3)およびシステム400(図4)等のシステムによって、20 ppm(wt)未満または10 ppm(wt)未満のアルデヒド含量と、12時間超、18時間超、または24時間超の過マンガン酸時間と、100 ppm(wt)未満または50 ppm(wt)未満のメタノール含量とを有するアセトンが生成可能であることを見出した。

20

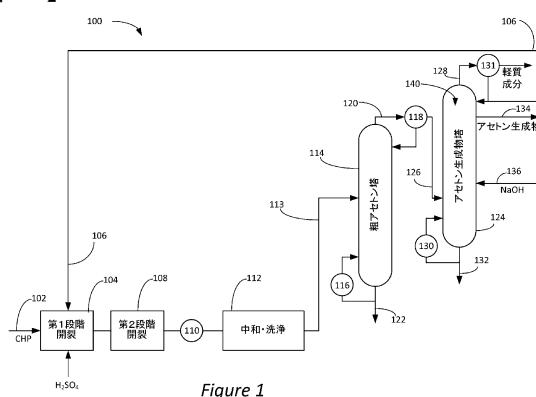
【0029】

本発明の特定の実施形態を示して説明してきたが、上記の考察は、本発明をこれらの実施形態に限定するものではない、ということを理解されたい。本発明の趣旨および範囲から逸脱することなく、様々な変更および改良をなし得るということは、当業者には明らかであろう。したがって、本発明は、特許請求の範囲で定められる本発明の趣旨および範囲に含まれ得る代替案、改良点、および均等物を網羅することを意図している。

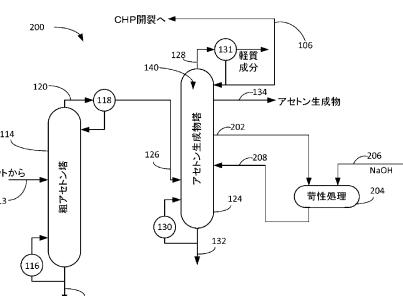
30

【図面】

【図1】



【図2】



40

50

【図3】

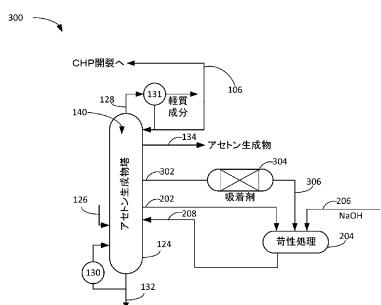


Figure 3

【図4】

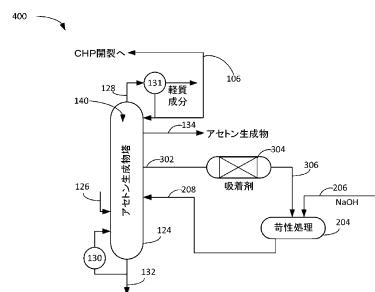


Figure 4

10

20

30

40

50

【手続補正書】**【提出日】**令和5年5月22日(2023.5.22)**【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】**

アセトン生成プロセスにおいてアセトンを精製する方法であって、

10

粗アセトン留分をアセトン精製塔(A P C)における第1供給点へ供給することと、

前記粗アセトン留分の一部を、前記第1供給点の上方に位置する前記A P Cの第1サイドドローを経由して、前記A P Cから移すことと、

前記粗アセトン留分の移された前記一部を苛性処理槽に供給することと、

アルカリ性水溶液を前記苛性処理槽に供給することと、

塔底流を、前記苛性処理槽から、前記第1供給点と前記第1サイドドローとの間に位置している第2供給点を経由して前記A P Cへ戻すことと、

前記第1サイドドローの上方に位置する第2サイドドローから精製アセトンを取得することと、

を備える方法。

20

【請求項2】

前記粗アセトン留分は、前記A P Cの上流の粗アセトン塔(C A C)からの塔頂流として取得される、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記粗アセトン留分は、アセトン、水、クメン、アルファ-メチルスチレン(A M S)、フェノール、メタノール、およびアルデヒド類を含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

前記粗アセトン留分は、60から1000 ppm(v o l)のアルデヒド類を含んでおり、前記アルデヒド類は、アセトアルデヒドおよび/またはプロピオンアルデヒドを含む、請求項1に記載の方法。

30

【請求項5】

前記粗アセトン留分は、50から500 ppm(v o l)のメタノールを含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記アルカリ性水溶液は、アルカリまたはアルカリ土類金属の酸化物、水酸化物、またはフェネートを含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

前記アルカリ性水溶液は、水酸化ナトリウムを含んでいる、請求項4に記載の方法。

【請求項8】

前記水酸化ナトリウムは、約0.1から約15%の濃度を有する、請求項7に記載の方法。

40

【請求項9】

前記苛性処理槽は、約45から約75の温度を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項10】

前記苛性処理槽は、内部部品を備えない、請求項1に記載の方法。

【請求項11】

前記苛性処理槽は、混合を行う固定式の内部部品を備える、請求項1に記載の方法。

【請求項12】

前記苛性処理槽は、攪拌機を備える、請求項1に記載の方法。

【請求項13】

50

前記苛性処理槽は、循環ポンプを備える、請求項1に記載の方法。

【請求項14】

前記苛性処理槽は、約3から約60分の滞留時間提供する、請求項1に記載の方法。

【請求項15】

前記粗アセトン留分の移された前記一部を前記苛性処理槽に供給する前に、前記粗アセトン留分の移された前記一部をゼオライト吸着剤に接触させて、前記粗アセトン留分の移された前記一部からメタノールを除去することを更に備える、請求項1に記載の方法。

【請求項16】

前記精製アセトンは、総量で約20ppm(wt)未満のアルデヒド類を含んでいる、請求項1に記載の方法。

【請求項17】

前記精製アセトンは、12時間を超える過マンガン酸時間有する、請求項1に記載の方法。

【請求項18】

前記精製アセトンは、100ppm(wt)未満のメタノールを含有する、請求項1に記載の方法。

【請求項19】

精製アセトンを回収するためのシステムであって、

クメンヒドロペルオキシド開裂反応の生成物を、粗アセトンを含んでいる塔頂留分とフェノールを含んでいる塔底留分とに分離するように構成された粗アセトン塔(CAC)と

、アセトン精製塔(APC)であって、

前記粗アセトンを前記APCにおける第1供給点で受け取り、

前記粗アセトンを精製アセトンと残存重質化合物とに分離し、

前記精製アセトンを、前記第1供給点の上方に位置する第1サイドドローにて供給するように構成された前記アセトン精製塔(APC)と、

苛性処理槽であって、

前記APCにおける前記第1供給点の上方かつ前記第1サイドドローの下方に位置する前記APCの第2サイドドローから引き出された前記粗アセトンの一部を受け取り、

アルカリ性水溶液の供給を受け、

前記粗アセトンの前記一部と前記アルカリ性水溶液とを混合し、

前記苛性処理槽の内容物を前記APCの第2供給点に戻すように構成されており、

前記第2供給点が、前記第1供給点と前記第2サイドドローとの間に位置する前記苛性処理槽と、

を備えるシステム。

【請求項20】

前記粗アセトン留分は、アセトン、水、クメン、アルファ-メチルスチレン(AMS)、フェノール、メタノール、およびアルデヒド類を含んでいる、請求項1_9に記載のシステム。

【請求項21】

前記アルカリ性水溶液は、水酸化ナトリウムを含んでいる、請求項1_9に記載のシステム。

【請求項22】

前記苛性処理槽は、約3から約60分の滞留時間提供する、請求項1_9に記載のシステム。

【請求項23】

前記苛性処理槽は、内部部品を備えない、請求項1_9に記載のシステム。

【請求項24】

前記苛性処理槽は、混合を行う固定式の内部部品、攪拌機、または循環ポンプのうちの1つ以上を備える、請求項1_9に記載のシステム。

10

20

30

40

50

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 21/41877
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC - C07C 45/78; C07C 49/08 (2021.01) CPC - C07C 45/78; C07C 45/82; C07C 49/08		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) See Search History document		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched See Search History document		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) See Search History document		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4,340,447 A (Laverick et al.) 20 July 1982 (20.07.1982), abstract, col 3, ln 46, Figure 1, col 1, ln 6-8	1-24
A	US 2017/0240496 A1 (Sabic Global Technologies B.V.) 24 August 2017 (24.08.2017), para[0008], para[0014], para[0018], para[0021], para[0034]	1-24
A	US 5,777,180 A (June et al.) 7 July 1998 (07.07.1998), entire document	1-24
A	US 2004/0074758 A1 (Weber et al.) 22 April 2004 (22.04.2004), entire document	1-24
A	US 2,971,894 A (Kendall) 14 February 1961 (14.02.1961), entire document	1-24
A	US 4,722,768 A (Chan et al.) 2 February 1988 (02.02.1988), entire document	1-24
P/X	US 11,001,548 B1 (Vu et al.) 11 May 2021 (11.05.2021), entire document	1-24
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "D" document cited by the applicant in the international application "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 17 August 2021	Date of mailing of the international search report OCT 26 2021	
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-8300	Authorized officer Kari Rodriguez Telephone No. PCT Helpdesk: 571-272-4300	

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 2019)

10

20

30

40

50

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,N
E,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,
CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,IT,JO,JP,K
E,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,N
G,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,
TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

ウン アンド ルート エルエルシー

(72)発明者 ウォン エリック ウィング - タック

アメリカ合衆国 テキサス州 77002 ヒューストン ジェファーソン アヴェニュー 601 シ
ー／オー ケロッグ ブラウン アンド ルート エルエルシー

F ターム(参考) 4H006 AA02 AD11 AD16 AD17 BB31