

【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25年5月23日 (2013.5.23)

【公開番号】特開2010-248193(P2010-248193A)

【公開日】平成22年11月4日 (2010.11.4)

【年通号数】公開・登録公報2010-044

【出願番号】特願2010-95077(P2010-95077)

【国際特許分類】

C 0 7 C 68/02 (2006.01)

C 0 7 C 69/96 (2006.01)

C 2 5 B 1/46 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 68/02 A

C 0 7 C 69/96 Z

C 2 5 B 1/46

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成25年4月15日 (2013.4.15)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 6 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 6 0】

実施例によって、D P C 製造プロセスからの廃水溶液中の塩化ナトリウムを電気分解へかなり高度にリサイクルすることが、浸透膜蒸留による濃度増加の後に達成され、それと共に、アルカリ溶液によって取り出される水が、D P C 製造工程におけるアルカリ金属水酸化物溶液の製造において節約され得ることが示される。

本願発明は以下の態様を含む。

( 態様 1 )

ジアリールカーボネートを製造する方法であって：

- a ) 塩素を一酸化炭素と反応させることによってホスゲンを製造する工程；
- b ) 工程 a ) において生成するホスゲンを、水性アルカリ金属含有塩基および場合により窒素触媒の存在下で、少なくとも 1 種類のモノフェノールと反応させて、ジアリールカーボネートおよびアルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液を生成する工程；
- c ) 工程 b ) において生成するジアリールカーボネートを分離および処理する工程；
- e ) 工程 c ) の後に残存する前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部の濃度を浸透膜蒸留によって増加させる工程；
- f ) 工程 e ) からの前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部を電気化学的に酸化して、塩素、アルカリ金属水酸化物および場合により水素を生成する工程を含む方法。

( 態様 2 )

前記水性アルカリ金属含有塩基がナトリウム含有塩基であり、前記アルカリ金属塩化物が塩化ナトリウムである、態様 1 に記載の方法。

( 態様 3 )

工程 d ) において、工程 c ) の後に残存する前記アルキル金属塩化物含有反応廃水溶液から溶媒残余および場合により触媒残余を分離し、その後、工程 e ) における浸透膜蒸留

に溶液を供給する、態様 1 に記載の方法。

( 態様 4 )

前記分離を、抽出もしくは蒸気による溶液のストリッピング、および / または吸着剤による処理によって行う、態様 3 に記載の方法。

( 態様 5 )

前記吸着剤が活性炭である、態様 4 に記載の方法。

( 態様 6 )

工程 e ) において、工程 d ) からの前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の濃度を、水酸化ナトリウム溶液を水の受容体として使用して浸透蒸留によって増加させる、態様 3 に記載の方法。

( 態様 7 )

工程 e ) における浸透膜蒸留を 2 0 ~ 5 0 の範囲の温度で行う、態様 1 に記載の方法。

( 態様 8 )

工程 e ) における浸透膜蒸留を 1 . 1 ~ 1 . 2 b a r の範囲の絶対圧で行う、態様 1 に記載の方法。

( 態様 9 )

工程 e ) における浸透膜蒸留を 3 0 ~ 1 0 0 b a r の範囲の差圧で行う、態様 1 に記載の方法。

( 態様 1 0 )

工程 d ) からの前記アルキル金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部の浸透膜蒸留を A c c u r e l P P 膜を用いて行う、態様 1 に記載の方法。

( 態様 1 1 )

工程 e ) からの前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部の、塩素および水酸化ナトリウムへの電気化学的酸化を、カソードとしてガス拡散電極を用いて行う、態様 1 に記載の方法。

( 態様 1 2 )

工程 e ) からの精製されたアルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部を、塩素および水酸化ナトリウムを製造するための膜電気分解のブライン回路に導入する、態様 1 に記載の方法。

( 態様 1 3 )

電気分解 f ) において、追加のアルカリ金属塩化物を前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液に加えてアルカリ金属塩化物濃度を増加させる、態様 1 に記載の方法。

( 態様 1 4 )

工程 c ) における分離または工程 d ) における精製において、前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の p H を 8 より小さくする、態様 1 に記載の方法。

( 態様 1 5 )

工程 c ) における分離または工程 d ) における精製において、前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の p H を、塩酸またはガス状塩化水素を用いることによって調節する、態様 1 4 に記載の方法。

( 態様 1 6 )

工程 f ) における電気分解に供給される前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液のアルカリ金属塩化物濃度が 1 0 0 ~ 2 8 0 g / l の範囲であり、かつ / または工程 f ) における電気分解から得られるアルカリ水酸化物溶液の濃度が 1 3 ~ 5 0 重量 % の範囲である、態様 1 に記載の方法。

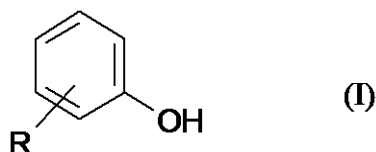
( 態様 1 7 )

工程 f ) における電気分解に供給される前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液のアルカリ金属塩化物濃度が 1 1 0 ~ 2 2 0 g / l の範囲であり、かつ / または工程 f ) における電気分解から得られるアルカリ水酸化物溶液の濃度が 1 4 ~ 3 2 重量 % の範囲である、態様 1 6 に記載の方法。

( 態 様 1 8 )

工程 b ) における前記少なくとも 1 種類のモノフェノールが、式 ( I ) のモノフェノールであり、R が水素、ハロゲン、または分枝もしくは非分枝の  $C_1 \sim C_9$  アルキルラジカル、またはアルコキシカルボニルラジカルである、態様 1 に記載の方法。

【化 4】



( 態 様 1 9 )

工程 b ) における前記少なくとも 1 種類のモノフェノールが、フェノール、アルキルフェノールおよびハロフェノールからなる群から選択される、態様 1 に記載の方法。

( 態 様 2 0 )

前記アルキルフェノールが、クレゾール、p - t e r t - ブチルフェノール、p - クミルフェノール、p - n - オクチルフェノール、p - イソオクチルフェノール、p - n - ニルフェノールおよび p - イソニルフェノールからなる群から選択され、前記ハロフェノールが、p - クロロフェノール、2 , 4 - ジクロロフェノール、p - ブロモフェノールおよび 2 , 4 , 6 - トリブロモフェノールからなる群から選択される、態様 1 9 に記載の方法。

( 態 様 2 1 )

工程 b ) における前記少なくとも 1 種類のモノフェノールがフェノールである、態様 1 9 に記載の方法。

【手続補正 2】

【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】

ジアリールカーボネートを製造する方法であって：

- a ) 塩素を一酸化炭素と反応させることによってホスゲンを製造する工程；
- b ) 工程 a ) において生成するホスゲンを、水性アルカリ金属含有塩基および場合により窒素触媒の存在下で、少なくとも 1 種類のモノフェノールと反応させて、ジアリールカーボネートおよびアルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液を生成する工程；
- c ) 工程 b ) において生成するジアリールカーボネートを分離および処理する工程；
- e ) 工程 c ) の後に残存する前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部の濃度を浸透膜蒸留によって増加させる工程；
- f ) 工程 e ) からの前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部を電気化学的に酸化して、塩素、アルカリ金属水酸化物および場合により水素を生成する工程を含む方法。

【請求項 2】

前記水性アルカリ金属含有塩基がナトリウム含有塩基であり、前記アルカリ金属塩化物が塩化ナトリウムである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

工程 d ) において、工程 c ) の後に残存する前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液から溶媒残余および場合により触媒残余を分離し、その後、工程 e ) における浸透膜蒸留に溶液を供給する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記分離を、抽出もしくは蒸気による溶液のストリッピング、および／または吸着剤による処理によって行う、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記吸着剤が活性炭である、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

工程 e) において、工程 d) からの前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の濃度を、水酸化ナトリウム溶液を水の受容体として使用して浸透蒸留によって増加させる、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 7】

工程 e) からの前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部の、塩素および水酸化ナトリウムへの電気化学的酸化を、カソードとしてガス拡散電極を用いて行う、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

工程 e) からの精製されたアルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の少なくとも一部を、塩素および水酸化ナトリウムを製造するための膜電気分解のブライン回路に導入する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

電気分解 f) において、追加のアルカリ金属塩化物を前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液に加えてアルカリ金属塩化物濃度を増加させる、請求項 1 に記載の方法。

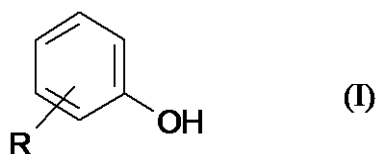
【請求項 10】

工程 c) における分離または工程 d) における精製において、前記アルカリ金属塩化物含有反応廃水溶液の pH を 8 より小さくする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

工程 b) における前記少なくとも 1 種類のモノフェノールが、式 (I) のモノフェノールであり、R が水素、ハロゲン、または分枝もしくは非分枝の  $C_1 \sim C_9$  アルキルラジカル、またはアルコキシカルボニルラジカルである、請求項 1 に記載の方法。

【化 1】



【請求項 12】

工程 b) における前記少なくとも 1 種類のモノフェノールが、フェノール、アルキルフェノールおよびハロフェノールからなる群から選択される、請求項 1 に記載の方法。