

【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 1 月 31 日 (2013.1.31)

【公表番号】特表 2012-511534 (P2012-511534A)

【公表日】平成 24 年 5 月 24 日 (2012.5.24)

【年通号数】公開・登録公報 2012-020

【出願番号】特願 2011-540042 (P2011-540042)

【国際特許分類】

C 0 7 C 29/80 (2006.01)

C 0 7 C 31/20 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 C 29/80

C 0 7 C 31/20 Z

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 12 月 4 日 (2012.12.4)

【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

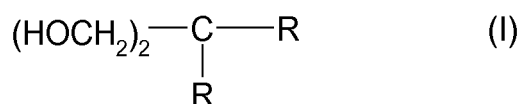
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 (I)

【化 1】



[式中、R は、それぞれ互いに独立して、さらなるメチロール基又は炭素原子 1 ~ 22 個を有するアルキル基又は炭素原子 6 ~ 22 個を有するアリール基又はアラルキル基を表す] で示されるポリメチロール、第三級アミン、水並びに第三級アミンとギ酸との付加物 (アミンホルマー) を含有する水性ポリメチロール混合物を蒸留する方法であって、蒸留を、底部で蒸発器と結合されている蒸留塔中で実施し、その際に底部温度が、前記蒸留中に形成されるギ酸とポリメチロールとのモノエステル (ポリメチロールホルマー) の蒸発温度を上回ることの特徴とする、水性ポリメチロール混合物を蒸留する方法。

【請求項 2】

前記水性ポリメチロール混合物の組成が、

ポリメチロール (I) 20 ~ 90 質量 %、

メタノール 0 ~ 5 質量 %、

第三級アミン 0 ~ 5 質量 %、

有機副次化合物 0 ~ 5 質量 %、

第三級アミンとギ酸との付加物 (アミンホルマー) 0.01 ~ 5 質量 %、

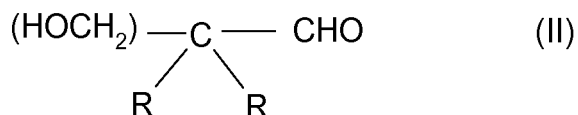
水 残部

を含有する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

水性ポリメチロール混合物を多段反応において得て、その際に段階 a) において、アルカナルをアルドール反応においてホルムアルデヒドと、触媒として第三級アミンの存在で、式 (II)

【化 2】



[式中、R は、それぞれ互いに独立して請求項 1 に記載された意味を有する] のメチロールアルカナルに縮合し、
 かつ引き続き段階 b) において、段階 a) から得られた反応混合物を、式 (I I) の化合物を主に含有するボトムと、低沸成分を含有する塔頂流とに蒸留により分離し、
 かつ段階 c) において、段階 b) からの底部排出物を水素化する、請求項 1 から 2 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 4】

ポリメチロールが、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリトリール、トリメチロールエタン又はトリメチロールブタンである、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 5】

ポリメチロールが、ネオペンチルグリコールである、請求項 4 記載の方法。

【請求項 6】

第三級アミンが、トリエチルアミン、トリ - n - プロピルアミン、トリ - n - ブチルアミン又はトリメチルアミンである、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

第三級アミンが、トリメチルアミンである、請求項 6 記載の方法。

【請求項 8】

塔頂での圧力が 0 . 0 0 1 ~ 0 . 9 bar であり、かつ凝縮器の運転温度が 0 ~ 8 0 の範囲内である、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 9】

塔底中で、前記ポリメチロールホルマートの沸騰温度を 1 0 % ~ 5 0 % 上回る温度に調節する、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 1 0】

凝縮器で生じる凝縮物の 3 0 質量 % 超を蒸留塔へ返送する、請求項 1 から 9 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 1 1】

蒸留塔が 5 ~ 3 0 の理論段を有する、請求項 1 から 1 0 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 1 2】

蒸留塔が、分離性能を増加させるための内部構造物を有し、かつ前記水性ポリメチロール混合物を、前記蒸留塔の理論段の 1 / 4 ~ 3 / 4 の空間領域中に供給する、請求項 1 から 1 1 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 1 3】

段階 b) からの底部排出物に第三級アミンを添加する、請求項 3 から 1 2 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 1 4】

前記水性ポリメチロール混合物の蒸留からの底部排出物を、ポリメチロールを含有する塔頂流と、より高沸点の有機成分を含有する塔底流とに分離する、請求項 3 から 1 3 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 1 5】

少なくとも 9 9 . 0 質量 % の式 (I) のポリメチロールと、1 0 ~ 1 5 0 0 質量 ppm のポリメチロールホルマートとを含有する、組成物。

【請求項 1 6】

ポリマー又はネットワークにおける使用のための、請求項 1 5 記載のポリメチロール又

は請求項 14 により得られるポリメチロールの使用。

【請求項 17】

ポリマー又はネットワークにおける加水分解安定性を改善するための、1500質量ppm未満のポリメチロールホルマー含有するポリメチロールの使用。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

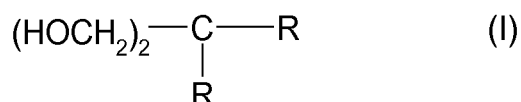
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

本発明の課題は、式(I)

【化1】



[式中、Rは、それぞれ互いに独立して、さらなるメチロール基又は炭素原子1～22個を有するアルキル基又は炭素原子6～22個を有するアリール基又はアラルキル基を表す]で示されるポリメチロール、第三級アミン、水並びに第三級アミンとギ酸との付加物(アミンホルマー)を含有する水性ポリメチロール混合物を蒸留する方法により解決され、前記方法は、底部で蒸発器と結合されている蒸留塔中で水素化排出物の蒸留を実施し、その際に底部温度が、前記蒸留の間に形成されるギ酸とポリメチロールとのモノエステル(ポリメチロールホルマー)の蒸発温度を上回ることにより特徴付けられる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

一方では、メタノールの乏しいホルムアルデヒドを出発物質として前記アルドール反応へ装入することは有利である。

さらに、メタノールを未反応アルカナルと一緒にプロセスから外に移すことは可能であるが、このことはアルカナルの損失をまねく。

好ましい実施態様において、しかしながら前記蒸留は特殊な条件下で実施されるので、メタノールは塔底中に十分に保持される。前記アルドール反応からの排出物を蒸留により分離するこの好ましい実施態様は、出願明細書PCT/EP2008/052240に記載されている。

この実施態様において、低沸成分留分と前記缶出液とへの蒸留による分離は、一般的に50～200で、好ましくは90～160で及び一般的に0.1mbar～10bar、好ましくは0.5～5barの圧力で、特に大気圧で、1つの蒸留塔中で実施される。前記蒸留塔は、通常、0.5～1.5barの範囲内の頂部圧力で操作される。

頂部領域内に、二段凝縮が好ましくは設けられており、前記凝縮の際に、蒸気が、まず最初に50～80の範囲内の温度で操作される分縮器中へ導かれ、その凝縮物は少なくとも部分的に前記蒸留塔へ返送され、かつ分縮器中で凝縮されない蒸気が、-40～+30

の範囲内の温度で操作される、後ろにある凝縮器に供給され、その凝縮物は少なくとも部分的に外に移される。

好ましくは、前記分縮器の凝縮物は70質量%超、特に好ましくは完全に、前記蒸留塔へ返送される。その際に、その凝縮物は、好ましくは塔頂へ返送される。後ろにある凝縮器の凝縮物は、好ましくは少なくとも70質量%、特に完全に、外に移される。

前記分縮器は、50～80、好ましくは55～60の範囲内の温度で操作される。後ろにある凝縮器は、-40～+30、好ましくは-10～+10の範囲内の温度で操

作される。頂部圧力は、特に好ましくは $1 \sim 1.2$ barである。

前記蒸留塔の底部は、好ましくは、短い滞留時間を有する蒸発器と結合されており、前記蒸発器は、 $90 \sim 130$ 、特に好ましくは $100 \sim 105$ の範囲内の温度で操作される。その際に、前記蒸発器は、特に好ましくは流下薄膜型蒸発器であり、さらに、好ましくはワイプ式薄膜蒸発器(Wischfilmverdampfer)又は短行程蒸発器(Kurzwegverdampfer)が使用されることができる。その際に本質的であるのは、短い滞留時間、ひいては低い熱負荷が達成されることである。前記蒸発器には、熱、例えば4 barの蒸気が適した手法で供給されることができる。

好ましくは、前記蒸留塔は、分離性能を増加させるための内部構造物(Einbauten)を有する。その際に、前記アルドール化の反応排出物は、好ましくは前記蒸留塔の理論段の $1/4 \sim 3/4$ の空間領域、特に好ましくは前記蒸留塔の理論段の $1/3 \sim 2/3$ の空間領域内に供給される。例えば、前記供給は、前記理論段の中央より幾分上方で行われることができる(比3:4)。

蒸留内部構造物は、例えば、規則充填物として、例えばMellapak 250 Y又はMontz Pak、タイプB1-250のような薄板充填物として存在することができる。また、より低い又は高められた比表面積を有する充填物が存在することもでき、又は織物充填物又はMellapak 252 Yのような他の幾何学的形状を有する充填物が使用されることができる。これらの蒸留内部構造物を使用する場合に有利であるのは、例えばパルトレイと比較して、低い圧力損失及び低い比液体ホールドアップである。

分縮器中で、凝縮物として主に水が生じ、この水は好ましくは前記塔に完全に還流として供給される。NPGの製造の際に、例えば、イソブチルアルデヒドが出発物質として使用される場合には、イソブチルアルデヒド約10質量%、トリメチルアミンのようなアミン塩基約5質量%、ヒドロキシピバルアルデヒド約1質量%及びメタノール約5質量%を水に加えて含有する混合物が凝縮物として得られることができる。この場合に、残存蒸気は、大部分の量のイソブチルアルデヒドと、トリメチルアミンのようなアミン塩基とを含有する。これらの蒸気は、後ろにある凝縮器中でできるだけ完全に凝縮される。冷却媒体として、この場合に、好ましくはできるだけ冷たい水(例えば約5)又は寒剤(例えば-20)を有する例えばグリコール-水)が使用されることができる。

好ましくは、メチロールアルカナル(II)、例えばヒドロキシピバルアルデヒド又はジメチロールブタナルが富化された前記蒸発器の底部からの混合物は外に移される。また、その循環から外に移すことも可能である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0051】

頂部圧力は、特に好ましくは $0.001 \sim 0.9$ bar、特に好ましくは $0.01 \sim 0.5$ barである。

真空は通常、大工業的にはスチームエジェクタを用いて発生される。

塔底中で、好ましくは、前記ポリメチロールホルマーの蒸発温度を上回る温度に調節されるので、前記ポリメチロールホルマーは、完全に又は大体において完全に気相へ移行する。

特に好ましくは、前記ポリメチロールホルマーの沸騰温度を5%~50%上回る温度、かつ極めて特に好ましくは前記ポリメチロールホルマーの沸騰温度を10%~20%上回る温度に、調節される。

例えば、NPGを第三級アミンとしてTMAの使用下及び175 mbarの塔頂圧力下に製造する場合に、好ましくは、 $150 \sim 170$ 、特に好ましくは $160 \sim 165$ の塔底温度に調節されることができる。

塔頂での還流は、通例、前記ポリメチロールホルマーの大部分の量が、前記塔中で保持

されるように調節される。

好ましくは、凝縮器で生じる凝縮物は、30質量%超、好ましくは60質量%超が、前記蒸留塔へ返送される。その際に、前記凝縮物は、好ましくは塔頂へ返送される。

蒸発に必要なエネルギーは通常、蒸発器を経て塔底に導入される。

その際に、前記蒸発器は、通常、自然循環蒸発器又は強制循環蒸発器である。しかしまた、短い滞留時間を有する蒸発器、流下薄膜型蒸発器、蛇管式蒸発器、ワイプ式薄膜蒸発器又は短行程蒸発器が使用されることもできる。前記蒸発器には、熱、例えば16 barの蒸気又は熱媒体油が適した手法で供給されることができる。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0054】

好ましくは、主に前記ポリメチロール化合物を含有する蒸発器の底部から排出物は外に移される。また、前記蒸発器の循環から外に移すことも可能である。

前記底部排出物は、本発明の範囲内で"粗ポリメチロール"と呼ばれる。

本発明により得られる"粗ポリメチロール"は、技術水準と比較してより低い割合のメチロールホルマーを含有する。好ましくは、メチロールホルマーの割合は、1500質量ppm未満、好ましくは1200質量ppm未満、特に好ましくは800質量ppm未満及び特に好ましくは600質量ppm未満である。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0059

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0059】

ポリメチロール化合物の低い損失で、底部にあるより高沸点の酸性成分、特に式(IV)のヒドロキシ酸を分離するために、前記蒸留の際に底部蒸発器として、特に好ましい一実施態様において、少ない滞留時間を有する少なくとも1つの蒸発器、例えば残留物排出を備えた流下薄膜型蒸発器、薄膜型蒸発器又は蛇管式蒸発器が使用される。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0065

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0065】

前記蒸留塔の底部は、好ましくは、少ない滞留時間を有する少なくとも1つの蒸発器と結合されている。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0066

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0066】

前記蒸留塔の底部及び少ない滞留時間を有する蒸発器は定義に従い一緒に蒸発段階を形成する。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0067

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0067】

前記蒸発段階の滞留時間は、開示に従い、前記塔の熱い部分中の液体ホールドアップの体積（ $V_{\text{ホールドアップ}}$ ）が、前記塔の還流及び供給体積流量の和により除されることで計算され（ $V_{\text{ホールドアップ}} / (\text{供給流} + \text{還流の流れ})$ ）、その際に前記塔の熱い部分中の液体ホールドアップ（ $V_{\text{ホールドアップ}}$ ）は、塔底のホールドアップの体積（ $V_{\text{ホールドアップ - 底部}}$ ）+ 前記蒸発器のホールドアップの体積（ $V_{\text{ホールドアップ - 蒸発器}}$ ）から計算される（ $V_{\text{ホールドアップ}} = V_{\text{ホールドアップ - 底部}} + V_{\text{ホールドアップ - 蒸発器}}$ ）。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0072】

特別なさらなる一実施態様において、少ない滞留時間を有する蒸発器は、少ない滞留時間を有する少なくとも1つのさらなる蒸発器と結合されている。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0073

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0073】

前記蒸留塔の底部及び少ない滞留時間を有する蒸発器は、好ましいこの実施態様において、定義に従い一緒に第一蒸発段階を形成する。

少ない滞留時間を有する前記のもしくはさらなる蒸発器は、定義に従い第二のもしくは（ $1 + n$ ）番目の（ここで $n \geq 2$ ）蒸発段階を形成する。

好ましくは、少ない滞留時間を有する蒸発器は、少ない滞留時間を有するさらなる蒸発器と結合されている（2段実施）。

この実施態様において、通常、蒸発に必要なエネルギーの主部分が、第一蒸発段階に導入される。第二蒸発段階において、そうするとより短い滞留時間で蒸発に必要なより高い温度に達することができるので、第二蒸発段階における滞留時間はより少ない。

第一段階は、好ましくは流下薄膜型蒸発器又は蛇管式蒸発器として構成されている。

特別なこの実施態様の第二段階は、好ましくは、流下薄膜型蒸発器、蛇管式蒸発器又は薄膜型蒸発器である。

第一蒸発段階における滞留時間は、開示に従い、前記塔の熱い部分中の液体ホールドアップの体積が（ $V_{\text{ホールドアップ}}$ ）が、前記塔の還流及び供給体積流量の和により除されることで計算され（ $V_{\text{ホールドアップ}} / (\text{供給流} + \text{還流の流れ})$ ）、その際に前記塔の熱い部分中の液体ホールドアップ（ $V_{\text{ホールドアップ}}$ ）は、塔底のホールドアップの体積（ $V_{\text{ホールドアップ - 底部}}$ ）+ 蒸発器のホールドアップの体積（ $V_{\text{ホールドアップ - 蒸発器}}$ ）から計算される（ $V_{\text{ホールドアップ}} = V_{\text{ホールドアップ - 底部}} + V_{\text{ホールドアップ - 蒸発器}}$ ）。

第二蒸発段階の滞留時間は、開示に従い、第二蒸発器の液体ホールドアップが第二蒸発器の供給流により除されることで計算される。

（ $1 + n$ ）番目の蒸発段階の滞留時間は、それに応じて開示に従い、（ $1 + n$ ）番目の蒸発器の液体ホールドアップが（ $1 + n$ ）番目の蒸発器の供給流により除されることで計算される。

好ましいこの実施態様において、第一蒸発段階における底部温度は、有利には前記ポリメチロールの蒸発温度を上回る。

好ましくは、第一蒸発段階における底部温度は、前記ポリメチロールの沸騰温度の100～130%、特に好ましくは110～125%の範囲内である。

第二蒸発段階における温度は、一般的に、ほぼ完全に前記ポリメチロールが気相へ移送されるように選択される。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0074

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0074】

好ましくは、第二蒸発段階における温度は、前記ポリメチロールの沸騰温度の105～150%、特に好ましくは120～150%、殊に好ましくは130～140%である。第一蒸発段階における滞留時間は、有利には45分未満、好ましくは30分未満、特に好ましくは15分未満、殊に好ましくは10分未満及び極めて特に好ましくは5分未満である。

第二蒸発段階における滞留時間は、有利には30分未満、好ましくは15分未満、特に好ましくは5分未満、殊に好ましくは2分未満及び極めて特に好ましくは1分未満である。一般的に、前記蒸発段階の滞留時間を、より高い底部温度で対応してより短い滞留時間に調節されるように選択することが好ましい。

上記で述べたように、少ない滞留時間を有する蒸発器は、少ない滞留時間を有する1つよりも多いさらなる蒸発器、例えば2又は3つの蒸発器と結合されていることができ、その際に前記蒸発器のうちの最後は前記チェーン中でいわゆる最後の蒸発段階を形成する。最後の蒸発段階における滞留時間及び温度は、前記二段実施における第二蒸発段階の滞留時間及び温度に相当する。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0080

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0080】

好ましくは、より高沸点の化合物、例えば式(IV)のヒドロキシ酸、例えばヒドロキシピバル酸(HPS)を主に含有する前記蒸発器の底部からの排出物は外に移される。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0086

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0086】

段階b) 段階a)からの反応混合物の蒸留による分離:

引き続き、前記溶液から、塔中で、蒸留により低沸成分から取り除いた。前記塔には、織物充填物(比表面積 $500\text{ m}^2/\text{m}^3$)1.5mが濃縮部中に、及び薄板充填物($250\text{ m}^2/\text{m}^3$)4mが備えられている。前記アルドール化排出物を、薄板充填物の上方で供給し、前記塔の頂部で、冷却水(約10)及び後ろにある相分離器を有する凝縮器を使用した。頂部で、前記留出物をガス状で前記凝縮器に供給した。液体凝縮物約255g/hが生じた。後ろにある相分離器中で、95g/hの水相を分離し、かつ前記塔に完全に供給した。さらに、相分離器から、135g/hを第一攪拌釜に供給した。前記塔中の調整温度を85に維持するために、付加的に、前記塔に有機相25g/hを供給した。前記凝縮器の後ろにあるコールドトラップ中で、液体約1g/hが生じ(I B A約80%、T M A約20%)、これらを同様に返送した。

I B A分離を、約1 bar絶対の頂部圧力で操作した。蒸発器として流下薄膜型蒸発器を使

用した。前記塔のボトム中の底部温度を102に調節した。塔への還流量（もしくは分縮器の冷却水量）を、前記織物充填物の中央での温度を用いて調整し、85の温度に調節した。

前記塔底から、ポンプを用いて液体約100 kg/hを除去した。これを、流下薄膜型蒸発器（油加熱された合金鋼管からなる、長さ2.5 m、内径約21 mm、壁厚約2 mm）に供給した。流下薄膜型蒸発器の底部から、イソブチルアルデヒド約0.3%の濃度を有する生成物約1.5 kg/hを除去した。蒸気及び過剰の液体を前記塔底に供給した。外に移された缶出液は、HPA約70質量%、HPN約1.5質量%、IBA0.3質量%、水 残部を含有していた。

【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0089

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0089】

例2：段階c)からの水性ポリメチロール混合物の蒸留

ヒドロキシピバルアルデヒド水素化から得られた前記排出物を、蒸留による分離に供給した。長さ各1 m及び比表面積500 m²/m³を有する構造化された充填物の3つの配列を有する充填塔（DN 50 mm）を使用した。前記供給を最下の配列の上方で行った。約175 mbar絶対の頂部圧力に調節した。ボトム中で164の温度に調節した。164の値は、175 mbarでのNPGホルマーの沸点の110%に相当する。

前記エネルギーを、前記塔に自然循環蒸発器を用いて供給したが、しかしまた、他の蒸発器、例えば流下薄膜型蒸発器も使用されることができる。頂部で得られた蒸気を凝縮器に供給し、この凝縮器は30で、得られた蒸気をほぼ完全に凝縮する。真空を、単純な市販の水流真空ポンプにより発生させた。得られた留出物から約350 g/hを外に移し、約250 g/hを前記塔に最上部の充填物区間で還流として計量供給する。真空発生に使用された水を生物学的な廃水処理に供給した。

ボトム中で、次の組成を有する粗NPGが得られた：

NPGホルマー 約400質量ppmを有するNPG 97質量%。

【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0091

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0091】

例3：段階c)からの水性ポリメチロール混合物の蒸留

ヒドロキシピバルアルデヒド水素化から得られた前記排出物を、蒸留による分離に供給した。長さ各1 m及び比表面積500 m²/m³を有する構造化された充填物の3つの配列を有する充填塔（DN 50 mm）を使用した。前記供給を最下の配列の上方で行った。約70 mbar絶対の頂部圧力に調節した。ボトム中で、148の温度に調節した。148の値は、70 mbarでのNPGホルマーの沸点の120%に相当する。

前記エネルギーを、前記塔に自然循環蒸発器を用いて供給したが、しかしまた、他の蒸発器、例えば流下薄膜型蒸発器も使用されることができる。頂部で得られた蒸気を凝縮器に供給し、この凝縮器は10で、得られた蒸気をほぼ完全に凝縮する。真空を、単純な市販の水流真空ポンプにより発生させた。得られた留出物から約350 g/hを外に移し、約250 g/hを前記塔に最上部の充填物区間で還流として計量供給する。真空発生に使用された水を生物学的な廃水処理に供給した。

ボトム中で、次の組成を有する粗NPGが得られた：

NPGホルマー約400質量ppmを有するNPG 97質量%。

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0092】

例4：段階c)からの水性ポリメチロール混合物の蒸留

ヒドロキシピバルアルデヒド - 水素化から得られた前記排出物を、蒸留による分離に供給した。長さ各1m及び比表面積 $500\text{ m}^2/\text{m}^3$ を有する構造化された充填物の3つの配列を有する充填塔(DN 50mm)を使用した。前記供給を最下の配列の上方で行った。約500mbar絶対の頂部圧力に調節した。ボトム中で、189の温度に調節した。189の値は、500mbarでのNPGホルマートの沸点の106%に相当する。

前記エネルギーを、前記塔に自然循環蒸発器を用いて供給したが、しかしまた他の蒸発器、例えば流下薄膜型蒸発器も使用することができる。頂部で得られた蒸気を凝縮器に供給し、この凝縮器は50で、得られた蒸気をほぼ完全に凝縮する。真空を、単純な市販の水流真空ポンプを経て発生させた。得られた留出物から約350g/hを外に移し、約250g/hを前記塔に最上部の充填物区間で還流として計量供給する。真空発生に使用された水を生物学的な廃水処理に供給した。

ボトム中で、次の組成を有する粗NPGが得られた：

NPGホルマート約400質量ppmを有するNPG 97質量%。