

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4286536号
(P4286536)

(45) 発行日 平成21年7月1日(2009.7.1)

(24) 登録日 平成21年4月3日(2009.4.3)

(51) Int. Cl.		F I	
C07C	5/27	(2006.01)	C07C 5/27
C07C	7/09	(2006.01)	C07C 7/09
C07C	9/16	(2006.01)	C07C 9/16
C07B	61/00	(2006.01)	C07B 61/00 300

請求項の数 19 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2002-534460 (P2002-534460)	(73) 特許権者	597142701
(86) (22) 出願日	平成13年10月5日 (2001.10.5)		ビービー オイル インターナショナル リミテッド
(65) 公表番号	特表2004-511493 (P2004-511493A)		B P O I L I N T E R N A T I O N A L L I M I T E D
(43) 公表日	平成16年4月15日 (2004.4.15)		イギリス国、ティーダブリュー16 7ビー ビー、ミドルセックス、サンバリー オン テムズ、チャートシー ロード
(86) 国際出願番号	PCT/GB2001/004461	(74) 代理人	100064012
(87) 国際公開番号	W02002/031089		弁理士 浜田 治雄
(87) 国際公開日	平成14年4月18日 (2002.4.18)	(72) 発明者	ボェスフェルト, ウィレム, マルコ
審査請求日	平成16年10月4日 (2004.10.4)		イギリス国、ケイティー12 3アールエ ヌ、サリー、ウォルトン-オン-テムズ、 パイロン クロース 54
(31) 優先権主張番号	0024888.0		
(32) 優先日	平成12年10月11日 (2000.10.11)		
(33) 優先権主張国	英国 (GB)		
(31) 優先権主張番号	0117829.2		
(32) 優先日	平成13年7月21日 (2001.7.21)		
(33) 優先権主張国	英国 (GB)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 異性化法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

多量の C₅ ~ C₈ 炭化水素からなると共に n - ヘプタン、2 - メチルヘキサン、3 - メチルヘキサン、エチルペンタン、2, 3 - ジメチルペンタン、3, 3 - ジメチルペンタン、2, 2 - ジメチルペンタンおよび 2, 4 - ジメチルペンタンの少なくとも1種からなる C₇ ナフサ流であるナフサ流を異性化させ、これには前記供給原料を H S O₃ F - S b F₅ からなるスーパー酸である異性化触媒と - 50 ~ 25 の反応温度および 0 . 0 1 ~ 1 5 0 時間の接触時間で接触させて、異性化反応のトリプタン選択率が前記炭化水素供給原料の比率として少なくとも5%となるようにすることを特徴とするトリプタンの製造法。

【請求項2】

反応時間が - 3 0 ~ 1 5 である請求項1に記載の方法。

【請求項3】

接触時間が 0 . 0 8 ~ 2 4 時間である請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】

トリプタン選択率が初期炭化水素供給原料の 9 ~ 6 0 % である請求項1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】

触媒を溶液として用いる請求項1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項6】

触媒を塩化スルフリルフルオライド、弗化スルフリル、弗素化炭化水素、フルオロ硫酸

10

20

、硫酸、トリフルオロメタンスルホン酸およびその混合物よりなる群から選択される希釈剤に溶解する請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

触媒を固体支持体に吸着させる請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

バッチ式または連続式に行う請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

方法がトリプタンの連続製造方法であり、前記方法はさらに

炭化水素供給原料を反応器中へ供給し、

供給原料をトリプタンからなる生成混合物を生成させるのに有効な反応条件下で異性化触媒と接触させることからなり、

生成混合物は少なくとも 2 つの液相からなり、一方の液相が他方よりも濃密であることを特徴とする請求項 8 記載の方法。

【請求項 10】

2 つの液相のうち、一方を他方からデカンテーションにより分離する請求項 9 に記載の連続法。

【請求項 11】

2 つの液相のうち、濃密な相を反応器中に保持しまたは反応器から回収し、精製しかつ循環させる請求項 9 または 10 に記載の連続法。

【請求項 12】

2 つの液相のうち、密度の低い方を密度の高い相から分離し、反応器から回収し、必要に応じ精製してそのトリプタン濃度を増大させる請求項 10 または 11 に記載の連続法。

【請求項 13】

2 つの液相に加え、生成混合物が蒸気相をも含む請求項 9 ~ 12 のいずれか一項に記載の連続法。

【請求項 14】

蒸気相を凝縮させると共に、必要に応じ精製してトリプタン含有流を生成させる請求項 13 に記載の連続法。

【請求項 15】

反応帯域と分離帯域とを有する 1 つの 反応器を設け、

炭化水素供給原料を反応器中へ供給し、

供給原料をトリプタンからなる生成混合物を生成されるのに有効な反応条件下で異性化触媒と接触させることからなり、

前記方法は分離帯域に生成混合物の少なくとも 1 部を有して、これを少なくとも 2 つの液相に分離しうることを特徴とする請求項 9 ~ 14 のいずれか一項に記載の連続法。

【請求項 16】

反応帯域と分離帯域とが互いに流体連通する請求項 15 に記載の連続法。

【請求項 17】

反応帯域と分離帯域とを、1 個もしくはそれ以上のグリッドおよび/または多孔プレートを用いて分離する請求項 16 に記載の連続法。

【請求項 18】

グリッドもしくはプレートの一方の側における反応器内容物を攪拌して、分離帯域をグリッドもしくはプレートの反対側に形成させる請求項 17 に記載の連続法。

【請求項 19】

供給原料は水素および/またはイソブタンのような調整剤もしくはクラッキング阻止剤を含有する請求項 1 ~ 18 のいずれか一項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は炭化水素の異性化方法に関するものである。特に本発明は、炭化水素を選択的に異性化させてトリプタン(2, 2, 3-トリメチルブタン)を得るための方法に関するも

10

20

30

40

50

のである。

【0002】

トリブタンは高分枝鎖の炭化水素であって、その高オクタン価によりモーターガソリンおよび航空ガソリンのための燃料添加剤として使用することができる。これは一般に脂肪族、脂環式および/またはアルキル芳香族の炭化水素を異性化触媒の存在下に異性化または反応させて製造される。この種の方法の例は米国特許第3766286号明細書(特許文献1)に記載されている。この特許公報は-30~100の反応温度および0.1~10時間の接触時間の使用を記載している。たとえば好適具体例は25にて5~6時間にわたるn-ヘプタンの異性化を記載している。得られるトリブタン収率は0.4~1.4重量%である。

10

【0003】

今回、反応温度および接触時間の慎重な選択によりトリブタンへの異性化法の選択率を増大させうることが突き止められた。

【0004】

【特許文献1】

米国特許第3766286号明細書

【0005】

本発明によればトリブタンの製造方法が提供され、前記方法は炭化水素供給原料を-50~25の反応温度および0.01~150時間の接触時間で異性化触媒と接触させて、異性化反応のトリブタン選択率を前記炭化水素供給原料の比率として少なくとも5%にするにより炭化水素供給原料を異性化させることからなっている。

20

【0006】

好ましくは、反応温度は-30~15、より好ましくは-25~10、一層好ましくは-15~5、特に好ましくは-10~0である。

【0007】

接触時間は0.05~50時間、好ましくは0.08~24時間、より好ましくは0.1~15時間、一層好ましくは1~10時間、さらに好ましくは2~7時間、特に好ましくは4~6時間とすることができる。

【0008】

好ましくはトリブタン選択率は少なくとも7%、より好ましくは少なくとも9%である。たとえばトリブタン選択率は初期炭化水素供給原料の9~60%とすることができる。

30

【0009】

用いる異性化触媒は好ましくはスーパー酸である。適するスーパー酸は式 MX_n のルイス酸からなるものを包含し、ここでMは遷移金属系、すなわち周期律表の第13、14、15もしくは16族から選択される元素であり、Xはハロゲンまたはフルオロ硫酸、トリフルオロメタンスルホン酸もしくはトリフルオロ酢酸から選択されるアニオンであり、nは3~6の整数である。HX(ここでXは上記と同じ意味を有する)から選択されるブレンステッド酸およびその混合物も使用することができる。

【0010】

好ましくはMは周期律表の第13および15族から選択される。より好ましくはMはSbである。XはF、Cl、BrもしくはIとすることができ、好ましくはFもしくはClである。本発明の好適具体例においてMはその最高原子価状態で選択ハロゲンと共に使用される。たとえば最も好ましい本発明の具体例において、ルイス酸は SbF_5 である。

40

【0011】

Mは代案として遷移金属系から選択することもできる。Mが遷移金属である場合、これは好ましくは遷移金属系の第IVもしくはV族からの金属である。好適遷移金属はTi、Zr、Hf、V、Nb、Taを包含する。より好ましくはMはTi、NbおよびTaから選択され、特に好ましくはMはTaである。

【0012】

好ましくはブレンステッド酸はHF、トリフルオロメタンスルホン酸およびフルオロ硫酸

50

から選択される。

【0013】

適する異性化触媒の好適例は $\text{HSO}_3\text{F} - \text{SbF}_5$ および $\text{SbF}_5 - \text{HF}$ である。

【0014】

ブレンステッド酸とルイス酸とのモル比は約20 : 1 ~ 1 : 5の範囲とすることができる。好ましくは5 : 1 ~ 1 : 1のモル比が使用される。炭化水素の全使用量に対し用いられる触媒の量は炭化水素1重量部当たり約0.01 ~ 100重量部の触媒の範囲とすることができる。好ましくは使用する触媒の量は炭化水素1重量部当たり1 ~ 10重量部の触媒である。

【0015】

触媒はストレート液としてもしくは希釈溶液として使用することができ或いは固体支持体に吸着させることもできる。希釈触媒に関し、反応条件下にて不活性である任意の希釈剤を使用することができる。最適結果を得るには、希釈剤を予備処理してたとえば水、不飽和化合物などの触媒毒を除去することができる。典型的希釈剤は塩化スルフルルフルオライド、弗化スルフルル、弗素化炭化水素およびその混合物を包含する。フルオロ硫酸、硫酸、トリフルオロメタンスルホン酸などを包含するプロトン酸自身も希釈剤として使用することができる。希釈剤：触媒の容量比は約50 : 1 ~ 1 : 1、好ましくは10 : 1 ~ 2 : 1の範囲とすることができる。

10

【0016】

触媒は代案として適する固体キャリアもしくは支持体と一体化させることもできる。反応条件下で触媒に対し実質的に不活性である任意の固体触媒支持体を使用することができる。支持体をたとえば加熱、化学処理もしくは被覆により予備処理して、存在しうる実質上全ての水および/またはヒドロキシル部位を除去することができる。活性支持体をたとえば三弗化アンチモンもしくは三弗化アルミニウムのような不活性材料で被覆することにより、活性支持体を不活性にすることができる。適する固体支持体は炭素（たとえばグラファイト）、たとえばスルホン化陽イオン交換樹脂のような弗化物処理もしくは被覆された樹脂、たとえばアルミナおよびアルミノシリケートのような弗化物処理された酸性カルサイド、およびたとえばゼオライト（たとえばフォージャサイト）のような酸耐性分子篩、を包含する。支持触媒は任意適する方法にて、たとえば乾燥混合、共沈もしくは含浸を包含する従来法により作成することができる。一つの具体例において、支持触媒は適する失活支持体にたとえば五弗化アンチモンのような金属弗化物を含浸させ、次いでたとえばフルオロ硫酸のようなブレンステッド酸を含浸させることにより作成される。

20

30

【0017】

支持触媒を用いる場合、ルイス酸と支持体との重量比は1 : 100 ~ 1 : 10、好ましくは1 : 50 ~ 1 : 35の範囲とすることができる。ブレンステッド酸と支持体との重量比は1 : 100 ~ 1 : 10、好ましくは1 : 50 ~ 1 : 35の範囲とすることができる。

【0018】

本発明の方法にて使用しうる炭化水素供給原料はパラフィン、アルキル置換芳香族炭化水素およびその混合物を包含する。ここに規定したパラフィンは、室温にて実質的に液相である脂肪族および脂環式の炭化水素を包含する。脂肪族炭化水素（直鎖および分枝鎖の材料）は1分子当たり4 ~ 20個の炭素原子、好ましくは4 ~ 8個の炭素原子を有することができる。n-ブタン、n-ペンタン、メチルペンタン、メチルヘキサンなどにより例示することができる。脂環式炭化水素（ナフテン類）は1分子当たり6 ~ 20個の炭素原子、好ましくは6 ~ 12個の炭素原子を有することができ、メチルシクロペンタン、ジメチルシクロペンタン、エチルシクロヘキサン、n-ペンチルシクロヘキサンなどにより例示することができる。反応条件に応じ、環の概要（すなわち環拡大もしくは縮小）を側鎖異性化と競合させることができる。アルキル置換芳香族炭化水素は1分子当たり7 ~ 20個の炭素原子、好ましくは7 ~ 12個の炭素原子を有することができ、原理的にたとえばキシレン、n-プチルベンゼンなどの全ての異性化しうるアルキル芳香族もしくはポリアルキル芳香族炭化水素を包含することができる。環にて置換されたアルキル基の位置異性化お

40

50

よび側鎖異性化の両者が反応条件に応じて生じうる。一般に従来の石油系炭化水素軽質ナフサ流にて見られる他の脂肪族もしくは非環式炭化水素も存在させることができる。

【0019】

本発明の好適具体例において、炭化水素供給原料は $C_5 \sim C_9$ アルカン、たとえば C_7 アルカンで構成される。たとえば C_7 ナフサ流を用いることができる。適する C_7 アルカンの例はn-ヘプタン、2-メチルヘキサン、3-メチルヘキサン、エチルペンタン、2,3-ジメチルペンタン、3,3-ジメチルペンタン、2,2-ジメチルペンタンおよび2,4-ジメチルペンタンを包含する。炭化水素供給原料は実質上これら C_7 アルカンの1種で構成することができ、或いはこれらの2種もしくはそれ以上の混合物で構成することもできる。適するアルカン混合物は3-メチルヘキサンと2,3-ジメチルペンタンとの混合物およびヘプタンと2,4-ジメチルペンタンとの混合物を包含する。 C_7 アルカンを、たとえばナフテン類(たとえば0~40%、好ましくは30~36%)のような他の数種の炭化水素およびたとえばトルエン(たとえば0~10%、好ましくは2~5%)のような芳香族物質と組合わせて存在させることができる。この種の組合せ物の例は25~40%、好ましくは32~38%のn-ヘプタン; 10~28%、好ましくは15~23%のモノ-分枝鎖ヘプタン; 5~15%、好ましくは7~11%の二分枝鎖ヘプタン; 20~40%、好ましくは32~38%のナフテン類および0~5%、たとえば2~3%の芳香族物質からなっている。しかしながら好ましくは、供給物の芳香族含有量は低く、たとえば1%未満である。さらに C_7 アルカンをたとえば C_5 、 C_6 および C_8 アルカンのような他のアルカン類と一緒に供給物に存在させることもできる。この種の混合物の例は2~6%、好ましくは4%のi- C_5 ; 3~7%、好ましくは5%の C_6 ; 50~70%、好ましくは60~62%の2,3-ジメチルペンタン; 20~30%、好ましくは22~26%の2,4-ジメチルペンタンおよび2~8%、好ましくは4~6%の C_8 からなるアルキレート- C_7 流である。

10

20

【0020】

炭化水素供給原料はたとえば水素および/またはイソブタンのような各種のクラッキング阻止剤もしくは調整剤を含有することができる。阻止剤は、異性化に際し生じうる過度の開裂反応を抑圧するよう作用する。水素もしくはイソブタンを使用する場合、これは好ましくは炭化水素供給物に基づき1~3モル%の範囲の量で使用される。

【0021】

本発明の方法はバッチ式もしくは連続式の操作として行うことができる。一般に炭化水素相と触媒相との間の接触面積を増大させるべく抽出プロセスで常用される各種の手段を使用することができる。本発明の一つの具体例においては、炭化水素相と触媒相とを実質的に液相で接触させることができる。使用する装置は慣用のものとすることができる。たとえば装置は単一反応器たとえば流動床反応器または機械的攪拌器、超音波攪拌器、制限内径のジェットおよびターボミキサなどの効率的攪拌装置が設けられた多重反応器を備えることができる。炭化水素相と触媒相とを並流、交差流もしくは向流にて1個もしくはそれ以上の反応器に通過させることができる。未反応の反応体、触媒、阻止剤および反応のより重い生成物を所望の異性生成物から並びに相互に蒸留により分離して、全体的または部分的に異性化反応に戻すことができる。得られる生成物をたとえばアルキル化などによりさらに処理することもでき、或いは高オクタンガソリン配合剤として直接使用することもできる。

30

40

【0022】

トリプタン生成物は、任意適する技術を用いて生成混合物から回収することができる。その例は蒸留、抽出蒸留および選択的結晶化を包含する。膜も使用することができる。

【0023】

本発明の他面によればトリプタンの連続製造方法が提供され、前記方法は：

炭化水素供給原料を反応器中へ供給し、

供給原料をトリプタンからなる生成混合物を生成させるのに効果的な反応条件下で異性化触媒と接触させる

50

ことからなり、前記方法は生成混合物が少なくとも2つの液相からなり、一方の液相が他方よりも濃密であることを特徴とする。

【0024】

2つの液相を、たとえばデカンテーションのような単一の分離技術により分離することができる。この分離工程は連続的に或いは定期的間隔で行うことができる。

【0025】

2つの液相のうち、より濃密な液相は典型的には、異性化触媒と必要に応じ反応に用いられる任意の触媒希釈剤および/または触媒支持体とからなる極性もしくはイオン性の相である。より濃密な液相は反応器に保持することができる。代案として、より濃密な液相は反応器から回収して、好ましくは触媒希釈剤の少なくとも幾分かが回収相から除去された後に循環することもできる。さらに触媒は循環前に再生することもできる。2つの相のうち、より濃密な液相はエマルジョンとして存在させうることに注目すべきである。

10

【0026】

2つの液相の密度の低い方は典型的には、トリブタン生成物からなる極性の低いまたは非極性の相である。必要に応じ、たとえば反応の副生物のような他の油性生成物も第2相に存在することができる。可能な副生物の例は脂肪族炭化水素、たとえば3~10個の炭素原子を有するものを包含する。他の副生物は芳香族および重合体の種類(C₁₂以上)を包含する。この種の物質は弗素化し、或いはスルホン化することができる。好適具体例において、より密度の低い相はより密度の高い相から分離して反応器から回収される。

【0027】

2つの液相に加え、生成混合物はさらに蒸気相をも含むことができる。蒸気相はトリブタンと他の軽質脂肪族および芳香族炭化水素(たとえばC₁~C₉)と水素とイソブタンとも含むことができる。好適具体例においては、蒸気相の少なくとも幾分かを反応器から抜き取る。蒸気相を縮合および蒸留により精製して、トリブタン含有流を生成することができる。

20

【0028】

蒸気相から回収されたトリブタンはモーターガソリンもしくは航空ガソリン、特に鉛除去モーターガソリンもしくは鉛除去航空ガソリンの製造に使用することができる。好適具体例においては、縮合蒸気をさらにたとえば蒸留により精製して、そのトリブタン濃度を増大させる。縮合蒸気の残部は反応器まで循環させることができる。次いで、少なくとも1種のモーターガソリンもしくは航空ガソリン添加剤をトリブタン向上生成物に添加することができる。得られた混合物をモーターガソリンもしくは航空ガソリン、好ましくは鉛除去モーターガソリンもしくは航空ガソリンのための添加剤として用いることができる。

30

【0029】

反応器の内容物を混合することもできる。この混合工程は、任意適する技術を用いて、たとえば機械攪拌器、超音波攪拌器を用いておよび/または気体もしくは液体を反応器中へ導入して行うことができる。任意適する機械攪拌器を用いることができる。反応器に通過させバブリングさせてその内容物を攪拌するガスは窒素、アルゴン、水素および軽質炭化水素(たとえばメタン、イソブタン)を包含する。追加として或いは代案として、混合は単に反応体および/または触媒が反応器中へ導入される結果として達成することもできる。

40

【0030】

混合は反応を容易化させるのに重要であるが、これは2つの液相の分離を阻止することもある。この問題は、攪拌の割合を減少させて軽減することができる。しかしながら好ましくは、生成混合物の少なくとも1部を少なくとも部分的に十分な攪拌力から遮蔽して、少なくとも2つの液相まで分離しうるようにする。

【0031】

従って好適具体例によればトリブタンの連続製造方法が提供され、前記方法は：
反応帯域と分離帯域とを有する反応器を設け、
炭化水素供給原料を反応器中へ供給し、

50

供給原料をトリプタンからなる生成混合物を生成させるのに効果的な反応条件下で異性化触媒と接触させる

ことからなり、前記方法は生成混合物の少なくとも1部を分離帯域に有して、これを少なくとも2つの液相まで分離させうることを特徴とする。

【0032】

反応帯域と分離帯域とは、好ましくは互いに流体連通する。反応帯域および分離帯域は装置の単一ピースに、たとえば反応帯域と分離帯域とを有する反応器を用いて、設けることができる。この配置の利点は、配管作業の要件を最小限に保って全反応器の材料コストを減少させることである。しかしながら、たとえば反応器を分離タンクに連結することにより装置の別々のピースを用いて反応帯域と分離帯域とを設けうることに注目すべきである。多重反応帯域および/または分離帯域を使用することができる。たとえば反応帯域と分離帯域とを有する反応器を別の分離タンクに連結することができる。

10

【0033】

本発明の好適具体例において、少なくとも1つの反応帯域と少なくとも1つの分離帯域とを有する反応器が用いられる。たとえば反応帯域と分離帯域とを、1つもしくはそれ以上のグリッドおよび/または多孔プレートを用いて分離することもできる。使用に際し生成混合物を反応帯域と分離帯域との間にグリッド/プレートにおける開孔もしくは目穴を介し自由流動させる。プレート/グリッドの一方の側における反応器の内容物を混合する場合、プレート/グリッドの反対側における反応器内容物を少なくとも部分的に十分な混合力から遮蔽する。かくして、グリッドの反対側における反応器内容物は分離帯域に存在し、少なくとも2つの相に分離することができる。攪拌器を1つもしくはそれ以上の邪魔板と組み合わせて用いることができ、邪魔板は反応器に位置せしめて反応帯域の混合作用を向上させることができる。

20

【0034】

グリッドもしくは多孔プレートを反応器に位置せしめて、水平に対し $0 \sim 60^\circ$ 、好ましくは $0 \sim 45^\circ$ 、より好ましくは $0 \sim 30^\circ$ 、特に好ましくは $0 \sim 15^\circ$ に設置することができる。一つの具体例においては、グリッドもしくはプレートを実質上水平に位置せしめる。グリッドもしくはプレートより下の反応器内容物を攪拌して、分離帯域をグリッドもしくはプレート上方に形成させる。好ましくはグリッドもしくはプレートの縁部を反応器の内壁部に隣接させる。各縁部を離間させ或いは反応器の内壁部と物理係合させることもできる。

30

【0035】

上記具体例においては、反応器の内容物をグリッド/プレートの開口部もしくは目穴に比較的自由に流動させる。代案具体例においては、反応帯域から分離帯域への生成混合物の流れを機械インペラにより或いは反応器における任意の気泡のガス上昇作用により駆動させることができる。この方式における分離帯域への流過は、たとえば邪魔板もしくは堰を反応帯域と分離帯域との間に位置せしめると共にこれを横ぎる駆動力をどちらかの側における液体/蒸気または液体/液体界面レベルの制御により調節して制御することができる。かくして、生成混合物は反応帯域から分離帯域まで連続的または定期的間隔で流動する。

40

【0036】

炭化水素供給原料は、連続的または定期的間隔で導入することができる。好ましくは供給原料を反応器に連続的に供給する。供給原料は、触媒1kg当たり毎時25gより多い炭化水素の速度、たとえば触媒1kg当たり毎時50~2500gの炭化水素の速度で反応器中へ供給することができる。

【0037】

本発明のこれらおよび他の局面を図面を参照して以下説明する。

【0038】

図1を参照して装置は反応器10を備え、これは反応帯域12と分離帯域14とにグリッド16により分割される。反応器には1対の邪魔板18、20と機械攪拌器22とを設け

50

る。攪拌器 2 2 は反応帯域 1 2 中へ延びる。

【 0 0 3 9 】

操作に際し、反応帯域 1 2 にはライン「A」を介し FSO_3H における 30 モル%の SbF_5 を充填する。ナフサからなる反応体流をもライン「B」を介し反応帯域 1 2 に連続供給すると共に、反応帯域 1 2 における内容物を機械攪拌器 2 2 により攪拌する。反応帯域 1 2 を - 30 ~ 10 に維持すると共に、圧力を 50 バール未満に維持する。反応条件下でナフサを異性化してトリプタンからなる生成混合物を形成させる。

【 0 0 4 0 】

反応器 1 0 の内容物を反応帯域 1 2 と分離帯域 1 4 との間にグリッド 1 6 の開口部（図示せず）を介し自由流動させる。しかしながら、グリッド 1 6 は分離帯域における生成混合物を少なくとも部分的に、攪拌器 1 2 によって生ずる攪拌力から遮蔽する。かくして、分離帯域 1 4 における生成混合物を沈降させると共に、より密度の低い相および濃密相に分離させる。より密度の低い相はトリプタン生成物を含有し、ライン「C」を介し分離帯域から連続回収される。濃密相は、反応帯域 1 2 における攪拌力のためエマルジョンとして存在することができる。

10

【 0 0 4 1 】

図 2 は本発明の実施例を実施するための代案装置を示す。この装置は反応器 1 1 0 を備え、これは反応帯域 1 1 2 と分離帯域 1 1 4 とにセパレータ 1 1 6 により分割される。セパレータ 1 1 6 は入り口 1 1 8 と出口 1 2 0 とを備える。反応器 1 1 0 には機械攪拌器 1 2 2 をも設け、これは反応帯域 1 1 2 中へ延びる。

20

【 0 0 4 2 】

操作に際し、反応帯域 1 1 2 にはライン「A」を介し FSO_3H における 30 モル%の SbF_5 を充填する。ナフサを含む反応体流をもライン「B」を介し反応帯域 1 1 2 に連続供給すると共に、反応帯域 1 1 2 の内容物を機械攪拌器 1 2 2 により攪拌する。反応帯域 1 1 2 を - 30 ~ 10 および 50 バール未満の圧力に維持する。反応条件下でナフサを異性化して、トリプタンを含む生成混合物を生成させる。

【 0 0 4 3 】

反応帯域 1 1 2 の反応混合物は、攪拌器 1 2 2 により生じた攪拌力によりエマルジョンとして存在する。しかしながら、反応帯域 1 1 2 の反応混合物は反応帯域 1 1 2 から分離帯域 1 1 4 までセパレータ 1 1 6 の出口 1 2 0 を介し自由流動する。分離帯域にて反応混合物は、攪拌器 1 2 2 によって生ずる十分な攪拌力から遮蔽される。かくして、反応混合物を沈降させると共に 3 つの相（すなわち密度の低い相 1 2 4、中間相 1 2 6 および濃密相 1 2 8）に分離させる。より密度の低い相 1 2 4 はトリプタン生成物を含有すると共に、ライン「C」を介し分離帯域から連続回収される。濃密相 1 2 8 は酸触媒（ FSO_3H における 30 モル%の SbF_5 ）を含む。この相 1 2 8 の幾分かを入口 1 1 8 を介し反応帯域 1 1 2 中へ逆流させる。

30

【 0 0 4 4 】

実施例

炭化水素（100 ミリリットル）を、 FSO_3H における 30 モル%の SbF_5 よりなる濃密触媒と - 30 ~ 10 の温度にてバッチ式オートクレーブで均質混合した。良好な混合を確保するため邪魔板を用い、反応混合物を 2000 rpm にて攪拌した。試料を一定間隔にて反応混合物から除去すると共にガスクロマトグラフィーにより分析した。その結果を下表 1 に示す。

40

【 0 0 4 5 】

【表 1】

供給物	温度	滞留時間 res.	選択率		変換率 conv.	収率 223 TMB 重量%
			223 TMB	C ₇ 異性体		
			%	%		
ヘプタン	-30	7440	12.8	99.4	68.3	8.7
"	-20	1890	11.4	94.2	45.3	5.2
"	-10	300	10.4	93.8	50.5	5.3
"	0	120	8.6	91.4	26.8	2.3
"	10	25	8.5	94.6	9.9	0.8
3MHx	-30	4260	15.9	99.8	87.0	13.8
"	-20	525	15.1	92.7	85.1	12.9
"	-10	90	10.0	96.1	82.1	8.2
"	0	36	8.0	97.7	80.0	6.4
23DMP	-30	4260	14.4	99.8	90.0	13.0
"	-20	1440	13.9	91.4	92.2	12.8
"	-10	310	13.4	93.6	92.1	12.3
"	0	75	11.7	91.6	91.9	10.8
3MHx/ 23DMP	-30	4860	16.2	99.7	78.0	12.6
"	-20	1020	15.1	99.7	77.0	11.6
"	-10	310	14.0	90.4	72.7	10.2
"	0	60	10.0	99.6	76.0	7.6
ヘプタン/ 24DMP	-30	4200	14.5	99.8	59.0	8.6
"	-20	1044	13.8	99.6	58.0	8.0
"	-10	240	12.2	99.6	54.0	6.6
"	0	60	10.6	99.5	51.0	5.4
24DMP	-30	3600	15.6	99.8	75.0	11.7
"	-20	900	15.0	99.7	75.0	11.3
"	-10	240	14.2	99.6	74.0	10.5
"	0	60	12.5	99.6	74.0	9.3

(註) : ヘプタン=n-ヘプタン; 3MHx=3-メチルヘキサン; 23DMP=2, 3-ジメチルペンタン; 24DMP=2, 4-ジメチルペンタン; conv.=変換率; res.=滞留時間。

【0046】

表から見られるように、トリプタンへのプロセスの選択率は用いる反応条件下にて少なくとも8.0%である。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明による方法の実施例を行うのに適する装置の概略図である。

【図2】 本発明による方法の実施例を行うのに適する代案装置の概略図である。

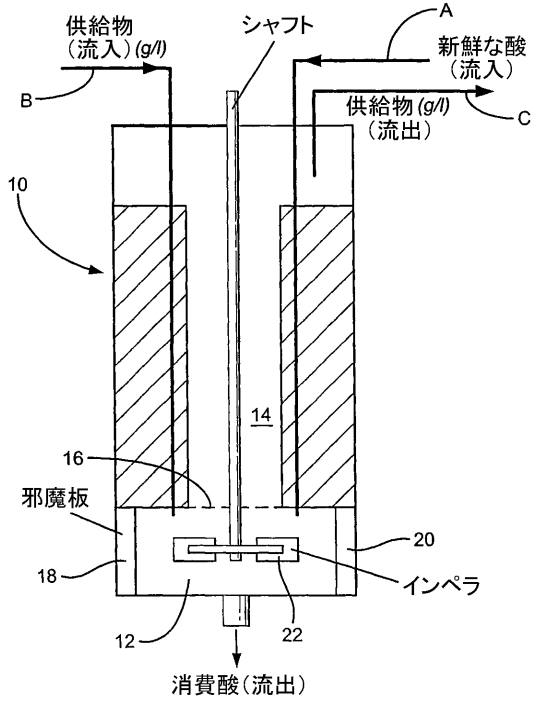
10

20

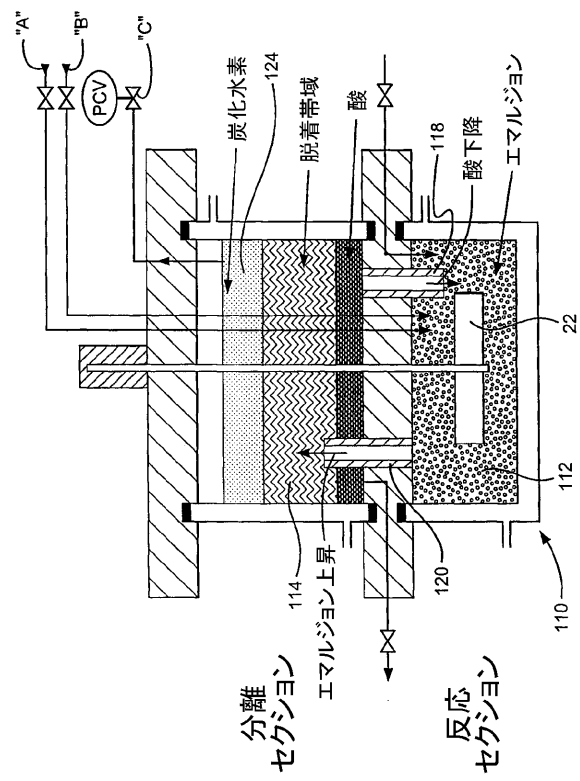
30

40

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 グリーノー, ポール
イギリス国、エイチピー9 1ジェイビー、バッキンガムシャー、ビーコンズフィールド、ウッド
ランズ ドライブ 17

審査官 松澤 優子

(56)参考文献 特開昭48-016902(JP, A)
特開昭49-051203(JP, A)
特開昭48-048402(JP, A)
特開昭55-129154(JP, A)
米国特許第04246094(US, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C07C 5/27
C07C 7/09
C07C 9/16
C07B 61/00