

【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 24 年 12 月 20 日 (2012.12.20)

【公表番号】特表 2012-511505 (P2012-511505A)

【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 2011-538921 (P2011-538921)

【国際特許分類】

C 0 7 C 45/52 (2006.01)

C 0 7 C 47/22 (2006.01)

C 0 7 C 57/055 (2006.01)

C 0 7 C 51/235 (2006.01)

C 0 8 F 16/34 (2006.01)

C 0 8 F 20/06 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 C 45/52

C 0 7 C 47/22 Z

C 0 7 C 57/055 A

C 0 7 C 51/235

C 0 8 F 16/34

C 0 8 F 20/06

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 11 月 2 日 (2012.11.2)

【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】

アクロレインの製造方法であって、

(a) アクロレイン反応領域において水性グリセリン相 G 1 を脱水して水性アクロレイン反応相を得る工程と、

(b) 前記アクロレイン反応相を、アクロレイン含有量の高いアクロレイン相と、前記アクロレイン相よりもアクロレイン含有量が低く、グリセリンと、水と、グリセリン及び水以外の残留物とを含む残留物相 R 1 と、に少なくとも部分的に分離する工程と、

(c) 前記残留物相 R 1 の少なくとも一部を前記工程 (a) に再循環させる工程と、を含み、

i) グリセリンと、水と、グリセリン及び水以外の残留物とを含むグリセリン相 G 2 に存在する少なくとも 1 種の残留物を前記グリセリン相 G 2 から分離し、得られた精製グリセリン相 G 2 を前記アクロレイン反応領域に直接供給するか、

i i) グリセリン及び水以外の少なくとも 1 種の残留物を、グリセリンと、水と、グリセリン及び水以外の残留物とを含むグリセリン相 G 2 をアクロレイン含有量の低い前記残留物相 R 1 と混合することによって得られる混合相 M 1 から分離し、得られた精製混合相 M 1 を前記アクロレイン反応領域に供給する方法。

【請求項 2】

(A 1) 請求項 1 に記載の方法によってアクロレイン含有量の高いアクロレイン相を得る工程と、

(A2) 前記工程(A1)で得られた前記アクロレイン含有量の高いアクロレイン相を酸化させてアクリル酸相を得る工程と、

(A3) 必要に応じて前記アクリル酸相を処理してアクリル酸を得る工程と、
を含むアクリル酸の製造方法。

【請求項3】

(P1) 重合相内において請求項2に記載のアクリル酸の製造方法を行ってアクリル酸相又はアクリル酸を得る工程と、

(P2) 前記重合相の重合を行ってポリマーを得る工程と、
を含むポリマーの製造方法。

【請求項4】

前記精製グリセリン相G2又は前記精製混合相P1に加えて、グリセリン相G3を前記アクロレイン反応領域に供給する、前記請求項のいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

前記グリセリン相G3が、前記グリセリン相G2よりも低い塩含有量を有する、請求項4のいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】

前記グリセリン相G3が、前記グリセリン相G2よりも低いグリセリン以外の有機化合物の含有量を有する、請求項4又は5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】

前記グリセリン相G2が、トリグリセリドの開裂又はエステル交換における反応生成物として得られた粗製グリセリン相である、請求項4～6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項8】

前記グリセリン相G3及び/又は前記グリセリン相G2が、塩、脂肪酸、石鹼、モノグリセリド、ジグリセリド、トリグリセリド及びグリセリンの縮合物を残留物として含む、請求項4～7のいずれか1項に記載の方法。

【請求項9】

前記グリセリン相G3が、トリグリセリドの開裂又はエステル交換において得られた粗製グリセリンの蒸留による蒸留液として得られたものである、請求項4～8のいずれか1項に記載の方法。

【請求項10】

前記粗製グリセリンの蒸留によって得られた塔底留出物の少なくとも一部を塩分離装置内を通過させ、前記粗製グリセリンの蒸留に再供給する、請求項9に記載の方法。

【請求項11】

前記i)又はii)における除去を、(1)蒸留、(2)精密濾過、限外濾過、逆浸透、ナノ濾過及びそれらの少なくとも2つの組み合わせからなる群から選択される濾過、(3)電気透析及び(4)イオン交換処理の少なくとも1つによって行う、前記請求項のいずれか1項に記載の方法。

【請求項12】

前記i)又はii)における分離によって、少なくとも1種の付随する塩を少なくとも部分的に除去する方法であり、

該i)又はii)における分離を、ポリアミド又はポリエーテルスルホンからなるポリマーナノ濾過膜によって行うか、又はポリアミド又はポリエーテルスルホンからなるポリマーナノ濾過膜を含み、少なくとも40mmのフィードスペースを有するスパイラル型モジュールによって行う、

前記請求項のいずれか1項に記載の方法。

【請求項13】

少なくとも90重量%の透過液収率で前記分離を行う方法であり、

前記ポリマーナノ濾過膜による分離を40を超え温度で行い、且つ、前記ポリマーナノ濾過膜による分離を30バールを超える膜間圧で行う、

請求項12に記載の方法。

【請求項 14】

前記 i) 又は i i) における分離を濾過によって行った後、電気透析を行う、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

前記電気透析を行った後、浸透精製を行うか、又は前記電気透析又は浸透精製を行った後、イオン交換処理を行う、
請求項 12 に記載の方法。

【請求項 16】

前記アクロレインの製造方法における前記グリセリン相 G 1 のグリセリンの一部を循環させる、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 17】

前記アクロレイン反応領域が脱水触媒を含む、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 18】

前記アクロレイン反応領域が水以外の液体を含む、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 19】

前記アクロレイン反応領域が金属及び / 又は金属化合物を含む、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 20】

前記アクロレイン反応領域の出口における前記アクロレイン反応相が、50 重量 % 未満のグリセリンを含む、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 21】

前記アクロレイン反応領域の出口における前記アクロレイン反応相が、0.1 ~ 50 重量 % のグリセリンを含む、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 22】

前記工程 (b) における分離前の前記アクロレイン反応相が、前記分離中よりも高い圧力下にある、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 23】

前記工程 (b) における分離前の前記アクロレイン反応相のアクロレイン濃度が、前記分離後よりも少なくとも 5 % 高い、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 24】

エントレーナガスを使用する、前記請求項のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 25】

流体を導通するように接続された、グリセリン相中のグリセリンをアクロレインに転化させるための反応器 (1) と、水性グリセリン相を前記反応器 (1) に供給する手段 (2) と、アクロレインを除去するための蒸留装置 (3) と、アクロレインを除去した前記アクロレイン相を分離するための分離手段 (4) と、アクロレインを除去した前記アクロレイン相又は前記水性グリセリン相を精製するための精製手段 (5) と、流体を導通するように前記分離手段 (4) 、前記精製手段 (5) 及び前記反応器 (1) を接続する戻りライン (6) と、を含むアクロレイン製造装置。

【請求項 26】

前記精製手段 (5) が、濾過装置 (12) 、逆浸透手段 (13) 、電気透析装置 (14) 、イオン交換装置 (15) 及びそれらの少なくとも 2 つの組み合わせから選択される装置であり、該濾過装置が、少なくとも 1 つの精密濾過フィルタ (16) 、限外濾過フィルタ (17) 、ナノ濾過フィルタ (18) 又はそれらの少なくとも 2 つの組み合わせを含み、該精製手段 (5) がナノ濾過フィルタ (18) を含み、該ナノ濾過フィルタ (18) がポリマーナノ濾過膜を含み、該ナノ濾過フィルタがポリマーナノ濾過膜を含み、少なくとも 40 mm のフィードスペースを有するスパイラル型モジュールからなり、該ポリマーナノ濾過膜がポリアミド又はポリエーテルスルホンからなる、

請求項 2 5 に記載の装置。

【請求項 2 7】

グリセリドからグリセリンを製造するための反応器 (9) を含む、請求項 2 5 ~ 2 6 のいずれか 1 項に記載の装置。

【請求項 2 8】

請求項 2 5 ~ 2 7 のいずれか 1 項に記載のアクロレイン製造装置が、アクロレインを酸化させるための酸化反応器 (1 0) に流体を導通するように接続されたアクリル酸製造装置。

【請求項 2 9】

請求項 2 5 ~ 2 8 のいずれか 1 項に記載の装置を使用する、請求項 1 ~ 2 4 のいずれか 1 項に記載のアクロレインの合成方法。

【請求項 3 0】

請求項 2 5 ~ 2 8 に記載の装置を使用する、請求項 2 ~ 2 4 のいずれか 1 項に記載のアクリル酸の製造方法。