

【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21年11月19日(2009.11.19)

【公表番号】特表2002-526463(P2002-526463A)

【公表日】平成14年8月20日(2002.8.20)

【出願番号】特願2000-574053(P2000-574053)

【国際特許分類】

C 07 C 29/80 (2006.01)
C 07 C 31/20 (2006.01)
C 07 C 29/10 (2006.01)

【F I】

C 07 C 29/80
C 07 C 31/20 A
C 07 C 29/10

【誤訳訂正書】

【提出日】平成21年9月29日(2009.9.29)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】特許請求の範囲

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

エチレンオキシドの加水分解生成物を、加圧脱水し、真空脱水し、次いで精製蒸留することにより高濃度モノエチレングリコールを蒸留回収する方法であつて、

上記真空脱水の間に、濃度1質量%未満のモノエチレングリコール、中沸点物及び低沸点物を含み、必要によりさらに後処理した後、この系から取り除かれる水溶性流を回収しきつ

上記真空脱水を真空脱水塔(5)で行い、そして水溶性流をこの真空脱水塔(5)から側方流として回収するか、又は

上記真空脱水を2種類の真空脱水塔(5,10)で行い、そして水溶性流を第2真空脱水塔(10)の塔頂流として回収する、

ことを特徴とする方法。

【請求項2】

モノエチレングリコール精製蒸留塔(6)の塔頂流が前の真空脱水塔(10)に戻され、そして高濃度モノエチレングリコールが、モノエチレングリコール精製蒸留塔(6)の側方取り出しを介して回収される請求項1に記載の方法。

【請求項3】

モノエチレングリコール精製蒸留塔(6)の塔頂流がモノエチレングリコールの側方取り出し流の1~10%に等しく、及び/又は1~10段の分離段が、モノエチレングリコール精製蒸留塔(6)と側方取り出し口の間に配置される請求項2に記載の方法。

【請求項4】

真空脱水塔(5,10)の塔底部温度は220℃を超えない範囲である請求項1~3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】

加圧脱水塔(2)又はカスケード状装置群(2,3,4)の少なくとも第1加圧脱水塔(2)が、少なくとも1段の分離段を備えるストリッピング部を有し、そしてストリッピング部を有する加圧脱水塔の塔頂流の一部がこの系から取り除かれる請求項1に記載の方

法。

【請求項 6】

加圧脱水塔(2)への給送点より下側の温度が80℃を超える範囲であり、ストリッピング部の圧力が1バールを超える範囲である請求項5に記載の方法。

【請求項 7】

ストリッピング部を有する加圧脱水塔(2)の塔頂流が、部分凝縮器(9a)及び/又はストリッパー(9)に導入され、そして副成分の豊富な気相流がこの系から取り除かれる請求項5又は6に記載の方法。

【請求項 8】

部分凝縮器(9a)及びストリッパー(9)が90℃を超える温度の範囲で運転される請求項5~7のいずれかに記載の方法。

【誤訳訂正2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0003

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0003】

脱水は、一般的に、圧力漸変(漸増)塔(pressure-graduated column)のカスケード状装置群で減圧して行われる。熱を集中させるため、一般的に、第1加圧塔の底部リボイラーのみが外部スチームで加熱される一方、他の全ての加圧塔はその手前の塔の蒸気で加熱される。給送材料(feed)は、第1プレートより下側の箇所で各塔に送り込まれる。なぜなら、水及びグリコールを分離するためのストリッピング部を必要としないからである。加水分解反応器の溶出物の水含有量及び第1塔の底部リボイラーで使用される外部スチームの圧力/温度水準に応じて、加圧脱水カスケード状装置群は2~7個の塔を有する。加圧脱水工程に次いで、ストリッピング部を具備した塔で真空脱水工程が一般的に行われる。脱水により得られた水は、加水分解反応器の上流側に戻される。脱水処理グリコール混合物は、複数の塔で純粋な物質に分離される。モノエチレングリコール、ジエチレングリコール及びトリエチレングリコールは、それぞれ塔頂生成物として回収されるが、他の全ての高級グリコールは、最終塔の底部生成物として、ポリエチレングリコールとして知られている混合物の状態で得られる。

【誤訳訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0012

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0012】

本発明者等は、上記目的がエチレンオキシドの加水分解生成物を、加圧脱水、好ましくはカスケード状装置群(装置群)で加圧脱水し、真空脱水し、次いで精製蒸留することにより高濃度モノエチレングリコールを蒸留回収する方法であって、上記真空脱水の間に、濃度1質量%未満、好ましくは0.1質量%未満のモノエチレングリコール、中沸点物及び低沸点物を含み、必要によりさらに後処理した後、この系から取り除かれる水溶性流を回収することを特徴とする方法により達成されることを見出した。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0021

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0021】

本発明の方法における特に有効な様式において、加圧脱水工程での副成分、特に低沸点物の除去が、真空脱水工程での除去と同様に改善されている。このために、加圧脱水塔又

はカスケード状装置群の少なくとも第1脱水塔が、少なくとも1段、好ましくは2~10段、塔に好ましくは3~6段の分離段を具備するストリッピング部を有し、かつストリッピング部を有する脱水塔の塔頂流の一部がこの系から取り除かれる。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0022

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0022】

一般的な大規模プロセスは、第2加圧脱水塔の底部リボイラーでアセトアルデヒドページを用いて行われる：即ち、ここでは、第1加圧脱水塔の蒸気が実質上凝縮され、その際、全蒸気に対して約1~5質量%の未凝縮留分がこの系から取り除かれる。残った蒸気を、必要により別の熱交換器で後凝縮し、そして凝縮熱を処理全体において適当な箇所で利用しても良い。しかしながら、一般的な解決法では、アセトアルデヒドページを介して、蒸気の一部として第1加圧脱水塔を離れた副成分のみを取り除くであろう。これは、特にホルムアルデヒドの場合に適当でない。なぜなら、グリコール水溶液中のホルムアルデヒドの揮発性は、グリコール含有量を増大させて、特にホルムアルデヒドと水及びグリコールとの化学反応の結果、低下するからである。ホルムアルデヒドを加圧脱水塔のグリコール含有底部生成物から分離するために、加圧脱水塔又はカスケード状装置群の少なくとも第1加圧脱水塔は、少なくとも1段、好ましくは2~10段、特に好ましくは3~6段のストリッピング部を必要とする。ホルムアルデヒドを第1塔の純粋な水溶性蒸気に移した場合のみ、アセトアルデヒドと共にこの系からページすることができる。ストリッピング部におけるホルムアルデヒドの効果的な除去は、加圧脱水塔、又はカスケード状装置群の第1加圧脱水塔の温度及び対応する圧力、並びに反応器溶出物の水分含有量で改善される。底部リボイラーがD E - C 3 3 3 8 4 8 8に開示されているような「分割ベース」(divided base)として設計される場合、ストリッピング部においてさらに2段のプレートを節約することができる。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0028

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0028】

図1は、従来技術によりグリコールを大規模工業的に回収するスキームを示している。水：エチレンオキシドの質量比4:1~15:1を有する水/エチレンオキシド混合物が加水分解反応器1に、その後、ここで3つの圧力漸変塔2、3及び4のカスケード状装置群として描かれる加圧脱水工程に給送される。塔2、3及び4の給送点は、それぞれ底部領域にある。第1加圧脱水塔2からの蒸気流は、第2加圧脱水塔3の底部リボイラーで凝縮され、未凝縮留分はいわゆるアセトアルデヒドページ(W/A C H、即ち水/アセトアルデヒド)としてこの系から取り除かれる。加圧脱水塔2、3及び4からの凝縮蒸気は、加水分解反応器1の上流側に戻される。最終加圧脱水塔4からの塔底流は、真空脱水塔5の中段に導入される。この真空脱水塔5からの主として水を含有する蒸気も同様に凝縮され、加水分解反応器1の上流側に戻される。真空脱水塔5からの底部溶出物は、モノエチレングリコール精製蒸留塔6に給送され、ここからモノエチレングリコールと副成分、特にホルムアルデヒド(F A)、グリコールアルデヒド(G A)及びUVスパイラー(UV-s)が頂部生成物として回収される。モノエチレングリコール精製蒸留塔6からの底部溶出物は、ジエチレングリコール精製蒸留塔7に給送され、ここから純粋なジエチレングリコールが頂部生成物として回収され、そしてその底部溶出物が別の塔、即ちトリエチレングリコール精製蒸留塔8に給送される。トリエチレングリコール精製蒸留塔からの頂部生成物は、純粋なトリエチレングリコールであり、塔8からの底部溶出物は、ポリエチ

ングリコール(PEG)として知られている、高級グリコールの混合物を含んでいる。