(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.[7]
C07C 231/06

(45) 공고일자 2005년11월09일
(11) 등록번호 10-0527647
(24) 등록일자 2005년11월03일

(21) 출원번호 10-2002-0040332
(22) 출원일자 2002년07월11일

(65) 공개번호 10-2003-0007128
(43) 공개일자 2003년01월23일

(30) 우선권주장 0109367 2001년07월13일 프랑스(FR)

(73) 특허권자 아르끄마
프랑스 92800 뿌또 꾸르 미슐레 4/8

(72) 발명자 크루와시쟝-프랑수와
프랑스37490로삐딸뤼드라프롱띠에르68

또시미셸
프랑스57660릭싱레생따볼뤼뒤스따드12

(74) 대리인 특허법인코리아나

심사관 : 장봉호

(54) 황산 메타크릴아미드의 제조 방법 및 이를 수행하기 위한장치

요약

본 발명은 아세톤 시아노히드린으로부터 황산 메타크릴아미드를 제조하기 위한 방법에 관한 것이다.

이 황산 메타크릴아미드의 제조 방법은 하기 단계들을 포함한다 :

a) 아세톤 시아노히드린을 황산과 혼합하는 혼합 단계;

b) 스토빙(stoving) 단계;

c) 아세톤 시아노히드린의 첨가 단계;

d) 또 한번의 스토빙 단계;

e) 임의적으로, 아세톤 시아노히드린을 부가적으로 첨가하는 하나 이상의 추가적 단계(들), 및 그에 이은 추가적 스토빙 단계;

f) 임의적으로, 최종적 스토빙 단계.

상기 방법은, 황 삼산화물을 또한 단계 c) 에, 및/또는 이 단계 c) 의 직후에, 및/또는 적당하게는, 부가적 첨가 e) 의 하나 이상의 추가적 단계(들) 에, 및/또는 이 단계(들) e) 직후에 도입하는 것을 특징으로 한다.

본 발명은 또한 상기 방법을 수행하기 위한 장치에 관한 것이다.

대표도

도 1

색인어

아세톤 시아노히드린, 황산 메타크릴아미드, 황 삼산화물

명세서

도면의 간단한 설명

도 1 은 본 발명에 따른 방법을 수행하는데 사용되는 어셈블리를 나타내는 도면이고,

도 2 는 본 발명에 따른 방법 및 종래 기술의 방법에서 대해, 황산/아세톤 시아노히드린 몰비의 함수로서의 수율 변화를 나타내는 도면이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 아세톤 시아노히드린으로부터 황산 메타크릴아미드를 제조하는 방법, 및 이 방법을 수행하기 위한 장치에 관한 것이다.

황산 메타크릴아미드 또는 메타크릴아미드 황산염 [CH_2=C(CH_3)-$CONH_2$,H $_2SO_4$] 는 메탄올 및 물과의 반응에 의해 메틸 메타크릴레이트를 형성시키는 중간 생성물이다.

아세톤 시아노히드린 및 진한 황산으로부터 황산 메타크릴아미드를 제조하는 것은 공지의 관용 기술이다.

이 제조 방법은 일반적으로 아세톤 시아노히드린과 진한 황산을 반응시켜, α-히드록시이소부티르아미드 및 α-히드록시이소부티르아미드 술페이트를 수득하는 것을 포함한다. 이어서, 상기 두 화합물을 가열하여 황산 메타크릴아미드를 얻는다.

그러한 제조 방법은 프랑스 특허 제 1 529 440 호의 주제로서, 그 본문에는 아세톤 시아노히드린을 황산과, 황산/아세톤 시아노히드린 몰비 1.5 이상을 이용하여 혼합하는 단계, 및 상기 수득된 혼합물을 가열에 의해 탈수시킨 후, 아세톤 시아노히드린을 반응 매질에 첨가하여, 또다시 일정한 황산/시아노히드린 몰비 (1 초과)를 얻도록 하고, 최종적으로 반응 혼합물을 또다시 가열에 의해 탈수시키는 단계를 포함하는, 아세톤 시아노히드린의 도입 공정을 갖는 방법이 기재되어 있다.

유럽 특허 출원 제 226 724 호는, 아세톤 시아노히드린 및 진한 황산으로부터 메타크릴아미드를 제조하는 방법으로서, 탄소수 5 내지 7 의 불활성의 선형 포화 탄화수소 및 아세톤 시아노히드린으로 구성되는 2상 액체 혼합물을 황산에 도입하는 방법에 관한 것이다.

유럽 특허 출원 제 999 200 호는 피스톤형 분해(cracking) 반응기가 열 전환에 사용되는, 메틸 메타크릴레이트 또는 메타크릴산의 고수율 제조 방법 및 장치에 관한 것이다.

러시아 저널 [Zhurnal Prikladnoi Khimii, Vol. 47, No. 6, pp. 1347 - 1351 (1974년, 6월)] 에 발행된, 제목 "아세톤 시아노히드린 및 발연 황산(oleum)으로부터의 메틸 메타크릴레이트의 합성에서 일어나는 각종 반응들(Various reactions occuring in the synthesis of methyl methacrylate from acetone cyanohydrin and oleum)" 의 번역문 (A. A. Michurin, E. A. Sivenkov, E. N. Zil'berman 및 T. I. Tret'yakova 저) 에서, 아세톤 시아노히드린과 황산의 반응으로써 α-히드록시이소부티르아미드 황산염을 수득하는 것은, 황 삼산화물 5 내지 10 %를 함유하는 발연 황산의 존재 하에, 1/2 시아노히드리드/발연 황산 몰비로 수행할 경우에 더 좋은 결과가 얻어짐이 입증되어 있다. 그러나, 후속 스토빙 단계 동안 부반응의 발생을 제한하기 위해, 황 삼산화물 0 - 3 %를 함유하는 발연 황산으로 작업할 것이 권장된다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은, 약간 과량의 황산을 사용할 경우에도, 즉 총 황산/아세톤 시아노히드린 몰비가 낮을 경우에도 높은 수율을 갖는 황산 메타크릴아미드의 제조 방법을 제안하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명에 따른 방법은, 하기 단계들을 포함하며 :

a) 아세톤 시아노히드린을 황 삼산화물이 없는 황산과 혼합하는 혼합 단계;

b) 상기 수득된 혼합물을 가열에 의해 탈수시키는 스토빙 단계;

c) 황산을 더욱 첨가하지 않으면서, 아세톤 시아노히드린을 더욱 반응 매질에 혼합 하에 첨가하는, 부가적 아세톤 시아노히드린의 첨가 단계;

d) 혼합물을 부가적으로 가열에 의해 탈수시키는 또 한번의 스토빙 단계;

e) 임의적으로, 아세톤 시아노히드린을 부가적으로 첨가하는 하나 이상의 추가적 단계(들), 및 그에 이은 추가적 스토빙 단계;

f) 임의적으로, 최종적 스토빙 단계;

황 삼산화물을 또한 단계 c) 에, 및/또는 이 단계 c) 의 직후에, 및/또는 적당하게는, 부가적 단계 e) 의 하나 이상의 추가적 단계(들)에, 및/또는 이 단계(들) e) 직후에 도입하는 것을 특징으로 한다.

이에 따라, 상기 방법은 부반응의 수와 정도를 감소시키는 이점을 가진다. 게다가, 반드시 무수 형태인 것은 아닌 출발 시약의 사용을 허용한다.

본 발명의 주제는 또한 본 발명에 따른 방법을 수행하기 위한 장치이다.

본 발명의 다른 특징 및 이점은 도면을 참조로 하는 하기 발명의 상세한 설명을 통해 명백해질 것이다.

- 도 1 은 본 발명에 따른 방법을 수행하는데 사용되는 어셈블리를 나타내는 도면이고;

- 도 2 는 본 발명에 따른 방법 및 종래 기술의 방법에서 대해, 황산/아세톤 시아노히드린 몰비의 함수로서의 수율 변화를 나타내는 도면이다.

본 발명은 메타크릴아미드가 이미 풍부한 공정 중 시점들에 황 삼산화물을 도입함으로써, α-히드록시이소부티르아미드를 α-히드록시이소부티르아미드 황산염으로 화학적으로 또한 거의 즉각적으로 전환할 수 있고, 또한 상기 α-히드록시이소부티르아미드 황산염은 후속 스토빙 중에 메타크릴아미드로 급속히 전환된다는 발견을 기초로 한 것이다.

따라서, 황 삼산화물의 도입은 단계 c) 중, 즉 황산/아세톤 시아노히드린 몰비 MR 이 높은 시점인 예-스토빙 단계 후, 또는 대안적으로는 단계 c) 직후에, 즉 상기 몰비 MR 이 낮은 아세톤 시아노히드린의 도입 종결 시점에 수행될 수 있다.

바람직하게는, 황 삼산화물은 단계 c) 에서만 도입된다.

본 발명에 따라, 무수 시약으로 작업하는 것은 필수적이지 않다. 특정 적정율을 표적으로 하지 않고, 적정율이 100 % 부근인 황산을 사용할 수 있다. 게다가, 보통 품질의 아세톤 시아노히드린이 만족스러울 수 있다. 예를 들어, 500 내지 수천 ppm 의 물을 함유하는 아세톤 시아노히드린을 사용하는 것이 가능하다.

황 삼산화물은 자체의 도입을 용이하게 하는 발연 황산의 형태일 수 있다.

발연 황산은 일반적으로 10 중량 % 초과, 바람직하게는 15 중량 % 초과의 황 삼산화물을 함유한다.

그것은 예를 들어, 메틸 메타크릴레이트 제조 공정의 표준 산 재생 단위로 수득되는, 104.5 % 의 적정율을 갖는 (H_2SO_4 당량 - 약 20 중량 % 의 유리 황 삼산화물 함유) 산업용 발연 황산에 해당할 수 있다. 이는, 종래 기술에서, 특히 상기 언급된 러시아 발간물에서, 발연 황산의 사용이 결과적으로 부 반응을 간섭하게 되기 때문에, 놀라운 것이다.

첨가된 발연 황산의 양은 아세톤 시아노히드린 및 황산의 총 충진량 기준으로 10 중량 % 미만이다. 바람직하게는 그 총 충진량 기준으로 3 내지 5 % 이다.

이에, 상기 주입된 발연 황산 함량은 낮은 몰비 MR 과 필적하는 수준으로 유지되고, 어떠한 점도 또는 결정화 문제도 야기하지 않는데, 이는 정확히 발연 황산이 예(pre)-스토빙 단계 후에, 즉 메타크릴아미드로 전환된 α-히드록시이소부티르아미드 황산염의 일부가 이미 있는 시점에 주입되기 때문이다.

또한 발연 황산이 아세톤 시아노히드린에 직접적으로 첨가되는 종래 기술에서의 경우와는 반대로, 발연 황산의 주입 시점에서 특별한 발열성이 나타나지 않는다.

결정화도 또한 관찰되지 않는데, 이는 발연 황산이 예-스토빙 전에 주입될 때 통상적으로 일어나는 α-히드록시이소부티르아미드 황산염의 함량의 증가로 인한 것이다.

본 발명에 따라, 황 삼산화물은 일반적으로 α-히드록시이소부티르아미드 황산염으로 전환되는 α-히드록시이소부티르아미드에 대해 약간 부족량으로 주입된다. 이 부족량은 황 삼산화물/α-히드록시이소부티르아미드 몰비 1 미만 및 약 0.8 - 0.9 에 해당할 수 있다.

결과적으로, (단계 c 의 출구에) 반응 매질에서 어떠한 유리 황 삼산화물도 없다. 이는 황 삼산화물과 연관된 부반응, 특히 디메틸아크릴아미드, 술톤 및 중합체의 형성을 제한하는 이점을 가진다.

본 발명에 따라, 단계 c) 에서의 몰비 MR 은 일반적으로 1.7 미만, 바람직하게는 1.15 내지 1.35 이다.

본 발명에 따른 방법을 수행하는데 사용되는 어셈블리에 대해서는, 일반적으로 하기 것들을 차례로 포함하고 :

- 제 1 혼합 반응기 Ra,

- 제 1 스토빙 반응기 Rb,

- 아세톤 시아노히드린을 도입하기 위한 장치를 포함하는 제 2 혼합 반응기 Rc,

- 제 2 스토빙 반응기 Rd,

- 임의적으로는, 하나 이상의 추가적 혼합 반응기(들), 및 그에 이은 추가적 스토빙 반응기, 및

- 임의적으로는, 최종적 스토빙 반응기 Re;

황 삼산화물을 반응기 Rc 에, 및/또는 이 반응기 출구에서, 및/또는 적당하다면 하나 이상의 추가적 혼합 반응기로, 및/또는 이 추가적 반응기(들)의 출구에 도입하기 위한 장치도 또한 포함한다는 점에서 종래 어셈블리와는 구별된다.

어셈블리가 추가적 혼합 반응기를 포함할 경우, 그 각각의 반응기들에 추가적 스토빙 반응기가 이어진다.

도 1 은 본 발명에 따른 방법을 수행하기 위해 사용될 수 있는 단순화된 어셈블리를 설명하는 다이어그램이다.

본 발명에 따른 방법은 하기와 같이 기술될 수 있는 연속 방식으로 일반적으로 수행된다.

황산은 라인 1 을 통해 도입되고, 아세톤 시아노히드린은 라인 2 및 6 을 통해 도입된다. 단계 a) 는 반응기 Ra 에서 일어난다.

반응기 Ra 에서 수득된 혼합물은 라인 4 를 통해 반응기 Rb 에 도입되고, 거기에서 예-스토빙 단계 b) 가 일어난다.

이어서 단계 b) 에서 수득된 중간 생성물은 라인 5 를 통해 반응기 Rc 에 도입되고, 거기에서 라인 6 을 통해 도달하는 새 (fresh) 아세톤 시아노히드린과, 또한 적당하다면, 라인 7 을 통해 도달하는 발연 황산과 혼합된다.

이어서 반응기 Rc에서 수득된 혼합물을 라인 9 를 통해 반응기 Rb 에 도입한다.

적당하다면, 발연 황산을 라인 8 을 통해 반응기 Rc 를 나가는 혼합물에 첨가한다.

단계 d) 의 스토빙이 반응기 Rd 에서 일어난다.

적당하다면, 반응기 Rd 가 임의적으로 최종적 스토빙 반응기 Re 에 연결될 수 있다.

스토빙 후, 메트아크릴아미드 황산염을 반응기 Rd, 또는 적당하다면 반응기 Re 로부터 회수하여, 메틸메트아크릴레이트 또는 메타크릴산을 제조하는데 사용한다.

혼합 반응기는 통상 85 내지 105 ℃, 바람직하게는 90 내지 95 ℃ 의 온도에서 작동한다.

스토빙 반응기는 통상 120 내지 145 ℃, 바람직하게는 120 내지 140 ℃ 의 온도에서 작동한다.

본 발명의 한 바람직한 구현예에 따라, 반응기 Rb, Rd 및 임의적으로는 Re 중 하나 이상은 피스톤 반응기이다.

실시예

하기 실시예는 본 발명을 설명하기 위한 것이나, 본 발명의 영역은 제한하지 않는다.

모든 시험은 도 1 에 설명되어 있는 어셈블리에서 수행된다.

반응기 Ra 는 (약 270 ml 체적의) 교반되는 자켓 반응기이다.

반응기 Rb 는 (약 60 ml 체적의) 전기 가열되는 피스톤 반응기이다.

반응기 Rc 는 (약 300 ml 체적의) 교반되는 자켓 반응기이다.

반응기 Rd 는 (약 36 ml 체적의) 전기 가열되는 피스톤 반응기이다.

(약 240 ml 체적의) 자켓 피스톤 반응기 Re (나와 있지 않음) 는 반응기 Rd 의 출구에 연결된다.

시험의 주요 특성은 하기와 같다 :

- 반응이 2 공정에 걸쳐 연속적으로, 또한 최종적 스토빙에서 일어나고;

- 아세톤 시아노히드린을 상기 2 공정 (아세톤 시아노히드린이 공급되는 공정) 에 걸쳐 분배되고;

- 몰비 MR 은 반응기 Rc 로 도입되는 아세톤 시아노히드린의 양을 변화시킴으로써 조정되며;

- 100 % 황산의 유속이 Ra 의 출구에서 일정하게 유지되고 (약 570 g/h), 이는 피스톤 반응기 Re 의 출구에서 표적으로 하는 최종적 MR 에 따라 조정된 아세톤 시아노히드린의 유속이고;

- 황산 적정율을 전위차측정법(potentiometry) 으로 측정하며 (수산화나트륨으로 분석);

- 형성된 생성물의 함량을 HPLC 로 측정함.

시험예 1 (비교예)

이 시험에서, 반응기 Rc 에서의 비 MR 은 1.60 이고; 아세톤 시아노히드린은 반응기 Ra 에서는 70 %, 또한 반응기 Rc 에서는 30 % 인 방식으로 분배된다.

다른 조건들은 하기 표에 나와 있다.

	반응기				
	Ra	Rb	Rc	Rd	Re
MR	2.27		1.6	1.6	
온도 °C	90	120	90	135	
체류시간 (분)	38	5	30	2.5	24

시험예 2 (본 발명의 예)

이 시험에서, 반응기 Rc 에서의 비 MR 은 1.50 이고; 아세톤 시아노히드린은 반응기 Ra 에서는 70 %, 또한 반응기 Rc 에서는 30 % 인 방식으로 분배된다.

104.5 % 의 적정율을 갖는 발연 황산을 라인 7 을 통해 반응기 Rc 로 45 g/h 의 속도로 도입한다.

다른 조건들은 하기 표에 나와 있다.

	반응기				
	Ra	Rb	Rc	Rd	Re
MR	2.13		1.5	1.5	
온도 °C	90	120	90	135	
체류시간 (분)	38	5	30	2.5	24

시험예 3 (비교예), 3a (본 발명의 예), 및 3b (본 발명의 예)

이 시험들에서, 반응기 Rc 에서의 비 MR 은 1.30 이고; 아세톤 시아노히드린을 반응기 Ra 에서는 70 %, 또한 반응기 Rc 에서는 30 % 인 방식으로 분배된다.

시험예 3a 에서는, 또한 104.5 % 의 적정율을 갖는 발연 황산을 라인 8 을 통해 반응기 Rc 의 출구에 45 g/h 의 속도로 도입한다.

시험예 3b 에서는, 104.5 % 의 적정율을 갖는 발연 황산을 오직 라인 7 을 통해 반응기 Rc 로 45 g/h 의 속도로 도입한다.

다른 조건들은 하기 표에 나와 있다.

	반응기				
	Ra	Rb	Rc	Rd	Re
MR	1.84		1.30	1.30	
온도 °C	90	120	90	135-140	
체류시간 (분)	38	5	30	2.5	24

시험예 4 (비교예) 및 4a (본 발명의 예)

이 시험들에서, 반응기 Rc 에서의 비 MR 은 1.20 이고; 아세톤 시아노히드린을 하기 방식으로 분배하며; 반응기 Ra 에서는 60 % 이고, 반응기 Rc 에서는 40 % 이다.

시험예 4a 에서는, 또한 104.5 % 의 적정율을 갖는 발연 황산을 라인 7 을 통해 반응기 Rc 로 45 g/h 의 속도로 도입한다.

다른 조건들은 하기 표에 나와 있다.

	반응기				
	Ra	Rb	Rc	Rd	Re
MR	1.99		1.20	1.20	
온도 °C	90	120	95	140	
체류시간 (분)	38	5	30	2.5	24

시험예 5 (비교예) 및 5a (본 발명의 예)

이 시험들에서, 반응기 Rc 에서의 비 MR 은 1.10 이고; 아세톤 시아노히드린을 반응기 Ra 에서는 60 %, 또한 반응기 Rc 에서는 40 % 인 방식으로 분배된다.

시험예 5a 에서는, 또한 104.5 % 의 적정율을 갖는 발연 황산을 라인 7 을 통해 반응기 Rc 로 49 g/h 의 속도로 도입한다.

다른 조건들은 하기 표에 나와 있다.

	반응기				
	Ra	Rb	Rc	Rd	Re
MR	1.83		1.10	1.10	
온도 °C	90	120	95	140	
체류시간 (분)	38	5	30	2.5	24

[결과]

수행된 모든 시험들에서 얻어진 메틸아크릴아미드 수율을 계산한다.

결과가 하기 표에 나와 있다.

시험	MR	발연 황산	수율(%)
1	1.60	X	91.50
2	1.50	0	92.24
3	1.30	X	91.04
3a	1.30	0	91.45
3b	1.30	0	91.59
4	1.20	X	90.05
4a	1.20	0	90.34
5	1.10	X	87.31
5a	1.10	0	87.34

도 2 의 곡선은 반응기 Rc 에서의 몰비 MR 의 함수 관계의 수율의 변화를 보여준다.

발명의 효과

본 발명에 따른 아세톤 시아노히드린으로부터의 황산 메타크릴아미드 제조 방법에 의해, 약간 과량의 황산을 사용할 경우에도, 즉 총 황산/아세톤 시아노히드린 몰비가 낮을 경우에도 높은 수율을 갖는 황산 메타크릴아미드를 제조할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

하기 단계를 포함하는 황산 메타크릴아미드의 제조 방법으로서 :

a) 아세톤 시아노히드린을 황 삼산화물이 없는 황산과 혼합하는 혼합 단계;

b) 상기 수득된 혼합물을 가열에 의해 탈수시키는 스토빙 단계;

c) 황산을 더욱 첨가하지 않으면서, 아세톤 시아노히드린을 더욱 반응 매질에 혼합 하에 첨가하는, 부가적 아세톤 시아노히드린의 첨가 단계;

d) 혼합물을 부가적으로 가열에 의해 탈수시키는 또 한번의 스토빙 단계;

황 삼산화물을 또한 단계 c), 이 단계 c) 의 직후, 또는 단계 c) 및 이 단계 c) 의 직후에 도입하는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 황 삼산화물을 발연 황산의 형태로 도입하는 방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서, 발연 황산이 10 중량 % 초과의 황 삼산화물을 함유하는 방법.

청구항 4.

제 2 항 또는 제 3 항에 있어서, 첨가된 발연 황산의 양이 아세톤 시아노히드린 및 황산의 총 충진량에 대해 10 중량 % 미만인 방법.

청구항 5.

제 4 항에 있어서, 첨가된 발연 황산의 양이 아세톤 시아노히드린 및 황산의 총 충진량에 대해 3 내지 5 중량 % 인 방법.

청구항 6.

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서, 황 삼산화물이 단지 단계 c) 에서만 도입되는 방법.

청구항 7.

제 6 항에 있어서, 단계 c) 에서의 황산/아세톤 시아노히드린 몰비가 1.7 미만인 방법.

청구항 8.

제 7 항에 있어서, 단계 c) 에서의 황산/아세톤 시아노히드린 몰비가 1.15 내지 1.35 인 방법.

청구항 9.

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 b), 단계 d) 또는 단계 b) 및 단계 d) 가 피스톤 반응기에서 수행되는 방법.

청구항 10.

하기 것들을 연속적으로 포함하는, 제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 따른 방법을 수행하기 위한 장치로서 :

- 제 1 혼합 반응기 Ra,

- 제 1 스토빙 반응기 Rb,

- 아세톤 시아노히드린을 도입하기 위한 장치를 포함하는 제 2 혼합 반응기 Rc,

- 제 2 스토빙 반응기 Rd,

- 임의적으로는, 하나 이상의 추가적 혼합 반응기(들), 및 그에 이은 추가적 스토빙 반응기, 및

- 임의적으로는, 최종적 스토빙 반응기 Re;

황 삼산화물을 반응기 Rc, 이 반응기 출구, 하나 이상의 추가적 혼합반응기(들) 및 이 추가적 반응기(들)의 출구로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 위치에 도입하기 위한 장치를 또한 포함하는 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 11.

제 10 항에 있어서, 반응기 Rb, Rd, 및 임의적으로는 Re 중 하나 이상이 피스톤 반응기인 장치.

청구항 12.

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 수득된 황산 메타크릴아미드를 사용하는 메틸 메타크릴레이트 또는 메타크릴산의 제조 방법.

청구항 13.

제 1 항에 있어서, 하기 단계를 추가로 포함하는 제조 방법으로서 :

e) 아세톤 시아노히드린을 부가적으로 첨가하는 하나 이상의 추가적 단계(들), 및 그에 이은 추가적 스토빙 단계;

f) 최종적 스토빙 단계;

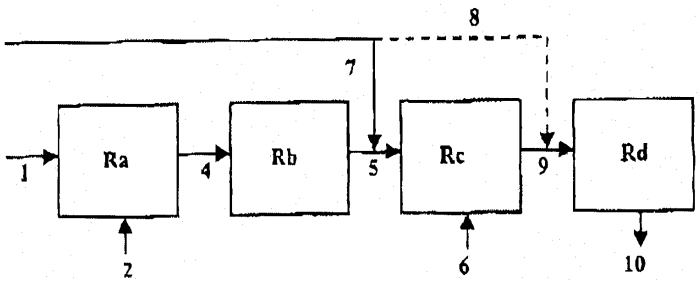
황 삼산화물을 또한 단계 c), 이 단계 c) 의 직후, 부가적 첨가 e) 의 하나 이상의 추가적 단계(들) 및 이 단계들 e) 의 직후로 이루어지는 군으로부터 선택되는 하나 이상의 시기에 도입하는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 14.

제 3 항에 있어서, 발연 황산이 15 중량 % 초과의 황 삼산화물을 함유하는 방법.

도면

도면1



도면2

