

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5583911号
(P5583911)

(45) 発行日 平成26年9月3日(2014.9.3)

(24) 登録日 平成26年7月25日(2014.7.25)

(51) Int.Cl.

F I

C O 8 B 3/06 (2006.01)
 B O 1 D 11/04 (2006.01)
 B O 1 D 61/02 (2006.01)
 C O 8 B 3/22 (2006.01)

C O 8 B 3/06
 B O 1 D 11/04 C
 B O 1 D 61/02 5 0 0
 C O 8 B 3/22

請求項の数 5 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2008-550328 (P2008-550328)
 (86) (22) 出願日 平成18年12月14日(2006.12.14)
 (65) 公表番号 特表2009-523857 (P2009-523857A)
 (43) 公表日 平成21年6月25日(2009.6.25)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2006/062060
 (87) 国際公開番号 W02007/087100
 (87) 国際公開日 平成19年8月2日(2007.8.2)
 審査請求日 平成20年9月1日(2008.9.1)
 審判番号 不服2013-5461 (P2013-5461/J1)
 審判請求日 平成25年3月25日(2013.3.25)
 (31) 優先権主張番号 11/332, 741
 (32) 優先日 平成18年1月13日(2006.1.13)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 506099834
 セラニーズ アセテート, エルエルシー
 アメリカ合衆国、テキサス州 75039
 、アーヴィング、スイート 900エヌ、
 ウェスト・コリナス・ブルバード 22
 2
 (74) 代理人 230104019
 弁護士 大野 聖二
 (74) 代理人 100105991
 弁理士 田中 玲子
 (74) 代理人 100114465
 弁理士 北野 健
 (74) 代理人 100156915
 弁理士 伊藤 奈月

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロースエステルの製造、パルプの予備処理からのアルカリおよび/または酸のリサイクル

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

セルロースエステルの製造方法であって、前記方法は、アルカリ溶液による不純物除去のためにパルプを予備処理するパルプ予備処理工程(130)、および前記予備処理されたパルプをエステル化する工程(140)を含み、

(a) 前記パルプ予備処理工程(130)から排出されるアルカリ溶液から、5 μmを超える大きさの粒子を予備ろ過する工程(212)；

(b) ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリプロピレンおよびこれらの混合物から選択されるナノろ過膜を用いて、予備ろ過された前記アルカリ溶液を、操作温度70 以上でナノろ過する工程(214)；

(c) 前記ナノろ過により処理されたアルカリ溶液を、前記パルプ予備処理工程(130)にリサイクルする工程；

(d) 前記ナノろ過工程により得られる不純物が濃縮されたアルカリ溶液を、沈殿剤と接触させ、不純物を沈殿させる工程(216)；

(e) 前記沈殿工程(216)からの沈殿剤を含むアルカリ溶液を、沈殿物から分離する工程(218)；

(f) 前記沈殿剤を含むアルカリ溶液から、沈殿剤を分離する工程(224)；

(g) 前記分離されたアルカリ溶液を、前記パルプ予備処理工程(130)にリサイクルする工程；

10

20

を含む方法。

【請求項 2】

前記 (f) 工程は、

(f - 1) アルカリ溶液中に含まれる前記沈殿剤を蒸留により分離する工程 (224) ;
(f - 2) 前記分離された沈殿剤を前記 (d) の沈殿工程 (216) にリサイクルする工程 ;

をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記沈殿剤がアルコールおよび/またはケトンである、請求項 1 または 2 に記載の方法。

10

【請求項 4】

前記アルコールがメタノールおよび/またはエタノールである、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記ケトンが、アセトン、メチルエチルケトン、ジイソブチルケトンおよびメチルアミルケトンからなる群から選択される少なくとも 1 種である、請求項 3 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、セルロースエステルの製造に使用されるパルプの予備処理からのアルカリおよび酸のリサイクルに関するものである。

20

【背景技術】

【0002】

一般的に、セルロースエステルの製造において、セルロース (典型的には、綿リントーまたは高級ウッドパルプ由来である) は開繊、活性化、エステル化され、および選択的にセルロースの 100% 未満のエステル化のレベルまで脱エステル化される。

【0003】

高級ウッドパルプは高い含有量のアルファセルロースと低不純物量を含むセルロース源を意味する。不純物としては、主として、ヘミセルロース (例えば、キシランおよびマナン)、リグニンおよび樹脂 (有機溶媒抽出物とも呼ばれ、例えば、脂肪酸、脂肪アルコール、脂肪エステル、ロジンおよびワックスがある) がある。例えば、典型的な「アセテート」級パルプは 95% を超えるアルファセルロースおよび 1 ~ 3% のヘミセルロースを含む。典型的な「ビスコース」級パルプは 90 ~ 95% アルファセルロースおよび 4 ~ 5% のヘミセルロースを含み、「紙/綿毛」級パルプは約 80% のアルファセルロースと 15 ~ 20% のヘミセルロースを含む。もちろん、高級パルプは低級パルプより値段が高い。低級パルプを使用する要望があるが、低級パルプは製造上および得られるセルロースエステルの品質上有害である。

30

【0004】

セルロースエステルの開繊、活性化、エステル化および選択的に脱エステル化を、セルロースアセテートを引用し簡潔に述べるが、本発明はこれに限定されない。開繊および活性化は酢酸のような弱酸中への細かく切断されたパルプの湿潤または浸漬を意味する。不純物の除去がこの工程の目的ではない。エステル化 (アセチル化) は、活性化されたセルロースを無水酢酸で反応させることにより、セルロースの主鎖上の水酸 (OH) 基の実質的に 100% をアセチル基で置換する (置換率、D.S. = 3) ことを意味する。脱エステル化 (または加水分解または熟成) は水との反応によってアセチル基のいくつかを OH 基で置換すること (通常、置換率は 2.1 ないし 2.7) を意味する。

40

【特許文献 1】米国特許出願第 11 / 155133 号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

2005 年 6 月 16 日出願の米国特許出願第 11 / 155133 号において、低級木パ

50

ルブによるセルロースエステルの製造プロセスが開示されている。このプロセスは、既知の開繊および活性化（予備処理と呼ばれることもある）工程を新しい予備処理、すなわち低級木パルプがアルカリ溶液で処理され、次いでエステル化の前に水および酸で洗浄される工程で置き換える。この新しいプロセスは、低級木パルプからのセルロースエステルの製造を可能にするが、従来低級パルプの使用により生じていた製造および品質の問題を回避する。この工程で使用されるアルカリおよび酸は相当なものであり、したがって廃棄されてはならず、プロセスの経済性を高めるためにリサイクルされなければならない。

【 0 0 0 6 】

したがって、セルロースエステルの製造に使用される木パルプの予備処理からのアルカリおよび／または酸をリサイクルするプロセスの必要性がある。

10

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

セルロースエステルの製造プロセスを記載する。このプロセスは、アルカリまたは酸のいずれかまたは両者による不純物除去のためにパルプを予備処理する工程、前記予備処理されたパルプをエステル化する工程、および前記予備処理工程からの前記アルカリまたは酸あるいは両者をリサイクルする工程を含む。本発明を説明するために、図面において現在好ましい形態を示す。しかし、本発明は、示された正確な配置および手段に限定されないことが理解される。

【 0 0 0 8 】

図 1 を参照すると、本発明の実施態様のフローチャート 1 0 が示される。1 0 で示されるプロセスは 3 つの要素に分解され得る。すなわち、パルプ予備処理およびセルロース製造 1 0 0、アルカリリサイクル 2 0 0 および酸リサイクル 3 0 0 である。これらの構成要素についてそれぞれ以下に詳細に説明する。

20

【 0 0 0 9 】

本明細書で使用されるセルロースエステルは、セルロースアセテート、セルロースプロピネート、セルロースブチレート、セルロースバレレート、セルロースホルメートおよびこれらのコポリマーを意味するが、これに限定されない。コポリマーとしては、これに限られず、アセテート - プロピネートまたはブチレートまたはバレレートまたはホルメートなどがある。本発明の次の説明においては、セルロースアセテートを参照して行われるが、本発明はこれに限定されない。

30

【 0 0 1 0 】

予備処理およびセルロースエステルの製造 1 0 0 は、木パルプ 1 1 0 を無水酢酸と反応させてセルロースアセテート 1 2 0 を形成するプロセスの一部を意味する。木パルプ 1 1 0 は任意の等級の木パルプを意味する。綿リントーおよび「アセテート」級パルプ以外の低級木パルプは、このプロセスにおいて最大の利点を有する。これらの等級としては、上述した「ビスコース」および「紙／綿毛」、または一般的に、アルファセルロース 9 5 % 未満、5 % 超えて不純物を含有するパルプがある。セルロースアセテートは 2 . 1 ないし 2 . 7 の範囲の置換率を有するセルロースアセテートポリマーを意味する。

【 0 0 1 1 】

このプロセス 1 0 0 は 2 つの工程に分解され得る。すなわち、パルプ予備処理工程 1 3 0 とセルロースアセテートの製造工程 1 4 0 である。パルプ予備処理工程 1 3 0 は、パルプ 1 1 0 のアルカリ処理、およびこれに続く水および酸での洗浄による不純物の除去を意味する。このプロセスは、2 0 0 5 年 6 月 1 6 日出願で本明細書に引用文献として組み込まれる米国特許出願第 1 1 / 1 5 5 1 3 3 号において十分に検討されている。一般的に、予備処理工程は、これに限定されずに、木パルプをアルカリ溶液（例えば、NaOH、KOH およびこれらの混合物を含むがこれらに限られないアルカリ金属水酸化物溶液）に混合する工程、前記溶液からパルプを分離してケーキを形成する工程、ケーキを水で洗浄する工程、および前記ケーキを酸溶液（例えば、酢酸溶液）で洗浄してエステル化に適したパルプを得る工程を含む。

40

【 0 0 1 2 】

50

セルロースアセテートの製造 140 は、前述の予備処理工程 130 からのパルプと、例えば、無水酢酸の反応（アセチル化またはより一般的にはエステル化）によりセルローストリアセテートを得る工程、および次いで、アセチル基の一部を除去して（加水分解またはより一般的には脱エステル化）セルロースアセテート（D・S・2・1 - 2・7）を形成する工程を意味する。この工程は、当業者にとって公知である。

【0013】

下記に説明するアルカリリサイクル 200 および酸リサイクル 300 において、ヘミセルロースは主として除去される不純物成分であり、他の不純物も除去されることがある。

【0014】

アルカリリサイクル 200 は、アルカリ溶液を予備処理工程 130 に再度リサイクルできるように、予備処理工程 130 の過程でパルプから除去された溶解した化合物（すなわち、ヘミセルロース）を含むアルカリ溶液が不純物を除去するために処理されるプロセスの一部を意味する。この工程については、下記に詳細に説明する。

【0015】

アルカリ溶液は強アルカリ材料によって形成される任意のアルカリ溶液を含み、苛性ソーダまたは水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムまたはこれらの混合物により形成され得る。アルカリ溶液はアルカリ重量で 1 ~ 50 % の範囲であることができ、他の実施態様において、アルカリ重量で 1 ~ 18 % の範囲であることができる。

【0016】

アルカリリサイクル 200 は 2 つの主要な要素に分解され得る。すなわち、ろ過工程 210 およびアルカリ回収工程 220 である。各工程については、下記に詳細に説明する。

【0017】

ろ過工程 210 は、1 つの実施態様において、予備ろ過工程 212 およびナノろ過工程 214 を含む。どちらかのろ過工程は任意選択である。

【0018】

予備ろ過工程 212 は、次のナノろ過工程に有害となり得る不溶性セルロース微粒子および繊維を除去し、約 5 μ 以上の大きさの粒子が通過するのを防ぐために設計されている。予備ろ過処理 212 は任意の従来のフィルターであってよく、アルカリ条件に耐えられるようになされた材料で構成されてよい。例示の予備ろ過ユニットとしては、これに限定されず、袋フィルター、リボンフィルター、圧力リーフフィルター、自己洗浄または裏フラッシュャブルフィルター、および遠心分離機のような他の液体 / 固体分離装置がある。

【0019】

ナノろ過工程 214 はアルカリ溶液からの不純物を、より経済的な形で次に除去するために、小容量の流れに濃縮する工程である。ナノろ過は、超ろ過領域と逆浸透領域の間の材料の分離技術である。ナノろ過は、分子量 150 ~ 500 g / モルを超える有機化合物について良好な阻止率を有する。これによってナノろ過は予備処理工程 130 からのアルカリ溶液中に見つかるほとんどの不純物を除去する良好な手段となっている。ナノろ過工程 214（または浸透）により処理されたアルカリ溶液の約 80 ~ 90 %はアルカリ源 132 を経て予備処理工程 130 に直接リサイクルされ得る。

【0020】

ナノろ過工程 214 は、1 つの実施態様において、次のように特徴付けられ得る。当技術分野で公知なナノろ過膜は、アルカリ溶液の上昇した温度に耐えることができる限り使用できる。例示の膜は、例えば、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、フッ化ポリビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリプロピレンおよびこれらの混合物からなる。1 つの実施態様における操作温度は約 70 °C 以上である。操作圧力は膜の通過のための適切な流れができるに十分な高さを有しており、1 つの実施態様において、流体静力学的操作圧力は、約 100 psig ~ 約 500 psig、および他の実施態様において、約 300 psig ~ 450 psig である。ナノろ過ユニットの形状は、渦巻き形状の膜、中空繊維の管状の配列などがあり得る。

【0021】

10

20

30

40

50

アルカリ回収工程 220 は、アルカリを予備処理工程 130 にリサイクルできるように、ろ過工程 210 によって得られる濃縮物から不純物を除去するためのものである。ろ過工程に入るアルカリの約 10 ~ 20 % であるこの濃縮物はアルカリ溶液および不純物から構成される。1 つの実施態様において、不純物はアルカリ溶液から沈殿される 216。

【0022】

沈殿工程 216 において、ろ過工程 210 からの不純物を含むアルカリ溶液を、サプライ 226 からの沈殿剤と接触させる。沈殿剤は、任意のアルコール、ケトンまたはこれらの混合物であり得る。最も適切なアルコールは 1 - 4 個の炭素を含むアルコール類からのものである。1 つの態様において、メタノールおよびノまたはエタノールが使用され得る。メタノールが使用される実施態様において、沈殿は大気圧下で 64 までの温度で行われてもよい。メタノール / アルカリ溶液の重量比は 0.8 ~ 20 : 1、または他の実施態様では 3 : 1、または他の実施態様では 1 : 1 であることができる。ケトンとしては、これに限定されずに、アセトン、メチルエチルケトン、ジイソブチルケトン、メチルアミルケトンなどがある。沈殿は攪拌を伴って、または伴わずに行うことができる。沈殿から得られる懸濁液は最大 24 時間保持され得るが、1 つの実施態様において、最大 4 時間保持される。1 つの実施態様において、沈殿は凝集剤（例えば、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ）またはスラッジ再循環の使用によって改良される（改良された核化によって加速される）。

10

【0023】

分離工程 218 において、沈殿工程 216 から得られた懸濁液は固体の流れ 222 および液体の流れ（アルカリ / アルコール）に分離される。固体の流れ 222 は、商業的使用のために回収されてもよく、または従来の任意の態様において処分されてもよい。液体の流れは下記に説明されるさらなる処理のために送られる。1 つの態様において、分離工程 218 は任意の従来の固体 / 液体装置、例えば、遠心分離機、真空ろ過および圧力ろ過の使用によって達成される。

20

【0024】

分離工程 224 において、工程 218 からのアルカリ / アルコールの流れはアルカリの流れとアルコールの流れに分離される。分離工程 224 は、1 つの実施態様において、真空中または真空外の蒸留によって達成される。このような蒸留は従来のものであり、当技術分野において十分に理解されている。得られるアルコールの流れはアルコールサプライ 226 を経て沈殿工程 216 に直接リサイクルされ得る。得られるアルカリの流れは下記に説明される他の処理が施され得る。

30

【0025】

最後の不純物除去工程 228 において、分離工程 224 からアルカリの流れ中の不純物が除去される。この最後の除去工程において、図に示される抽出技術または図示されない吸着技術（例えば、炭素系（例えば、活性炭素）またはポリマー系（例えば、わずかに架橋されたマクロ分子ポリスチレンおよびポリアクリル吸着剤を用いる吸着）によって不純物が除去され得る。

【0026】

抽出技術において、サプライ 230 からの抽出剤はアルカリ溶液と混合されて抽出剤 / 不純物層およびアルカリ溶液層を形成する。前者は後者から容器を傾けて静かに移す (decant) ことができる。例示の抽出剤としては、これに限定されずに、ヘキサン、ペンタン、ヘプタンおよびこれらの混合物がある。アルカリに対する抽出剤の例示の混合比は、1 つの態様において 0.2 : 1 ないし 10 : 1 の範囲、他の態様において 0.5 ~ 5 : 1 の範囲である。例示の混合条件としては、これに限定されずに、十分な混合および最大 69 までにおける約 10 分間の攪拌がある。アルカリ溶液はアルカリサプライ 132 を経て予備処理工程 130 に直接リサイクルされ得る。必要ならば、抽出剤 / 不純物層は、例えば、公知の方法による蒸発および濃縮によって精製 232（すなわち、0.2 % 以上の DME（ジクロロメタン）抽出物に達するとき、不純物の除去）されてもよい。

40

【0027】

酸リサイクル 300 は酸のリサイクルを提供し、その一部は任意選択であり、パルプ予

50

備処理工程 130 のアルカリ洗浄工程において十分な不純物が除去されるならば、酸リサイクルは不必要であり得る。1つの実施態様において、酸溶液は酢酸および水から構成される。1つの実施態様において、酸回収工程 300 は、予備処理工程 130 からの酸の流れ（例えば、酸 10～40 重量%、水 60～90 重量%、および微量の不純物を含む）から酸を直接蒸留することができる。酸回収工程 300 は、他の実施態様において、溶媒による酸の抽出が続く固体除去であり、酸/溶媒混合物の分離であることができる。この後者の実施形態は下記において詳細に検討する。

【0028】

酸リサイクル 300 は3つの主要な要素に分解され得る。すなわち、ろ過工程 310（選択的）、酸ろ過物回収工程 320 および酸濃縮物回収工程 330（選択的）である。各工程については下記に詳細に説明する。

10

【0029】

1つの実施態様において、ろ過工程 310 は、予備ろ過工程 312 およびナノろ過工程 314 から構成される。いずれかのろ過工程は任意選択である。

【0030】

予備ろ過工程 312 は、次のナノろ過工程に有害であり得る不溶性のセルロース微粒子および繊維を除去し、約 5 μm 以上の大きさを有する粒子の通過を防止するために設計されている。予備ろ過工程 312 は任意の従来のフィルターであることができ、酸性条件に耐えるようになされた材料からなることができる。例示の予備ろ過ユニットとしては、これに限定されずに、袋フィルター、リボンフィルター、圧力リーフフィルター、自己洗浄または裏フラッシュブルフィルター、および遠心分離機のような他の液体/固体分離装置が挙げられる。

20

【0031】

ナノろ過工程 314 は、より経済的な形で次に除去するために、酸溶液からの不純物を小容量の流れに濃縮する工程である。ナノろ過は、超ろ過領域と逆浸透領域の間の材料の分離技術を意味する。ナノろ過は、分子量 150～500 g/mol を超える有機化合物について良好な阻止率を有する。これによってナノろ過は予備処理工程 130 からの酸溶液中に見つかるほとんどの不純物を除去する良好な手段となっている。

【0032】

ナノろ過工程 314 は、1つの実施態様において、次のようにさらに特徴付けられ得る。当技術分野で公知なナノろ過膜は、酸溶液の上昇した温度に耐えることができる限り使用できる。例示の膜は、例えば、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、フッ化ポリビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリプロピレンおよびこれらの混合物からなる。1つの実施態様における操作温度は約 70℃ 以上である。操作圧力は膜の通過のための適切な流れができるに十分な高さを有しており、1つの実施態様において、流体静力学的操作圧力は、約 100 psig～約 500 psig、および他の実施態様において、約 300 psig～450 psig である。ナノろ過ユニットの形状は、渦巻き形状の膜、中空繊維の管状の配列などがあり得る。

30

【0033】

酸ろ過物回収工程 320 は、酸がリサイクルできるように、水から酸を分離するために使用される。1つの実施態様において、酸は溶媒抽出 316 によって水から分離され、水/溶媒の流れの蒸留 318 および酸/溶媒の流れの蒸留 322 が続く。ろ過工程 310 からの酸/水ろ過物は溶媒源 324 からの溶媒と接触される。溶媒は酸と混和性である任意の溶媒または溶媒の混合液であるが、最小の水溶性を有する。例示の溶媒としては、これに限定されずに、ベンゼン、ジエチルエーテル、ジブチルケトン、エチルアセテート、メチルアミルケトン、メチルエチルケトン、メチル t-ブチルエーテル (MTBE)、C-6 ヒドロカーボン、イソプロピルアセテート、イソブチルアセテート、イソプロピルエーテルがある。

40

【0034】

溶媒/水の流れの蒸留 318 は、混合物を水 318a および溶媒に分離し、後者は溶媒

50

サプライ 3 2 4 にリサイクルされ得る。この蒸留は従来技術である。

【 0 0 3 5 】

溶媒 / 酸の流れの蒸留 3 2 2 は、混合物を酸および溶媒に分離し、前者は酸サプライ 1 3 4 にリサイクルされ得る。この蒸留は従来技術である。この溶媒は、また、残留水を含むこともあり、サプライ 3 2 4 にリサイクルされ得る。

【 0 0 3 6 】

酸濃縮物回収 3 3 0 は、必要があれば、ろ過工程 3 1 0 からの酸溶液から不純物を分離するために使用される。酸濃縮物回収 3 3 0 は、1 つの実施態様において、2 つの要素に分解され得る。すなわち、濃縮物からの不純物の第 1 の除去 3 2 6 と濃縮物からの不純物の第 2 の除去 3 2 8 である。

10

【 0 0 3 7 】

不純物の第 1 の除去 3 2 6 は不純物の溶媒の抽出 3 2 6 a を利用することができる。上記で説明したアルカリ回収の流れにおけるように、抽出剤 3 2 6 b は従来の態様で不純物を除去するために使用される。例示の抽出剤としては、これに限定されずに、ヘキサン、ペンタン、ヘプタンおよびこれらの混合物がある。アルカリに対する抽出剤の例示の混合比は、1 つの実施態様では 0 . 2 : 1 ~ 1 0 : 1 の範囲であり、他の実施態様では 0 . 5 ~ 5 : 1 の範囲である。例示の混合条件は、これに限らず、十分な混合であり、最大 6 9 までの温度で約 1 0 分間の攪拌である。次の抽出剤 3 2 6 c の回収は従来の態様で行われ得る。

【 0 0 3 8 】

20

不純物の第 2 の除去 3 2 8 は蒸発または蒸留技術 3 2 8 a を利用することができる。除去工程 3 2 8 は、先行の工程によりすり抜け得た全てのヘミセルロースまたは他の不純物を除去することに向けられている。不純物を相対的に含まない流れは抽出工程 3 1 6 にリサイクルされることができる。他の流れも乾燥するまで蒸発されてもよくまたは化学的中和 3 2 8 b にさらされてもよく、両者は従来の態様で行われる。化学的中和は、水酸化ナトリウム、酸化カルシウム、水酸化カルシウム、酸化マグネシウム、水酸化マグネシウムおよびこれらの混合物のような 3 2 8 c からの中和剤の使用によって達成され得る。中和によって生成される酢酸塩からの酢酸の遊離は強酸の使用およびろ過 3 2 8 d によって達成され得る。このような強酸としては、これに限定されずに、硫酸、硝酸、塩酸およびこれらの組合せがある。

30

【 0 0 3 9 】

本発明はその精神および本質的な帰結から逸脱しない他の形態で実施することができ、したがって、本発明の範囲については、上記の本明細書ではなく添付の特許請求の範囲を参照すべきである。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 4 0 】

【図 1】本発明の実施形態を示す詳細なフローチャートである。

【符号の説明】

【 0 0 4 1 】

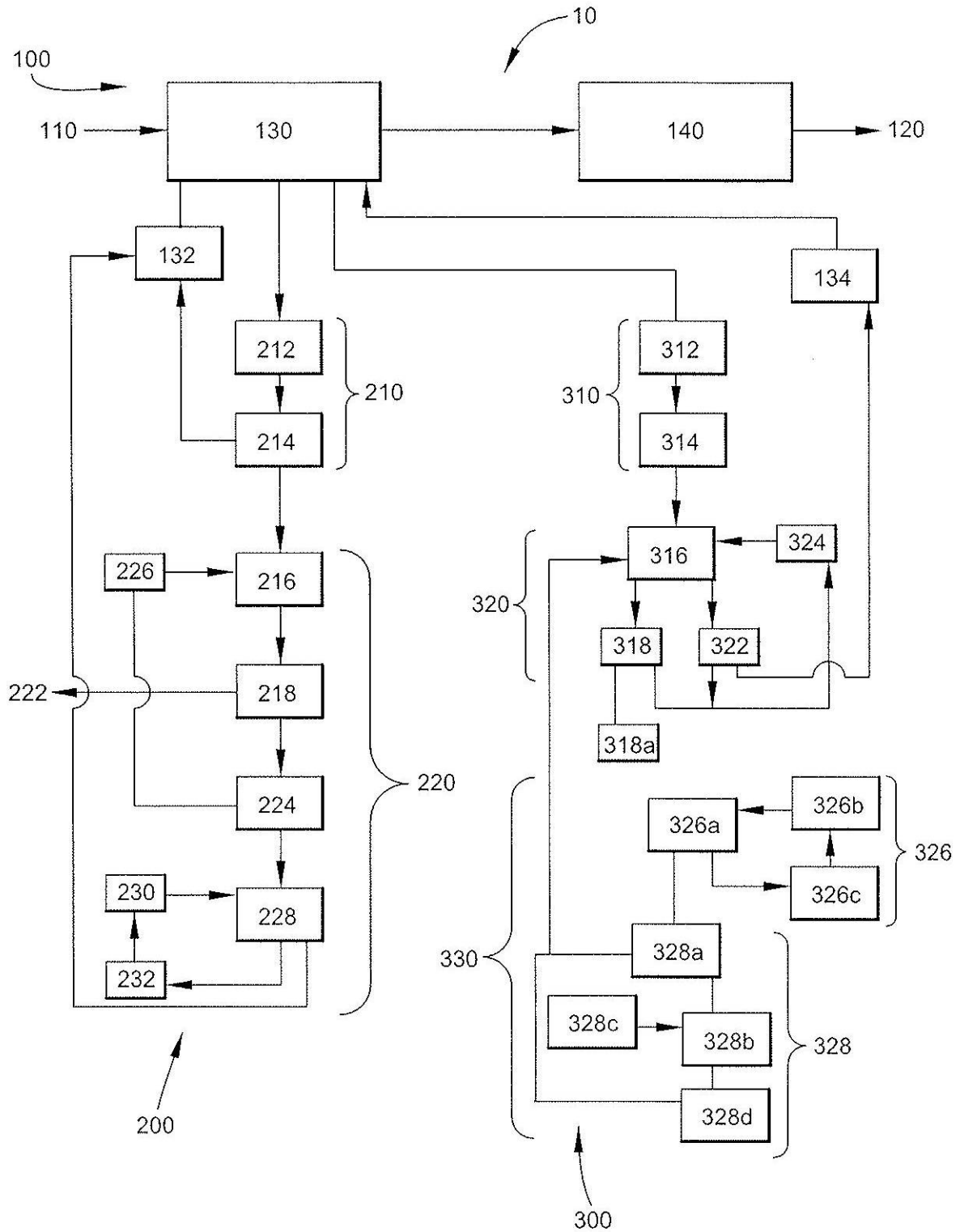
- 1 1 0 木パルプ
- 1 2 0 セルロースアセテート
- 1 3 0 パルプ予備処理工程
- 1 3 2 アルカリサプライ
- 1 3 4 酸サプライ
- 2 1 0 ろ過工程
- 2 1 2 予備ろ過工程
- 2 1 4 ナノろ過工程
- 2 1 6 沈殿工程
- 2 1 8 分離工程
- 2 2 0 アルカリ回収工程

40

50

2 2 2 固体の流れ
2 2 4 分離工程
2 2 6 アルコールサプライ
2 2 8 不純物除去工程
2 3 0 サプライ
3 0 0 酸回復工程
3 1 0 ろ過工程
3 1 2 予備ろ過工程
3 1 4 ナノろ過工程
3 1 6 溶媒抽出
3 1 8 蒸留
3 2 0 酸ろ過物回収工程
3 2 2 蒸留
3 2 4 溶媒サプライ
3 2 6 第 1 の除去
3 2 8 第 2 の除去
3 3 0 酸濃縮物回収

【図1】



フロントページの続き

- (72)発明者 ワン, リンフー
アメリカ合衆国 2 4 0 6 0 ヴァージニア州, ブラックスバーク, ブルック サークル 1 2 0
7
- (72)発明者 ストグナー, ヘンリー, ピー.
アメリカ合衆国 2 4 7 0 1 ウェストヴァージニア州, ブルーフィールド, ヘザーウッド ロード 1 0 0 4
- (72)発明者 ファロン, デニス ジー.
アメリカ合衆国 2 4 0 6 0 ヴァージニア州, ブラックスバーク, ゴードン ドライブ 3 3 1
0
- (72)発明者 カイザー, ロウトン イー.
アメリカ合衆国 2 4 0 6 0 ヴァージニア州, ブラックスバーク, ハードウィック ストリート 2 0 0 2
- (72)発明者 トニー, チャールズ イー.
アメリカ合衆国 2 4 1 2 8 ヴァージニア州, ニューポート, ボックス 1 8 0, ルート 1
- (72)発明者 バトソン, ビリー シー.
アメリカ合衆国 2 4 1 3 4 ヴァージニア州, ピアリスバーク, リバー リッジ ドライブ 1
2 0

合議体

審判長 中田 とし子
審判官 氏原 康宏
審判官 門前 浩一

- (56)参考文献 米国特許第 2 6 4 5 5 7 6 (U S , A)
米国特許第 2 3 8 5 2 5 9 (U S , A)
米国特許第 2 3 8 0 7 0 6 (U S , A)
米国特許第 2 0 4 1 9 5 8 (U S , A)
特開平 1 1 - 2 4 1 2 8 5 (J P , A)
カナダ国特許出願公開第 2 2 4 1 1 9 3 (C A , A 1)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08B 3/00

C A P L U S (S T N) , R E G I S T R Y (S T N)