

【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 29 年 8 月 31 日 (2017.8.31)

【公表番号】特表 2016-535070 (P2016-535070A)

【公表日】平成 28 年 11 月 10 日 (2016.11.10)

【年通号数】公開・登録公報 2016-063

【出願番号】特願 2016-543440 (P2016-543440)

【国際特許分類】

C 0 7 C 67/58 (2006.01)

C 0 7 C 69/54 (2006.01)

B 0 1 D 11/04 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 67/58

C 0 7 C 69/54 Z

B 0 1 D 11/04 C

【手続補正書】

【提出日】平成 29 年 7 月 24 日 (2017.7.24)

【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】

液体 - 液体抽出方法であって、

- 少なくとも 1 つの対象の化合物および過剰の化合物を含む主要な投入液体ストリームを提供すること；
- 液体洗浄ストリームを提供すること；
- 液体洗浄ストリームと接触させることにより、主要な投入液体ストリームから過剰の化合物を抽出し、主要な投入液体ストリームに対し過剰の化合物が激減した主要な産出液体ストリームを収集することを可能にすることを含み；ここで：
  - 主要な投入液体ストリームおよび液体洗浄ストリームは  $50 \text{ kg/m}^3$  以下の密度差および 3 ダイン / cm 以下の界面張力を示し；および
  - 抽出段階は、0.3 から 0.5 の範囲の投入液体洗浄ストリーム / 主要な液体ストリームの重量比で充填接触器内で行われる、方法。

【請求項 2】

- 主要な投入液体ストリームは有機ストリームであり、液体洗浄ストリームは水性ストリームであり；
- 対象の化合物はアクリル酸エステルであり、過剰の化合物はアルコールである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

- 対象の化合物はアクリル酸メチルおよび / またはアクリル酸エチルであり、過剰の化合物はメタノールおよび / またはエタノールである、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

主要な投入液体ストリームは、0.5 % から 30 % の過剰の化合物を含み、および / または主要な産出液体ストリームは、2000 ppm 未満の過剰の化合物を含む、請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

主要な投入液体ストリームは、1 % から 20 % の過剰の化合物を含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

主要な投入液体ストリームは、2 % から 10 % の過剰の化合物を含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

主要な産出液体ストリームは、1000 ppm 未満の過剰の化合物を含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 8】

主要な産出液体ストリームは、500 ppm 未満の過剰の化合物を含む、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

充填接触器は、式： $d_c = 2.42 \times (S^* g_c / \rho^* g)^{0.5}$ 、ここで  $S$  は、 $N/m$  で表される主要な投入液体ストリームと液体洗浄ストリームとの間の界面張力を表し、 $\rho$  は、 $kg/m^3$  で表される主要な投入液体ストリームと液体洗浄ストリームの間の密度差を表し、 $g_c$  は重力定数の変換係数であり ( $kg \cdot m / N \cdot s^2$ )、および  $g$  は重力定数 ( $9.83 m / s^2$ ) である関係から得られた、 $m$  で表される臨界直径以上の直径を示す充填成分を含む、請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

アクリル酸エステルの製造方法であって、

- 反応器にアクリル酸、触媒およびアルコールを供給すること；
- 反応器出口でアクリル酸エステルストリームを抜き出すこと；
- 精製されたアクリル酸エステルストリームを収集することを可能にする水性ストリームによる、アクリル酸エステルストリームの液体 - 液体抽出を含み、液体 - 液体抽出は請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の方法に従って行われ、そこで主要な投入液体ストリームはアクリル酸エステルストリームであり、液体洗浄ストリームは水性ストリームであり、主要な産出液体ストリームは精製されたアクリル酸エステルストリームであり、対象の化合物はアクリル酸エステルであり、過剰の化合物はアルコールである、方法。

【請求項 11】

精製されたアクリル酸エステルストリームは、追加の有機化合物を除去するために、さらに 1 つ以上の蒸留段階に供される、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

アクリル酸エステルストリームに加えて、水相を収集することを可能にする、反応器出口での沈降段階を含み、水相は、一方で反応器にリサイクルされるアルコールに富む画分を、他方で液体 - 液体抽出段階で液体洗浄ストリームとして使用される水に富む画分を回収するために蒸留される、請求項 10 または 11 に記載の方法。

【請求項 13】

液体 - 液体抽出段階の結果、アルコールに富む水性ストリームを回収すること、およびこれと反応器から生じる水相とを組み合わせることを含む、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

アクリル酸エステルの製造のためのプラントであって、

- アクリル酸を導入するためのパイプ (2)、アルコールを導入するためのパイプ (3) および触媒を導入するためのパイプ (1) を介して供給される反応器 (4)；
- 反応器 (4) の出口でアクリル酸エステルを収集するためのパイプ (8)；
- アクリル酸エステルを収集するためのパイプ (8)、および液体洗浄ストリームを供給するためのパイプ (11) を介して供給される充填接触器を含む液体 - 液体抽出ユニット (9)；
- 液体 - 液体抽出ユニット (9) の出口で、精製されたアクリル酸エステルを収集するためのパイプ (13)

を備え、充填接触器は、式： $d_c = 2.42 \times (S^* g_c / \rho^* g)^{0.5}$ 、ここで  $S$

は、 $N/m$ で表される主要な投入液体ストリームと液体洗浄ストリームの間の界面張力を表し、 $\rho$ は、 $kg/m^3$ で表されるアクリル酸エステルストリーム(8)と液体洗浄ストリーム(11)との間の密度差を表し、 $g_c$ は重力定数の変換係数であり( $kg \cdot m / N \cdot s^2$ )、および $g$ は重力定数( $9.83 m / s^2$ )である関係から得られた、 $m$ で表される臨界直径以上の直径を示す充填成分を含むことを特徴とする、プラント。

【請求項15】

精製されたアクリル酸エステルを収集するためのパイプ(13)は、1つ以上の蒸留ユニット(14、15)に供給する、請求項14に記載のプラント。

【請求項16】

- 反応器(4)の出口で水相を収集するためのパイプ(6)；
- 水相を収集するためのパイプ(6)を介して、および場合により追加的に液体-液体抽出ユニット(9)から出るアルコールに富む水性ストリームを収集するためのパイプ(10)を介して供給される水性/アルコール蒸留ユニット(7)であって、液体洗浄ストリームを供給するためのパイプ(11)は水性/アルコール蒸留ユニットの出口で接続される水性/アルコール蒸留ユニット(7)；
- 水性/アルコール蒸留ユニット(7)の出口に接続され、反応器(4)に供給する、アルコールに富む画分の収集のためのパイプ(12)を含む、請求項14または15に記載のプラント。

【請求項17】

アルコールを導入するためのパイプ(3)は、メタノールを導入するためのパイプまたはエタノールを導入するためのパイプである、請求項14から16のいずれか一項に記載のプラント。