

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4376182号
(P4376182)

(45) 発行日 平成21年12月2日(2009. 12. 2)

(24) 登録日 平成21年9月18日(2009. 9. 18)

(51) Int. Cl.

F I

C O 7 C 41/42 (2006. 01)
 C O 7 C 1/20 (2006. 01)
 C O 7 C 11/09 (2006. 01)
 C O 7 C 43/04 (2006. 01)

C O 7 C 41/42
 C O 7 C 1/20
 C O 7 C 11/09
 C O 7 C 43/04

E

請求項の数 9 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2004-520398 (P2004-520398)
 (86) (22) 出願日 平成15年6月14日(2003. 6. 14)
 (65) 公表番号 特表2005-532400 (P2005-532400A)
 (43) 公表日 平成17年10月27日(2005. 10. 27)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2003/006300
 (87) 国際公開番号 W02004/007412
 (87) 国際公開日 平成16年1月22日(2004. 1. 22)
 審査請求日 平成17年12月22日(2005. 12. 22)
 (31) 優先権主張番号 10231051.3
 (32) 優先日 平成14年7月10日(2002. 7. 10)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(73) 特許権者 398054432
 エボニック オクセノ ゲゼルシャフト
 ミット ベシュレンクテル ハフツング
 Evonik Oxeno GmbH
 ドイツ連邦共和国 マール パウルーパウ
 マン-シュトラッセ 1
 Paul-Baumann-Strasse
 1, D-45764 Marl,
 Germany
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄
 (74) 代理人 100094798
 弁理士 山崎 利臣
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度メチル-tert-ブチルエーテルの製法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

工業用 M T B E から分別蒸留により 99.7 質量%より高い純度の M T B E を製造する方法において、工業用 M T B E を M T B E、メタノールおよび水を含む低沸点フラクション、99.7 質量%より高い純度で M T B E を含む中間フラクションおよび T B A およびブテンオリゴマーを含む高沸点フラクションに分離し、その際、分別蒸留を 1 つの主カラムおよび 1 つのサイドカラムからなる二本カラムシステム中で実施し、その際低沸点フラクションを主カラムの塔頂留出物としておよび高沸点フラクションを主カラムのボトムスとして獲得し、中間フラクションをサイドカラム中で精製して 99.7 質量%より高い純度の M T B E にすることを特徴とする、高純度の M T B E を製造する方法。

10

【請求項 2】

分別蒸留を少なくとも 1 つの隔壁カラム中で実施する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

99.7 質量%より高い純度の M T B E をサイドカラムの塔頂留出物として獲得する、請求項 1 又は 2 記載の方法。

【請求項 4】

99.7 質量%より高い純度の M T B E をサイドカラムのボトムスとして獲得する、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 5】

99.7 質量%より高い純度の M T B E を含まないサイドカラムのフラクションを主

20

カラム中に返流する、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 6】

99.7 質量%より高い純度の MTBE が 2 - メトキシブタンを 500 質量 ppm 未満の量で含有する、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

低沸点フラクションを分別蒸留中に返流する、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 8】

高沸点フラクションを分別蒸留中に返流する、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 9】

MTBE を請求項 6 記載の方法により製造し、引き続き接触分解することを特徴とする、高純度イソブテンの製法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機合成のためにおよび特別な溶剤として使用するために好適な品質でメチル - t - ブチルエーテル (MTBE) を燃料品質の MTBE から製造する方法に関する。

【0002】

工業用 (technisches) MTBE はオクタン価を上昇させるためにガソリン機関用燃料中に需要の高い成分である。その際、純度に関しては極度に高い要求はない。メタノールおよび t - ブタノールの含量は、それぞれ 1 質量%まで許されている。更に、工業用 MTBE は C₄ - ~ C₈ - 炭化水素を 0.5 質量%までおよび水を 500 ppm まで含有してよい (Produktinformation MTBE, Oxeno GmbH, 3/2001)。

【0003】

医薬分野および分析においては、溶剤としておよび抽出剤として高純度の溶剤が使用される。有機金属化合物、例えばグリニャール化合物の製造、およびその反応の際にはドナー特性を有する非プロトン溶剤を使用する。このためには、しばしば低分子量のエーテル、例えばジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、テトラヒドロフランまたは MTBE を使用する。最初に記載した 3 種のエーテルは低い発火温度および広い爆発域という欠点を有する。更に、これらは酸素の存在で著しく容易に過酸化物を形成する。過酸化物での事故、時には死に至る事故の例は、関連文献から公知である。多くの使用において最初に挙げたエーテルの代わりに MTBE を使用することができる。MTBE は過酸化物を形成しないという利点を有する。

【0004】

MTBE をイソブテン含有 C₄ - オレフィン混合物から、例えば水蒸気分解物または FCC - 単位から、C₄ - カットを獲得する。この混合物は、主にブタジエン、イソブテン、1 - ブテンおよび両方の 2 - ブテン、並びに飽和炭化水素であるイソブタンおよび n - ブタンからなる。そのような C₄ - カットののための通常広く実施されている後処理法は次の工程を有する：最初に大部分のブタンジエンを除去する。ブタジエンは十分に市販することができ、または独自の消費があるので、例えば抽出または抽出蒸留により分離される。その他の場合は 1 ~ 0.1 質量%の濃度まで選択的に線状ブテンに水素化される。両方の場合に、炭化水素混合物が残り (ラフィネート I もしくは水素化クラック - C₄)、これは飽和炭化水素 (n - ブタンおよびイソブタン) の他に、オレフィン (イソブテン、1 - ブテンおよび 2 - ブテン) を含有する。この炭化水素混合物を多くの場合固定床中に設けられた酸性触媒の存在下に、メタノールと反応させ、この際、イソブテンの大部分から平衡状態により MTBE が生じる。この反応混合物の更なる後処理は、蒸留カラムまたは反応蒸留カラム中での蒸留により行われる。どちらの場合にも、ボトムスとして工業用 MTBE (燃料品質) が得られる。

【0005】

10

20

30

40

50

このようにして得られる工業用MTBEがより高い純度を満たすためには、不純物、主にメタノールおよびブタノールを分離しなければならない。

【0006】

文献中には、MTBE - 流からメタノールを分離する多くの方法が記載されている。幾つかの方法においては、MTBE - 合成の反応混合物の蒸留分離の前、または蒸留分離の際にメタノールを除去する。他の方法においては、メタノールを直接工業用MTBEから分離する。

【0007】

US3726942は、合成の後に蒸留により獲得した粗MTBEからメタノールを水での洗浄により除去するMTBE法を記載している。US3846088は、最初にメタノールを水での抽出により粗 - MTBEから除去し、引き続きMTBE中に溶けている水をC₅ ~ C₁₀ - パラフィンとの共沸蒸留により分離する方法を開示している。

10

【0008】

US4334964およびUS4544776は、MTBE - 合成の反応混合物から蒸留による分離の前に、メタノールを水で洗出する方法を記載している。

【0009】

US4605787は、蒸留により得られた粗 - MTBEからメタノールをゼオライトモレキュラーシーブ(0.3 nm、0.4 nm、0.5 nm)に吸着させることにより分離する、MTBE法を開示している。

【0010】

20

EP0317918によれば、蒸留によるMTBE - 分離の前または分離の際にメタノールをメンブランを用いて除去する。

【0011】

DE3015882によれば、メタノールを粗 - MTBEから抽出蒸留により分離する。その際、抽出剤としては、二価または三価のアルコール、アミノアルコールまたはジメチルホルムアミドの群からの1種または複数種の化合物を使用する。

【0012】

US4256465により、粗 - MTBE中に存在するメタノールの十分な除去を、MTBE / メタノール - 共沸混合物の留去による高純度MTBE - 流の獲得下を実施している。共沸混合物はMTBE - 合成反応器中に返流することができる。

30

【0013】

前記の方法は、メタノールおよび場合により水を粗 - MTBEから除去するが、他の混和物、例えばC₈ - オレフィン、t - ブタノール(TBA)または2 - メトキシブタン(MSBE)を除去しない、という欠点を有している。このことは、公知蒸留法においては分離を、MTBEをボトムスとして(すなわち低沸点物として)およびメタノールおよびMTBEの共沸混合物もしくはC₄ - 炭化水素とメタノールとの共沸混合物を塔頂留出物として獲得するというように実施することに起因すると思われる。MTBEおよびブテンのオリゴマー生成物(ジ - イソブテン)が許可できない量でMTBE中に残留するために、この分離は非常に純粋なMTBEを製造するためには好適ではない。

【0014】

40

従って、工業用MTBE(約99%純度の燃料品質)から高純度メチル - t - ブチルエーテルを製造するための安価な方法を開発するという課題が生じている。

【0015】

工業用MTBEを蒸留により3つのフラクション、すなわち低沸点フラクション、中間フラクション、高沸点フラクションに分離することにより、所望のMTBE純度を得ることができることが見いだされた。低沸点フラクションはMTBE、メタノール、水並びに僅かな量のC₄ - およびC₅ - 成分を含有する。中間フラクションは所望の純度のMTBEからなる。高沸点フラクションは、MTBEの他に、t - ブチルアルコール(TBA)、ブテンのオリゴマー化により生じるオレフィン、このオレフィンの誘導体および/またはその他の副生成物を含有する。

50

【 0 0 1 6 】

従って、本発明の対象は工業用 M T B E から分別蒸留により 99.7%より高い純度の M T B E を製造する方法であり、その際、工業用 M T B E を M T B E、メタノールおよび水を含む低沸点フラクション、99.7%より高い純度で M T B E を含む中間フラクションおよびブテンオリゴマーおよび T B A を含む高沸点フラクションに分離する。

【 0 0 1 7 】

本発明の方法により、99.8%または99.9%より高純度の M T B E を製造することもできる。このパーセンテージに関する記載は常に質量%に関するものである。使用する工業用 M T B E は通常燃料添加物として使用され、最高純度 99.0%を有する。

10

【 0 0 1 8 】

分別蒸留は1つの、特に少なくとも2つのカラム中で実施することができる。少なくとも1つの隔壁カラムを使用するのが有利である。

【 0 0 1 9 】

隔壁カラムは、鉛直の壁により2つの部分に分離されているカラムである。これにより2つの蒸留工程を1つの装置中で実施することができ、こうして1つのカラム並びに1つまたは2つの熱交換装置を節約することができる。

【 0 0 2 0 】

本発明による方法は次の利点を有する：

設備投資および作業費用が比較的低い。生じる低沸点および高沸点フラクションを損失することなく、工業用 M T B E（燃料品質）の製造のための装置中に返流することができる。

20

【 0 0 2 1 】

燃料品質を有する M T B E に対する高純度 M T B E の生産量比が僅かである場合、低沸点フラクションも高沸点フラクションも燃料 - M T B E - 流中に返流することができる。より大きな量比の場合には、低沸点フラクションを M T B E - 合成に返流し、高沸点フラクションを燃料成分として使用することができる。

【 0 0 2 2 】

本発明により、高純度 M T B E の分離を1つ以上の蒸留カラム中で実施する。幾つかの可能な実施法を図1～3中に概略的に示す。

30

【 0 0 2 3 】

図1および2は、カラム中で高純度 M T B E の獲得を実施する方法を明らかにしている。これらの両方の方法の差異は、図1による方法は通常の蒸留カラムを使用し、図2による方法は隔壁カラムを使用していることにある。M T B E（工業用 M T B E）（1）を蒸留カラム（5）中に導入する。塔頂留出物（2）として M T B E、メタノールおよび水が留出する。ボトムス（4）としては M T B E、*t*-ブチルアルコール（T B A）、2-メトキシブタン（M S B E）および高級オレフィンが生じる。高純度 M T B E（3）を側部取出し物として取り出す。

【 0 0 2 4 】

図3による方法においては、燃料品質の M T B E（1）を蒸留カラム（2）中に導入する。メタノールおよび水を M T B E の一部と一緒に塔頂留出物（3）としておよび高沸点混和物を塔底部（4）で分離する。側部取出し物（5）をサイドカラム（6）中で、高純度 M T B E（7）およびボトムス（8）に分離し、ボトムス（8）を最初のカラム中に返流する。（その際、サイドカラム（6）の作動法により、側部取出し物（5）は供給部（1）の下方または上方で液状または蒸気状で取り出される）。

40

【 0 0 2 5 】

本発明方法により、燃料品質の粗 - M T B E を高純度 M T B E に後処理することができる。使用生成物としては混和物として低沸点物であるメタノールおよび水、並びに高沸点物である T B A、C₄-オレフィンのオリゴマー、これから誘導されたアルコールおよびメチルエーテルおよび2-メトキシブタン（M S B E）を含むよい M T B E - 混

50

合物が好適である。

【 0 0 2 6 】

本発明方法においてはラフィネート I または水素化クラック - C_4 と、メタノールとの公知法による反応により得られる粗 - M T B E を使用するのが有利である。この M T B E (燃料品質) は代表的には、M T B E - 含量 : 98 ~ 99.0 質量%、 C_8 - 炭化水素含量 : 0.5 質量%未満、T B A の含量 : 1 質量%未満、メタノールの含量 : 1 質量%未満および水含量 : 0.05 質量%未満、並びに 2 - メトキシブタン (M S B E) の含量 : 0.5 質量%までを有している。

【 0 0 2 7 】

本発明による方法で、2 - メトキシブタンの含量が 500 質量 p p m 未満、特に 100 ~ 300 質量 p p m である純粋な M T B E (99.7 % より高い純度) を獲得することができる。このためには、2 - メトキシブタンを 0.3 質量%未満の量で含有する M T B E - 品質を出発物質として使用するのが有利ではあるが、このことは必須のことではない。2 - メトキシブタン (M S B E) 含量が 0.25 質量%未満の M T B E (燃料品質) の製造は、例えば D E 1 0 1 0 2 0 8 2.1 中に記載されている。

10

【 0 0 2 8 】

他の方法で製造された、例えば T B A およびメタノールから製造された粗 - M T B E - 混合物も任意に使用することができる。

【 0 0 2 9 】

本発明方法により、その組成が種々の関連において前記のものに相当しない粗 - M T B E - 混合物も、高純度 M T B E に後処理することができるということが示唆されるであろう。

20

【 0 0 3 0 】

高純度 M T B E の蒸留による獲得は内部構造部材、トレー、回転構造部材、非規則および/または規則パック (Packung) からなる内部構造部材を備える 1 つ以上のカラム中で実施される。

【 0 0 3 1 】

カラムトレーにおいて次の型を使用することができる :

- トレープレート中に孔またはスロットを有するトレー、
- バブルキャップ、キャップまたはフードで覆われているネックまたは筒状部を有するトレー、
- 可動の弁により覆われている、トレープレート中に孔を有するトレー、
- 特別な構造を有するトレー。

30

【 0 0 3 2 】

回転する内部構造部材を備えるカラム中では、還流は回転するロート状物により噴霧されるかまたは回転体によりフィルムとして加熱した管壁上に広がる。

【 0 0 3 3 】

本発明による方法において使用するカラムは、種々の充填体を有する不規則なバラ積体を有してよい。これはほとんど全ての材料、スチール、ステンレススチール、銅、炭素、セツ器用陶土、ポーセラン、ガラス、プラスチックなど、および種々の形、球、平坦なまたは異形の表面を有する環、内側スタッドを有するかまたは壁に孔を有する環、金網環、サドル型およびスパイラルであってよい。

40

【 0 0 3 4 】

規則的な形態を有するパックは、例えば金属板または織物からなる。そのようなパックの例は、Sulzer (Optiflow)、Montz (BSH) および Kuehni (Rombopack) からの金属またはプラスチックからなる Sulzer Gewebepackungen BX、金属プレート、構造体パックからなる Sulzer Lamellenpackungen Mellapack である。

【 0 0 3 5 】

本発明による方法は真空、常圧または過圧で実施することができる。有利な圧力範囲は 1.5 ~ 10 バール、特に 2 ~ 6 バールである。

50

【 0 0 3 6 】

実質的に M T B E / メタノール - 共沸混合物からなる低沸点フラクションは、蒸留圧において M T B E / メタノール - 共沸混合物の沸点と M T B E の沸点との間にある塔頂部温度で留出する。

【 0 0 3 7 】

実質的に M T B E と T B A とからなる低沸点フラクションは、蒸留圧において M T B E の沸点と T B A の沸点との間にある温度で取り出される。

【 0 0 3 8 】

本発明の特別な実施形においては、主カラムとサイドカラムとからなる二本カラムシステムで分別蒸留し、その際、低沸点フラクションを主カラムの塔頂留出物として高沸点フラクションを主カラムのボトムスとして獲得し、中間フラクションをサイドカラム中で純度 99.7% を有する所望の M T B E に精製する。

10

【 0 0 3 9 】

99.7% より高い純度の M T B E は、それぞれの実施法によりサイドカラムの塔頂留出物としてまたはボトムスとして得ることができる。所望の M T B E を含有しないそれ他のフラクションは、場合によっては主カラム中に返流することができる。この方法は図 3 に図示されている。

【 0 0 4 0 】

供給トレーの上方に側部取出し口を配置する場合には、主カラムは有利に 20 ~ 100 理論分離段数、特に 35 ~ 70 理論分離段数を有する。原則的に 5 ~ 30 理論分離段数、特に 10 ~ 20 理論分離段数が濃縮部 (Verstaerkungsteil) に割り当てられ、5 ~ 20 理論分離段数、特に 5 ~ 15 理論分離段数が中間部 (Mittelteil) に割り当てられ、10 ~ 50 理論分離段数、特に 20 ~ 35 理論分離段数が蒸留分離部 (Abtriebsteil) に割り当てられる。

20

【 0 0 4 1 】

主カラムは、有利に 5 ~ 80 の返流比で、特に 10 ~ 50 kg / kg の返流比で実施される。

【 0 0 4 2 】

サイドカラムは、多くの場合 10 ~ 50 理論分離段数、特に 20 ~ 35 理論分離段数を有する。このカラムは 1 ~ 20 の返流比で、特に 2 ~ 10 kg / kg の返流比で作動する。

30

【 0 0 4 3 】

主カラムの側部取出し口が供給トレーの下方部に設けられた場合、主カラムは有利に 25 ~ 130 理論分離段数、特に 50 ~ 90 理論分離段数を有する。そのうちの原則的に 5 ~ 30 理論分離段数、特に 10 ~ 20 理論分離段数が濃縮部 (Verstaerkungsteil) に割り当てられ、10 ~ 50 理論分離段数、特に 20 ~ 35 理論分離段数が中間部 (Mittelteil) に割り当てられ、10 ~ 50 理論分離段数、特に 20 ~ 35 理論分離段数が蒸留分離部 (Abtriebsteil) に割り当てられる。

【 0 0 4 4 】

この配置においては、主カラムは、有利に 30 ~ 600 の返流比で、特に 60 ~ 300 kg / kg の返流比で実施される。

40

【 0 0 4 5 】

この際、サイドカラムは多くの場合 5 ~ 20 理論分離段数、特に 5 ~ 15 理論分離段数を有する。このカラムは有利に蒸発比 (Aufdampfverhaeltnis) 0.2 ~ 2.5 で、特に 0.4 ~ 1.5 kg / kg の蒸発比で作動する。

【 0 0 4 6 】

分離した低沸点フラクションは M T B E を 75% まで含有する。残りは実質的にメタノールである。更に、僅かな量の水並びに C₄ - および C₅ - 炭化水素を含有していてよい。この物質流は M T B E - プラントの合成反応器中に供給することができる。粗 - M T B E (燃料品質) の少量部分のみを M T B E - プラントから高純度 M T B E に後処理する場

50

合に、低沸点フラクションを燃料成分として使用することができる。

【 0 0 4 7 】

低沸点および／または高沸点フラクションを、場合により部分流を放出下に、分別蒸留中に返流することができる。

【 0 0 4 8 】

高沸点フラクションは 7 0 % より多く、多くの場合 8 5 % を越える M T B E からなる。更に、これは T B A、2 - メトキシブタン、ブテンのオリゴマーおよびその誘導体を含有する。このフラクションを、場合によりその中に含有されるオレフィンを水素添加した後、同様に燃料成分として使用することができる。

【 0 0 4 9 】

本発明による方法により得られた高純度 M T B E は 9 9 . 7 % を越える、有利に 9 9 . 8 %、特に 9 9 . 9 % を越える純度を有する。炭化水素の含量は 0 . 1 質量 % 未満、有利に 0 . 0 2 質量 % 未満であり、T B A の含量は 0 . 0 5 質量 % 未満、有利に 0 . 0 2 5 質量 % 未満であり、メタノールの含量は 0 . 0 2 質量 % 未満、有利に 0 . 0 1 質量 % 未満でありかつ水の含量は 2 0 0 質量 p p m 未満、有利に 1 0 0 質量 p p m 未満である。その高い純度により、この M T B E は医薬分野で、分析に、溶剤および抽出剤として使用することができる。これは有機合成、例えば有機金属化合物の製造およびその反応の際の溶剤として特に好適である。2 - メトキシブタンの含量が 5 0 0 質量 p p m 未満である M T B E は、特に高純度イソブテンの、イソブテンおよびメタノールへの（分解による）、製造のために好適である。

【 0 0 5 0 】

そのような方法は本発明による M T B E - 精製法に続けるのが有利である。こうして、請求項 1 から 1 0 までのいずれか 1 項記載の 9 9 . 7 質量 % より高い純度の M T B E を接触分解することにより高純度イソブテンを製造する方法は同様に本発明の対象である。

【 実施例 】

【 0 0 5 1 】

次に本発明を実施例につき説明するが、詳細な説明および特許請求の範囲により示される適用範囲を制限するものではない。

【 0 0 5 2 】

例 1 : 粗 - M T B E (燃料品質) から低沸点物の分離

低沸点物の蒸留による分離を、直径 5 0 m m を有する第 1 の工業カラム中で連続的に実施した。このカラムは Gewebepackung Sulzer BX で充填され、2 5 理論分離段数を有した。

【 0 0 5 3 】

10

20

30

【表 1】

作業パラメーターは次のようであった：

供給量	14 kg/h
取出し留出物量	0,5 kg/h
取出しボトムス量	13,5 kg/h
供給温度	80 °C
塔頂部温度	80,8 °C
塔底部温度	93,5 °C
圧力 (塔頂部)	3 バール
供給トレイ	下から8番目の 分離工程
蒸気負荷ファクター	0,75 Pa ^{0,5}
液体負荷	10-20 m ³ /(m ² *h)
返流比	6 kg/kg

10

20

【 0 0 5 4 】

カラム供給流、留出物およびボトムスの組成を第 1 表中にまとめた。

【 0 0 5 5 】

【表 2】

第1表：カラム1中の物質流の組成

物 質	組成 (質量%)		
	カラム供給流	ボトムス	留 出 物
C ₄ /C ₅ －炭化水素	0,299	0,02	8,477
MTBE	97,897	98,741	73,164
2－メキシブタン	0,299	0,309	0,017
メタノール	0,598	0,003	18,039
t－ブタノール	0,798	0,825	0,001
水	0,010	< 0,001	0,302
C ₈ －炭化水素	0,100	0,103	< 0,001

30

40

【 0 0 5 6 】

実質的に水およびメタノール不含の M T B E がボトムスとして分離された。

【 0 0 5 7 】

例 2：高純度 M T B E の分離

第 1 のカラムのボトムスから高純度 M T B E を蒸留により獲得することは、直径 5 0 m m の第 2 の工業用カラム中で連続的に実施された。このカラムはGewebebackung Sulzer B X で充填され、理論分離段数 5 0 を有した。

【 0 0 5 8 】

50

【表 3】

作業パラメーターは次のようであった：

供給量	2,5 kg/h
取出し留出物量	2,1 kg/h
取出しボトムス量	0,4 kg/h
供給温度	94,7 °C
塔頂部温度	71,7 °C
塔底部温度	74,0 °C
圧力 (塔頂部)	1,7 パール
供給トレイ	下から24番目の 分離工程
蒸気負荷ファクター	0,75 Pa ^{0,5}
液体負荷	10 m ³ /(m ² /h)
返 流 比	6 kg/kg

10

20

【 0 0 5 9 】

カラム供給流、留出物およびボトムスの組成を第 2 表中にまとめた。

【 0 0 6 0 】

【表 4】

第2表：カラム2中の物質流の組成

物 質	組 成 (質 量 %)		
	カラム供給流	ボトムス	留 出 物
C ₄ /C ₅ －炭化水素	0,021	<0,001	0,025
MTBE	98,739	92,040	99,922
2－メトキシブタン	0,309	1,775	0,050
メタノール	0,003	<0,001	0,004
t－ブタノール	0,825	5,500	<0,001
水	<0,001	<0,001	<0,001
C ₈ －炭化水素	0,103	0,687	<0,001

30

40

【 0 0 6 1 】

MTBE が留出物として 99.9 % を越える純度で得られる。プロトン性混和物（水、メタノール、t－ブタノール）の僅かな含量のために、この MTBE は特に有機金属合成のための良好な溶剤である。2－メトキシブタンの僅かな含量のために、この MTBE は高純度イソブテンの製造のために特に好適である。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 2 】

【図 1】通常の蒸留カラムを使用して、高純度 MTBE の獲得を実施する方法の概略図。

50

【図 2】隔壁カラムを使用して、高純度 M T B E の獲得を実施する方法の概略図。

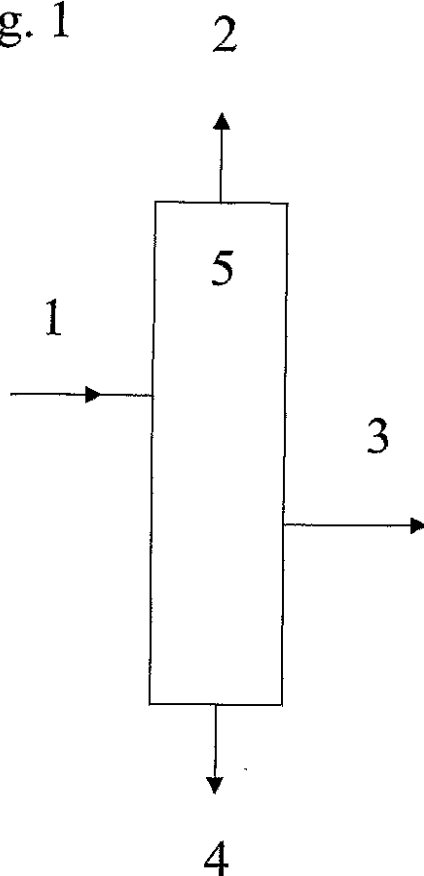
【図 3】サイドカラムを使用して、高純度 M T B E の獲得を実施する方法の概略図。

【符号の説明】

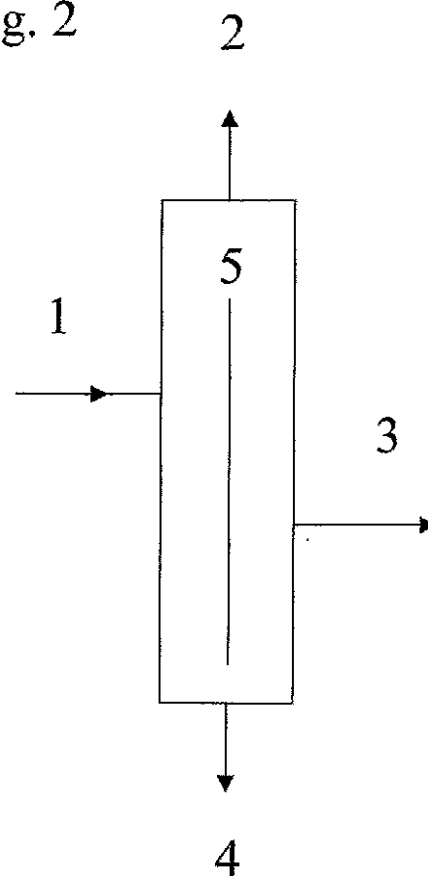
【 0 0 6 3 】

1 工業用 M T B E、 2、3 塔頂留出物、 3、7 高純度 M T B E、 4、8
ボトムス、 5 蒸留カラム、側部取出し物、 6 サイドカラム。

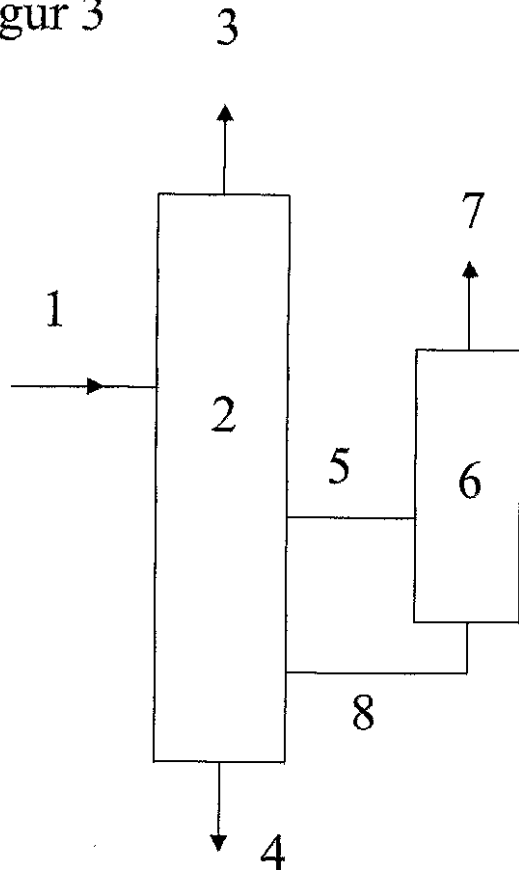
【図 1】
Fig. 1



【図 2】
Fig. 2



【図 3】
Figure 3



フロントページの続き

- (74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
- (74)代理人 230100044
弁護士 ラインハルト・アインゼル
- (72)発明者 フリッツ オベナウス
ドイツ連邦共和国 マール ユーピターヴェーク 6 0
- (72)発明者 ヴィルヘルム ドロステ
ドイツ連邦共和国 マール ボメルンシュトラッセ 4 アー
- (72)発明者 ベルンハルト ショルツ
ドイツ連邦共和国 マール ブリュッゲンボート 5 5
- (72)発明者 フランツ ニールリッヒ
ドイツ連邦共和国 マール ヴィカリーシュトラッセ 1 6
- (72)発明者 ライナー マルツコルン
ドイツ連邦共和国 ドルステン アム レーバウム 2 0
- (72)発明者 ウード ペーターズ
ドイツ連邦共和国 マール ノイラントシュトラッセ 1 1 6
- (72)発明者 ヨーヘン プレフケ
ドイツ連邦共和国 マール ドレヴァーシュトラッセ 9 0
- (72)発明者 リヒャルト フィリピアク
ドイツ連邦共和国 マール リストシュトラッセ 2 4
- (72)発明者 ヨアヒム ノイマイスター
ドイツ連邦共和国 ハルテルン アム ゼー イン デア ヴィーム 4

審査官 神野 将志

- (56)参考文献 特開平 0 9 - 1 0 4 6 5 0 (J P , A)
特開平 0 5 - 2 2 9 9 6 5 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C07C 1/20、11/09、41/42、43/04