

【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】令和6年5月29日(2024.5.29)

【国際公開番号】WO2021/252273
 【公表番号】特表2023-529718(P2023-529718A)
 【公表日】令和5年7月11日(2023.7.11)
 【年通号数】公開公報(特許)2023-129
 【出願番号】特願2022-576223(P2022-576223)
 【国際特許分類】

10

C 0 7 C 3 1 9 / 0 4 (2 0 0 6 . 0 1)
 C 0 7 C 3 1 9 / 2 8 (2 0 0 6 . 0 1)
 C 0 7 C 3 2 1 / 0 4 (2 0 0 6 . 0 1)

【F I】

C 0 7 C 3 1 9 / 0 4
 C 0 7 C 3 1 9 / 2 8
 C 0 7 C 3 2 1 / 0 4

【手続補正書】

【提出日】令和6年5月21日(2024.5.21)

20

【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】

硫化水素とオレフィンから高純度の生成物チオールを生成する方法であって、前記方法は：

前記硫化水素と前記オレフィンを反応器システムに供給する工程であって、前記反応器システムは：

30

前記生成物チオール、未反応の前記硫化水素、未反応の前記オレフィンおよび他の成分を含む反応器流出流を形成するように構成される、工程と；

前記反応器流出流を第1部分および第2部分に分離する工程と；

前記反応器流出流の第1部分を前記反応器システムに再循環させる工程と；

前記反応器流出流の第2部分をフラッシュ気化器に供給する工程であって、前記フラッシュ気化器は：

未反応の前記硫化水素の少なくとも一部を含む硫化水素再循環流と、前記生成物チオール、未反応の前記オレフィンおよび前記他の成分を含む粗チオール流とを生成するように構成される、工程と；

40

前記硫化水素再循環流を前記反応器システムに供給する工程と；

前記粗チオール流を粗チオール分離システムに供給する工程であって、前記粗チオール分離システムは：

未反応の前記オレフィンの少なくとも一部を前記粗チオール流から分離して；

未反応の前記オレフィンを含むオレフィン再循環流と、前記他の成分の第1部分を含む第1副生成物流と、前記生成物チオールおよび前記他の成分の第2部分を含む粗チオール生成物流と、を生成するように構成される、工程と；

前記オレフィン再循環流を前記反応器システムに供給する工程と；

前記粗チオール生成物流を生成物チオール精製ユニットに供給する工程であって、前記生成物チオール精製ユニットは：

50

少なくとも90重量パーセントの前記生成物チオールを含む精製生成物チオールを含むチオール生成物流と、前記他の成分の前記第2部分を含む第2副生成物流とを生成するように構成される、工程と、を含む方法。

【請求項2】

前記オレフィンが、C4～C18の直鎖アルファオレフィンの直鎖炭化水素を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記オレフィンがC12の直鎖アルファオレフィンの直鎖炭化水素を含み、前記生成物チオールがn-ドデシルメルカプタンと、1000ppm重量未満のテトラデシルメルカプタンと、1000ppm未満の硫化物とを含む、請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】

前記反応器システムに再循環される前記反応器流出流の前記第1部分の量が、前記反応器システム中の前記生成物チオールの20重量%～60重量%の量を維持する、請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】

前記粗チオール分離システムは、オレフィン分離ユニットと2次分離ユニットとを含み、

前記粗チオール流が前記オレフィン分離ユニットに供給され、

前記オレフィン分離ユニットは：

前記オレフィン再循環流と2次流とを生成し；

前記2次流を前記2次分離ユニットに供給するように構成され、

前記2次分離ユニットは：

前記2次流を分離して、前記第1副生成物流と前記粗チオール生成物流とを生成するように構成される、請求項1～4のいずれか一項に記載の方法。

【請求項6】

前記他の成分の前記第2部分を含む前記第2副生成物流が硫化物を含み、前記第2副生成物流が硫化物クラッキングおよびストリッピングユニットに供給され、前記硫化物クラッキングおよびストリッピングユニットは：

前記硫化物をオレフィンとチオールとに変換し；

前記硫化物を含む第3副生成物流を生成し；

当該オレフィンとチオールとを前記粗チオール分離システムに供給するように構成される、請求項1～5のいずれか一項に記載の方法。

【請求項7】

前記粗チオール分離システムが、オレフィン分離ユニットと粗チオール分離ユニットとを含み、

前記粗チオール流は、前記粗チオール分離ユニットに供給され、前記粗チオール分離ユニットは：

前記粗チオール生成物流とオレフィン流とを生成し；

前記オレフィン流を前記オレフィン分離ユニットに供給するように構成され；

前記オレフィン分離ユニットは：

前記オレフィン流を分離して、前記第1副生成物流と前記オレフィン再循環流とを生成するように構成される、請求項1～6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項8】

前記反応器システムが、反応器バンクと連通する吸収ユニットを含み、前記吸収ユニットは：

前記硫化水素と前記オレフィンと前記反応器流出流の第1再循環部分とを受け入れ、

前記オレフィン中に溶解した前記硫化水素の少なくとも一部を含む液体反応器バンク供給流と、前記反応器流出流の前記第1再循環部分とを形成し、

前記液体反応器バンク供給流を前記反応器バンクに供給するように構成され；

10

20

30

40

50

前記反応器バンクは：

前記反応器流出流の前記第1再循環部分と前記液体反応器バンク供給流とを受け入れ、前記生成物チオールと未反応の硫化水素と未反応のオレフィンと他の成分とを含む前記反応器流出流を形成するように構成される、請求項1～7のいずれか一項に記載の方法。

【請求項9】

前記反応器流出流が20重量%～70重量%の前記生成物チオールを含む、請求項1～8のいずれか一項に記載の方法。

【請求項10】

前記反応器流出流の前記第1部分が、全反応器流出流の少なくとも70重量パーセントを構成する、請求項1～9のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項11】

前記反応器システム中での直鎖アルファオレフィンの前記生成物チオールへの転化が50重量パーセント以下であり、前記反応器中の硫化物の量が10重量パーセント未満である、請求項1～10のいずれか一項に記載の方法。

【請求項12】

前記反応器システムは、さらに波長が100nm～600nmである電磁放射を使用して、前記硫化水素と前記オレフィンとから前記生成物チオールを形成するように構成され、前記反応器流出流は、アルキルボラン、ホスファイト、アゾビスイソブチロニトリル、ベンゾフェノンおよびその誘導体、チオベンゾフェノン、キサントゲン化合物、並びに、それらの混合物、からなる群より選択される5重量パーセント未満の促進剤化合物、および/または5重量パーセント未満の開始剤化合物を含む、請求項1～11のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項13】

前記精製生成物チオールが5重量ppm未満のリンを含む、請求項1～12のいずれか一項に記載の方法。

【請求項14】

前記生成物チオール精製ユニットが、構造化充填物を含む少なくとも1つの蒸留塔を含む、請求項1～13のいずれか一項に記載の方法。

【請求項15】

硫化水素とオレフィンから高純度の生成物チオールを生成するための装置であって、前記装置は：

30

前記硫化水素と前記オレフィンを受け入れ、前記生成物チオールと未反応の硫化水素と未反応のオレフィンと他の成分とを含む反応器流出流を生成するように構成された反応器システムであって、前記反応器流出流を第1部分および第2部分に分離し、前記反応器流出流の第1部分を前記反応器システムに戻り再循環するようにさらに構成される反応器システムと；

前記反応器システムと連通するフラッシュ気化器であって、前記フラッシュ気化器は、前記反応器流出流の第2部分を受け入れ、未反応の前記硫化水素の少なくとも一部を含む硫化水素再循環流と、前記生成物チオール、未反応の前記オレフィンおよび前記他の成分を含む粗チオール流とを生成するように構成され、前記フラッシュ気化器は、前記硫化水素再循環流を前記反応器システムに供給するように構成される、フラッシュ気化器と；

40

2次分離ユニットと連通するオレフィン分離ユニットを含む粗チオール分離システムであって、ここで、

前記オレフィン分離ユニットは、前記フラッシュ気化器および前記反応器システムと連通し、且つ、

前記粗チオール流を受け入れ；

オレフィン再循環流と2次流を生成し；

前記オレフィン再循環流を前記反応器システムに供給し；

前記2次流を前記2次分離ユニットに供給するように構成され；

前記2次分離ユニットは、生成物チオール精製ユニットと連通し、且つ；

50

前記 2 次流を受け入れ；

前記 2 次流を分離して、第 1 副生成物流と粗チオール生成物流とを生成するように構成される、粗チオール分離システムと；

前記粗チオール分離システムと連通する生成物チオール精製ユニットであって、前記生成物チオール精製ユニットは；

前記粗チオール生成物流を受け入れ；

少なくとも 98.5 重量パーセントの前記生成物チオールを含む精製生成物チオールを含む生成物チオール流と、前記他の成分の第 2 部分を含む第 2 副生成物流とを生成するように構成される生成物チオール精製ユニットと、

を含む、装置。

10

【請求項 16】

前記生成物チオール精製ユニットが、構造化充填物を含む少なくとも 1 つの蒸留塔を含む、請求項 15 に記載の装置。

【請求項 17】

硫化水素または R^1SH 、および式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンから高純度の生成物硫化物を生成する方法であって、前記方法は；

前記硫化水素または前記 R^1SH 、および前記式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンを反応器システムに供給する工程であって、前記反応器システムは；

前記生成物硫化物、未反応の硫化水素または未反応の式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィン、未反応の R^1SH 、および他の成分を含む反応器流出流を形成するように構成される、工程と

20

；
前記反応器流出流を第 1 部分および第 2 部分に分離する工程と；

前記反応器流出流の第 1 部分を前記反応器システムに再循環させる工程と；

前記反応器流出流の第 2 部分を硫化物分離システムに供給する工程であって、前記硫化物分離システムは；

未反応の前記硫化水素、未反応の前記式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィン、未反応の前記 R^1SH 、および他の成分の少なくとも一部を含む少なくとも 1 つの再循環流と、高純度の前記生成物硫化物を含む生成物流とを生成するように構成される、工程と、
を含む方法。

【請求項 18】

30

前記硫化物分離システムが、前記反応器システムと連通する第 1 分離ユニットと、前記第 1 分離ユニットと連通する生成物硫化物精製システムとを含み、

前記第 1 分離ユニットは；

前記反応器システムからの前記反応器流出流を受け入れ；

未反応の前記硫化水素または未反応の前記 R^1SH 若しくは未反応の前記式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンの少なくとも一部と、他の成分とを含む少なくとも 1 つの前記再循環流の第 1 部分、および、前記生成物硫化物を含む粗硫化物流を生成し；

前記生成物硫化物を含む前記粗硫化物流を前記生成物硫化物精製システムに供給するように構成され、

前記生成物硫化物精製システムは；

40

未反応の前記式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンまたは未反応の前記 R^1SH の他方の少なくとも一部を含む少なくとも 1 つの前記再循環流の第 2 部分と、精製生成物硫化物を含む硫化物生成物流とを生成するように構成される、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

前記反応器システムおよび前記硫化物分離システムと連通するフラッシュ気化器を含み、前記フラッシュ気化器は；

前記反応器流出流の前記第 2 部分を受け入れ；

未反応の前記硫化水素または未反応の R^1SH 若しくは未反応の式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンの少なくとも一部を含む軽質再循環流、および、前記生成物硫化物と、未反応の前記 R^1SH または未反応の前記式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンの他方と、前記他の成分とを含む

50

粗硫化合物を生成し；

前記粗硫化合物を前記硫化物分離システムに供給するように構成される、請求項 17 または 18 に記載の方法。

【請求項 20】

硫化水素が前記反応器システムに供給され、高純度の前記硫化物が $S(C_xH_{(2x+1)})_2$ を含む、請求項 17 ~ 19 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 21】

R^1SH が前記反応器システムに供給され、高純度の前記硫化物が $S(C_xH_{(2x+1)})(R^1)$ を含む、請求項 17 ~ 19 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 22】

R^1-SH チオールの R^1 が、メチル、エチル、プロピル、*n*-ブチル、*n*-ペンチル、*n*-ヘキシル、*n*-オクチル、*n*-ノニル、*n*-デシル、*n*-ウンデシル、*n*-ドデシル、*n*-トリデシル、*n*-テトラデシル、*n*-ペンタデシル、*n*-ヘキシルデシル、*n*-ヘプタデシルまたは *n*-オクタデシルである、請求項 17 ~ 21 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 23】

前記式 $C_xH_{(2x)}$ のオレフィンについて、*x* が 2 ~ 18 の整数である、請求項 17 ~ 22 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 24】

硫化水素およびオレフィンから高純度の生成物チオールを生成するための装置であって、前記装置は；

反応器バンクと連通する吸収ユニットを含む反応器システムであって、前記吸収ユニットは；

前記硫化水素および前記オレフィンを受け入れ、

前記オレフィン中に溶解した前記硫化水素の少なくとも一部を含む液体反応器バンク供給流と、反応器流出流の第 1 再循環部分とを形成し、

液体反応器バンク供給流を前記反応器バンクに供給するように構成され；

前記反応器バンクは；

前記反応器流出流の前記第 1 再循環部分と前記液体反応器バンク供給流とを受け入れ、

前記生成物チオールと未反応の硫化水素と未反応のオレフィンと他の成分とを含む前記反応器流出流を形成するように構成される、反応器システムと；

前記反応器流出流を第 1 部分および第 2 部分に分離し、前記反応器流出流の第 1 部分を前記反応器システムに戻り再循環させる手段と、

前記反応器システムと連通するフラッシュ気化器であって、前記フラッシュ気化器は、前記反応器流出流の第 2 部分を受け入れ、未反応の前記硫化水素の少なくとも一部を含む硫化水素再循環流と、前記生成物チオール、未反応の前記オレフィンおよび前記他の成分を含む粗チオール流とを生成するように構成され、前記フラッシュ気化器は、前記硫化水素再循環流を前記反応器システムに供給するように構成される、フラッシュ気化器と；

前記フラッシュ気化器および前記反応器システムと連通する粗チオール分離システムであって、前記粗チオール分離システムは、前記粗チオール流を受け入れるように構成され、

前記粗チオール分離システムは；

前記粗チオール流から未反応の前記オレフィンの少なくとも一部を分離して、未反応の前記オレフィンを含むオレフィン再循環流と、前記他の成分の第 1 部分を含む第 1 副生成物流と、前記生成物チオールおよび前記他の成分の第 2 部分を含む粗チオール生成物流とを生成し；

前記オレフィン再循環流を前記反応器システムに供給するように構成される、粗チオール分離システムと；

前記粗チオール分離システムと連通する生成物チオール精製ユニットであって、前記生成物チオール精製ユニットは；

前記粗チオール生成物流を受け入れ；

10

20

30

40

50

少なくとも 98.5 重量パーセントの前記生成物チオールを含む精製生成物チオールを含む生成物チオール流と、前記他の成分の前記第 2 部分を含む第 2 副生成物流とを生成するように構成される、生成物チオール精製ユニットと、を含む、装置。

10

20

30

40

50