

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4571815号
(P4571815)

(45) 発行日 平成22年10月27日(2010.10.27)

(24) 登録日 平成22年8月20日(2010.8.20)

(51) Int.Cl.	F I
C O 7 C 29/82 (2006.01)	C O 7 C 29/82
B O 1 D 3/14 (2006.01)	B O 1 D 3/14 A
C O 7 C 31/12 (2006.01)	C O 7 C 31/12

請求項の数 9 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2004-78745 (P2004-78745)	(73) 特許権者	398054432
(22) 出願日	平成16年3月18日(2004.3.18)		エボニック オクセノ ゲゼルシャフト
(65) 公開番号	特開2004-285065 (P2004-285065A)		ミット ベシュレンクテル ハフツング
(43) 公開日	平成16年10月14日(2004.10.14)		Evonik Oxeno GmbH
審査請求日	平成18年12月7日(2006.12.7)		ドイツ連邦共和国 マール パウルーバウ
(31) 優先権主張番号	10312918.9		マン-シュトラッセ 1
(32) 優先日	平成15年3月22日(2003.3.22)		Paul-Baumann-Strasse
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		e 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】 tert-ブタノール／水-混合物から2-ブタノールを分離する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

2-ブタノール(SBA)、tert-ブタノール(TBA)及び水を有し、混合物中の水の質量割合がTBA／水とSBA／水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも高い工業的混合物から2-ブタノールを分離する方法において、混合物の水の濃度をTBA含有フローの添加によって低下させて、得られた混合物がそのSBA／TBA／水-組成に関して、TBA／水とSBA／水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも低い水の質量割合を有するようにし、この混合物を蒸留によりSBAを有するフローと、TBA及び水を有するフローとに分離することを特徴とする、工業的混合物から2-ブタノールを分離する方法。

【請求項 2】

12質量％より低い含水量を有するTBA含有フローを混合することを特徴とする、請求項1記載の方法。

【請求項 3】

5質量％より低い含水量を有するTBA含有フローを混合することを特徴とする、請求項2記載の方法。

【請求項 4】

工業的混合物にTBA含有フローを添加する前に塔中で水を除去することを特徴とする、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】

10

20

T B A 含有フローを添加する工業的混合物に、更に、この混合物の蒸留による分離の際に留出物として生じる水と T B A とを有するフローの一部を混合することを特徴とする、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】

蒸留により処理される、T B A 含有フローを添加した混合物が、三成分系の S B A / T B A / 水に対して 10 質量%より低い含水量を有することを特徴とする、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】

T B A 含有フローを添加した混合物を 2 - ブタノールを有するフラクションに分離し、このフラクションは t e r t - ブタノールを 1 質量%より少なく有することを特徴とする、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の方法。

10

【請求項 8】

蒸留による処理の際に分離された 2 - ブタノールを、塔の蒸留装置の蒸気相から取り出すか又はこの塔の回収部中でサイドフローとして蒸気状又は液状で取り出すことを特徴とする、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】

T B A 含有フローの添加の前に工業的混合物から水を分離するための塔と、T B A 含有フローの添加後に得られた混合物を蒸留により分離するための塔を異なる圧力で運転することを特徴とする、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、特に工業的 C₄ - 炭化水素混合物から製造されたような、t e r t - ブタノール (T B A) をイソブテン及び水に分解する際に生じる t e r t - ブタノール / 水 - 混合物から、2 - ブタノール (明細書中では第二級ブタノール又は S B A と表記する) を、分離する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

イソブテンはブチルゴム、ポリイソブチレン、イソブテン - オリゴマー、分枝 C₅ - アルデヒド及び C₅ - カルボン酸の製造のための出発物質である。更に、これはアルキル化剤として並びにペルオキシドの製造のための中間生成物として使用される。

30

【0003】

工業的フローにおいて、イソブテンは飽和及び不飽和 C₄ - 炭化水素と一緒に存在する。この混合物から、イソブテンは、イソブテンと 1 - ブテンとの間のわずかな融点差もしくは極めてわずかな分離係数のために、蒸留によって経済的に分離できない。従って、イソブテンを通常残留する炭化水素混合物から容易に分離される誘導体に変換し、かつ単離されたこの誘導体をイソブテンと誘導化剤とに分解し戻すことにより、イソブテンは工業的な炭化水素混合物から得られる。

【0004】

通常は、イソブテンは C₄ - カット、例えばスチームクラッカーの C₄ - フラクションから次のように分離される。複数の不飽和を有する炭化水素、主にブタジエンの大部分を、抽出 (抽出蒸留) により除去するか又は選択的水素化により線状ブテンにした後に残留した混合物 (ラフィネート I 又は水素化されたクラック - C₄) をアルコール又は水と反応させる。アルコールとしてメタノールの使用した場合、メチル - t e r t - ブチルエーテル (M T B E) が生じ、水を使用した場合に t e r t - ブタノール (T B A) が生じる。この分離の後に、2 つの生成物はこれらの形成とは逆に分解してイソブテンにすることができる。

40

【0005】

T B A のこの分解は、M T B E の分解よりも容易に実施でき、副生成物の形成も少なく、従ってイソブテンの有利な獲得方法である。T B A の分解を酸の存在で気相又は液相中

50

でTBAの部分反応で実施するのが有利である。

【0006】

イソブテンからTBAを製造するためにイソブテン含有炭化水素フロー（これは線状ブテンをも含有する）を使用する場合には、少量の2-ブタノール（SBA）も生じる。

【0007】

これは、生じた反応混合物を純粋なTBA又はTBA/水-共沸物の形へ後処理するような場合にはあまり問題とはならない。この場合に、反応混合物中のわずかな2-ブタノール含有量のために、TBA又はTBA/水-共沸物中で例えば0.2質量%の最大許容2-ブタノール濃度は上回らない。

【0008】

工業的なTBA又はTBA/水-共沸物を部分反応下でイソブテンと水とに分解する場合には、生じたイソブテンの分離後に2-ブタノール（SBA）の濃度が高いTBA/水-混合物が生ずる。この混合物は2-ブタノールの分離なしには市場に通用するTBA又はTBA/水-共沸物の製造のために適していない。同様に、この混合物からイソブテンを製造することは不適切である、それというのも2-ブタノール含有量が増加すると共に、イソブテン中の線状ブテンの濃度も上昇してしまい、それによりこれらの規格を維持できなくなるためである。従って、2-ブタノールの一部を、TBA-損失を回避しつつ分離する必要がある。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明の課題は、従って、SBA、TBA及び水を有する混合物から、TBAの損失を生じさせずに、SBAを分離することができる方法を準備することであった。

【0010】

SBA、TBA及び水からなる三成分混合物は、確かに蒸留によって分離するのは困難である、それというのも、この三成分系中には蒸留限界線（文献中では限界蒸留線とも記載されている）が存在し、この蒸留限界線は水約1.1質量%の二成分共沸物の水/TBA（文献では常圧で10~12.5質量%の値である）（図1中で点B）と、水約2.8質量%の二成分共沸物の水/SBA（文献では常圧で26.7~32質量%の値である）（図1の点C）とを結んでいる。この蒸留限界線によって2つの蒸留フィールドが区切られている。図1に示された上記の三成分系について2つの蒸留フィールドが示されている：

領域A-B-C-Aで示される蒸留フィールド1及び領域B-E-D-C-Bで示される蒸留フィールド2。蒸留フィールド1中には高沸点物として水があり、低沸点物はこの領域内でTBA/水-共沸物であり、中沸点物はSBA/水-共沸物であり、これは純粋な形態で分離できない。

【0011】

SBAをTBA-イソブテン-混合物から分離するために、SBA濃度の高いフローをこのために使用することが最も経済的である。TBA-分解の際に得られたフローは、しかしながらSBAの含有量が比較的少ない。通常、このフローは蒸留フィールド1中に存在する組成を示す。たいていは、このフローはなお少量の他の物質を含有しているが、この存在はこの関連において観察する必要はない。蒸留フィールド1の領域内の組成を有するこのような混合物を蒸留により後処理することを試みる場合に、純粋な水が高沸点物として及びSBA/TBA/水からなる混合物が塔頂フラクションとして得られるか又は塔の留出物中に低沸点の混合物としてTBA/水-共沸物が得られ、かつ塔底物としてより高い沸点の、SBA/TBA/水からなる混合物が高い含水量で得られる。物質収支の理由から及び蒸留線の不所望な推移の理由からも、SBAの含有量を、このフローの分離が経済的に有利である程度に高めることはできない。この系において存在するミシビリティギャップ（図1：C-F-G-C参照）も、この成分の分離のため又はこの濃度を高めるためには経済的に使用できない。

【0012】

しかしながら、意外にも、投入混合物として使用した生成物フローにTBAを混合して、この得られた混合物が蒸留フィールド2の領域内にある組成を有するようにし、従ってこの混合物が蒸留によりSBAとTBA/水-混合物とに分離できる組成を有するようにする場合に、水、SBA及びTBAを有しかつその組成が蒸留フィールド1の領域内にある生成物フローから、特にSBAの濃度が高い生成物フローから、実際にTBAを損失させずにSBAを分離できることが見出された。

【課題を解決するための手段】

【0013】

従って、本発明の対象は、SBA、TBA及び水を有し、混合物中の水の質量割合が、TBA/水とSBA/水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも高い（つまりこの混合物はそのSBA/TBA/水-組成に関して蒸留フィールド1の領域内にある）工業的混合物からSBAを分離する方法において、TBAの添加により混合物中の水濃度を低下させて、得られた混合物がそのSBA/TBA/水-組成物に関して、TBA/水とSBA/水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも低い（つまりそのSBA/TBA/水-組成に関して蒸留フィールド2の領域内にある）水の質量割合を有するようにし、この混合物を蒸留によりSBAを有するフローと、主にTBA及び水を有するフローとに分離することを特徴とする、工業的混合物からSBAを分離する方法である。

10

【0014】

本発明による方法の場合に、つまり、三成分系のSBA/TBA/水に関して蒸留フィールド1内にある混合物からのSBA分離は、TBA含有フローをこの混合物に添加し、それによりこの三成分系の組成を蒸留フィールド2内へにシフトさせ、引き続き蒸留することにより行われる。

20

【0015】

本発明による方法によって、混合物中での水の質量割合が、2つの共沸物のTBA/水及びSBA/水を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも高く、従って単なる蒸留によつては分離できないような、SBA、TBA及び水を有する混合物から、SBAを分離することができる。混合物中の濃度を変えるために、有利に水12%未満並びに場合により少量の高沸点物（例えばイソブテンのオリゴマー化から生じたC₈-又はC₁₂-炭化水素、C₈-アルコール）及び/又は少量の低沸点物（例えばイソブテン又は他のC₄-炭化水素）を有するTBA含有フローを使用することにより、連行剤又は他の外来物質の使用を行わなくてもよい。これらの助剤の費用のかかる分離を回避することができ、かつ後処理の際にこの助剤による生成物の汚染の危険も排除される。このTBAフローは、有利に水不含のTBAの製造装置から得ることができる。

30

【0016】

本発明による方法を次に記載するが、本発明による方法はこの実施態様に限定されるものではない。

【0017】

2-ブタノール(SBA)、tert-ブタノール(TBA)及び水を有し、混合物中の水の質量割合が、TBA/水とSBA/水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも高い（つまりこの混合物はそのSBA/TBA/水-組成に関して蒸留フィールド1の領域内にある）工業的混合物から2-ブタノールを分離する本発明による方法は、TBA含有フローの添加により混合物の水濃度を低下させて、得られた混合物がそのSBA/TBA/水-組成物に関して、TBA/水とSBA/水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも低い（つまりそのSBA/TBA/水-組成に関して蒸留フィールド2の領域内にある）水の質量割合を有するようにし、この混合物を蒸留によりSBAを有するフローと、主にTBA及び水を有するフローとに分離することを特徴とする。

40

【0018】

含水量が12質量%より低い、有利に10質量%より低い、特に有利に5質量%より低いTBA含有フローを混合するのが有利である。このTBA含有フローはTBAを90～

50

99.99%有することができる。TBA及び場合により水の他に、このTBA含有フローはさらに、場合により少量(0.0001~5質量%)の高沸点物(例えばイソブテンのオリゴマー化から生じたC₈又はC₁₂-炭化水素、C₈-アルコール)及び/又は低沸点物(例えばイソブテン又は他のC₄-炭化水素)を有することができる。

【0019】

この工業的混合物にTBA含有フローを添加する前に蒸留により水を除去することが有利である。工業的混合物の蒸留によって、これは水濃度の高い塔底生成物と、TBA/水とSBA/水との2つの共沸物を結ぶ蒸留限界線の限界濃度よりも高い(つまりそのSBA/TBA/水-組成物に関して蒸留フィールド1の範囲内にある)が、当初の水の濃度よりは低い水含有量を有する塔頂生成物とに分けられる。こうして前処理された工業的混合物を、次いで本発明の場合にTBA含有フローの添加により本発明により後処理する。この手法は、混合物の濃度を蒸留フィールド2の領域内になるように変えるために、比較的少量のTBA含有フローを添加するだけであるという利点を有する。

【0020】

TBA含有フローを添加しかつ蒸留により後処理される混合物は、有利に三成分系のSBA/TBA/水に対して10質量%未満の含水量を有する。しかしながら、この混合物は本質的にその含水量に関して蒸留フィールド2内にあり、つまりSBA/水とTBA/水との共沸物を結ぶ蒸留限界線B-Cに相応する組成を有する混合物の含水量よりも低い水の質量割合を有する。有利に、この含水量は、SBA含有量0.0001~6質量%の三成分系SBA/TBA/水に関して、11質量%よりも低い、有利に10質量%よりも低い、特に有利に9.5質量%よりも低い。SBA含有量6.01~15質量%の場合には、三成分系SBA/TBA/水に関する含水量は、15質量%よりも低い、有利に14質量%よりも低い、特に有利に13質量%よりも低い。更に、この混合物は他の物質、例えばC₈-オレフィン又は-アルコールを5質量%まで、有利に3質量%まで、特に有利に2.5~0.01質量%含有することができる。

【0021】

本発明による方法は、有利に、TBA含有フローを添加した混合物を蒸留により2-ブタノールを含有するフラクションに分離し、このフラクションはtert-ブタノールを1質量%より少なく、有利に0.5質量%より少なく有するように実施する。蒸留による後処理の際に分離された2-ブタノールは、塔の蒸発装置の蒸気相から取り出すか又はこの塔の回収部中でサイドフローとして蒸気状又は液状で取り出すことができる。

【0022】

TBA含有フローを添加された混合物の蒸留による分離の際に留出物として得られた塔頂生成物は、少なくとも部分的に、TBA含有フローを添加する工業的混合物に混合することができる。工業的混合物の出発濃度及び場合により行われた蒸留による水分離に応じて、三成分混合物は蒸留限界線B-Cの付近の濃度を有することができる。このような組成の場合には、わずかなTBA含有フローを、留出物として得られた塔の塔頂生成物の一部と共に工業的混合物に添加することで十分である、それというのもこの方法でも混合物の組成は蒸留フィールド2内へシフトすることができるためである。

【0023】

本発明による方法の場合に生じる物質フロー、特にTBA含有フローを添加した混合物の蒸留による分離は、トレイ、回転する内部構造体、不規則な及び/又は規則的な充填物からなる内部構造体を有する1つ又は複数の塔中で実施することができる。この混合物の蒸留による分離は唯一の塔中で行うのが有利である。

【0024】

塔のトレイにおいて次のタイプのものを使用することができる：棚段プレートにおいて孔又はスリットを備えたトレイ。泡鐘、キャップ又はフードで覆われているネック又はチムニーを備えたトレイ。棚段プレートにおいて可動の弁で覆われている孔を備えたトレイ。特別な構造を備えたトレイ。

【0025】

回転する内部構造体を備えた塔において、還流は回転する漏斗によって撒き散らされるか又はローターを用いて加熱された管壁上の液膜として分散させる。

【 0 0 2 6 】

本発明による方法の場合に使用した塔は、多様な充填体を備えた不規則な充填物を使用することができる。これは、鋼、特殊鋼、銅、炭素、石材、陶材、ガラス、プラスチックなどのほとんど全ての材料からなり、かつボール、平坦な又は溝付きの表面を有するリング、内部ブリッジ又は壁部穿孔を備えたリング、ワイヤネットリング、鞍状体及び螺旋体の形状からなる。

【 0 0 2 7 】

規則的な形状を備えた充填物は、金属又はプラスチックからなるプレート又は織物からなることができる。このような充填物の例は、Sulzer織物充填物 B X、金属板からなるSulzer層状充填物のMellapak、高性能充填物、例えばMellapakPuls、Sulzer (Optiflow)、Montz (BSH) 及びKuehni (Rombopak) の構造充填物である。

10

【 0 0 2 8 】

出発物質として使用した工業的混合物の予備脱水のための塔 (2) は、有利に 3 ~ 5 0、特に 6 ~ 4 0 の理論段数を有する。供給段は、蒸留フィールド 1 内の混合物の組成に依存する。供給フローの供給は、有利に、上から数えて、2 ~ 5 5 段目の理論段、特に 3 ~ 3 5 段目の理論段で行う。

【 0 0 2 9 】

T B A 含有フローを添加することにより得られた混合物の分離のために使用する塔は、有利に 5 ~ 7 0 の理論段数、殊に 1 0 ~ 6 0 の理論段数を有する。供給段は混合物の組成に依存する。混合物の供給は、上から数えて 2 ~ 5 5 段目、特に 3 ~ 3 5 段目の理論段に行うのが有利であることが明らかとなった。

20

【 0 0 3 0 】

塔 (2) 及び (6) の運転圧力は、有利に 0 . 0 1 ~ 1 5 b a r _{a b s} (b a r a) である。2つの塔、つまり T B A 含有フローを添加する前の工業的混合物から水を除去するための塔 (前処理塔) と、T B A 含有フローの添加後に得られた混合物を蒸留により分離するための塔とは同じ圧力又は異なる圧力で運転される。同じ圧力の場合には、これらの塔は有利に 0 . 5 ~ 1 0 b a r a であり、異なる圧力の場合には前処理塔について 0 . 5 ~ 1 0 b a r a の範囲内の圧力であり、塔 (6) について 0 . 1 ~ 1 0 b a r a の範囲内の圧力である。

30

【 0 0 3 1 】

T B A 含有フローを添加することにより得られた混合物の蒸留の際に、塔底生成物が、2 - ブタノール及び場合により高沸点物を含有するフローとして生じる。その中の T B A の含有量は、有利に 2 質量 % より少なく、殊に 1 . 7 質量 % より少ない。塔頂生成物として T B A、水及び場合により低沸点物からなる混合物が留出する。塔頂生成物中の 2 - ブタノールの含有量は、有利に 4 質量 % よりも少ない、特に 3 質量 % よりも少ない。2 - ブタノールを蒸発装置の蒸気相から又は蒸気状で又は液状でサイドフローとして塔の回収部で取り出すことによって、塔底において 2 - ブタノールは高沸点物なしで又はほとんどなしで得られる。

40

【 0 0 3 2 】

本発明による方法を用いて混合物から分離されて得られた T B A フラクションは、公知の目的で使用するすることができる。例えばこれはイソブテンの製造のための出発材料として利用することができる。場合によりこの中に含まれる低沸点物は蒸留により分離することができる。

【 0 0 3 3 】

この分離された 2 - ブタノールは通常の工業的用途のために利用することができる。これは、例えばメチルエチルケトンのための前駆体として、塗料及び樹脂用の溶剤として、プレーキ液の構成成分として並びに洗浄剤の構成成分として使用することができる。更に、これは香料、着色剤及び湿潤剤の製造の場合に使用される。

50

【 0 0 3 4 】

本発明による方法を用いて、2 - ブタノールはT B Aの損失なしに、蒸留フィールド1にあるT B A、S B A及び水からなる任意の三成分混合物から分離できる。これは、混合物が付加的に高沸点物（例えばイソブテンのオリゴマー化から生じたC₈又はC₁₂ - 炭化水素、C₈ - アルコール）及び/又は低沸点物（例えばイソブテン又は他のC₄ - 炭化水素）を5質量%まで有する場合でさえ行うことができる。本発明による方法を用いて、つまり2 - ブタノールを、特に有利に1質量%、殊に0.5質量%より少ないtert - ブタノール含有量を有する2 - ブタノール混合物を製造することができる。

【 0 0 3 5 】

本発明による方法の場合に、特に、T B Aからイソブテンを脱水により製造する装置からの2 - ブタノールの濃度が高いT B Aフローが使用される。このフローはたいていは他の成分としてC₄ - 炭化水素及びC₄ - オレフィンの副生成物を含有する。

【 0 0 3 6 】

本発明による方法の特別な実施態様を実施することができる装置のブロック図を図2に示す。出発物質として利用する、蒸留フィールド1内の組成を有する工業的混合物(1)を、まず最初に塔(2)（前処理塔ともいう）中で処理し、この前処理塔の塔底で水の濃度の高いフロー(3)を排出する。このように予備脱水した、なお蒸留フィールド1内の組成を有する工業的混合物(4)に、T B A含有フロー(5)を添加して、得られた混合物が蒸留フィールド2内にある組成を有するようにする。場合により、この混合物に塔(6)からの留出物(8)の一部(9)を添加することができるが、この場合にこのフローの添加により、この組成が蒸留フィールド2内ではなくなるように変化させてはならない。この混合物を塔(6)内へ導入し、この中で分離すべき2 - ブタノールを有する塔底生成物(7)と、T B A、水及び場合による低沸点物を含有する塔頂生成物(8)とに分離する。この留出物フロー(8)の全部又は一部を供給フローとして直接T B A - 分離の装置部分中で再使用できる。場合により塔(6)は塔(2)とは異なる圧力で運転される。わずかな割合の高沸点物を有する2 - ブタノールを得るために、この生成物を蒸発装置の蒸気相から又は塔(6)の回収部でサイドフロー(7A)として蒸気状又は液状で取り出すことができる。

【 0 0 3 7 】

本発明による方法を最も簡単な実施態様で運転するために、塔(2)を使用せず、かつ工業的混合物に相応して大量のT B A含有フロー(5)を直接添加することで、混合物の組成を蒸留フィールド2内にする。このフローは再び場合によりフロー(9)との混合後に塔(6)中へ供給し、上記したのと同様に後処理する。

【 0 0 3 8 】

通常の構成部材、例えばポンプ、濃縮器、弁、熱交換器及び蒸発装置はこのブロック図中には図示されていないが、この装置の自明の構成部材である。

【 0 0 3 9 】

次の実施例は本発明を詳説するが、明細書及び特許請求の範囲から生じる本発明の適用領域を制限するものではない。

【 実施例 】

【 0 0 4 0 】

S B Aの分離は、フロー(7A)及び(9)を除いた図2により実現された装置中で行った。この塔(2)の直径はこの場合50mmであった。12理論段を有する金属 - 蒸留 - 充填物を設置し、上から数えて、7段目の理論段に供給を行った。この塔(6)の直径は同様に50mmであった。20理論段を有する金属 - 蒸留 - 充填物を設置し、上から数えて、6段目の理論段に供給を行った。供給フロー(1)を大規模工業装置から取り出し、試験のために使用した。次の表中のフロー番号は図2と同様である。塔(2)の留出物(4)を集め、第2の塔(6)への供給フローとして部分的に使用した。混合物中で0.1質量部よりも少ない濃度の成分は原則として表中に記載されていない。

【 0 0 4 1 】

【表 1】

フロー番号	フロー表記	質量流 [kg/h]	質量部で示すフロー組成
1	新規フロー	1,80	63,5 水 30,2 TBA 4,5 2-ブタノール 1,7 C ₈ -アルコール 0,1 その他の物質
3	廃水	1,03	96,9 水 0,1 TBA 0,1 2-ブタノール 2,9 C ₈ -アルコール
4	予備脱水した混合物 塔（2）の留出物	0,77	18,9 水 70,3 TBA 10,4 2-ブタノール 0,1 C ₈ -アルコール 0,3 その他の物質
4	予備脱水した混合物 塔（6）への供給物	0,75	18,9 水 70,3 TBA 10,4 2-ブタノール 0,1 C ₈ -アルコール 0,3 その他の物質
5	新規-TBA	0,75	0,004 水 99,8 TBA 0,15 2-ブタノール 0,01 C ₈ -アルコール 0,036 その他の物質
7	塔の塔底物	0,08	0,3 TBA

10

20

30

40

【 0 0 4 2 】

【表 2】

	(6)		96,7 2-ブタノール 1,2 C ₈ -アルコール 1,9 その他の物質
7A	塔 (6) の サイドフロー取出	なし	
8	塔 (6) の留出物	1,42	10,0 水 89,6 TBA 0,4 2-ブタノール 0,1 その他の物質
9	返送フロー	なし	

10

【0043】

塔 (2) は 1 b a r a で 3 . 5 の 還 流 比 で 運 転 し た 。 塔 (6) は 1 b a r a で 4 の 還 流 比 で 運 転 し た 。

20

【0044】

表 1 に 記 載 さ れ た よ う に 、 本 発 明 に よ る 方 法 を 用 い て S B A の 分 離 が 簡 単 に 可 能 で 、 そ の 際 、 T B A の 損 失 は 塔 の 塔 頂 生 成 物 中 の わ ず か な 割 合 に 制 限 さ れ る 。

【図面の簡単な説明】

【0045】

【図 1】S B A 、 T B A 及 び 水 か ら な る 三 成 分 系 の 蒸 留 限 界 線 を グ ラ フ で 示 す 図

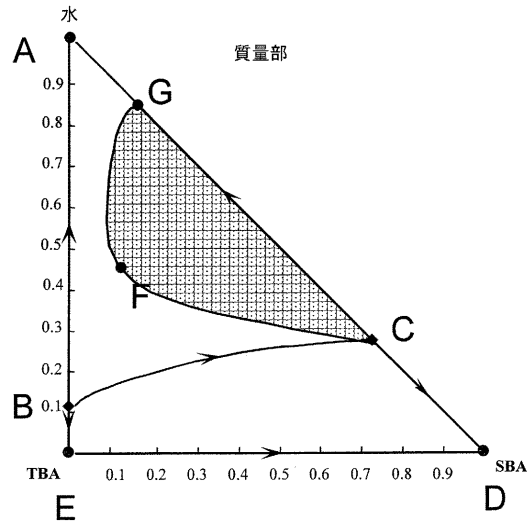
【図 2】本発明による方法を実施することができる装置のブロック図

【符号の説明】

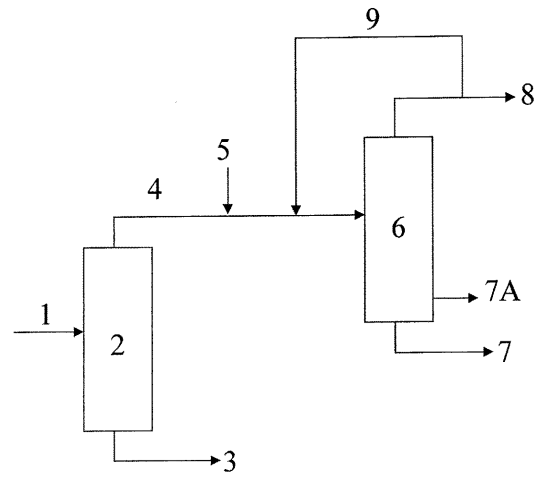
【0046】

1 供給フロー、 2 塔、 3 フロー、 4 留出物、 5 フロー、 6 塔、 30
7 塔底生成物、 8 留出物、 9 部分流

【図 1】



【図 2】



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 アンドレアス ベックマン

ドイツ連邦共和国 レックリングハウゼン フンパーディンクシュトラッセ 14

(72)発明者 ディーター ロイシュ

ドイツ連邦共和国 マール リングロットシュトラッセ 91

審査官 神野 将志

(56)参考文献 特公昭50-016339(JP, B1)

特公昭33-009766(JP, B1)

特公昭49-011365(JP, B1)

特開昭60-260531(JP, A)

特表平11-511452(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 29/82、31/12