

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-8544  
(P2006-8544A)

(43) 公開日 平成18年1月12日(2006.1.12)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C O 7 D 301/32</b> (2006.01)	C O 7 D 301/32	4 C O 4 8
<b>B O 1 D 3/40</b> (2006.01)	B O 1 D 3/40	4 D O 7 6
<b>C O 7 D 303/04</b> (2006.01)	C O 7 D 303/04	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2004-184623 (P2004-184623)	(71) 出願人	000002093 住友化学株式会社 東京都中央区新川二丁目27番1号
(22) 出願日	平成16年6月23日(2004.6.23)	(74) 代理人	100093285 弁理士 久保山 隆
		(74) 代理人	100113000 弁理士 中山 亨
		(74) 代理人	100119471 弁理士 榎本 雅之
		(72) 発明者	中山 敏男 千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内
		(72) 発明者	奥 憲章 千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内

最終頁に続く

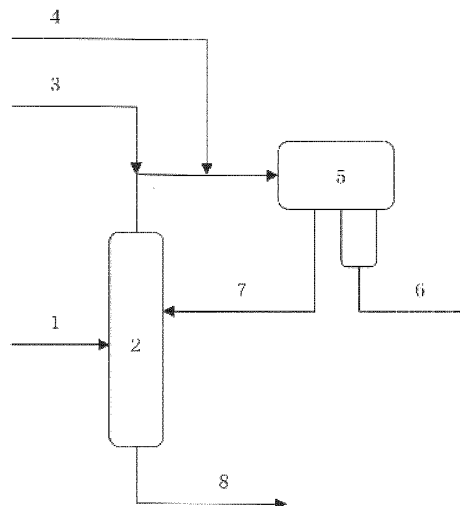
(54) 【発明の名称】 プロピレンオキシドの精製方法

(57) 【要約】

【課題】 不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキシドの精製方法であって、不純物である蟻酸メチルを効率的に分離・除去し、蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキシドを得ることができるという優れた特徴を有するプロピレンオキシドの精製方法を提供する。

【解決手段】 不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキシドの精製方法であって、精製に付するプロピレンオキシドを炭素数7~10の炭化水素を抽剤とする抽出蒸留に付し、該抽出蒸留を行う抽出蒸留塔の塔頂からの留出液に水を添加して油水分離操作を行い、分離された油層を抽出蒸留塔にリサイクルし、一方分離された水層を系外に除去し、抽出蒸留塔の塔底液として蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキシドを得るプロピレンオキシドの精製方法。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキシドの精製方法であって、精製に付するプロピレンオキシドを炭素数 7 ~ 10 の炭化水素を抽剤とする抽出蒸留に付し、該抽出蒸留を行う抽出蒸留塔の塔頂からの留出液に水を添加して油水分離操作を行い、分離された油層を抽出蒸留塔にリサイクルし、一方分離された水層を系外に除去し、抽出蒸留塔の塔底液として蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキシドを得るプロピレンオキシドの精製方法。

## 【請求項 2】

精製に付するプロピレンオキシドが、触媒の存在下、クメンヒドロパーオキシドとプロピレンを反応させることによりプロピレンオキシドを得たプロピレンオキシドである請求項 1 記載の精製方法。

10

## 【請求項 3】

抽剤が n - ヘプタンである請求項 1 記載の精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、プロピレンオキシドの精製方法に関するものである。更に詳しくは、本発明は、不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキシドの精製方法であって、不純物である蟻酸メチルを効率的に分離・除去し、蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキシドを得ることができるという優れた特徴を有するプロピレンオキシドの精製方法に関するものである。

20

## 【背景技術】

## 【0002】

たとえば、触媒の存在下、クメンヒドロパーオキシドとプロピレンを反応させることによりプロピレンオキシドを得る方法は公知である。この場合、目的物であるプロピレンオキシドの他に、水、メタノール、アセトアルデヒド、アセトン、プロピオンアルデヒド等の含酸素化合物や炭化水素等が副生する。よって、高純度のプロピレンオキシドを得るためには、プロピレンオキシドを分離・回収する精製工程が必要となる。プロピレンオキシドの精製方法としては、特許文献 1、特許文献 2、特許文献 3 等に紹介されている。

30

## 【0003】

しかしながら、従来技術においては、不純物である蟻酸メチルを高度に除去する具体的な方法は開示されていない。プロピレンオキシド中の蟻酸メチルは、各種化学製品の原料として使用されるプロピレンオキシドの品質を低下させる。

## 【0004】

【特許文献 1】特開平 5 - 194455 号公報

【特許文献 2】米国特許 5133839 号明細書

【特許文献 3】特開 2003 - 238548 号公報

## 【発明の開示】

40

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

かかる現状において、本発明が解決しようとする課題は、不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキシドの精製方法であって、不純物である蟻酸メチルを効率的に分離・除去し、蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキシドを得ることができるという優れた特徴を有するプロピレンオキシドの精製方法を提供する点に存するものである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0006】

すなわち、本発明は、不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキシドの精製

50

方法であって、精製に付するプロピレンオキサイドを炭素数7～10の炭化水素を抽剤とする抽出蒸留に付し、該抽出蒸留を行う抽出蒸留塔の塔頂からの留出液に水を添加して油水分離操作を行い、分離された油層を抽出蒸留塔にリサイクルし、一方分離された水層を系外に除去し、抽出蒸留塔の塔底液として蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキサイドを得るプロピレンオキサイドの精製方法に係るものである。

【発明の効果】

【0007】

本発明により、不純物として蟻酸メチルを含有するプロピレンオキサイドの精製方法であって、不純物である蟻酸メチルを効率的に分離・除去し、蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキサイドを得ることができるという優れた特徴を有するプロピレンオキサイドの精製方法を提供することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

本発明の精製に付するプロピレンオキサイドとしては、触媒の存在下、クメンヒドロパーオキサイドとプロピレンを反応させることによりプロピレンオキサイドを得たプロピレンオキサイドをあげることができる。

【0009】

触媒としては、目的物を高収率及び高選択率下に得る観点から、チタン含有珪素酸化物からなる触媒の存在下を実施することが好ましい。これらの触媒は、珪素酸化物と化学的に結合したチタンを含有する、いわゆるチタン-シリカ触媒が好ましい。たとえば、チタン化合物をシリカ担体に担持したもの、共沈法やゾルゲル法で珪素酸化物と複合したもの、あるいはチタンを含むゼオライト化合物などをあげることができる。

20

【0010】

クメンヒドロパーオキサイドとプロピレンを反応させる条件としては、たとえば本発明において、溶媒を用いて液相中で実施できる。溶媒は、反応時の温度及び圧力のもとで液体であり、かつ反応体及び生成物に対して実質的に不活性なものでなければならない。溶媒は使用されるクメンヒドロパーオキサイド溶液中に存在する物質からなるものであってよい。たとえばクメンヒドロパーオキサイドがクメンとからなる混合物である場合には、特に溶媒を添加することなく、これを溶媒の代用とすることも可能である。その他、有用な溶媒としては、芳香族の単環式化合物（たとえばベンゼン、トルエン、クロロベンゼン、オルトジクロロベンゼン）及びアルカン（たとえばオクタン、デカン、ドデカン）などがあげられる。反応温度は一般に0～200であるが、25～200の温度が好ましい。圧力は、反応混合物を液体の状態に保つのに十分な圧力でよい。一般に圧力は100～10000kPaであることが有利である。反応型式は、スラリー又は固定床の形の触媒を使用して有利に実施できる。大規模な工業的操作の場合には、固定床を用いるのが好ましい。また、回分法、半連続法、連続法等によって実施できる。

30

【0011】

本発明の精製に付するプロピレンオキサイドは、不純物として蟻酸メチルを含有する。蟻酸メチルの含有量は通常30～300重量ppm程度である。

【0012】

なお、プロピレンオキサイドには、蟻酸メチルの他、水、炭化水素、酸素含有化合物が含まれているのが一般であり、炭化水素としては炭素数3～7の炭化水素を例示することができ、酸素含有化合物としてはメタノール、アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、アセトン等の化合物を例示することができる。

40

【0013】

本発明においては、精製に付するプロピレンオキサイドを炭素数7～10の炭化水素を抽剤とする抽出蒸留に付す。

【0014】

抽剤である炭素数7～10の炭化水素としては、n-ヘプタン、n-オクタン、n-ノナン、n-デカン等の直鎖状飽和炭化水素、2,2-ジメチルペンタン、2,3-ジメチ

50

ルペンタン、2,2 ジメチルヘキサン、2,3 ジメチルヘキサン等の枝分かれ状飽和炭化水素またはこれら不飽和炭化水素等を例示することができる。尚、これらの抽剤は、単品でもこれら化合物の混合物でもどちらでも使用できる。工業的実施の観点から、工業的に入手の容易な炭素数7のn-ヘプタンが好ましい。

【0015】

抽出蒸留を行う抽出蒸留塔の塔頂からの留出液またはガスに水を添加して油水分離操作を行い、分離された油層を抽出蒸留塔にリサイクルし、一方分離された水層を系外に除去する。除去すべき蟻酸メチルは該水層中に含有されて系外へ除去される。

【0016】

抽出蒸留塔の型式と運転条件、抽剤の使用量、添加する水の量等は、与えられた条件と要求される製品の品質により適宜決定することができる。

10

【0017】

油水分離操作を行う装置としては、通常のドラムを用いることができる。

【0018】

かくして、抽出蒸留塔の塔底液として蟻酸メチルの濃度が低減されたプロピレンオキサイドを得ることができる。該塔底液は、プロピレンオキサイドの他、抽剤及び他の炭化水素を含有するので、後続の精留塔によりプロピレンオキサイドのみを分離すればよい。その具体的方法の例は特開2003-238548号公報に開示されている。

【0019】

本発明によると、蟻酸メチルの含有量が10重量ppm以下のプロピレンオキサイドを得ることができる。

20

【実施例】

【0020】

次に、実施例により本発明を説明する。

実施例1

触媒の存在下、クメンヒドロパーオキサイドとプロピレンを反応させることにより得たプロピレンオキサイドを用いた。プロピレンオキサイド中には不純物としての蟻酸メチルが50重量ppm含まれていた。

プロピレンオキサイドをn-ヘプタンを抽剤とする抽出蒸留に付した。プロピレンオキサイド1重量部に対しn-ヘプタン3.4重量部を用いた。抽出蒸留塔としては棚段式を用い、運転条件は塔底温度103、塔頂温度85、塔頂圧力220kPaとした。

30

抽出蒸留塔の塔頂からの留出液に水を添加して油水分離操作を行い、分離された油層を抽出蒸留塔にリサイクルし、一方分離された水層を系外に除去した。添加した水の量は0.06重量部とした。分離された水層中の蟻酸メチルの濃度は750重量ppmであった。

抽出蒸留塔の塔底液として蟻酸メチルの濃度1重量ppmのプロピレンオキサイドとn-ヘプタンの混合溶液を得た。得られた混合溶液は更に蒸留に付してn-ヘプタンと分離させ、蟻酸メチルの濃度5重量ppmのプロピレンオキサイドを得た。

【図面の簡単な説明】

【0021】

40

【図1】本発明の精製方法のフローの例を示す図である。

【符号の説明】

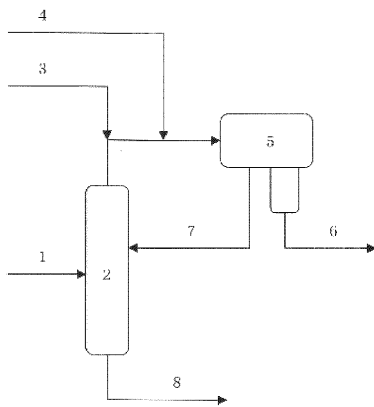
【0022】

- 1 精製に付すプロピレンオキサイド（不純物としての蟻酸メチルを含有する）
- 2 抽出蒸留塔
- 3 抽剤供給ライン
- 4 水
- 5 油水分離装置（ドラム）
- 6 油水分離後の水層
- 7 油水分離後の油層

50

8 蟻酸メチル濃度が低減された精製後のプロピレンオキシドと抽剤混合溶液

【図1】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C048 AA01 BB02 CC01 KK03 UU03 XX03  
4D076 AA16 AA24 BB10 FA02 FA12 GA02 HA11 JA03