

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

16.09.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 9月25日  
Date of Application:

REC'D 07 OCT 2004  
WIPO PCT

出願番号 特願2003-333159  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2003-333159]

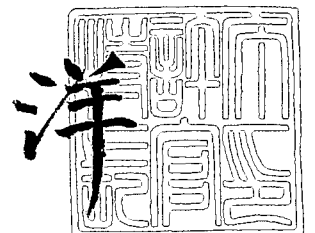
出願人 住友化学工業株式会社  
Applicant(s):

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 6月30日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P156199  
【提出日】 平成15年 9月25日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 B01D 11/00  
【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内  
【氏名】 後藤 滋  
【発明者】  
【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内  
【氏名】 白石 重則  
【特許出願人】  
【識別番号】 000002093  
【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社  
【代理人】  
【識別番号】 100093285  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 久保山 隆  
【電話番号】 06-6220-3405  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100113000  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 中山 亨  
【電話番号】 06-6220-3405  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100119471  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 榎本 雅之  
【電話番号】 06-6220-3405  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 010238  
【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 0212949

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上の目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法。

**【請求項 2】**

液相1が有機溶剤相、精製する化合物が有機過酸化物、液相2が水相である請求項1記載の方法。

**【請求項 3】**

混合濃縮工程で濃縮された有機過酸化物を含む水相中のエマルジョンから、抽剤を用いて有機過酸化物および有機溶剤を抽出する有機過酸化物抽出工程を有する請求項2記載の方法。

**【請求項 4】**

有機過酸化物、有機溶剤のいずれよりも沸点の低い抽剤を用いた有機過酸化物抽出工程で得られる、有機溶剤および有機過酸化物を含む抽剤から蒸留により有機溶剤および有機過酸化物を回収する工程を含む請求項2または請求項3記載の方法。

**【請求項 5】**

下記の工程を含むプロピレンオキシドの製造方法の濃縮工程の一部が、請求項2または請求項3または請求項4記載の方法。

酸化工程：有機化合物を酸化することにより有機ヒドロパーオキシドを得る工程

濃縮工程：有機ヒドロパーオキシドを濃縮する工程

エポキシ化工程：有機ヒドロパーオキシドとプロピレンとを反応させることにより、プロピレンオキシドを得る工程

【書類名】 明細書

【発明の名称】 化合物の濃縮方法

【技術分野】

【0001】

本発明は化合物の濃縮方法に関するものである。更に詳しくは、本発明は、少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上の目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法であって、目的化合物の濃縮を高温または低温にさらさないで実施することにより、化合物の変質を押さえることができ、かつ省エネルギーを達成できるという優れた特徴を有する化合物の濃縮方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

混合溶液から目的化合物を濃縮する方法には、一般に化合物の沸点差を利用した蒸留法や、溶解度差を利用した晶析法が用いられる。

【0003】

しかしながら、これらの方法では目的化合物を含有する混合溶液から目的成分またはその他の成分を選択的に蒸発もしくは析出させなくてはならず、加熱または冷却において目的化合物が変質することがある。さらに、加熱または冷却に必要なエネルギーがしばしば多く必要となり、省エネルギーという点で不満足である。

【0004】

また、別の方法として液膜分離法が知られている（非特許文献1参照。）。しかし、該分離方法は原料液相中の目的化合物とその他成分の液膜通過速度差を利用した方法であり、例えば公知の乳化液膜を利用した分離技術（特許文献2参照。）では、一旦生成せしめたエマルジョンをさらに別の相に分散させて複エマルジョンを形成し、抽出と同時に逆抽出を行う非平衡分離であることから、複雑な工程・操作条件となる点で満足できない。

【0005】

【特許文献1】 特開平5-239469号公報

【非特許文献1】 化学工学便覧改定六版第660頁

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

かかる状況において、本発明が解決しようとする課題は少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法であって、目的化合物の濃縮を高温または低温にさらさないで実施することにより、化合物の変質を押さえることができ、かつ省エネルギーを達成できるという優れた特徴を有する化合物の濃縮方法を提供する点にある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

すなわち、本発明は、少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上の目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法に係るものである。

【発明の効果】

【0008】

本発明により、少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上の目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法であって、目的化合物の濃縮を高温または低温にさらさないで実施することにより

、化合物の変質を押さえることができ、かつ省エネルギーを達成できるという優れた特徴を有する化合物の濃縮方法を提供することができた。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の濃縮方法は、少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合する混合濃縮工程を有し、液相2の中に液相1に含まれる目的化合物が濃縮されたエマルジョンを生成することで達成される。

【0010】

エマルジョン生成は、液相1と液相2を同一容器に入れ、機械攪拌や超音波を付与することにより混合することで実施される。

【0011】

付与する機械攪拌や超音波は、液相2にエマルジョンを生成するのに必要なエネルギーでよい。

【0012】

本発明では、エマルジョンを生成する温度は、液相1に含まれる化合物が温度によって物理的、化学的性質を変化させる場合、その影響が問題にならない温度範囲であればよく、さらに省エネルギーの観点から、原料である液相1を加熱も冷却もせず、そのまま用いることが好ましい。

【0013】

本発明では、特に操作圧力に規定はないが、加圧、減圧にかかるエネルギーを必要としないことが省エネルギー化になるため、液相1の供給元の圧力以下であって、常圧以上であることが望ましい。

【0014】

本発明では、エマルジョンを生成するための容器は、一般的な攪拌容器や超音波振動を付与できる容器、外部循環で混合を達成するドラムとポンプの組み合わせでもよい。

【0015】

このようにして得られたエマルジョンは非常に大きな界面を有している。本発明では、濃縮される目的化合物は選択的に界面付近に存在しており、液滴径が小さいほど界面積が大きくなり濃縮効率は高くなる。

【0016】

本発明では、エマルジョンを含有する液相2と液相1とを分離する操作が必要である。分離設備は、エマルジョンを含有する液相2と液相1が分離できる構造であれば特に規定されないが、小規模スケールでは分液ロートを利用でき、大規模スケールでは液液分離ドラムを使用することが、汎用設備で対応できる観点から好ましい。

【0017】

操作にはエマルジョンを含有する液相2から液相1を分離するために分液時間を要する。分液時間は、エマルジョンを含有する液相2と液相1が分液する最小時間とすることが効率面から好ましい。

【0018】

分離時間が短いと、液相1に液相2がかみ込んでしまうことがあり、分離時間が長いと効率が悪くなる。

【0019】

分離されたエマルジョンを含有する液相2から、濃縮された目的化合物を取り出す方法は特に限定されないが、一般的な機器を利用した方法として、小規模スケールでは遠心分離によるエマルジョンの破壊を行い2液相に分離することが望ましい。

【0020】

また、大規模スケールでは、液相2と少なくとも溶け合わない、沸点の低い抽剤を用いてエマルジョンを抽出する方法で実施することができる。このようにすることにより大規模スケールにおいても、液相2からエマルジョンを形成する目的化合物を含む成分を短時間のうちに高温にさらすことなく抽剤中に回収できる。

## 【0021】

液相2と目的化合物を含む成分を抽出した抽剤は、液液分離ドラムなどにより分離される。

## 【0022】

さらに、回収で用いた抽剤と目的化合物を含む成分は、蒸留などにより分離され、抽剤は再利用されることが望ましい。

## 【0023】

このようにして液相1に含まれる目的化合物が濃縮された液を得ることができる。

## 【実施例】

## 【0024】

## 実施例1

24.7wt%のクメンヒドロパーオキシド (CMHP) を含むクメン酸化油を水と常温・常圧のもと接触させ、超音波を付与して水相が白濁するまで混合した。得られた混合液が油相と白濁したエマルジョンを含む水相に分液するまで静置した後、白濁したエマルジョンを含む水相を分離した。この白濁した水相を遠心分離器に1時間かけて、透明な水相と油相の2液相を得た。油相を分離し、ヨードメトリー滴定法によりCMHP濃度を測定したところ、66.3wt%であった。

**【書類名】** 要約書**【要約】**

**【課題】** 少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上の目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法であって、目的化合物の濃縮を高温または低温にさらさないで実施することにより、化合物の変質を押さえることができ、かつ省エネルギーを達成できるという優れた特徴を有する化合物の濃縮方法を提供する。

**【解決手段】** 少なくとも溶け合わない2つの液相をなす液相1と液相2を混合することにより、液相1に含まれる少なくとも1つ以上の目的化合物が液相2に分散して形成されるエマルジョン中に濃縮される混合濃縮工程を有する有機化合物または無機化合物の濃縮方法。

**【選択図】** なし

特願 2003-333159

出願人履歴情報

識別番号

[000002093]

1. 変更年月日

1990年 8月28日

[変更理由]

新規登録

住所

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

氏名

住友化学工業株式会社