

明 細 書

発明の名称：酢酸ビニルの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、酢酸ビニルの製造方法に関する。特に、エチレン、酢酸及び酸素を反応させて酢酸ビニルを含む粗生成物を得る工程（１）、前記粗生成物を、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有する液状組成物と、エチレン及び酢酸ビニルを含有するガス状組成物に分離する工程（２）、並びに前記ガス状組成物の少なくとも一部をガス洗浄塔に導入し、酢酸及び水で該ガス状組成物を洗浄することにより、該ガス状組成物から酢酸ビニルを除去する工程（３）を少なくとも含む酢酸ビニルの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 酢酸ビニルは、ポリ酢酸ビニルの原料などとして用いられている有用な化合物である。その工業的製造法としては、ワッカー法が広く採用されていて、エチレン、酢酸及び酸素を原料として酢酸ビニルが製造される。

[0003] 特許文献１には、ワッカー法による具体的な製造方法の例が示されていて、１つの反応器中でエチレンを酢酸及び酸素と反応させ、及び

- a) 主に、エチレン、酢酸ビニル、酢酸、水、二酸化炭素及び他の不活性ガスを含有する生成物ガス流を分離し、及び
- b) エチレン及び CO_2 を含有する循環ガス流を、前記反応器中に返送し、その際、
- c) 前記循環ガス流を、反応器中へ返送する前に、循環ガス圧縮機で圧縮し、及び
- d) 前記循環ガスの部分流を前記循環ガス圧縮機の吸込側又は圧縮側に分岐させ、 CO_2 スクラビングに供給し、及び
- e) 前記 CO_2 スクラビングの前に、ウォータースクラバー中で洗浄することによる不均一系触媒を用いた連続気相プロセスでの酢酸ビニルの製造方法において、

f) 前記部分流を、前記CO₂スクラビングの後に噴射式圧縮機によって、噴射ガスとしてのエチレンと一緒に、前記循環ガス圧縮機の圧縮側でかつCO₂スクラビングのための部分流の取り出し部の下流側で、前記循環ガスに供給し、及び／又は

g) 前記塔底生成物を前記ウォータースクラバーから直接、前脱水塔に供給する、

ことを特徴とする、酢酸ビニルの製造方法が記載されている。

[0004] 前記循環ガスの部分流にCO₂スクラビングを施すことによって、酢酸ビニル合成反応において副生するCO₂が循環ガス中に蓄積するのを防止する。そして、このCO₂スクラビングに供する前のガスを、予めウォータースクラバーに通して、水と酢酸で洗浄することによって、当該ガス中の酢酸ビニルを除去する。こうして当該ガスを洗浄する際に、ウォータースクラバーの塔底には、水、酢酸及び酢酸ビニルを含む塔底生成物が生じる。この塔底生成物を、酢酸ビニルを含む反応粗生成物とともに蒸留することによって、水と酢酸が分離された酢酸ビニルが得られる。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特表2012-524757号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 特許文献1に記載された方法で酢酸ビニルを製造する場合、酢酸と、水と、酢酸ビニルを蒸留で分離するために、スチームなどの熱エネルギーを要する。特に、多量の水を蒸発させるために要するエネルギーは多大であるので、それを削減する方策が求められていた。

[0007] 本発明は、この課題を解決するためになされたものであり、酢酸ビニルの製造方法において、蒸留によって酢酸ビニルと、水と、酢酸を分離する際に要するエネルギーを削減することを目的とするものである。

課題を解決するための手段

[0008] 上記課題は、下記の発明によって解決される。

[1] エチレン、酢酸及び酸素を反応させて酢酸ビニルを含む粗生成物を得る工程（1）、

前記粗生成物を、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有する液状組成物と、エチレン及び酢酸ビニルを含有するガス状組成物に分離する工程（2）、並びに

前記ガス状組成物の少なくとも一部をガス洗浄塔に導入し、酢酸及び水で該ガス状組成物を洗浄することにより、該ガス状組成物から酢酸ビニルを除去する工程（3）

を少なくとも含む酢酸ビニルの製造方法であって、

前記ガス洗浄塔が、取り出し口（A）及び取り出し口（B）を少なくとも有し、

前記取り出し口（A）から取り出される液状組成物（ α ）が酢酸及び水を含有し、前記液状組成物（ α ）における酢酸及び水の含有量の合計が70質量%以上であり、

前記取り出し口（B）から取り出される液状組成物（ β ）が酢酸ビニル及び酢酸を含有し、前記液状組成物（ β ）における、酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計が90質量%以上であり、水の含有量が10質量%以下である、製造方法。

[2] 前記取り出し口（A）が前記取り出し口（B）より上に位置する、[1]に記載の製造方法。

[3] 前記ガス洗浄塔が酢酸の導入口及び水の導入口を有し、前記取り出し口（A）が前記酢酸の導入口より上かつ前記水の導入口より下に位置する、[1]又は[2]に記載の製造方法。

[4] 前記液状組成物（ α ）を抽出塔に導入し、酢酸ビニルで酢酸を抽出して、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と水を含む液状組成物に分離する工程（4）をさらに含む、[1]～[3]のいずれか1項に記載の製造方法。

〔５〕前記抽出塔において、前記液状組成物（ α ）及び酢酸ビニルを向流接触させることで、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と水を含む液状組成物に分離する、〔４〕に記載の製造方法。

〔６〕前記液状組成物（ α ）を前記抽出塔の上部から導入し、酢酸ビニルを前記抽出塔の下部から導入して前記液状組成物（ α ）及び酢酸ビニルを向流接触させ、前記抽出塔の上部から酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を取り出し、前記抽出塔の下部から水を含む液状組成物を取り出す、〔５〕に記載の製造方法。

〔７〕前記工程（２）で分離された液状組成物を蒸留塔に導入して蒸留する工程（５）をさらに含む、〔１〕～〔６〕のいずれか１項に記載の製造方法。

〔８〕前記液状組成物（ β ）を前記蒸留塔に導入する工程をさらに含む、〔７〕に記載の製造方法。

〔９〕前記工程（４）で分離された酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を前記蒸留塔に導入する工程をさらに含む、〔７〕又は〔８〕に記載の製造方法。

〔１０〕前記蒸留塔において、酢酸ビニルと、酢酸と、水に分離する、〔７〕～〔９〕のいずれか１項に記載の製造方法。

〔１１〕前記工程（５）で得られた酢酸ビニルを、任意に精製した後、前記工程（４）において使用する、〔１０〕に記載の製造方法。

〔１２〕前記工程（３）において、酢酸及び水で前記ガス状組成物を洗浄することにより、エチレン及び二酸化炭素を含有するガス状組成物と、酢酸ビニルを含有する液状組成物に分離し、

前記エチレン及び二酸化炭素を含有するガス状組成物を二酸化炭素除去システムに導入し、エチレンと二酸化炭素に分離する工程（６）をさらに含む、

前記工程（６）で分離されたエチレンを前記工程（１）において使用する、〔１〕～〔１１〕のいずれか１項に記載の製造方法。

発明の効果

[0009] 本発明の製造方法によれば、蒸留によって酢酸ビニルと、水と、酢酸を分離する際に要するエネルギーを削減することができ、エネルギー使用量の少ない酢酸ビニルの工業的製造方法を提供できる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]実施例1で用いた酢酸ビニル製造装置の概略図である。

[図2]比較例1で用いた酢酸ビニル製造装置の概略図である。

発明を実施するための形態

[0011] 本発明は、酢酸ビニルの製造方法に関する。本発明は、エチレン、酢酸及び酸素を反応させて酢酸ビニルを含む粗生成物を得る工程（1）、

前記粗生成物を、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有する液状組成物と、エチレン及び酢酸ビニルを含有するガス状組成物に分離する工程（2）、並びに

前記ガス状組成物の少なくとも一部をガス洗浄塔に導入し、酢酸及び水で該ガス状組成物を洗浄することにより、該ガス状組成物から酢酸ビニルを除去する工程（3）

を少なくとも含む酢酸ビニルの製造方法であって、

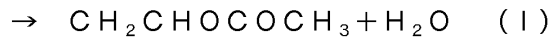
前記ガス洗浄塔が、取り出し口（A）及び取り出し口（B）を少なくとも有し、

前記取り出し口（A）から取り出される液状組成物（ α ）が酢酸及び水を含有し、前記液状組成物（ α ）における酢酸及び水の含有量の合計が70%以上であり、

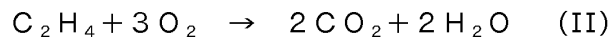
前記取り出し口（B）から取り出される液状組成物（ β ）が酢酸ビニル及び酢酸を含有し、前記液状組成物（ β ）における酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計が90質量%以上である、製造方法である。

[0012] 本発明の製造方法では、ワッカー法によって酢酸ビニルが製造される。それによって、エチレン、酢酸及び酸素を原料として、下記式（1）によって酢酸ビニルが合成される。





[0013] 工程（１）は、エチレン、酢酸及び酸素を反応させて酢酸ビニルを含む粗生成物を得る工程である。反応器内において、不均一系触媒を用いた気相プロセスによって、上記式（１）で示される酢酸ビニル合成反応が進行する。エチレン、酢酸及び酸素を、０．１～３ＭＰａの圧力下、１３０～２００℃の温度で、パラジウム又はパラジウム化合物及びアルカリ金属塩を担体材料上に含む固定床触媒に接触させながら、酢酸ビニル及び水を生成させる。反応は発熱反応であり、連続的に酢酸ビニルが合成される。このとき、下記式（II）に示される副反応も進行し、エチレンの一部は酸素によって酸化されて二酸化炭素が生じる。その結果、反応器から取り出された粗生成物には、反応生成物の酢酸ビニル及び水、未反応物であるエチレン、酢酸及び酸素、並びに副生物の二酸化炭素が含まれている。



[0014] 工程（２）は、工程（１）で得られた前記粗生成物を、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有する液状組成物と、エチレン及び酢酸ビニルを含有するガス状組成物に分離する工程である。当該液状組成物には、少量の他の成分が含まれていてもよい。また当該ガス状組成物にはエチレン及び酢酸ビニル以外にも、通常、二酸化炭素及び酸素が含まれていて、さらに水や酢酸などがガス状態で含まれていてもよい。液状組成物とガス状組成物に分離するための分離装置は特に限定されないが、縦型のガス分離塔を用いて連続的に分離することが好ましい。このとき、分離装置に酢酸を供給することによって、酢酸ビニル及び水を酢酸に溶解させ、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有する液状組成物を分離装置から導出することが好ましい。具体的には、縦型の分離塔の上部から酢酸を供給し、底部から液状組成物を導出することが好ましい。また、このようにして工程（２）で分離された液状組成物を蒸留塔に導入する工程をさらに含むことも好ましい。

[0015] 工程（３）は、工程（２）で得られた前記ガス状組成物の少なくとも一部をガス洗浄塔に導入し、酢酸及び水で該ガス状組成物を洗浄することにより

、該ガス状組成物から酢酸ビニルを除去する工程である。酢酸ビニルを除去することによって、後に説明する工程（６）の二酸化炭素除去システムにおいて、二酸化炭素除去能力の低下を防止することができる。工程（２）で得られた前記ガス状組成物の全量を工程（３）に供しても構わないが、工程（１）において副生した二酸化炭素の濃度が上昇しすぎないようにすればよく、一部のみをガス洗浄塔に導入して二酸化炭素除去システムに供すればよい。通常、工程（２）で得られた前記ガス状組成物の１～２０質量％をガス洗浄塔に導入すればよい。

[0016] 前記ガス洗浄塔は、取り出し口（Ａ）及び取り出し口（Ｂ）の２つの取り出し口を有し、さらに他の取り出し口を有していても構わない。取り出し口（Ａ）及び取り出し口（Ｂ）のいずれから、ガスの洗浄に用いた後の液状組成物を取り出される。前記取り出し口（Ａ）からは、液状組成物（ α ）が取り出される。液状組成物（ α ）は酢酸及び水を含有し、液状組成物（ α ）における酢酸及び水の含有量の合計が７０質量％以上である。酢酸及び水の含有量の合計は、８０質量％以上であることが好ましく、９０質量％以上であることがより好ましい。液状組成物（ α ）には、酢酸及び水以外に、酢酸ビニルが主として含まれる。一方、取り出し口（Ｂ）からは、液状組成物（ β ）が取り出される。液状組成物（ β ）は酢酸ビニル及び酢酸を含有し、液状組成物（ β ）における酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計が９０質量％以上であり、このとき、水の含有量は１０質量％以下である。水の含有量が１０質量％以下であることによって、液状組成物（ β ）を蒸留に供する際の所要エネルギーを少なくすることができる。水の含有量は５質量％であることが好ましく、２質量％以下であることがさらに好ましい。一方、酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計は、９５質量％以上であることが好ましく、９８質量％以上であることがより好ましい。

[0017] 工程（３）で用いられるガス洗浄塔において、前記取り出し口（Ａ）が前記取り出し口（Ｂ）より上に位置することが好ましい。これにより、取り出し口（Ｂ）から取り出される液状組成物（ β ）の含水率を低下させることが

できる。そして、前記ガス洗浄塔が酢酸の導入口及び水の導入口を有し、前記取り出し口（A）が前記酢酸の導入口より上かつ前記水の導入口より下に位置することが好ましい。こうすることにより、ガス中の酢酸ビニルを酢酸に溶解させて除去することができるとともに、酢酸ビニル除去後のガス中に含まれる酢酸を水に溶解させて除去することができる。その結果、酢酸の導入口より上かつ前記水の導入口より下に位置する取り出し口（A）からは、酢酸と水を主成分とする液状組成物（ α ）が導出される。また、取り出し口（A）より下に配置される取り出し口（B）からは、酢酸ビニル及び酢酸を主成分とする液状組成物（ β ）が導出される。工程（2）で得られたガス状組成物をガス洗浄塔に導入する場所は酢酸の導入口よりも下であることが、酢酸ビニルの溶解効率を考慮すれば好ましい。また、取り出し口（B）は工程（2）で得られたガス状組成物をガス洗浄塔に導入する場所よりも下であることが好ましく、塔底に設けることが特に好ましい。一方、ガス洗浄塔で洗浄されたガスを取り出す位置は、水の導入口よりも上であることが好ましく、塔頂であることが特に好ましい。すなわち、ガス洗浄塔において、上から下に、洗浄後ガス取り出し口、水導入口、取り出し口（A）、酢酸導入口、洗浄前ガス導入口、取り出し口（B）の順に配置されることが好ましい。こうして工程（3）で取り出し口（B）から取り出された液状組成物（ β ）を蒸留塔に導入する工程をさらに含むことが好ましい。

[0018] 工程（3）においてガス洗浄塔の取り出し口（A）から導出された前記液状組成物（ α ）を抽出塔に導入し、酢酸ビニルで酢酸を抽出して、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と水を含む液状組成物に分離する工程（4）をさらに含むことが好ましい。工程（4）で用いられる抽出塔は、液-液抽出のできる抽出塔であればよく特に限定されない。当該抽出塔に、液状組成物（ α ）と液体の酢酸ビニルが導入されて両者は液相で接触する。これによって、水と酢酸を主成分とする液状組成物（ α ）から、酢酸が酢酸ビニルによって抽出されて、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と、水を含む液状組成物とに分離する。当該抽出塔において、前記液状組成物（ α ）及び酢酸ビ

ニルを向流接触させることによって、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と水を含む液状組成物に分離することが好ましい。さらに、前記液状組成物（ α ）を前記抽出塔の上部から導入し、酢酸ビニルを前記抽出塔の下部から導入して前記液状組成物（ α ）及び酢酸ビニルを向流接触させ、前記抽出塔の上部から酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を取り出し、前記抽出塔の下部から水を含む液状組成物を取り出すことがより好ましい。水相の比重の方が油相の比重よりも高いことから、この構成が好適に採用される。こうして工程（４）で分離された酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を蒸留塔に導入する工程をさらに含むことが好ましい。前記酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物における酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計は、８０質量％以上が好ましく、９０質量％以上がより好ましく、９５質量％以上がさらに好ましい。前記水を含む液状組成物における水の含有量は、８０質量％以上が好ましく、９０質量％以上がより好ましく、９５質量％以上がさらに好ましい。

[0019] 工程（２）で分離された液状組成物を蒸留塔に導入して蒸留する工程（５）をさらに含むことが好ましい。このとき、工程（３）で取り出し口（Ｂ）から取り出された液状組成物（ β ）を蒸留塔に導入することが好ましく、工程（４）で分離された酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を蒸留塔に導入することも好ましい。そして、工程（２）で分離された液状組成物、液状組成物（ β ）及び工程（４）で分離された液状組成物をまとめて蒸留する工程（５）に供することがより好ましい。酢酸ビニル、酢酸及び水を含む混合液から、蒸留によって酢酸ビニル留分、水留分及び酢酸留分を得る。それぞれの留分には他の成分が少量含まれていても構わない。本発明の好適な製造方法によれば、工程（３）においてガス洗浄に用いた水の大部分を、工程（４）において液－液抽出操作によって除去することができる。これによって、水相と油相の相分離によってエネルギーをほとんど要せずに分離することができるので、工程（５）の蒸留において蒸発させる水の量が少ない。その結果、エネルギー使用量を減少させることができる。熱源としてスチームを使

うのであれば、スチーム量を削減することができる。また、工程（５）で得られた酢酸ビニルを、任意に精製してから、工程（４）において酢酸を抽出するために使用することも好ましい。

[0020] また、工程（３）において、酢酸及び水で前記ガス状組成物を洗浄することにより、エチレン及び二酸化炭素を含有するガス状組成物と、酢酸ビニルを含有する液状組成物に分離してから、前記エチレン及び二酸化炭素を含有するガス状組成物を二酸化炭素除去システムに導入し、エチレンと二酸化炭素に分離する工程（６）をさらに含むことが好ましい。このようにして工程（６）で分離されたエチレンを前記工程（１）の反応器に導入して酢酸ビニルの合成反応において使用することも好ましい。工程（２）の分離装置から導出されたガス状組成物の一部を工程（３）及び引き続く工程（６）に供した場合、工程（６）で分離されたエチレンを、工程（２）の分離装置から導出されたガス状組成物の残部に合流させて、さらにエチレン、酢酸及び酸素を追加してから、前記工程（１）の反応器に導入して酢酸ビニルの合成反応において使用することが好ましい。このように未反応原料を含むガス状組成物を循環使用することによって、効率よく無駄なく酢酸ビニルを製造することができる。

実施例

[0021] [実施例１]

図１に示す装置で酢酸ビニルを製造した。導管１１から酢酸蒸発器１にエチレンを含む循環ガスを導入し、酢酸蒸発器１で気化させた酢酸を循環ガスに混合して導管１２から導出した。導管１２において循環ガスに酸素を供給してから、反応器２に導入した。反応器２において、酢酸ビニル合成反応を進行させてから、粗生成物を導管１３に取り出した。当該粗生成物には、反応器２内での反応により生成した酢酸ビニル及び水、未反応物であるエチレン、酢酸及び酸素、並びに副生物の二酸化炭素が含まれていた。

[0022] 前記粗生成物を導管１３からガス分離塔３に導入し、塔の上部から液状の酢酸を導入してガスと接触させることにより、酢酸ビニル、酢酸及び水を含

有する液状組成物と、エチレン、酸素、二酸化炭素、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有するガス状組成物とに分離した。得られた液状組成物を、導管 14 を介して蒸留塔 4 に導入した。また前記ガス状組成物は、導管 15 を介してコンプレッサー 5 に導入され、コンプレッサー 5 で圧縮されたガス状組成物は導管 16 に導出された。当該ガス状組成物は、導管 16 を経て、その約 95 質量%が導管 11 に、残りの約 5 質量%が導管 17 に供給された。

[0023] 前記約 5 質量%のガス状組成物は、導管 17 からガス洗浄塔 6 の下部に導入された。ガス洗浄塔 6 においては、導入口から水が供給され、その下側の導入口から酢酸が供給された。水の導入口と酢酸の導入口の間に位置する取り出し口 (A) から導管 20 に、酢酸及び水を含む液状組成物 (α) を取り出した。また、ガス洗浄塔 6 の下部に位置する取り出し口 (B) から導管 21 に、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物 (β) を取り出した。さらに、ガス洗浄塔 6 の上部から導管 18 に、エチレン、二酸化炭素及び酸素を含むガス状組成物を取り出した。液状組成物 (α) における酢酸及び水の含有量の合計は約 100 質量%であり、液状組成物 (β) における酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計は約 99 質量%、水の含有量は約 1 質量%であった。なお、ガス洗浄塔 6 は、上から順に、ガス状組成物の取り出し口、水の導入口、取り出し口 (A)、酢酸の導入口、ガス状組成物の導入口、及び取り出し口 (B) を有していた。

[0024] ガス洗浄塔 6 から取り出されたガス状組成物を、導管 18 を介して CO_2 除去システム 7 に導入し、二酸化炭素を除去した後、導管 11 に導入し、さらにエチレンを導管 11 に導入した後に酢酸蒸発器 1 に返送した。すなわち、酢酸蒸発器 1 から導管 12、13、15、16、11 を通って酢酸蒸発器 1 まで、ガス状組成物の大半が循環する。また、ガス状組成物の残りの部分は、導管 17、18、19、11 を通って、二酸化炭素が除去されて酢酸蒸発器 1 に返送されて循環する。これによって、副生物の二酸化炭素が循環ガス中に蓄積して濃度が増加するのを防ぐことができる。

[0025] ガス洗浄塔 6 から取り出された液状組成物 (β) を、導管 21 を介して蒸

留塔 4 に導入した。また、ガス洗浄塔 6 から取り出された液状組成物 (α) を、導管 20 を介して酢酸抽出塔 8 の上部に導入した。酢酸抽出塔 8 は塔型の液-液抽出装置であり、上から順に、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物の取り出し口、液状組成物 (α) の導入口、酢酸ビニルの導入口、及び水を含む液状組成物の取り出し口を有していた。

[0026] 酢酸抽出塔 8 の上部には、導管 20 から酢酸と水が含まれる液状組成物 (α) が供給され、酢酸抽出塔 8 の下部には導管 23 から酢酸ビニル (液体) が供給された。当該酢酸ビニルは、蒸留塔 4 から得られたものである。液状組成物 (α) の密度が酢酸ビニルの密度よりも高いので、液状組成物 (α) が沈降し、酢酸ビニルが上昇して、両者は酢酸抽出塔 8 内で向流接触した。そして、酢酸は水よりも酢酸ビニルに溶けやすいので、上昇する酢酸ビニルに酢酸が溶解した。その結果、酢酸抽出塔 8 の上部から、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物が取り出され、導管 24 を介して蒸留塔 4 に供給された。また、酢酸抽出塔 8 の下部から、水を含む液状組成物が取り出された。前記酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物における酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計は約 99 質量%であり、前記水を含む液状組成物における水の含有量は約 97 質量%であった。

[0027] 蒸留塔 4 には、導管 14、21 及び 24 を介して、酢酸ビニル、酢酸及び水を含む液状組成物が導入され、蒸留することによって、酢酸ビニル、酢酸及び水をそれぞれ分離した。蒸留によって得られた酢酸ビニルは導管 22 から取り出され、その一部が導管 23 を介して酢酸抽出塔 8 に供給された。連続運転した際に、蒸留塔 4 において必要なスチーム量は 16.2 t o n / h であった。

[0028] [比較例 1]

図 2 に示す装置で酢酸ビニルを製造した。酢酸抽出塔 8 を有さない点を除いて、実施例 1 と同様の装置を用いて酢酸ビニルを連続的に製造した。酢酸抽出塔 8 を有さないことから、ガス洗浄塔 6 と酢酸抽出塔 8 を繋ぐ導管 20、酢酸抽出塔 8 と蒸留塔 4 を繋ぐ導管 24 及び導管 22 と酢酸抽出塔 8 を繋

ぐ導管 2 3 も有さない。

[0029] ガス洗浄塔 6 において、実施例 1 と同様に、水及び酢酸をそれぞれの導入口から供給し、ガス状組成物は、導管 1 8 を介して CO_2 除去システム 7 に導入した。一方、ガス洗浄塔 6 において得られる液状組成物は、その全量をガス洗浄塔 6 の下部に位置する取り出し口から導管 2 1 に取り出した。当該液状組成物は、酢酸ビニル、酢酸及び水を含んでおり、酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計は約 8 5 質量%、水の含有量は約 1 5 質量%であった。ガス洗浄塔 6 は、上から順に、ガス状組成物の取り出し口、水の導入口、酢酸の導入口、ガス状組成物の導入口、及び液状組成物の取り出し口を有していた。水及び酢酸の供給量は、実施例 1 と同じであった。

[0030] ガス洗浄塔 6 の取り出し口から導管 2 1 を介して、前記液状組成物を蒸留塔 4 に導入した。また、ガス分離塔 3 から導管 1 4 を介して液状組成物が蒸留塔 4 に導入された。蒸留塔 4 において蒸留を行い、酢酸ビニル、酢酸及び水をそれぞれ分離した。連続運転した際に、蒸留塔 4 において必要なスチーム量は 1 8. 0 t o n / h であった。蒸留塔 4 において分離すべき水の量が多いために実施例 1 よりも多くのスチームを必要とした。

符号の説明

- [0031]
- 1 酢酸蒸発器
 - 2 反応器
 - 3 ガス分離塔
 - 4 蒸留塔
 - 5 コンプレッサー
 - 6 ガス洗浄塔
 - 7 CO_2 除去システム
 - 8 酢酸抽出塔
 - 1 1 ~ 2 4 導管

請求の範囲

- [請求項1] エチレン、酢酸及び酸素を反応させて酢酸ビニルを含む粗生成物を得る工程（１）、
- 前記粗生成物を、酢酸ビニル、酢酸及び水を含有する液状組成物と、エチレン及び酢酸ビニルを含有するガス状組成物に分離する工程（２）、並びに
- 前記ガス状組成物の少なくとも一部をガス洗浄塔に導入し、酢酸及び水で該ガス状組成物を洗浄することにより、該ガス状組成物から酢酸ビニルを除去する工程（３）
- を少なくとも含む酢酸ビニルの製造方法であって、
- 前記ガス洗浄塔が、取り出し口（Ａ）及び取り出し口（Ｂ）を少なくとも有し、
- 前記取り出し口（Ａ）から取り出される液状組成物（ α ）が酢酸及び水を含有し、前記液状組成物（ α ）における酢酸及び水の含有量の合計が７０質量％以上であり、
- 前記取り出し口（Ｂ）から取り出される液状組成物（ β ）が酢酸ビニル及び酢酸を含有し、前記液状組成物（ β ）における、酢酸ビニル及び酢酸の含有量の合計が９０質量％以上であり、水の含有量が１０質量％以下である、製造方法。
- [請求項2] 前記取り出し口（Ａ）が前記取り出し口（Ｂ）より上に位置する、請求項１に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記ガス洗浄塔が酢酸の導入口及び水の導入口を有し、前記取り出し口（Ａ）が前記酢酸の導入口より上かつ前記水の導入口より下に位置する、請求項１又は２に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記液状組成物（ α ）を抽出塔に導入し、酢酸ビニルで酢酸を抽出して、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と水を含む液状組成物に分離する工程（４）をさらに含む、請求項１又は２に記載の製造方法。
- 。

- [請求項5] 前記抽出塔において、前記液状組成物（ α ）及び酢酸ビニルを向流接触させることで、酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物と水を含む液状組成物に分離する、請求項4に記載の製造方法。
- [請求項6] 前記液状組成物（ α ）を前記抽出塔の上部から導入し、酢酸ビニルを前記抽出塔の下部から導入して前記液状組成物（ α ）及び酢酸ビニルを向流接触させ、前記抽出塔の上部から酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を取り出し、前記抽出塔の下部から水を含む液状組成物を取り出す、請求項5に記載の製造方法。
- [請求項7] 前記工程（2）で分離された液状組成物を蒸留塔に導入して蒸留する工程（5）をさらに含む、請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項8] 前記液状組成物（ β ）を前記蒸留塔に導入する工程をさらに含む、請求項7に記載の製造方法。
- [請求項9] 前記工程（4）で分離された酢酸ビニル及び酢酸を含む液状組成物を前記蒸留塔に導入する工程をさらに含む、請求項7に記載の製造方法。
- [請求項10] 前記蒸留塔において、酢酸ビニルと、酢酸と、水に分離する、請求項7に記載の製造方法。
- [請求項11] 前記工程（5）で得られた酢酸ビニルを、任意に精製した後、前記工程（4）において使用する、請求項10に記載の製造方法。
- [請求項12] 前記工程（3）において、酢酸及び水で前記ガス状組成物を洗浄することにより、エチレン及び二酸化炭素を含有するガス状組成物と、酢酸ビニルを含有する液状組成物に分離し、
前記エチレン及び二酸化炭素を含有するガス状組成物を二酸化炭素除去システムに導入し、エチレンと二酸化炭素に分離する工程（6）をさらに含み、
前記工程（6）で分離されたエチレンを前記工程（1）において使用する、請求項1又は2に記載の製造方法。