

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5909030号
(P5909030)

(45) 発行日 平成28年4月26日 (2016. 4. 26)

(24) 登録日 平成28年4月1日 (2016. 4. 1)

(51) Int. Cl.

F I

C 1 1 D 1/29 (2006. 01)

C 1 1 D 1/29

C 1 1 D 11/00 (2006. 01)

C 1 1 D 11/00

C O 7 C 303/44 (2006. 01)

C O 7 C 303/44

C O 7 C 305/10 (2006. 01)

C O 7 C 305/10

B O 1 D 1/22 (2006. 01)

B O 1 D 1/22

A

請求項の数 24 (全 34 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2015-535871 (P2015-535871)
 (86) (22) 出願日 平成25年10月7日 (2013. 10. 7)
 (65) 公表番号 特表2015-535852 (P2015-535852A)
 (43) 公表日 平成27年12月17日 (2015. 12. 17)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2013/063712
 (87) 国際公開番号 W02014/058791
 (87) 国際公開日 平成26年4月17日 (2014. 4. 17)
 審査請求日 平成27年6月8日 (2015. 6. 8)
 (31) 優先権主張番号 61/711, 190
 (32) 優先日 平成24年10月8日 (2012. 10. 8)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 599028995
 ザ・ケミソン・コーポレーション
 アメリカ合衆国 9 8 1 0 6 - 1 5 9 8 ワシ
 ントン州シアトル、ウエスト・マージナル
 ・ウェイ・サウスウエスト 5 4 3 0
 (74) 代理人 110000523
 アクシス国際特許業務法人
 (72) 発明者 ウォルター・エイ・ジェサップ
 アメリカ合衆国 9 8 1 4 6 ワシントン州シ
 アトル、サウスウエスト・ワンハンドレッ
 ドアンドシックス・ストリート 3 6 0 3
 (72) 発明者 バートン・ブルックス
 アメリカ合衆国 9 8 0 0 4 ワシントン州ベ
 ルビュー、キラニー・ウェイ 1 8 4 5

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 組成物からジオキサンを除去する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水性のアルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩ペーストからジオキサンを除去する方法であって、ペーストからジオキサンと水分を気化させ、それによってペーストを濃縮するために

ジオキサン含有の水性ペースト原料をエバポレータの流入口にポンプで入れることと；

エバポレータ内のペーストに熱を供給することと；

エバポレータ内の蒸気圧を下げることと；

得られる濃縮された生成物を回収することとを含み、

濃縮後の活性物 アルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩 の重量 % 上昇が、ペーストの総重量を基にして少なくとも 5 重量 % である方法。

10

【請求項 2】

濃縮された生成物を水で希釈することをさらに含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

6 5 重量 % ~ 7 6 重量 % の活性物アルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩 の濃度に濃縮された生成物を希釈することを含む請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

中和剤の添加によって、希釈された生成物の pH を調整することをさらに含む請求項 2 又は 3 に記載の方法。

【請求項 5】

20

エバポレータがワイプフィルムエバポレータを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

エバポレータが流路を含み、さらに、方法が、ジオキサン含有のペースト原料を水分がペーストから減圧沸騰する温度に予備加熱することと、水の気化を回避するためにペーストに選択的に圧力を印加することと、水の減圧沸騰を回避するように選択される圧力下で流路の流入口にペーストをポンプで入れることと、流路にペーストを導入することと、流路におけるペーストに熱を供給することと、流路に沿って圧力を選択的に低下させてペーストからのジオキサン成分と水成分の減圧沸騰を生じさせ、その際、減圧沸騰中に遊離された蒸気が次第に粘性のペーストを流路に沿って動かす原動力として作用することと、流路の流出口の下流に配置される分離容器に得られる濃縮された生成物及び気化させたジオキサン成分と水成分を回収し、その際、分離容器は各流路の流出口の操作圧力よりも低い圧力で作動することと、塔頂の蒸気流出口の分離容器から気化させたジオキサン成分と水成分を放出することと、分離容器の底から残ったペースト組成物を排出することを含む請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 7】

原料ペーストがエトキシシル化脂肪アルコール硫酸塩を含む請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

原料が、 $185^{\circ}\text{F} \sim 265^{\circ}\text{F}$ ($85 \sim 129$) の範囲の温度に予備加熱される請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

20

【請求項 9】

エバポレータが、 $200^{\circ}\text{F} \sim 265^{\circ}\text{F}$ ($93 \sim 129$) の範囲の温度に加熱される請求項 1 ～ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

エバポレータ又は回収容器における蒸気圧が 1 絶対バール (100kPa) 未満である請求項 1 ～ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

圧力が、 50 トール (6.7kPa) ~ 300 トール (40kPa) の範囲である請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

濃縮された生成物が 76 重量% ~ 99 重量% の活性物エトキシシル化脂肪アルコール硫酸塩を含む請求項 7 ～ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

30

【請求項 13】

濃縮された生成物が、 25 重量% 以下の水分含量を有する請求項 1 ～ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

濃縮後の活性物硫酸塩の重量% 増加が、ペーストの総重量に基づいて少なくとも 10 重量% である請求項 1 ～ 13 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

濃縮された生成物が、 3 モルのエトキシシル化脂肪アルコール硫酸塩を含み、濃縮された生成物が 76 重量% ~ 88 重量% の活性物エトキシシル化脂肪アルコール硫酸塩を含む請求項 13 に記載の方法。

40

【請求項 16】

濃縮された生成物が、 7 モルのエトキシシル化脂肪アルコール硫酸塩を含み、濃縮された生成物が 76 重量% ~ 95 重量% の活性物エトキシシル化脂肪アルコール硫酸塩を含む請求項 13 に記載の方法。

【請求項 17】

生成物ペーストと比べた場合の原料ペーストにおける 100% 活性物を基準にしたジオキサン濃度の重量比が少なくとも $7:1$ である請求項 1 ～ 16 のいずれか 1 項に記載の方法。

50

【請求項 18】

濃縮された生成物のジオキサン含量が100%活性物を基準にして重量で20ppm未満である請求項1～17のいずれか1項に記載の方法。

【請求項 19】

ジオキサンが1,4-ジオキサンである請求項1～18のいずれか1項に記載の方法。

【請求項 20】

エバポレータに蒸気をさらに注入することを含む請求項1～19のいずれか1項に記載の方法。

【請求項 21】

蒸気がスチームである請求項20に記載の方法。

10

【請求項 22】

原料ペーストがエトキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストであり、活性物エトキシ化脂肪アルコール硫酸塩に対する注入されるスチームの質量比が0.1～1の範囲である請求項21に記載の方法。

【請求項 23】

水性ペーストからジオキサンを除去するための系であって、流入口及び流出口を有する加熱されるエバポレータ流路と、エバポレータ流路の流入口と流体連通する液体供給ポンプと、分離容器と、希釈器と、真空ポンプとを含み、前記分離容器がエバポレータ流路の流出口と流体連通する流入口と希釈器と流体連通する流出口とを有し、前記真空ポンプが分離容器と流体連通する系。

20

【請求項 24】

水性ペーストからジオキサンを除去する系であって、供給物流入口と濃縮生成物流出口と少なくとも1つの蒸気流出口を有するワイプフィルムエバポレータと、ワイプフィルムエバポレータの流入口と流体連通する液体供給ポンプと、濃縮生成物流出口と流体連通する希釈器と、ワイプフィルムエバポレータの蒸気流出口と流体連通する真空ポンプとを含む系。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は一般に、例えば、溶液、分散液、スラリー、エマルジョン及びペーストのような物質からジオキサン成分を除去する方法及び装置に関する。さらに詳しくは、本発明はアルコキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストから以前できなかったレベルまで1,4-ジオキサンを除去することができる方法に関する。

30

【背景技術】

【0002】

洗剤製品は、例えば、脂肪アルコール、アルコキシ化脂肪アルコール、エトキシ化脂肪アルコール、アルキルベンゼン、 α オレフィン、メチルエステル、アルキルフェノールアルコキシレート及びアルキルフェノールエトキシレートのような $C_8 \sim C_{20}$ 有機物質、好ましくは $C_{11} \sim C_{18}$ 有機物質を硫酸化する又はスルホン化することによって製造される酸の中和された塩であり得る界面活性成分（「洗剤活性成分」又は「洗剤活性物」と言われることもある）を含有する。酸形態から洗剤活性物を作る方法は通常、例えば、水及び/又はアルコールのような溶媒にて実施される。得られる洗剤物質は、種々の成分のペースト、溶液又はスラリーであり得る。（用語、洗剤「ペースト」は以下使用されるとき、洗剤の溶液、スラリー及びペーストを含むことにする）。最終的な洗剤製品はそのような洗剤ペーストから作製される。

40

【0003】

脂肪アルコールエトキシ硫酸塩（AES）は、かなりの泡を生成し、優れた脱脂特性を有する穏やかな界面活性剤である。それは、例えば、シャンプー及び液状皿クリーナーのようなパーソナルケア製品に使用される。それは脂肪アルコールに由来するので、天然油、例えば、ココナッツ油から作製することができる。

50

【 0 0 0 4 】

1, 4 - ジオキサンは、相対的に少量で脂肪アルコールアルコキシ硫酸塩及び A E S を作製する硫酸化工程の間に形成され、硫酸化生成物に残る副産物である。消費者保護団体は、例えば、乳児用シャンプーを含む製品における 1, 4 - ジオキサンについて懸念を持つようになっている。米国環境保護庁はヒトの考えられる発癌物質としてジオキサンを分類し、カリフォルニア州では、それは「癌の原因として分類され」、消費者団体及び規制機関による高い安全保障のもとにある。現在のところ、これらの製品にて安全である 1, 4 - ジオキサンの量に関する規制限度はないが、一部の会社は会社自体の品質基準化を実施し始めている。従って、硫酸化生成物における 1, 4 - ジオキサンを最少限にするためのニーズがある。

10

【 0 0 0 5 】

1, 4 - ジオキサン形成を最少限にするための技術は数十年遡って文献にて報告されている。従来の研究は硫酸化過程で利用して生成する 1, 4 - ジオキサンの量を最少限にし得る工程を報告している。SO₃ガスの濃度を 4 % から 2 . 5 % に減らすことは、例えば、劇的な効果を有し、生成する 1, 4 - ジオキサンの量を半分に削減する。供給物から硫酸化生成物への変換があまり完全ではないように SO₃ : 供給物の低いモル比で実行することからはあまり劇的ではない利益が生じる。これらの変化は硫酸化施設の製造能力及びコスト / 効率性に劇的な影響を有する。これらのような動きは施設の能力を 5 0 % も削減する。

【 発明の概要 】

20

【 0 0 0 6 】

本発明の方法によれば、ペーストからジオキサンを取り除く方法には、ジオキサンを含有する水性のペースト原料をエバポレータの流入口にポンプで入れることと、エバポレータにおけるペーストに熱を供給することと、エバポレータにおける蒸気圧を下げてペーストからジオキサン及び水分を蒸発させ、それによってペーストを濃縮することと、得られた濃縮生成物を回収することとが含まれる。濃縮生成物を所望の最終濃度、例えば、約 6 5 重量 % ~ 約 8 0 重量 % の活性物スルフェート、又は 6 5 重量 % ~ 約 7 6 重量 % の活性物スルフェートに水で希釈することができる。濃縮された及び / 又は希釈された生成物の pH は腐食剤又は緩衝剤を含む中和剤によって調整することができる。

【 0 0 0 7 】

30

本明細書で記載される方法では、原料ペーストは任意でエトキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストであることができる。

【 0 0 0 8 】

態様の 1 つでは、エバポレータは加熱される流路を含むことができる。例えば、流路と共に、方法はさらに、水がペーストから減圧沸騰する温度にジオキサン含有ペースト原料を予備加熱することと、及びペーストに圧力を選択的に印加して水の気化を回避することと ; 選択した圧力下で流路の流入口にペーストをポンプで入れて水の減圧沸騰を回避することと ; 流路にペーストを導入することと、流路におけるペーストに熱を供給することと、流路に沿って圧力を選択的に減らし、ペーストのジオキサン成分及び水成分の減圧沸騰を生じることとを含むことができ、その際、減圧沸騰の間に遊離した蒸気は次第に粘性のペーストを流路に沿って動かす原動力として作用することと ; 流路の流出口の下流に配置された分離容器に得られる濃縮された生成物及び気化させたジオキサン成分と水成分を回収し、その際、分離容器は各流路の流出口の操作圧より低い圧力で作動することと ; 塔頂の蒸気流出口の分離容器から気化させたジオキサン成分と水成分を放出することと、分離容器の底から残りのペースト組成物を排出することとを含むことができる。

40

【 0 0 0 9 】

別の態様では、エバポレータ容器は攪拌器を含むことができる。例えば、エバポレータはワイプフィルムエバポレータであることができる。

【 0 0 1 0 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意でエバポレータへの蒸気の注入の非存在下

50

で実施することができる。そのような実施形態では、原料の温度は相対的に高く、例えば、約 200 °F ~ 265 °F (93 ~ 129) の範囲であり、例えば、240 °F (116) であることができる。そのような実施形態では、エバポレータの周りにヒートジャケットを提供することによって、さらに任意でエバポレータ (例えば、流路 (単数) 又は流路 (複数)) におけるペーストに熱を供給することができる。ヒートジャケットは、約 200 °F ~ 265 °F (93 ~ 129) の範囲、例えば、240 °F (116) の温度にて操作することができる。

【 0 0 1 1 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で、ペーストをエバポレータ又は流路に導入しながら、さらにエバポレータ又は流路に蒸気を注入することによって実施することができる。そのような実施形態では、任意で蒸気はスチームであり得る。例えば、さらに任意で、原料の温度は約 185 °F ~ 約 200 °F (85 ~ 93) であることができる。その上さらに任意で、原料ペーストはエトキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストであることができ、活性物エトキシ化脂肪アルコール硫酸塩に対する注入されるスチームの質量比は 0 . 1 ~ 1 の範囲であることができる。

【 0 0 1 2 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施することができ、その際、分離容器は 1 絶対バール未満、任意で 50 トール ~ 300 トール又は 100 トール ~ 300 トール又は 50 トール ~ 200 トール又は 50 トール ~ 100 トールの範囲での圧力で作動する。

【 0 0 1 3 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で、ペーストをエバポレータに導入する前に原料ペーストを選択された温度に予備加熱してエバポレータの流入口の操作圧でペーストからの水の減圧沸騰を生じることによって実施することができる。

【 0 0 1 4 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で、複数の流路を含み、原料ペーストが処理のために流路のそれぞれに導入される揮散器 / 乾燥器によって実施することができる。

【 0 0 1 5 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で、流入口チャンバーと複数の流路と複数の流量制限を有する揮散器 / 乾燥器によって実施することができ、流入口を有する流路のそれぞれはある圧力で作動し、各流量制限は揮散器 / 乾燥器の流入口チャンバーと同時操作流路の 1 つとの間に配置され、流量制限は揮散器 / 乾燥器を通る組成物の流れの方向に関して同時操作流路の流入口のすぐ上流にある。

【 0 0 1 6 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で、精製され、濃縮された生成物を分離容器からさらに回収し、生成物を水で希釈することによって実施することができる。

【 0 0 1 7 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で、65 重量% ~ 75 重量%の活性物エトキシ化脂肪アルコール硫酸塩を含むエトキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストを含む原料ペーストによって実施することができる。

【 0 0 1 8 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて、80 重量% ~ 95 重量%の固体又は 80 重量% ~ 95 重量%の固体の活性成分 (例えば、AES) を含む濃縮された生成物を得ることができる。

【 0 0 1 9 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて、76 重量% ~ 99 重量%の活性物エトキシ化脂肪アルコール硫酸塩又は 80 重量% ~ 99 重量%の活性物エトキシ化脂肪アルコールを含む濃縮された生成物を得ることができる。

【 0 0 2 0 】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて、濃縮に続いてペーストの総

10

20

30

40

50

重量に基づいて少なくとも5重量%又は少なくとも10重量%の活性物スルホネートの重量%増加を得ることができる。

【0021】

本明細書で記載される方法では、任意で、濃縮された生成物は3モルのエトキシ化脂肪アルコール硫酸塩を含むことができ、濃縮された生成物は76重量%～88重量%の活性物又は80重量%～88重量%の活性物を含むことができる。

【0022】

本明細書で記載される方法では、任意で、濃縮された生成物は7モルのエトキシ化脂肪アルコール硫酸塩を含むことができ、濃縮された生成物は76重量%～95重量%の活性物又は80重量%～95重量%の活性物を含むことができる。

10

【0023】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて少なくとも7:1又は7:1を超えるジオキサン減少率を得ることができる。

【0024】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて100%活性物を基にして20ppm未満の濃縮された生成物でのジオキサン含量を得ることができる。

【0025】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて25重量%以下又は15重量%以下又は5重量%以下又は2重量%以下の水分含量を有する濃縮された生成物を得ることができる。

20

【0026】

本明細書で記載される方法では、方法は任意で実施されて1,4-ジオキサンであるジオキサン成分を取り除くことができる。

【0027】

方法はさらに、2.5%を超える三酸化イオウのガス濃度によってアルコキシ化脂肪酸を硫酸化してアルコキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストを製造することを含むことができる。

【0028】

方法は任意で、相対的に高い、例えば、少なくとも1.00又は少なくとも1.03、又は少なくとも1.04、例えば、1.00～1.05又は1.03～1.05の範囲での三酸化イオウガスとアルコキシ化脂肪酸のモル比でアルコキシ化脂肪酸を硫酸化してアルコキシ化脂肪アルコール硫酸塩ペーストを製造する工程を含むことができる。

30

【0029】

本明細書で記載される方法、装置及び組成物については、成分、その組成範囲、置換基、条件及び工程を含むが、これらに限定されない任意の特徴は、本明細書で提供される種々の態様、実施形態及び実施例から選択されるように熟考される。

【0030】

さらなる態様及び利点は、図面と併せて以下の詳細な説明の検討から当業者に明らかであろう。方法、装置及び組成物が種々の形態での実施形態に影響を受け易い一方で、以下の記載は、本開示が説明に役立つものであり、本明細書で記載される特定の実施形態に本発明を限定するものではないという理解と共に特定の実施形態を含む。

40

【図面の簡単な説明】

【0031】

【図1】本発明に係る方法で使用するための溶媒除去系を示す工程系統図である。

【図2】本発明に係る方法で使用するための溶媒除去装置の部分断面図を示す図である。

【図3】本発明に係る装置の実施形態を説明する工程系統図である。

【図4】図3に示す装置の部分断面図を示す図である。

【図5】本発明に係る装置の第2の実施形態の部分断面図を示す図である。

【図5A】図5に示す装置の実施形態の一部の拡大図を示す図である。

【図6】圧力の関数としての分離因子(相対揮発度)を示すグラフである。

50

【図 7】温度の関数としての分離因子（相対揮発度）を示すグラフである。

【図 8】異なる濃度での理想的分離因子（ I_i ）の値を示すグラフである。

【図 9】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 10】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 11】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 12】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 13】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 14】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 15】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 16】種々の活性物の分子量での異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す図である。グラフは活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽の圧力に対する第 2 の設定とによって重複する。

【図 17 a】本発明に係る種々の方法によるジオキサンの除去の条件及び結果を示す表である。

【図 17 b】本発明に係る種々の方法によるジオキサンの除去の条件及び結果を示す表である。

【図 18】ワイプフィルムエバポレータを用いた本発明に係る方法で使用するための溶媒除去系を説明する工程系統図である。

【発明を実施するための形態】

【0032】

硫酸化されアルコキシル化されたアルコール及び A E S は水溶液にて濃度が変化することによって複雑な流体特性を呈する。ほとんどの消費者製品は、約 15 ~ 20 重量% (wt. %) までの及び一般により少ない低濃度範囲で A E S を使用する。この濃度範囲では、溶液は普通のニュートン流体である。A E S の濃度が上がるにつれて、約 28 重量%で、3 モルの A E S を超えるくらいで相転移が始まる。濃度が約 28 %を超えて上昇すると、粘度が極度に高くなり、この中間の濃度範囲（例えば、約 30 重量% ~ 約 68 重量%）での A E S ペーストはゲル又は半固体として振る舞い、取り扱うのが難しい。しかしながら、70 重量% A E S の近傍では、粘度は驚くほど低下し、取り扱い易い流体相が生じる。この濃縮されたペースト形態は、濃縮された形態でこの製品を輸送したがる硫酸化工場の技師によって好まれる。70 重量%を超える濃度ではペーストの粘度は再び徐々に高まるので、70 重量%を超える濃度にすることは可能であり、場合によっては好まれ得る。

【0033】

アルコキシル化脂肪アルコールは「純粋な」物質ではなく、例えば、様々な量の酸化エチレンを含有する同族分子の混合物である。非イオン性界面活性剤を製造するのに脂肪アルコールへの酸化エチレンの添加が長い間行われてきた。これらは消費者製品で多数の用途を有する。典型的な非イオン性エトキシル化脂肪アルコール (A E) は名目上「3 モル

10

20

30

40

50

A E」と呼ぶことができ、それに付加された平均 3 モルの酸化エチレンを有することを意味する。実際、製品は E O を付加していない、若干の 1 - E O、若干の 2 - E O、若干の 3 - E O、若干の 4 - E O などの同族シリーズを伴った一級アルコールの一部を含有するであろう。従って、ほとんどの製造元は脂肪アルコールと付加した E O の平均数を記載することによって A E を名付ける。空気 / S O₂ ガスによる硫酸化の際に生成する 1, 4 - ジオキサンの量は、A E 供給物の E O 含量と共に増加する。1, 4 - ジオキサンの生成を最少限にするために、一部の製造元は生成する 1, 4 - ジオキサンの量を減らす試みにおいて平均 E O 含量を 2 未満の数にシフトすることを決定している。よく機能する界面活性剤製品は A E S にて高い E O 含量を有する一方で、この選択は 1, 4 - ジオキサンの生成の回避を生じ得る。

10

【 0 0 3 4 】

本発明者らは、1, 4 - ジオキサンの量を減らすように試みるために硫酸化工程を改変することは 1, 4 - ジオキサンを排除する又はわずかな濃度に減らす手段を効率的に提供しないことを認識した；代わりに本発明者らは、硫酸化に続いて、及び希釈製品が所望の場合の最終製品の製品化の前に、A E S から 1, 4 - ジオキサンを物理的に且つ選択的に取り除く方法及び好適な装置の実施形態を創った。

【 0 0 3 5 】

本発明の原理によれば、ジオキサンを含有するペースト混合物は、ジオキサンの一部が蒸気相に移行するように蒸気流との平衡に入れられる。次いで蒸気相とペーストは機械的に分離され、それによってペーストにおけるジオキサンを減らす。

20

【 0 0 3 6 】

ペーストからジオキサンを取り除く方法には、エバポレータの流入口にジオキサンを含有する水性ペースト原料をポンプで入れることと、エバポレータにおけるペーストに熱を供給することと、エバポレータにおける蒸気圧を下げてジオキサンと水をペーストから気化させ、それによってペーストを濃縮することと、得られた濃縮された生成物を回収することとが含まれる。

【 0 0 3 7 】

エバポレータは任意の好適なエバポレータであることができる。エバポレータには、管状エバポレータ（水平及び垂直）、強制循環管状エバポレータ、流下膜式エバポレータ、流上 / 流下膜式エバポレータ、ガasket プレートエバポレータ、及び攪拌薄膜エバポレータ（例えば、ワイプフィルムエバポレータ）が挙げられる。

30

【 0 0 3 8 】

実施形態の 1 つの型では、エバポレータはワイプフィルムエバポレータである。

【 0 0 3 9 】

実施形態の別の型では、エバポレータは流路である。そのような実施形態では、ペーストからジオキサンを取り除く方法は、

（ a ）水がペーストから減圧沸騰する温度までジオキサン含有の硫酸ペースト原料を予備加熱し、ペーストに選択的に圧力を印加してペーストの成分のいずれかの気化を回避することと；

（ b ）ペーストの成分のいずれかの減圧沸騰を回避するように選択された圧力下で乾燥器の入口にペーストをポンプで入れることと（乾燥器は少なくとも 1 つの流路を有する）；

40

（ c ）ペーストを流路に導入することと；

（ d ）流路におけるペーストに熱を供給し、流路に沿って選択的に圧力を低下させ、ペーストのジオキサン成分と水成分の減圧沸騰を生じ、その際、減圧沸騰の間に遊離させた蒸気が次第に粘性のペーストを流路に沿って動かす原動力として作用することと；

（ e ）流路の流出口の下流に配置された分離容器に得られる濃縮された生成物及び気化させたジオキサン成分と水成分を回収し、その際、分離容器は各流路の流出口の操作圧より低い圧力で作動することと；

（ f ）分離容器から蒸発させたジオキサン成分と水成分を放出することとを含むことができる。

50

【 0 0 4 0 】

使用され、製造される装置、方法及び組成物は、特に言及されない限り、以下でさらに記載される（図面で示すものを含む）追加の任意の要素、特徴及び工程の 1 以上の組み合わせを含む実施形態を含むように熟考される。

【 0 0 4 1 】

本明細書で使用されるとき、用語「含む (c o m p r i s i n g) 」は、特定されたものに加えて他の剤、要素、工程又は特徴の潜在的な包含を指し示す。

【 0 0 4 2 】

以下の記載では、原料は、他のジオキサン含有の原料を使用することができるけれども、例として中和された A E S に関して記載される。

10

【 0 0 4 3 】

以下の記載では、言及される主要なジオキサン成分は、他のジオキサン異性体も熟考されるけれども、1, 4 - ジオキサンである。従って、ジオキサン成分は、1, 2 - ジオキサン、1, 3 - ジオキサン及び 1, 4 - ジオキサンの 1 以上を含むことができる。

【 0 0 4 4 】

以下の記載では、他の蒸気組成物を使用することができるけれども、エバポレータへの蒸気の任意の注入で使用するための蒸気としてスチームが記載される。空気によって揮散するときのジオキサン減少量は、系の総圧力によって分割されるジオキサンの蒸気圧の比の関数である。活性物の熱安定性を考慮すると、理に適った温度でのジオキサンは 2 0 0 m m H g の蒸気圧を有するに過ぎず、大気圧で操作するのであれば、4 つのうちの 1 つの因子によって減少率は下げられるであろうから、系は真空下で作動すべきである。有意なジオキサンの減少率に必要とされる空気の容量を圧縮するのに十分大きな真空ポンプはスチームのような凝縮可能な注入蒸気に比べて法外である。従って、好ましくは注入蒸気は凝縮し易い蒸気、好ましくはスチームである。さらに、ジオキサンが揮散されるのであれば、その蒸気圧がジオキサンに類似するので水も揮散されるであろう。

20

【 0 0 4 5 】

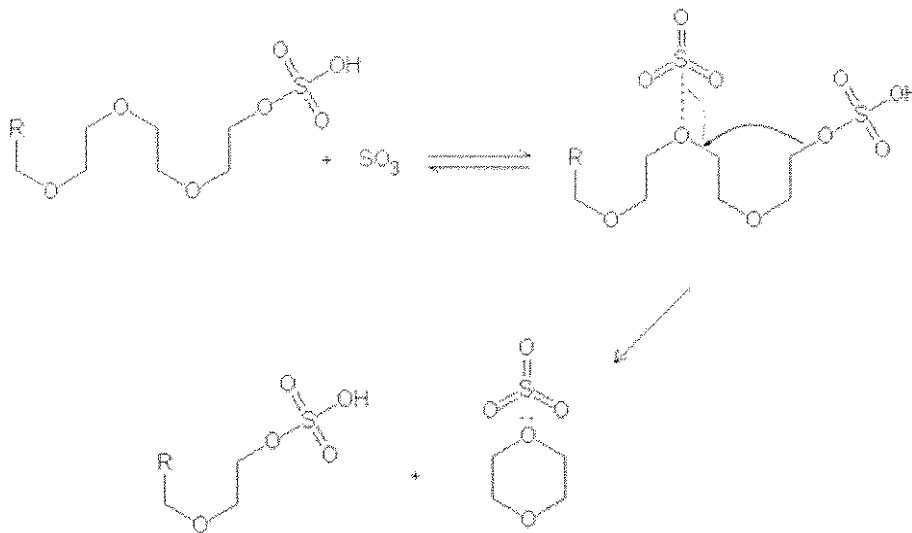
従って好まれる注入蒸気はスチームであるが、系は温度を制御するために真空下で作動することを必要とする。空気による揮散に比べてはるかに経済的な系である系に漏出する非凝縮物のためにポンプの大きさを決められるように真空ポンプの前でスチームを凝縮することができる。系は真空下で作動しているので、真空からペーストを排出するためにポンプ操作系が必要とされる。

30

【 0 0 4 6 】

上記で言及したように、硫酸化工程の間で望ましくない副産物である 1, 4 - ジオキサンが作られる。1, 4 - ジオキサン形成の提案されたメカニズムは SO_3 の分子と複合体を形成するエトキシ硫酸の分子についてである。再構成が発生し、2 つのわずかな酸化エチレン換算単位を伴った新しいエトキシ硫酸及び SO_3 と複合体化する 1, 4 - ジオキサンを生成する。 SO_3 は 1, 4 - ジオキサンから放出され、反応してエトキシ硫酸を形成することができ、又はこの工程を介してリサイクルし、1, 4 - ジオキサンの別の分子を生成する。

【化 1】



10

【 0 0 4 7 】

アルコール分子当たり 3 モル以上のエトキシ化がある場合にのみ硫酸化の間にジオキサンが形成されることは一般に受け入れられている。延長線上で考えると、原料が 2 モル以下のエトキシ化を有するのであれば、ジオキサンは形成されないはずである。しかしながら、上記で言及したように、各分子上のエトキシレートの分布は均一ではないので、平均が 2 モルであり得るとしても、3 モル以上のエトキシレートに伴う分子は若干あり、従ってエトキシ化の平均度が 2 モル以下であってもジオキサンが形成される。

20

【 0 0 4 8 】

通常商業的に作製された流入口用のペースト原料の濃度は、28～30 重量%（通常 28 重量%）の AES での希釈された形態又は約 70 重量%の AES での濃縮された形態のいずれかである。本方法では、原料の好適な濃度は、粘度がそれをポンプ操作可能にする限り、例えば、20 重量%～85 重量%の活性物の範囲にて使用することができ、好ましくは、原料の濃度は局所粘度の最小値に相当する濃度又はその近傍の濃度である。従って、原料は、低い局所粘度の最小値に相当する、例えば、約 28 重量%～約 30 重量%の活性物の範囲内である濃度又はその近傍の濃度であることができる。別の実施形態では、原料は、高い局所粘度の最小値に相当する、例えば、約 68 重量%～約 75 重量%の活性物の範囲内である濃度又はその近傍の濃度であることができる。65 重量%～約 85 重量%の活性物の範囲も熟考される。ペーストが相対的に低い水分含量を有する場合にジオキサン除去が改善されることが発見された。最低の外部スチームの要件と共に非常に高いジオキサンの除去率を達成し、例えば、本明細書で記載される機器にて取り扱い易いペーストを作るために揮散機 / 乾燥器の外での 25 重量%未満の又は約 5 重量%～約 25 重量%の範囲での水分含量が特に熟考される。従って、予備加熱器及び関連するポンプの上流で中和系を含むための系も熟考され、好ましくは、図 1～5 で示す型のような系への供給物として約 70 %の活性物 AES ペーストを作るであろう高活性中和装置が熟考される。

30

40

【 0 0 4 9 】

本明細書で記載される方法では、方法を実施してペーストの総重量を基にして少なくとも 5 重量%又は少なくとも 6 重量%又は少なくとも 7 重量%又は少なくとも 8 重量%又は少なくとも 9 重量%又は少なくとも 10 重量%又は少なくとも 12 重量%又は少なくとも 15 重量%以上の、濃縮に続く活性物スルホネートの重量%の上昇を得ることができる。

【 0 0 5 0 】

「そのままの供給物」の質量流量率は、そのような特徴を含む装置のチューブ（単数）又はチューブ（複数）の流路（単数）又は流路（複数）への供給物質の分配にて役割を担う。以下に記載するように供給物質が一連の開口部を通して押し出されるにつれて圧力が

50

低下する。類似の圧力の連結管を介して各チューブにスチームが供給されるので、流入口の供給物の質量及びスチームの質量はチューブ全てにて実質的に同等である。ペーストが霧状化され、連絡管の内部で高速乱流様式が設定される。ペーストがチューブ壁にて非常に薄い膜を形成するように蒸気速度は見かけの粘度を低下させる流体に剪断力を付与する。薄い膜ほど平衡に達するのに非常に短い時間を要し、スチームは非常に乱流の状態にあるので、ジオキサンは蒸気相にて迅速に分散し、平衡に非常に近くなる。系は、その信頼性を高める排出ポンプと真空系以外の機械的封止又は移動部分を有さないように設計することができる。

【 0 0 5 1 】

エバポレータ装置は、供給物と蒸気揮散媒体が、例えば、チューブ（単数）又はチューブ（複数）の最上部で一緒に導入され、密接に接触して分離容器に流下するという点で並流構成で作動する。チューブの長さ及び二相の速度が二相の間で達するべき平衡の時間を決定する。チューブの流入口の圧力が注入スチームを凝縮し、高い活性の供給物を伴ったゲルを形成するのに十分に高くなるまで、チューブが長くなるにつれて圧力低下が蓄積するという点でチューブの長さには制限がある。本明細書で記載される好まれる条件下では、平衡分離は非常に迅速に生じる。広い範囲の条件下でジオキサンの分離のための適切な接触時間を提供するには約 10 フィート（3メートル）のチューブの長さは好適であり、本発明は特定のチューブの長さには限定されないが、約 6 フィート（約 2メートル）～約 20 フィート（6メートル）、任意で 2メートル～4メートルの範囲でのチューブの長さが広い多様性のペースト及び操作条件に好適であると予想される。

【 0 0 5 2 】

好まれるワイプフィルムエバポレータは最上部蒸気排出形態であり、その際、ペーストは最上部で供給され、蒸気は最上部から排出され、向流が得られる。以前記載された多チューブ揮散器と同じ条件で、すなわち、操作温度を下げる真空でエバポレータを操作することが有利である。ペースト生成物排出の付近でスチームを加えることも有利である。エバポレータの空隙を部分的に満たしてスチームとペーストとの間での接触を高めるロータを使用することも有利である。

【 0 0 5 3 】

「ジオキサン減少率」は本明細書では、生成物ペーストと比べた原料ペーストにおける 100% 活性物を基にしたジオキサン濃度の比率として定義される。2 : 1 のジオキサン減少率は、100 重量 ppm のジオキサン（100% 活性物を基にした）を含有する供給物が方法からの生成物として 50 ppm のジオキサンを有することを意味する。ジオキサン減少率は好ましくは少なくとも 4 : 1、又は少なくとも 5 : 1、又は少なくとも 6 : 1、又は少なくとも 7 : 1 である。本明細書で記載される方法によれば、20、25、30、40 以上のジオキサン減少率が達成されている。80 ppm～100 ppm の 1, 4 - ジオキサンを含有する物質が、本明細書で記載される流路エバポレータ系を介した単一パスにて約 1 ppm の 1, 4 - ジオキサンまで精製されている。生成物に残る水分が少なければ少ないほど、同様に残ったジオキサンも少ない。従って、本明細書の記載に係る方法は、単一パスにて、例えば 20 ppm、20 ppm 未満、10 ppm、10 ppm 未満、5 ppm、5 ppm 未満、1 ppm、又はさらに 1 ppm 未満の 1, 4 - ジオキサンの所望の限定を伴った生成物を提供することができる。所望であれば、多重パスも採用することができる。同様に、並行エバポレータ処理も、例えば、本明細書で記載されるように採用することができる。

【 0 0 5 4 】

種々の EO モル比の AES（硫酸ナトリウム）ペースト及び 3 モル AES（硫酸アンモニウム）ペーストを含む種々の AES 供給物と共に方法が実行されている。結果は、系が顕著に万能であり、制御可能であることを示している。特定のペースト物をわずかな実験で性状分析することができ、本明細書の教示を考慮して当業者によって系の条件が選択されて、所望である 1, 4 - ジオキサンでの所望の減少をほとんど行うことができる。組成物の蒸気 / 液体の平衡挙動は検査室測定によってあらかじめ決定され得る。測定について

は、組成物における水分とジオキサンの沸点又は減圧沸騰点を予備決定するので、標的操作条件を決定することが可能である。好ましくは、エバポレータ（例えば、流入口揮散器／乾燥器流路）の操作圧にて水の減圧沸騰温度より有意に高いが、ペーストが分解しないように十分に低い標的温度を決定する。

【 0 0 5 5 】

本明細書で記載される方法で 사용할 ことができる一般的な原料物質は、脂肪アルコールのモル当たり 2 . 5 ~ 3 モルの酸化エチレン（ E O ）でエトキシ化されたエトキシ硫酸ナトリウム（ A E S ）である。脂肪アルコールの炭素鎖の長さは通常、 C ₁₂ ~ C ₁₆ の範囲であり、天然に存在する物質から作製することができ、又は純粋に合成であることができる。酸化エチレンによるエトキシ化の程度は、エトキシ硫酸への硫酸化及びそれに続く酸の中和の目的で、脂肪アルコールのモルに対して E O の 0 . 5 ~ 5 0 モルの範囲、例えば、 1 ~ 1 2 又は 3 ~ 7 の範囲であることができる。中和は、例えば、アニオン塩基にてナトリウム型、カリウム型及びアンモニウム型（例えば、 T E A ）によることができる。例えば、エトキシ硫酸ナトリウム（ 3 モルの E O ）の分子量は 4 4 2 ダルトンの範囲である。ジオキサンを取り除くための本明細書で記載される方法は、炭素鎖の供給源、エトキシ化の程度又は中和剤によって制約されない。

【 0 0 5 6 】

この議論の目的で、原料は 1 0 0 % 活性物基準に言及され、活性物は例えば、エトキシ硫酸ナトリウムを指す。典型的な市販のエトキシ硫酸ナトリウムは 7 0 重量 % 活性物として製造され、残りは主として水、及び少量の未反応のエトキシレート、硫酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、塩化ナトリウム、炭酸ナトリウム及びクエン酸ナトリウムである。しかしながら、 A E S は 6 5 重量 % ~ 8 5 重量 % 活性物の間で製造することができ、本明細書で記載される方法及び装置にて処理することができる。エバポレータ又はエバポレータ流路（負荷）当たりの原料の活性物流量は変化し得るが、流路及び原料物質の粘度に左右される。 A E S 物質の粘度は組成物及び温度に依存性である。

【 0 0 5 7 】

上記で言及したように、本明細書で記載される方法にて原料を乾燥させる方法は生成物の 1 , 4 - ジオキサン含量を有意に減らす。本明細書で記載される方法及び装置にて達成することができる追加の任意の利益には、 1 以上の二次成分及び / 又は混入物（例えば、油、エステル類、ケトン類及びアルデヒド類の 1 以上）の低下、脱気、及び A E S の脱臭の 1 以上を挙げることができる。

【 0 0 5 8 】

本明細書で記載される装置及び / 又は方法の特定の利点は揮散の際に工程にエネルギー（熱）を加える能力である。熱を加える能力がなければ、工程は一部の熱を失い、熱が失われるにつれてスチームの一部が凝縮して低濃度のペーストを形成するので濃度曲線の上位で操作するのが難しい。低濃度範囲では（例えば、 2 8 重量 % ~ 3 0 重量 % ）、ペーストの粘度が単純に低下するので、これは受け入れ可能である。しかしながら、高い濃度範囲では、ゲル粒子が生成することができ、ゲル粒子は従来の揮散系で対処するのが非常に難しい。本明細書で記載される装置及び / 又は方法によって、凝縮（例えば、チューブ型エバポレータのチューブ内での）を回避するために追加の熱を加えることができる。

【 0 0 5 9 】

本明細書で記載される方法及び装置にてそれが処理される場合、 A E S における 1 , 4 - ジオキサン含量の低下に影響する 3 つの主な操作パラメータがあり、エバポレータへの蒸気の任意の注入を採用する場合、 4 つの主な操作パラメータがある。

【 0 0 6 0 】

第 1 の操作パラメータは、例えば、チューブ又はチューブの束の末端（例えば、以下で記載される要素 3 2 及び 5 7 ）での減圧沸騰槽のような回収 / 分離容器（例えば、以下で記載される容器 1 8 、容器 5 8 又はエバポレータ 2 1 6 ）にて測定されるような真空（圧力）レベルである。それが理解されるであろうように、回収容器は分離容器としても作動する。これは、 1 0 0 ~ 3 0 0 トールの範囲、例えば、 1 5 0 トールであることができ、

10

20

30

40

50

その際、低い圧力は乾燥の程度を高める。

【 0 0 6 1 】

第2の操作パラメータは、例えば、ヒートジャケット温度（例えば、以下に記載されるジャケット33、ジャケット88又はジャケット231）によって影響されるようなエバポレータ（例えば、チューブ）における温度である。

【 0 0 6 2 】

第3の操作パラメータはチューブへのペーストの供給温度である。ペーストの供給温度及びジャケットの温度は並行して設定することができ、又は別の方法では、異なることができる。スチームを注入する際、例えば、ジャケット温度と供給温度は185°F（85）に設定することができる。別の例として、スチームを用いないで乾燥する際、ジャケット温度と供給温度は240°F（116）に、又は約200°F～265°F（93～129）の範囲に設定することができる。上昇する温度によって濃縮された生成物中の水分含量が低下し、1,4-ジオキサン含量が低下する。

【 0 0 6 3 】

第4の操作パラメータは、注入スチームと供給物の比、使用される場合、例えば、スチームとペーストの総質量又は活性成分の質量の質量比である。約0～1又は0.1～1の範囲でのスチームとペースト総質量の質量比は供給物ストックの条件の範囲に適合することができる。約0～1又は0.1～1の範囲でのスチームと活性AES成分質量の質量比も熟考される。比はジオキサン除去の量に影響し、高い比はさらに多いジオキサンの除去をもたらす。従って、選択される特定の比は1,4-ジオキサン除去の所望の量に依存することができる。乾燥が注入スチームの使用と組み合わせられる場合、注入スチームは所望の1,4-ジオキサン低下の程度に応じて結果的に減少することができる。任意で、注入スチームの使用を完全に排除して取り扱うのに必要とされる凝縮物の量の低下を生じることができる。

【 0 0 6 4 】

乾燥が単独で、又はスチーム注入と組み合わせて使用される場合、達成される1,4-ジオキサン減少率の量は5～100の範囲に及んでいる。これらの場合では、方法における供給活性物に対する水蒸気の量は0.1～1の範囲に及んでいる。水蒸気の一部は、注入スチームに由来することができ、且つ一部はそれがチューブを流下するにつれて処理ペーストから蒸発させられた水分に由来することができる。

【 0 0 6 5 】

AESが実質的に乾燥しているならば、材料は、供給物流入口の濃度に水で希釈し戻すことができ、又は所望に応じて、例えば、25重量%～28重量%前後の活性物の低い局所粘度最小値に相当する濃度に希釈し戻すことができる。AES材料は、本明細書で記載される流路装置及び方法にて95重量%活性物まで乾燥させている；例えば、3モルのAESは92重量%活性物又は95重量%固形物まで乾燥させている。機能的には、生成物における残った水分含量が低ければ低いほど、同じエネルギー消費（例えば、スチームを加熱すること、例えば、ジャケット及び/又は予備加熱器を加熱すること）について1,4-ジオキサンの減少は大きい。従って、AESを、例えば、少なくとも80重量%活性物、又は少なくとも85重量%活性物、又は少なくとも86重量%活性物、又は少なくとも87重量%活性物、又は少なくとも88重量%活性物、又は少なくとも89重量%活性物、又は少なくとも90重量%活性物、又は少なくとも91重量%活性物、又は少なくとも92重量%活性物まで乾燥させることができることが熟考される。同様に、AESを、例えば、少なくとも83重量%固形物、又は少なくとも88重量%固形物、又は少なくとも89重量%固形物、又は少なくとも90重量%固形物、又は少なくとも91重量%固形物、又は少なくとも92重量%固形物、又は少なくとも93重量%固形物、又は少なくとも94重量%固形物、又は少なくとも95重量%固形物まで乾燥させることができることが熟考される。ジオキサンの除去に続いて、例えば、早めに加えられるとペーストから揮散したであろう成分、例えば、エタノールのような追加の最終生成物成分をペーストに加えることができる。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 6 】

任意で方法はさらに、2.5%を超える濃度の三酸化イオウによってアルコキシル化脂肪酸を硫酸化してアルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩を製造することを含む。濃度は、例えば、少なくとも3%又は3%を超える、又は少なくとも3.5%又は3.5%を超える、又は少なくとも4%又は4%を超える濃度であることができる。三酸化イオウ濃度を高めることは生成する1,4-ジオキサンの量を増やすが、アルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩のペーストの収率も劇的に高める。本方法では、硫酸化工程にて相対的に高い濃度の三酸化イオウを用いて収率を高め、上述の濃縮方法を用いてA E Sペーストから1,4-ジオキサンを取り除いて、さらに効率的である全体的な工程を生じることが熟考される。

10

【 0 0 6 7 】

同様に、方法は任意で、相対的に高い、例えば、少なくとも1.00、又は少なくとも1.03、又は少なくとも1.04である、例えば、1.00~1.05又は1.03~1.05の範囲であるので、アルコキシル化脂肪酸供給物のA E Sへの変換がさらに完全である三酸化イオウガスとアルコキシル化脂肪酸のモル比を持つアルコキシル化脂肪酸を硫酸化してアルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩ペーストを製造する工程を含むことができる。硫酸化工程における三酸化イオウガスとアルコキシル化脂肪酸のモル比を高めることは、生成する1,4-ジオキサンの量を高めるが、アルコキシル化脂肪アルコール硫酸塩ペーストの収率も高める。本方法では、硫酸化工程にて三酸化イオウガスとアルコキシル化脂肪酸の相対的に高いモル比を用いて収率を高め、上述の濃縮方法を用いてA E Sペーストから1,4-ジオキサンを取り除いて、さらに効率的である全体的な方法を生じることが熟考される。

20

【 0 0 6 8 】

本発明に係る方法は、一般的に指定されるジオキサン除去系10が、流入口ポンプ12、予備加熱器14、揮散器/乾燥器16、回収容器18及び、例えば、押出器、押出機又はポンプのような流出口手段20を含む図1にてさらに説明される。ほとんどの場合、ポンプが適切であろう。図2は揮散器/乾燥器16及び系の他の部分をさらに詳細に描いている。

【 0 0 6 9 】

ジオキサン含有のペーストは導管22を介して系10に入り、ポンプ12によって予備加熱器14に運ばれる。ペーストは任意の所望の固形含有物を含有してもよく、好ましくは、約68重量%~約85重量%の範囲である。ポンプ12は、ペーストが選択された温度であるようにペーストが通常176°F(80℃)~約320°F(160℃)(又は必要に応じてそれ以上)の範囲の温度に加熱される予備加熱器14を通してペーストをメーター供給する。予備加熱器14は、加熱流体が導管25を介して交換器に入り、導管27を介して交換器を出る熱交換器であり得る。

30

【 0 0 7 0 】

それを介して加熱ペーストが動く導管22はペースト成分が導管22にて減圧沸騰しないように圧力下で保持されなければならない。圧力下で溶液を維持するペースト溶液流への制限は、注入チューブ30によって、好ましくは複数の注入チューブ30によって供給されてもよく、それを介して揮散器/乾燥器16に入る直前にペーストが流れる。注入チューブ又はチューブ(複数)30は必要とされる背圧を供給して導管22における減圧沸騰を妨げるように設計される。例えば、注入チューブ30は約0.06インチから注入チューブが接続される揮散器/乾燥器16の流路の直径までに及ぶ内径を有し得る。複数の注入チューブ30が使用される場合、背圧はチューブ間でのペーストの均一な分配も保証する。

40

【 0 0 7 1 】

ペーストが注入チューブ又はチューブ(複数)30を流下するにつれて、圧力が低下し、ペーストの成分が減圧沸騰し始める。減圧沸騰の間に遊離した蒸気が次第に粘性の材料を乾燥器16に向かって下に動かす原動力として作用する。揮散器/乾燥器16の圧力は

50

、所望の気化が生じるように弁 4 5 のような制御手段によって通気口 4 4 を制御することにより選択される。

【 0 0 7 2 】

注入チューブ又はチューブ（複数）3 0 を介して揮散器 / 乾燥器 1 6 の流路又は流路（複数）3 2 にペーストが導入される。各乾燥器流路は、導管、例えば、注入チューブ 3 0 の流経路に接続される流経路（流路 3 2）を有するチューブ 3 2 a の形態である。各乾燥器チューブ 3 2 a は好ましくは約 0 . 3 1 インチ ~ 1 インチの間での内径を有する。好ましくは、揮散器 / 乾燥器 1 6 は、束にて方向付けされた複数の乾燥器チューブ 3 2 a を含み、ジャケット 3 3 のような熱交換手段によって取り囲まれる。スチームのような熱伝達材は導管 3 4 を介してジャケット 3 3 に流れ込み、導管 3 6 を介してジャケット 3 3 から流れ出る。

10

【 0 0 7 3 】

揮散器 / 乾燥器 1 6 の流入口領域 3 8 では、スチーム又は他の蒸気又は蒸気生成材が導管 4 0 を介して揮散器 / 乾燥器 1 6 に注入され得る。ペーストがチューブ又はチューブ 3 2 a を流下するにつれて、チューブ又はチューブ 3 2 a の壁を介して伝達された熱はさらにペーストから水分と 1 , 4 - ジオキサンを気化させる。蒸気が遊離し、圧力が低下するにつれて液体 / 蒸気のペースト混合の速度が高まる。高圧ガス（4 0 にて加えられる減圧沸騰成分及びスチーム又は他の蒸気を含む）及び洗剤ペーストの粒子が混合して処理流体を形成する。工程は種々の圧力で操作することができるので、乾燥器チューブを出るガス速度は通常、約 5 0 フィート / 秒 ~ 約 1 5 0 0 フィート / 秒の間である。乾燥器チューブにおける処理流体の高い速度及び乱流はチューブの壁を介した熱伝達を最大化する。

20

【 0 0 7 4 】

処理流体が揮散器 / 乾燥器 1 6 を離れるにつれて、ジオキサン含有の蒸気及び精製され、濃縮された生成物（例えば、未だペーストの形態での）が分離する。蒸気は通気口 4 4 を介して搬送され、任意で真空系に搬送される（示さず）。精製され、濃縮されたペーストはチューブの底にて容器 1 8 で回収され、ポンプ、押出器、押出機又は他の好適な装置 2 0 を利用して流出口導管 4 6 を介して容器 1 8 から取り出される。ほとんどの場合、ポンプが適切であろう。

【 0 0 7 5 】

精製し、濃縮した生成物を当該技術で既知の種々の方法で処理し、流出口導管 4 6 から最終生成物を生じ得る。上記で言及したように、濃縮したペーストを処理水 4 9 によって希釈器 4 8 にて局所粘度最小値に相当する濃度に希釈することができる。希釈工程又は追加の任意の工程にてペーストに追加の成分を加えることができる。

30

【 0 0 7 6 】

代わりの装置及び方法は図 3 ~ 5 の図面で説明される。図 3 を参照して、一般に指定される装置 5 0 は、流入口ポンプ 5 2、予備加熱器 5 4、一般的に制限する装置 5 5、チューブ 5 7 によって規定される乾燥器流路を有する揮散器 / 乾燥器 5 6、回収容器 5 8、精製され、例えば、押出器、押出機又はポンプのような濃縮された生成物のための流出口メカニズム 6 0、及び通気口のような蒸気流出口 6 1 を含む。図 3 にも示されるのは、流入口ポンプ 5 2 への組成物の供給のための供給物槽 6 2 である。

40

【 0 0 7 7 】

図 4 及び図 5 は図 3 で示した揮散器 / 乾燥器 5 6 の異なる実施形態を描くので、それぞれ参照番号 5 6 a 及び 5 6 b によって揮散器 / 乾燥器を特定する。しかしながら、同一の参照番号を用いて同一である揮散器 / 乾燥器の実施形態の要素が特定されるであろう。従って、揮散器 / 乾燥器 5 6 a 及び 5 6 b のそれぞれは、揮散器 / 乾燥器の流入口又は分配チャンパー 6 4 の下流に配置される揮散器 / 乾燥器チューブ 5 7 を含む。揮散器 / 乾燥器 5 6 a 及び 5 6 b はそれぞれその制約装置 5 5 a 及び 5 5 b に関して異なる。

【 0 0 7 8 】

原料は、供給物槽 6 2 とポンプ 5 2 との間に配置された導管 6 8 を介してポンプ 5 2 によって、任意の壁ワイブ攪拌器 6 6 を伴った、ここで示す供給物槽 6 2 から予備加熱器 5

50

4 に搬送される。ポンプ 5 2 は導管 7 0 と予備加熱器 5 4 を介して組成物をメーター供給する。

【 0 0 7 9 】

予備加熱器 5 4 は、例えば、チューブとシェル又はプレートとフレームの構成を有するもののような標準の熱交換器であることができる。特定の設計又は構成に限定されないけれども、予備加熱器 5 4 は好ましくは、スチームのような加熱流体が流入口導管 7 2 を介して予備加熱器 5 4 に入り、流出口導管 7 4 を介して好ましくは液体凝縮物として予備加熱器 5 4 を出る管状熱交換器である。加熱されたペーストは導管 7 6 を介して予備加熱器 5 4 を出る。

【 0 0 8 0 】

加熱された組成物は、成分のいずれかの気化を回避するのに十分な及び予備加熱器 5 4、導管 7 6、流入口 / 分配チャンバー 6 4 の全体を通して及び制約装置 5 5 までの単相流動様式を保証するのに十分な圧力下で維持されるべきである。不十分な圧力は、予備加熱器 5 4 における沸騰及び導管 7 6 や流入口 / 分配チャンバー 6 4 におけるスラグ流を生じるであろう。スラグ流は流路 5 7 における不均一な流れ分配を作るであろう。

【 0 0 8 1 】

図 4 を参照して、揮散器 / 乾燥器チューブ 5 7 のそれぞれへの組成物の均一な分布を保証するには、各乾燥器チューブ 5 7 への流入口 8 0 のすぐ上流の、流入口 / 分配チャンバー 6 4 と揮散器 / 乾燥器チューブ 5 7 との間に配置された流量制限 7 8 を介して流入口 / 分配チャンバー 6 4 の中に単相の組成物を流すことが必要である。各流量制限 7 8 は、流入口 / 分配チャンバー 6 4 と流入口 8 0 にて揮散器 / 乾燥器チューブ 5 7 の直径よりも断面が小さい乾燥器チューブ 5 7 との間での通路を定義する。流量制限は、揮散器 / 乾燥器チューブ 5 7 (又は流路を形成する他の幾何体) によって定義される流路の断面積より小さい管、ノズル又は穴によって定義される空隙の断面積を持つ、板を通して伸びる穿孔のような小さな管、ノズル又は開口部によって形成され得る。図 4 に示す実施形態では、制限 7 8 全てを提供する装置 5 5 a は、流入口 / 分配チャンバー 6 4 と乾燥器チューブ 5 7 のそれぞれとの間に配置される開口部板 8 3 である。板 8 3 は、複数の穿孔 8 4 と、各流量制限 7 8 を形成する各穿孔 8 4 を定義する実質的に円筒状の壁とを含む。流量制限 7 8 の直径は好ましくは約 0.75 ミリメートル (mm) (0.03 インチ) ~ 約 2 mm (0.08 インチ) の間の範囲である。揮散器 / 乾燥器チューブ 5 7 の直径は、例えば、約 6.35 mm (0.25 インチ) ~ 約 25.4 mm (1 インチ) の範囲であることができる。組成物が制限 7 8 を通って流れるにつれて、圧力が低下し、水分とジオキサンの一部が気化することができ、蒸気速度を高めるので、二相流動を促進する。水分を減圧沸騰することによって生じるかなり大きな圧力低下は、予備加熱器 5 4、導管 7 6 及び流入口 / 分配チャンバー 6 4 にて沸騰や気化が起きず、上流のペーストの流れが単相流動のままである理由である。水分の一部の気化はそれが流量制限 7 8 を通るとき、二相流動に必要な蒸気速度を創ることによって各流路 5 7 への流れの分配に間接的に寄与する。二相流動様式における流路 5 7 にわたる低い圧力低下は、各流路 5 7 への実質的に均一な流れの分配を可能にし、促進する。

【 0 0 8 2 】

これをさらに説明するために、流入口 / 分配チャンバー 6 4 における圧力を P 1、各流路 5 7 の流入口での圧力を P 2 及び生成物受取槽 5 8 の圧力を P 3 とすると、流量制限 7 8 全てに対する流入口圧力 P 1 は共通する流入口 / 分配チャンバー 6 4 のために同一であろう。また、流路全ての流出口圧力は共通する受取槽 5 8 のために同一の P 3 であろう。しかしながら、各流路 5 7 への流入口 8 0 での圧力 P 2 は、各流路 5 7 を介した圧力低下、P 2 - P 3 が一定である場合にのみ一定であろう。このことは、複数の流路 5 7 全体を通しての二相流動によってのみ達成される。P 1、P 2 及び P 3 が各乾燥流路について同一であるならば、そのような流動様式を記載する流体力学方程式は、各流路 5 7 にて流速が一定であることを述べる。

【 0 0 8 3 】

不均一な量のペーストが流路 57 に渡されると、そのような不均一な分配は流路 57 の中での不適切な及び / 又は不均一な揮散 / 乾燥の原因となり、流路 57 を塞ぐ原因となる。流路の閉塞自体は、ペーストの不均一及び / 又は不適切な揮散 / 乾燥にさらに寄与する。このことは、良好な流れの分配が多重流路の揮散器 / 乾燥器にてそのように重要である理由である。

【 0 0 8 4 】

制限 78 を離れる組成物は、水分が気化し、追加のジオキサンを揮散する加熱流路 57 を二相流動で通過し、それによって、次第に粘性の組成物を流路 57 の流出口 86 を通って回収容器 58 に押し出す。好ましくは、流路 57 は揮散器 / 乾燥器 56 の中での束にて方向付けられるチューブであり、スチームを導入することができる共有ジャケット 88 のような一般的な熱伝達メカニズムによって取り囲まれる。スチームのような熱伝達流体は導管 90 を通ってジャケット 88 に流れ込み、スチーム及び凝縮物は導管 92 を通ってジャケットを流れ出る。流路 57 の構造物の長さ、内径、厚さ、及び材料は、ジオキサンの適切な揮散を達成するように選択される。例えば、一実施形態では、各流路又はチューブ 57 は、約 6 . 35 mm (0 . 25 インチ) ~ 約 25 . 4 mm (1 インチ)、例えば、1 cm (0 . 4 インチ) の内径を有する。各チューブは約 2 メートル ~ 6 メートル、例えば、好ましくは約 3 メートルの長さを有する。しかしながら、本発明の他の実施形態は、Perry の Chemical Engineers の Handbook , 5 - 25 (第 6 版、1984) (第 7 版、1997 の 6 - 12 ~ 6 - 13 も参照) の表 5 ~ 8 にて定義されたのと同等の直径を有する流路又は導管を採用し得ることが言及される。さらに、流路、チューブ又は導管を先細にして組成物が乾燥するにつれてガス速度が徐々に高まることを保証し得る。

【 0 0 8 5 】

揮散器 / 乾燥器チューブ 57 を介した組成物の均一な分配はヒートジャケット 88 の使用によって支援されると考えられる。例えば、もしチューブ 57 が詰まり始めると、そのチューブへの組成物の流量を低下させるであろう。このことは同様に、それを介して組成物がチューブ 57 に搬送される穿孔 84 を横切る圧力低下を抑え、チューブ 57 内での圧力低下を高める。チューブ 57 の壁が実質的に一定の比率で加熱されるので、詰まりの上流の蒸気圧がチューブ 57 を吹き清め、チューブ流入口 80 にて二相流動を再確立するまで詰まったチューブ 57 の入口で圧力は上昇するであろう。

【 0 0 8 6 】

乾燥流路 57 の全長を通して組成物を運ぶ原動力は、乾燥流路 57 の蒸気速度に左右される。蒸気速度が低すぎると、所望の二相流動が持続されない。上記で述べたように、最小の速度は、例えば、粘度のような組成物の物性に幾分左右される。しかしながら、一般に、蒸気の質量流量率は、乾燥流路の断面積の $39,000 \text{ kg/hr/m}^2$ (800 lbs/hr/ft^2) を上回るべきである。

【 0 0 8 7 】

スチーム及び / 又は他の種類の蒸気手段は、導管 94 を介して流入口 / 分配チャンバー 64 に導入され、共通するスチームヘッダー 96 に導入され、次いで流量制限 98 を介して各流路流入口 80 に導入され得る。しかしながら、ジオキサンを減らすために十分な減圧沸騰が流路 57 内で生じる場合、同時のスチーム注入は不要であり得る。

【 0 0 8 8 】

上記で議論したように、図 4 は流量制限装置 55a が各流路 57 への入口で穴を開けた穿孔 84 と共に流路 57 の入口に位置する開口部板 83 である実施形態を示す。幾分さらに良好な温度 / 圧力の平衡は、2つの開口部板 100 及び 102 を含む図 5 で示す制限装置 55b を用いて一部の適用で達成することができる。開口部板 100 及び 102 は、各チューブ 57 の上流に順次配置される複数の流量制限を提供する。具体的には、図 5A を参照して、第 1 の制限 105 及び第 2 の制限 106 がガスケット 108 によって互いに分離されて順次配置される。各流量制限 105、106 及びガスケット 108 が穿孔を定義する。第 1 の流量制限 105 の各穿孔 109 は、ガスケット 108 の少なくとも 1 つの穿

孔 1 1 0 及び第 2 の制限 1 0 6 の穿孔 1 1 2 及び少なくとも 1 つのチューブ 5 7 と流体連通する。流量制限を提供するために、各穿孔 1 0 9 及び 1 1 2 の直径はチューブ 5 7 の内径よりも小さい。好ましくは、図 5 に示すように、穿孔 1 0 9 及び 1 1 2 はガスキットの穿孔 1 1 0 の直径よりも小さい。制限の穿孔 1 0 9、1 1 2、ガスキットの穿孔 1 1 0 の例となる直径及びチューブ 5 7 の内径はそれぞれ、1 . 6 mm (0 . 0 6 2 5 インチ)、1 2 . 7 mm (0 . 5 インチ) 及び 1 2 . 7 mm (0 . 5 インチ) である。相対的な直径のサイズに基づいて、チャンバー 1 1 4 は各 2 つの制限 1 0 5 と 1 0 6 との間に配置される。チャンバーの上部と底部はそれぞれ、第 1 及び第 2 の制限 1 0 5 及び 1 0 6 によって定義され、チャンバー 1 1 4 の側壁 1 1 6 はガスキット 1 0 8 の厚さによって定義される。

10

【 0 0 8 9 】

図 5 及び図 5 A に示すように、制限 1 0 5、1 0 6 及びその中の穿孔 1 0 9、1 1 2 は互いに協調しないが、代わりに、中心線から約 3 mm (0 . 1 2 5 インチ) ずらして配置される中心軸を有する。従って、制限 1 0 5 及び 1 0 6 を通る組成物の流れは「蛇のよう」であり、直線ではない。これは、上流の導管 7 6 及び予備加熱器 5 4 にて背圧を提供するのに役立つと考えられる。加熱された単相の組成物が第 1 の制限 1 0 5 に入り、通過するにつれて、二相流動がチャンバー 1 1 4 に出る。二相流動がチャンバー 1 1 4 を出て、第 2 の制限 1 0 6 に入るにつれて、さらに多くの水蒸気が減圧沸騰され、さらに多量の二相流動がチューブ 5 7 の流入口 8 0 に出る。二相流動現象の開始は図 4 で示す単一制限乾燥器の設計に関して上記で詳述したものと同じであり、同様に最大の減圧沸騰及び複数の

20

【 0 0 9 0 】

ペーストの流量は、流量制限装置 5 5 b に入り、それを通過するにつれて大きく制限されるので、十分な背圧が達成される。流量制限装置 5 5 a 及び 5 5 b を介した十分な圧力低下は大部分、「速度水頭」圧損失として知られるものによる。流量制限に入るのに先立って、ペーストは単相の液体 / ゲルの形態であり得る。単相のペーストが流量制限 7 8 又は流量制限 1 0 5 及び 1 0 6 を通過するにつれて、材料が制限を通過するとき経験する圧力低下 (例えば、約 3 パール (平方インチ当たり 4 5 ポンド (p s i)) ~ 約 1 5 パール (2 2 5 p s i)) によってペーストの一部は泡状の二相材料に揮発する。速度の急激な上昇は、「速度水頭」圧損失 - ペーストからの水分の気化を最大化するのに必要な圧損失を生じる。十分な速度水頭圧損失はほとんどの場合、図 5 で示す二重開口部板 1 0 0 及び 1 1 2 の代わりに図 4 で示す単一開口部板 8 3 を用いることによって達成できる。上記で言及したように、他の好適な制限装置には、先細ノズル、末広ノズル、先細末広ノズル、小径注入器チューブ及び同一の流れ幾何体によって製造することができる他の形状が挙げられる。これらの装置の全てにおける開口部のサイズは必要とされる背圧に対して十分な二相流動の速度を生じるのに十分小さくなければならない。

30

【 0 0 9 1 】

各流路 5 7 にわたって圧力低下を一定に保持することによって各流路 5 7 を通る均一な流量が確保される。このように、流量制限 1 0 5 及び 1 0 6 は各揮散器 / 乾燥器の流路流入口における均一圧力の点に流量を均一に分配している。各流路 5 7 における一定の圧力低下は、流路 5 7 の全長にわたって二相流動が存在すれば初めて維持することができる。予備加熱器 5 4 と流量制限 7 8 (又は 1 0 5 及び 1 0 6) の組み合わせは所望の均一な流量分配を間接的に生じるように一緒に機能する。開口部を介した材料の従来の減圧沸騰は、材料が一定の圧力での共通チャンバーに減圧沸騰していれば初めて流量を均一に分配することが言及される。乾燥流路 5 7 は流量制限と共通の受取容器 5 8 との間にある。従って、各流路 5 7 の末端で共通チャンバーとの組み合わせにて乾燥流路全てで二相流動様式を達成することは、各流路 5 7 の流入口で本質的に一定の流入口圧力を可能にするので、分配は均一である。

40

【 0 0 9 2 】

50

いったん流量制限 7 8 (又は 1 0 5 及び 1 0 6) が設置されると、異なる背圧が所望されるたびごとに置き換える必要はない。設置された制限によって生成される背圧の量は方法全体を通して特定の操作条件を変えることによって調整することができる。例えば、所与の流量制限にわたる圧力低下を支配する変数には、供給組成物の流速及び温度の双方が含まれる。予備加熱器 5 4 における減圧沸騰を防ぐのに必要とされる相対的に高い圧力低下を達成するには、制限における開口部の断面積が、液体が二相に減圧沸騰する場合、蒸気速度が所望の圧力低下を生じるのに十分高いように十分に小さくしなければならない。供給組成物の温度が高ければ高いほど、蒸気速度が高いため、流量制限にわたる圧力低下が高い。供給組成物の温度は上流の予備加熱器 5 4 によって制御されることを思い出すこと。組成物が予備加熱器 5 4 にて過熱されなければ、流量制限にて減圧沸騰は起こらず、圧力低下は相対的に低い。

10

【 0 0 9 3 】

組成物が流量制限 7 8 (又は 1 0 5 及び 1 0 6) を通って流れるにつれて、圧力が低下し、水成分及びジオキサン成分は蒸気相に減圧沸騰する。この減圧沸騰の間に遊離された蒸気が乾燥器チューブ 5 7 を通る組成物の残りを進ませる原動力として作用する。遊離された水蒸気は組成物からジオキサンを揮散させるように役立つ。揮散器 / 乾燥器の流路 5 7 内での絶対圧は、とりわけ、所望の気化が起きるように揮散器 / 乾燥器 5 6 の通気口 6 1 を制御することによって選択される。二相流動で操作する際、流路 5 7 にわたる圧力低下は、ほとんどの場合、相対的に低く、例えば、0 . 5 パール (7 . 5 p s i) ~ 2 . 0 パール (3 0 p s i) の範囲であることができる。

20

【 0 0 9 4 】

組成物の残りが流路 5 7 を通過するにつれて、チューブ 5 7 の壁 5 7 a を通って伝達された熱は組成物から追加の水分を気化させる。二相の液体 / 蒸気の混合物の速度は、蒸気が遊離され、圧力が下げるにつれて上昇する。高圧ガス (減圧沸騰する溶媒及びスチーム又は導管 9 4 を介して加えられ得る他の高圧ガス) と組成物の粒子が混ざって二相流動を形成する。工程は通気口 6 1 を介して蒸気の流量を制御することによって真空下にて種々の圧力で操作することができるので、流路 5 7 を出るガス速度は約 1 5 . 2 5 メートル / 秒 (m / 秒) (5 0 フィート / 秒 (f t / 秒)) ~ 約 4 6 0 m / 秒 (1 , 5 0 0 f t / 秒) の範囲で維持することができる。乾燥器流路 5 7 における二相流動の高い速度及び乱流は流路 5 7 の壁 5 7 a を通る熱伝達を最大化する。

30

【 0 0 9 5 】

制限流入口での温度を用いて減圧沸騰の量を制御する。従って、制限流入口の温度は、組成物からジオキサンを揮散させるのに十分な及び流路を閉塞させることなく制限及び流路を通してペーストを受取槽に進めるのに十分な蒸気の減圧沸騰を生成するのに十分高くすべきである。流入口温度及び生成される減圧沸騰の量とのその関係は、当然、特定の組成物及び組成物の熱感受性に左右される。生成物の乾燥度は乾燥器ジャケット 8 8 における加熱流体の温度によって主として制御される。この温度は生成物の熱感受性によっても制限される。従って、各異なる組成物は異なる一連の操作条件を必要とし得る。

【 0 0 9 6 】

二相流動が揮散器 / 乾燥器 5 6 を出るにつれて、ジオキサン含有の蒸気及び精製され、濃縮された組成物が分離される。ジオキサン含有の蒸気は通気口 6 1 を通って、任意で真空系 1 2 2 に行く。精製され、濃縮された組成物は流路の出口に位置する容器 5 8 にて回収され、ポンプ、押出器、押出機又は他の装置 6 0 を利用した流出口導管 1 2 4 を介して容器 5 8 から取り出され、処理水 6 5 によって希釈器 6 3 にて希釈される。容器 5 8 は流路流出口の操作圧力よりも少ない圧力で作動し、且つ真空下で作動する。そのような減圧下及び / 又は真空条件下で容器 5 8 を操作することは蒸気と精製され、濃縮された材料の容易な分離を可能にする。

40

【 0 0 9 7 】

最終製品を製造するために、流出口導管 1 2 4 から、精製され、濃縮された生成物を種々の単位操作に供し得る。多くの場合、揮散器 / 乾燥器 5 6 から排出された熱い生成物を

50

保存又は希釈に先立って冷却する。

【 0 0 9 8 】

本明細書で記載されるように、精製され、濃縮された生成物を希釈し得る。

【 0 0 9 9 】

乾燥の方法及び装置を用いて、広い範囲の粘度及びジオキサン含量を有する供給物質から精製され、濃縮された洗剤を形成し得る。例えば、乾燥器 5 6 に供給される加熱された物質は、薄いペースト（およそ 5 0 センチポイズ）～非常に濃厚なペースト（およそ 5 0 0 , 0 0 0 センチポイズ）の範囲に及び得る。

【 0 1 0 0 】

本発明に係る別の方法及び装置は、一般に指定されるジオキサン除去系 2 1 0 が、流入
口ポンプ 2 1 2、任意の予備加熱器 2 1 4、ワイプフィルムエバポレータ 2 1 6、例えば
、押出器、押出機又はポンプのような流出口手段 2 1 8、及び希釈器 2 2 0 を含む図 1 8
にてさらに説明される。ほとんどの場合、ポンプが適切であろう。

【 0 1 0 1 】

ジオキサン含有のペーストは導管 2 2 2 を介して系 1 0 に入り、ポンプ 2 1 2 によって
任意の予備加熱器 2 1 4 に入れられる。ペーストは所望の固形分含量を含有してもよく、
好ましくは、約 6 8 重量%～約 8 5 重量%の範囲である。ポンプ 2 1 2 は、ペーストが選
択された温度であるようにペーストが通常、1 7 6 ° F (8 0) ～約 3 2 0 ° F (1 6
0) (必要に応じてそれより高い) の範囲での温度に加熱される予備加熱器 2 1 4 を介
してペーストをメーター供給する。予備加熱器 2 1 4 は、加熱流体が導管 2 2 5 を介して
交換器に入り、導管 2 2 7 を介して交換器を出る熱交換器であり得る。

【 0 1 0 2 】

加熱されたペーストがそれを介して移動する導管 2 2 2 はペースト成分が導管 2 2 2 で
減圧沸騰しないように圧力下で保持されなければならない。ペーストは流入口 2 2 9 を介
してワイプフィルムエバポレータに導入される。エバポレータ 2 1 6 は加熱のためにジャ
ケットで囲まれる（要素 2 3 1）。ペーストは流出口 2 3 3 に向かってエバポレータを流
下する。ジオキサン含有の蒸気流はガス流出口 2 3 5 を通って出るが、それは真空ポンプ
2 3 7 と連通する。ペーストがエバポレータ 2 1 6 を流下するにつれて、加熱ジャケット
2 3 1 からエバポレータ 2 1 6 の壁を通して伝達された熱がペーストから水分とジオキサ
ンをさらに気化させる。

【 0 1 0 3 】

処理流体がエバポレータ 2 1 6 を離れるにつれて、ジオキサン含有の蒸気と精製され、
濃縮された生成物（例えば、未だペーストの形態）が分離する。蒸気は通気口 2 3 5 を介
して、任意で真空系 2 3 7 に採取される。精製され、濃縮されたペーストは底にてエバポ
レータ 2 1 6 で回収され、ポンプ、押出器、押出機又は他の好適な装置 2 1 8 を利用した
流出口導管 2 3 3 を介してエバポレータ 2 1 6 から取り出される。ほとんどの場合、ポン
プが適切であろう。精製されたペーストは希釈器 2 2 0 にて処理水 2 3 9 によって希釈さ
れる。系 2 1 0 は任意で、例えば、スチーム 2 4 3 又は他のガスの注入のための、エバポ
レータ 2 1 6 の底に向かう流入口 2 4 1 を含むことができる。

【 0 1 0 4 】

理論

以下はこの理論的な区分で使用される命名法である：

$p p m_x$ は常に流れ X におけるジオキサンの 1 0 0 万分率である。

$\%_x$ は常に流れ X における水分のパーセントである。

$\% A_x$ は流れ X における活性物のパーセントである。

M_x は X のモル流速である。

$M w_x$ は X の分子量である。

$\#_x$ は X の質量又は重量流速である。

x_x は液体状態における X のモル分率である。

y_x は蒸気状態における X のモル分率である。

V_{px}^0 は成分 X の蒸気圧である。

P_T は平衡が生じた場合の系の総圧力である。

【 0 1 0 5 】

X の値

D はジオキサンである。

W は水分である。

A i r は空気である。

V は蒸気である。

P は生成物である。

F は供給物である。

S はスチームである。

i は方程式全体を通して一貫して使用される任意の成分である。

【 0 1 0 6 】

定数及び比は使用されるように定義されるであろう。

【 0 1 0 7 】

ジオキサン減少率 D_R は生成物のジオキサンのレベルで割った供給物のジオキサンの比として定義される。これは、生成物の水分含量が供給物と同じであることを前提にするが、それは常に真実であるわけではない。正確な定義は

【数 1】

$$D_R \equiv \frac{ppm_F / \%A_F}{ppm_P / \%A_P} \quad \text{方程式 1}$$

である。

【 0 1 0 8 】

上記の定義、方程式 1 から出発して、我々は、系の性能を予測するのに使用することができる点でジオキサン減少率の表現を導き出すことができる。

【 0 1 0 9 】

以下は系の周りでのジオキサンの均衡である。

$$\#_F ppm_F = \#_P ppm_P + \#_V ppm_V$$

【 0 1 1 0 】

次は系の周りでの活性物の均衡である。

$$\#_F \%A_F = \#_P \%A_P$$

【 0 1 1 1 】

方程式を組み合わせると以下を得る：

【数 2】

$$\frac{\#_F ppm_F}{\#_F \%A_F} = \frac{\#_P ppm_P + \#_V ppm_V}{\#_P \%A_P}$$

【 0 1 1 2 】

それを以下に単純化すると

【数 3】

$$\frac{ppm_F}{\%A_F} = \frac{ppm_P + \#_V / \#_P ppm_V}{\%A_P}$$

10

20

30

40

50

【 0 1 1 3 】

単純化し、組み合わせた方程式の左辺はジオキサン減少率の定義で使した一番上の項と同一なので、方程式 1 に置換することができる：

【数 4】

$$D_R = \frac{ppm_P + \frac{\#_V}{\#_P} ppm_V}{\frac{\%A_P}{ppm_P / \%A_P}}$$

10

【 0 1 1 4 】

それを同様に単純化すると、

【数 5】

$$D_R = 1 + \frac{\#_V}{\#_P} \frac{ppm_V}{ppm_P}$$

方程式 2

【 0 1 1 5 】

項、スチーム比 S_R は、方法で使される揮散するスチームの量を記載するのに使される。スチーム比は最終生成物との平衡におけるスチームの量と同等であり、又は

20

【数 6】

$$S_R \equiv \frac{\#_S}{\#_P} = \frac{\#_V}{\#_P}$$

と同等である。

【 0 1 1 6 】

系における蒸気は本質的に純粋な水であり、わずかな ppm のジオキサンは安全に無視できるので、我々はジオキサン減少率の方程式を以下のように改変することができる。

【数 7】

$$D_R = 1 + S_R \frac{ppm_V}{ppm_P}$$

方程式 3

30

【 0 1 1 7 】

この方程式は、スチーム比が操作者によって制御される変数であり、生成物のジオキサン含量は我々が獲得しようと試みている変数であるという点で非常に有用である。ジオキサン率を予測するには、操作者によって制御される変数を用いて蒸気相のジオキサン含量が決定されなければならない。

【 0 1 1 8 】

系を評価する場合、一段階で可能である最大分離である蒸気 / 液体の平衡を決定することが必須である。3 つの以下の分析は、理想的な二成分系、次いで経験的データを伴った二成分系、及び最終的には揮散のための無視できるガスを用いた非二成分系として系を処理する。

40

【 0 1 1 9 】

理想的な解決

理論的な平衡は、以下のように液体及び蒸気において成分の部分圧をその成分のモル分率に関係付けるラウールの法則及びダルトンの法則から決定することができる。

【数 8】

$$x_i V_{p_i}^0 = p_i = y_i P_T$$

【0 1 2 0】

部分圧は、以下の方程式を生み出して排除することができる。

【数 9】

$$P_T = \frac{x_i}{y_i} V_{p_i}^0 \quad 10$$

【0 1 2 1】

系の総圧力を用いて我々の関心のある場合に任意の 2 つの成分の関係を決定することができる。

【数 1 0】

$$\begin{aligned} \frac{x_D}{y_D} V_{p_D}^0 &= \frac{x_W}{y_W} V_{p_W}^0 \\ y_D &= y_W \frac{x_D}{x_W} V_{p_D}^0 / V_{p_W}^0 \end{aligned} \quad 20$$

【0 1 2 2】

活性物における任意の化合物について同じ種類の関係が発生し得ることに留意のこと。例として、油は十分な蒸気圧を有し、経験は揮散の際、油含量が減ることを示す。

【0 1 2 3】

分離方法では、分離因子を一般に用いて方程式を単純化するが、それは、蒸気平衡の場合、平衡温度での 2 つの成分の蒸気圧の比（相対揮発度）である。温度に対するジオキサンと水分についての分離因子のグラフは方程式の作成に従う。分離因子は以下のように定義される：

【数 1 1】

$$\frac{V_{p_D}^0}{V_{p_W}^0} = S_f \quad 30$$

【0 1 2 4】

方程式は以下ようになる：

【数 1 2】

$$y_D = y_W \frac{x_D}{x_W} S_f \quad 40$$

方程式 4

【0 1 2 5】

分離因子（相対揮発度）のグラフは図 6 及び図 7 にて異なる 2 つの x 軸と共に示される。蒸気相はほとんど純粋な水であるので、ある圧力でのスチームの温度を用いて x 軸を同一視することができるが、温度及び圧力は減圧沸騰容器で測定されるべきであり、特に温度はペーストのものであるべきである。我々は平衡を決定しようとしているので、揮散器の流入口でのペーストと蒸気の特性は、それらが平衡ではなく、減圧沸騰槽で測定されなければならないので興味を引かず、最後にペーストと蒸気は分離の前に接触する。

【0 1 2 6】

50

一般に決定され、実際面で利用可能である変数を使用するように方程式をさらに改変することができる。

【数 1 3】

$$\begin{aligned} y_D &= ppm_V \#_V / Mw_D / M_V / 1,000,000 \\ y_W &= \%_V \#_V / Mw_W / M_V / 100\% \\ x_D &= ppm_P \#_P / Mw_D / M_P / 1,000,000 \\ x_W &= \%_P \#_P / Mw_W / M_P / 100\% \end{aligned}$$

【0 1 2 7】

10

方程式 4 に置換して：

【数 1 4】

$$\begin{aligned} ppm_V \#_V / Mw_D / M_V / 1,000,000 \\ = (\%_V \#_V / Mw_W / M_V / 100\%) (ppm_P \#_P / Mw_D / M_P / 1,000,000) \\ / (\%_P \#_P / Mw_W / M_P / 100\%) S_f \end{aligned}$$

【0 1 2 8】

単純化した方程式は以下である：

【数 1 5】

$$ppm_V / ppm_P = S_f (\%_V / \%_P)$$

方程式 5

20

【0 1 2 9】

この方程式は 2 つの流れの組成物を想定せず、方程式 2 にて我々が必要とした項を我々に与えてジオキサン減少の理論的決定を行う。

【数 1 6】

$$D_R = 1 + S_R ppm_V / ppm_P$$

方程式 3

30

【0 1 3 0】

方程式 5 を方程式 3 に置換して、我々は以下を得る：

【数 1 7】

$$D_R = 1 + S_R S_f \%_V / \%_P$$

方程式 6

【0 1 3 1】

($S_f \%_V / \%_P$) を I_f に等しく設定して、方程式を以下に単純化する。

40

【数 1 8】

$$D_R = 1 + S_R I_f$$

方程式 7

【0 1 3 2】

図 8 での次のグラフは異なる濃度での I_f の値を示す。

【0 1 3 3】

経験的モデル

前述は、二成分蒸気 / 液体系の理想的な挙動に基づく。実際に結果と比べた場合、予測

50

された平衡は、経験的データを説明するのに必要な値のおよそ半分である。ジオキサン及び水分は理想的な方法で挙動しないことが知られている。マーギュレス方程式はモデルの二成分液体系に対する経験的な方法である。ラウールの法則の代わりにマーギュレス方程式を用いて以下は同じ手順である。

【数 1 9】

$$x_i \gamma_i V_{p_i}^0 = p_i = y_i P_T$$

【 0 1 3 4】

γ_i が活性係数である場合。上記のように計算を継続する：

10

【数 2 0】

$$\begin{aligned} P_T &= \frac{x_i}{y_i} \gamma_i V_{p_i}^0 \\ \frac{x_D}{y_D} \gamma_D V_{p_D}^0 &= \frac{x_W}{y_W} \gamma_W V_{p_W}^0 \\ y_D &= y_W \frac{x_D}{x_W} \gamma_D / \gamma_W V_{p_D}^0 / V_{p_W}^0 \end{aligned}$$

$$\frac{V_{p_D}^0}{V_{p_W}^0} = S_f$$

20

$$y_D = y_W \frac{x_D}{x_W} \gamma_D / \gamma_W S_f$$

方程式 8

【 0 1 3 5】

活性係数は、

【数 2 1】

$$\begin{aligned} \ln \gamma_D &= X_W^2 [A_{DW} + 2 (A_{WD} - A_{DW}) X_D] \\ \ln \gamma_W &= X_D^2 [A_{WD} + 2 (A_{DW} - A_{WD}) X_W] \\ \gamma_D / \gamma_W &= e^{X_W^2 [A_{DW} + 2 (A_{WD} - A_{DW}) X_D] - X_D^2 [A_{WD} + 2 (A_{DW} - A_{WD}) X_W]} \end{aligned}$$

30

である。

【 0 1 3 6】

例えば、水分含量が重量パーセントで測定される一方で、我々は 20 重量 ppm 以下のレベルを達成することを試みてジオキサンを揮散させている。モル分率に変換すると、 x_D の値はゼロに近づき、これらの項を外して以下を得ることができる：

【数 2 2】

$$\begin{aligned} \gamma_D / \gamma_W &= e^{X_W^2 [A_{DW} + 2 (A_{WD} - A_{DW}) X_D] - X_D^2 [A_{WD} + 2 (A_{DW} - A_{WD}) X_W]} \\ \gamma_D / \gamma_W &= e^{X_W^2 A_{DW}} \end{aligned}$$

40

【 0 1 3 7】

方程式 8 に置換して、

【数 2 3】

$$y_D = y_W \frac{x_D}{x_W} e^{X_W^2 A_{DW}} S_f$$

方程式 9

これは、理想的な場合、方程式 4 の同等物である。

50

【 0 1 3 8 】

A_{DW} の公表された値は以下のとおりである。

【表 1】

温度℃	活性定数
3 5	1 . 8 2 5 3
5 0	1 . 8 9 3 7
7 0	1 . 9 3 7 4
9 5	1 . 9 7 8 3

10

【 0 1 3 9 】

理想的な場合として同様に継続するが、マーギュレス補正用の項を加えると、方程式は以下である：

【数 2 4】

$$ppm_V / ppm_P = S_f e^{X_W^2 A_{DW}} (\%_V / \%_P) \quad \text{方程式 1 0}$$

及び

20

【数 2 5】

$$D_R = 1 + S_R S_f e^{X_W^2 A_{DW}} 100\% / \%_P \quad \text{方程式 1 1}$$

【 0 1 4 0 】

方程式が扱いにくい場合があるので、方程式の最後の項を

【数 2 6】

$$M_f = S_f e^{X_W^2 A_{DW}} 100\% / \%_P \quad 30$$

であるマーギュレス因子に組み入れている。

【 0 1 4 1 】

新しい方程式を作るには：

【数 2 7】

$$D_R = 1 + S_R M_f: \quad \text{方程式 1 2}$$

40

【 0 1 4 2 】

図 9 ~ 1 6 のグラフは、種々の活性物の分子量と共に異なる活性物の濃度についてのマーギュレス因子を示す。グラフは、活性物の温度に対するマーギュレス因子を示す第 1 の群と減圧沸騰槽圧力に対する第 2 の設定で重複させる。

【 0 1 4 3 】

多数の異なる条件及び異なるモルのエトキシ化での材料についての経験的データに対して方程式 1 2 をチェックした。生成物のジオキサン含量に対する理論からの逸脱を考慮することによって幾つかの結論を引き出すことができる。ペーストの水分含量に類似する値に近づく誤差の否定の傾向がある。だから、2 5 % 水分のペーストについては、分離は理論上 7 5 % 又は - 2 5 % の誤差に近づいていると思われ、1 5 % ペーストは理論上 8 5

50

%又は-15%の誤差に近づいている。論理的には、ペーストにおける0%水分で、ジオキサンのレベルは0であるはずであり、誤差は0%である。理想に対するこの変動は特定の設計にとって独特であり、言い換えれば、真空中和器としての、異なる長さ又は異なる設計原理の揮散器は異なる効率を有する。

【0144】

方程式12を改変して経験的試験で見られるものを反映させることができる：

$$D_R = (1 + e S_R M_f) \quad \text{方程式 1 6}$$

ここで、eは揮散器の効率である。本明細書で記載される装置で使用する良好な値は70%活性物のペーストについて約75%である。

【0145】

理論の適用及び実際の適用

我々は方程式11を検討して乾燥の際の効果を見る。

【数28】

$$D_R = 1 + S_R S_f e^{X_W^{ADW} 100\% / \%_p} \quad \text{方程式 1 1}$$

【0146】

項 $\%_p$ は最終的なペーストにおける水分の重量パーセントである。水分の量がゼロに近づくとつれて、ジオキサンの減少率が無限大に近づくのは明らかである。ジオキサンの蒸気圧は水より大きく、そうであるならば、水は全て蒸発させられ、その後ジオキサンも全て蒸気相に入り、取り除かれるので、これは当然である。これは実験データと一致する。

【0147】

始動の間にジオキサンの除去レベルに達するのに困難さがあるのであれば、又は除去を増やす必要があるのであれば、行動方針の1つは生成物を軽く乾燥させることである。スチーム比はチューブの排出時のスチームと生成物の比であるので、乾燥はスチームの量を増やし、生成物の量を減らし、スチーム比 S_R を高める。方程式11に基づいて、低水分含量のペースト、100%/ $\%_v$ はさらに良好な減少を達成する。さらに、生成物の水分レベルが下がり、方程式16でのeが高まるので、我々は実際面では平衡に近づくとと思われる。

【0148】

揮散の間に生成物を乾燥させる別の理由がある。乾燥させると系は平衡にさらに近づくことが認められている。特定の理論に束縛されることを意図しないで、水分が膜で気化するにつれて膜全体を通してペーストとの良好な接触があると考えられる。

【0149】

本明細書で記載されるように、希釈系を含めて最終的な生成物の濃度を調整することが望ましい。原則として、スチームの量をできるだけ少なくして特定のレベルの減少を達成するために、高度な固形物（例えば、68重量%～85重量%の範囲）に中和し、ジオキサンを揮散させ、ペーストを乾燥させ/濃縮し、次いでペーストを希釈することが望ましい。これを行う上での制約は中和したペーストの粘度及びその後の取り扱い問題である。

【0150】

本明細書で記載される揮散器/乾燥器系を順次用いることによって、又は単一段階を介してキャンペーンを行うこと（ユニットを介して生成物を複数回実行すること）によって考えられる有意なコスト削減があり得る。2段階に比べて3段階でのスチーム消費でははるかに少ない劇的な改善があり得るが、特にキャンペーン様式では3以上の段階が望ましい状況が依然としてある。すなわち、工程混乱の間に起こり得るように、1段階について正常なもののジオキサンの過剰な減少が必要とされる場合。この場合、ジオキサン減少率は D_R^n であり、その際、 D_R は1段階のジオキサン比であり、nは段階の数である。1段階を想定する例が5:1の減少を得るとき、2段階は25:1を得、3段階は125:1を得る。

10

20

30

40

50

【 0 1 5 1 】

実施例

限定することが意図されない以下の実施例を用いて本発明をさらに記載し、説明する。機器条件、処理条件、原料条件及び生成物条件は、図 1 7 a 及び図 1 7 b に分けた表にて実施例 1 ~ 1 7 に提供される。実施例 1 及び 2 では、方法は、チューブの内径が 0 . 4 インチ (1 c m) で 2 インチ (5 c m) の内径のパイプの 1 0 フィート (3 メートル) の伸長が続く 1 0 フィート (3 メートル) の 3 チューブ束状構造を用いた。実施例 3 ~ 1 7 の残りでは、方法は、チューブ内径が 0 . 4 インチ (1 c m) である単一の 1 0 フィート (3 メートル) の 3 チューブ束状構造を用いた。

【 0 1 5 2 】

実施例は、本明細書で記載される方法に従って 1 0 0 を超えるジオキサン減少率が達成されたことを示している。実施例はまた、追加の揮散スチームの注入が特に有利である一方で、原料にすでに存在する水分からのスチームの減圧沸騰が約 7 ほど高いジオキサン減少率を達成することができることも示している (実施例 1 6 を参照) 。実施例はまた、相対的に高い程度に生成物を乾燥させることの有益な効果も示している。例えば、実施例 1 及び 2 を比べて、濃縮されたペースト生成物の水分含量は実施例 1 で 1 0 % 及び実施例 2 で 5 % だった。1 , 4 - ジオキサン減少率は実施例 1 で 4 6 、及び実施例 2 で 1 0 3 (2 倍以上) だったのに対して、注入スチームは一定のままだったが、乾燥温度は上昇した。

【 0 1 5 3 】

本発明の範囲内での改変は当業者に明らかであろうから、前述の記載は理解の明瞭さのためのみに与えられるのであって、不必要な限定はそれらから理解されるべきではない。

【 0 1 5 4 】

本明細書及び以下に続く特許請求の範囲の全体を通して、文脈が特に要求しない限り、単語「含む (c o m p r i s e) 」及び「含む (c o m p r i s e s) 」や「含む (c o m p r i s i n g) 」のような変形は、述べられた整数又は工程又は整数若しくは工程の群の包含を暗示するが、他の整数又は工程又は整数若しくは工程の群の排除は暗示しないように理解されるであろう。

【 0 1 5 5 】

本明細書の全体を通して、組成物が成分又は材料を含むとして記載される場合、特に記載されない限り、組成物は引用された成分又は材料の任意の組み合わせから本質的に成る又は成ることもできることが熟考される。同様に、方法が特定の工程を含むとして記載される場合、特に記載されない限り、方法は、引用された工程の任意の組み合わせから本質的に成る又は成ることもできることが熟考される。本明細書で説明的に開示される本発明は、本明細書で具体的に開示されない要素又は工程の非存在下で実践され得る。

【 0 1 5 6 】

本明細書で開示される方法の実践及びその個々の工程は、手動で実施することができ、及び / 又は電子機器によって提供される自動化の助けを借りて又は自動化によって実施することができる。特定の実施形態を参照して方法を記載してきたが、当業者は方法に関連する行為を実施する他の方法を使用し得ることを容易に十分に理解するであろう。例えば、種々の工程の順序は、特に記載されない限り、方法の範囲又は精神から逸脱することなく変更され得る。加えて、個々の工程の一部は組み合わせ、省略し、又はさらに追加の工程に細分することができる。

【 0 1 5 7 】

本明細書で引用された特許、出版物及び参考文献は全て参照によって完全に組み入れられる。本開示と組み入れられる特許、出版物及び参考文献との間で不一致がある場合、本開示が調整すべきである。

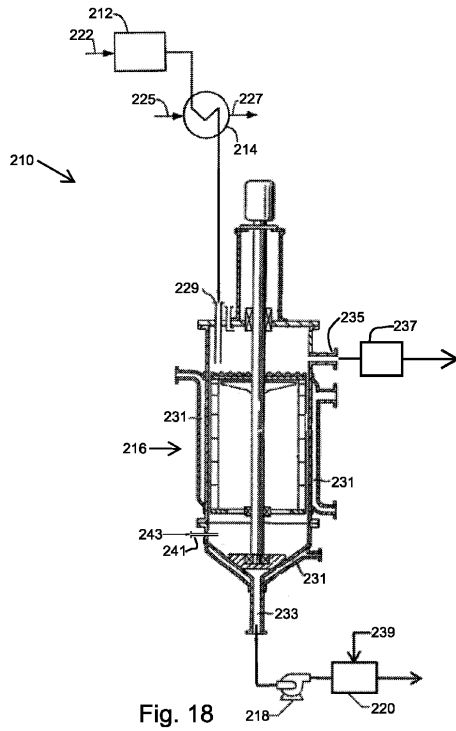
10

20

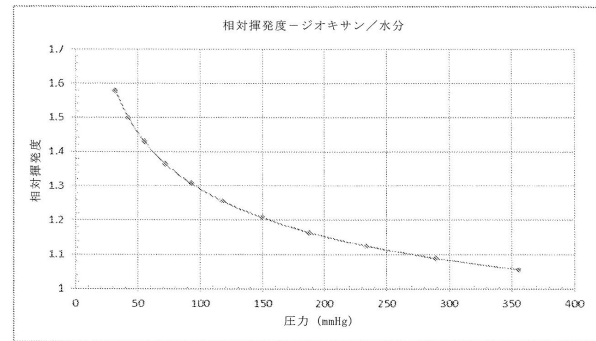
30

40

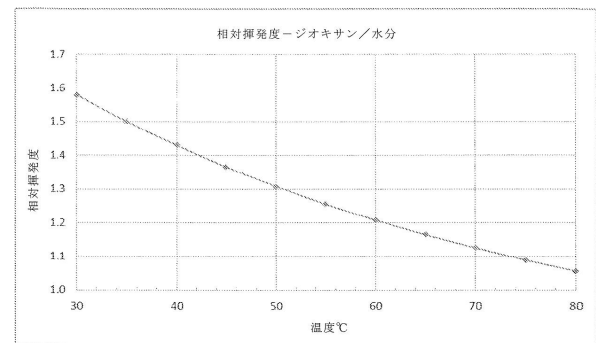
【図 18】



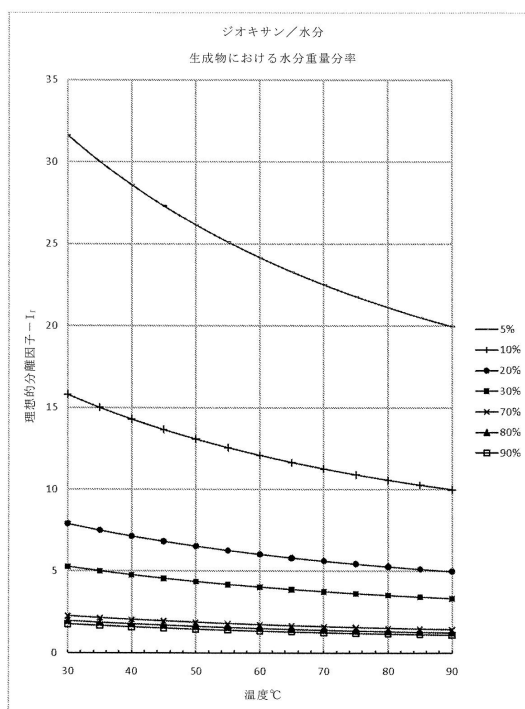
【図 6】



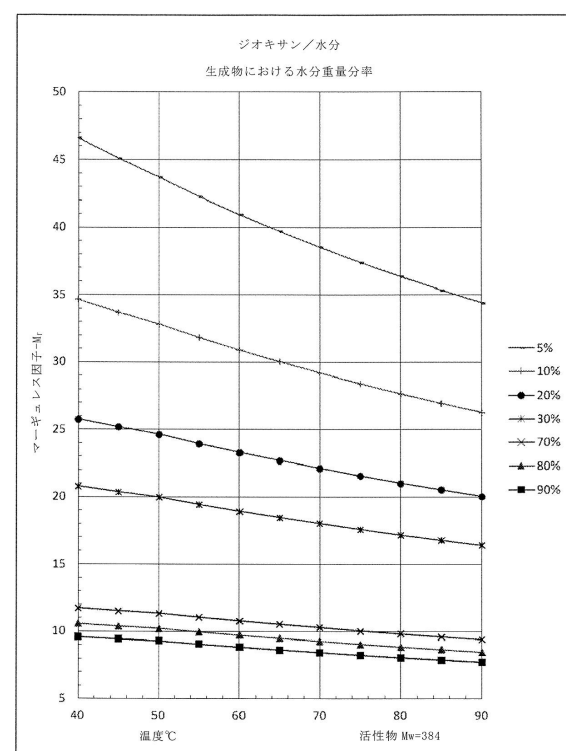
【図 7】



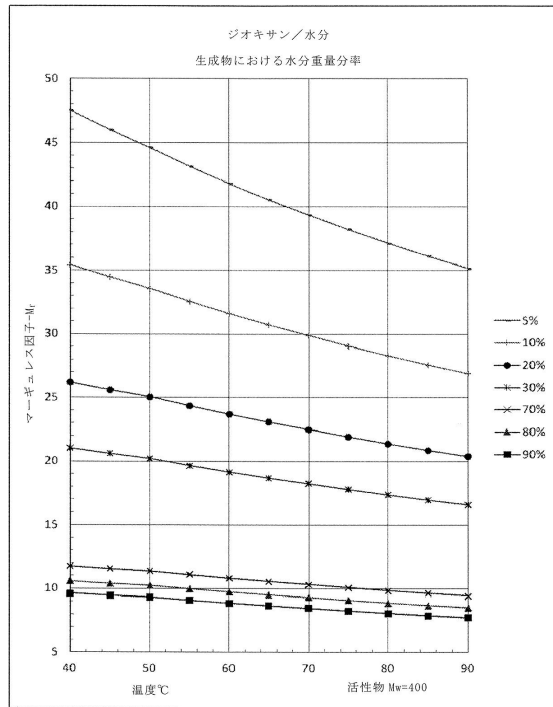
【図 8】



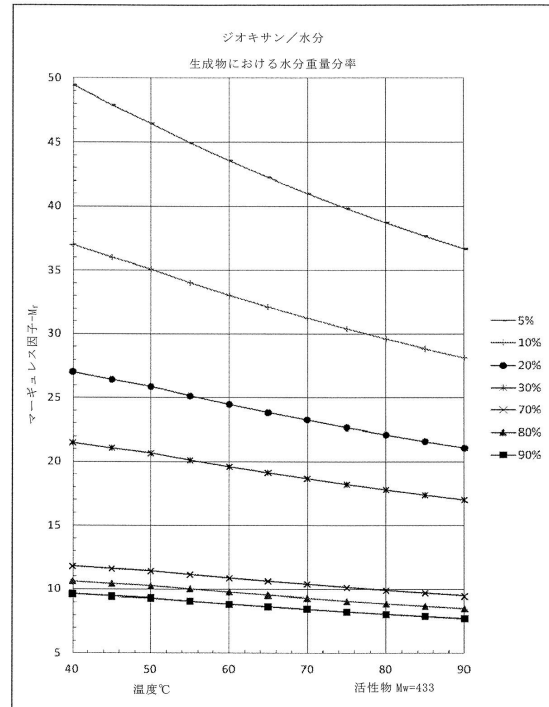
【図 9】



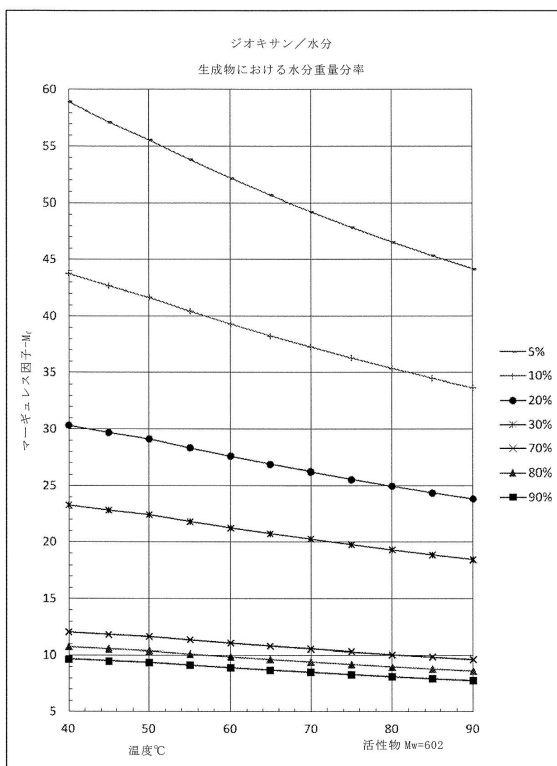
【図 10】



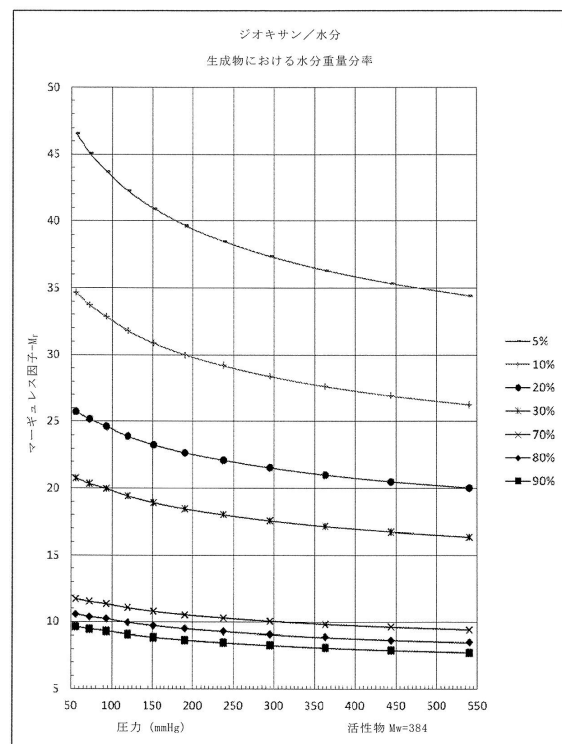
【図 11】



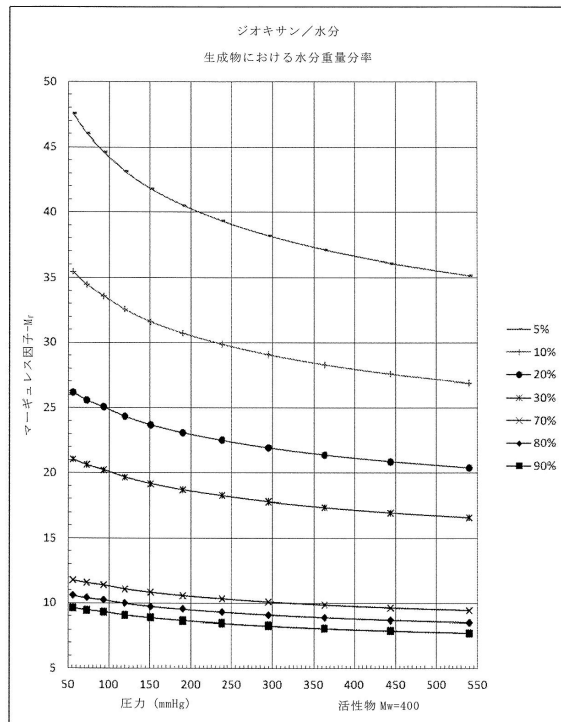
【図 12】



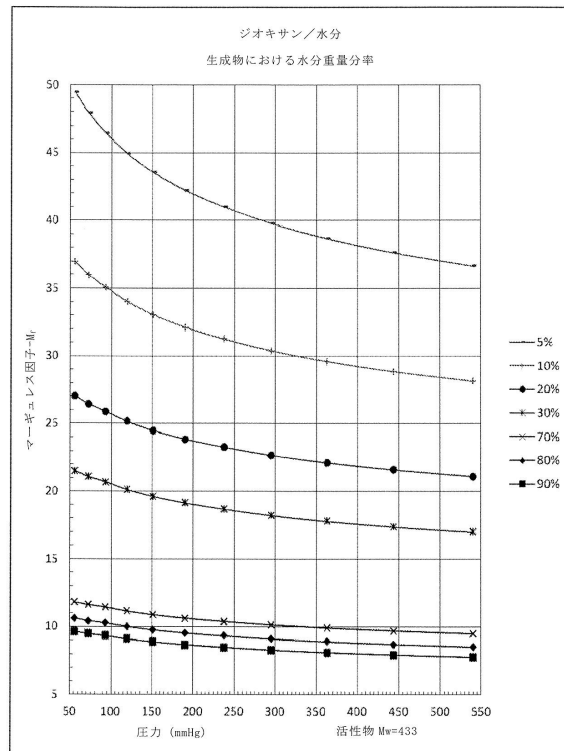
【図 13】



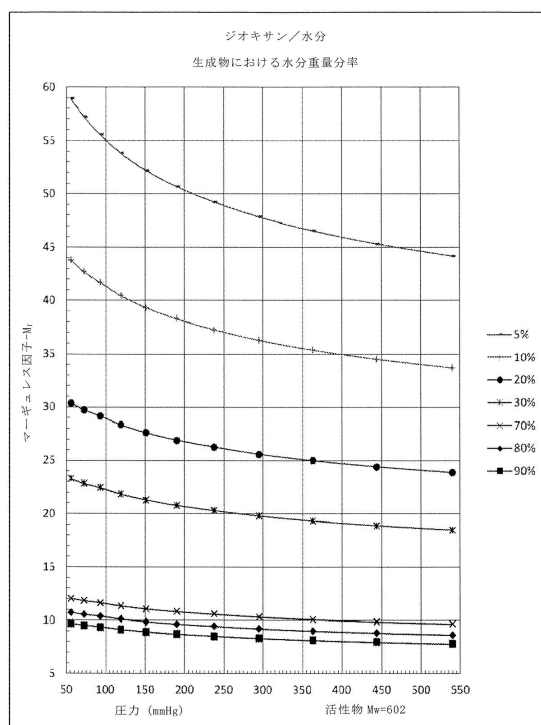
【図 14】



【図 15】



【図 16】



【図 17 a】

Ex. #	A.E.S. の種類 カチオン モノ EO	そのま まの 供給物 lb/hr	100% の供給物を 基準にした 供給物 lb/hr	注入 スチーム lb/hr	送出手機 加熱器		ジャケット		減圧蒸餾槽 の蒸気 °F Torr	供給物の 活性物 %	生成物の 活性物 %	デルタ 活性物 %
					°F	Jac	°F	Jac				
1	10+10	90	62	42	240	242	153	149	69.3	87.1	17.9	
2	10+10	90	62	42	262	263	160	149		91.7	22.5	
3	10	150	109	75	201	207	156	150		79.0	6.2	
4	10	150	109	75	217	223	154	150	72.8	81.9	9.1	
5	10	150	109	75	183	192	150	148		76.7	4.0	
6	10	100	72	44	206	206	153	149		80.5	8.0	
7	10	100	72	44	221	221	153	150		83.6	11.2	
8	10	100	72	44	188	189	148	149		77.5	5.1	
9	10	150	109	75	220	224	165	148	72.4	81.2	8.8	
10	10	150	109	75	204	205	159	151		78.0	5.6	
11	10	150	109	75	187	190	155	150		76.2	3.7	
12	10	150	119	30	217	241	158	150	79.2	91.1	12.0	
13	10	Na/2.5	150	111	30	214	232	165	148	73.9	87.6	13.7
14	10	150	106	15	240	241	170	150		84.7	14.0	
15	10	150	106	30	242	241	167	151		85.1	14.4	
16	10	Na/3	150	106	0	242	241	154	150	70.8	81.1	10.3
17	10	150	106	30	241	240	160	150		84.7	14.0	

Stm=スチーム、TW=脂肪アルコールの1モルについて重合された酸化エチレンの醇

Stm=スチーム、TW=予熱水、EO=脂肪アルコールの1モルについて重合された酸化エチレンのモル

【図 17 b】

Ex. #	供給物の水分 %	生成物の水分 %	100%活性物を基準とした供給物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした生成物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした供給物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした生成物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした供給物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした生成物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした供給物の1-ジメチルオキサン	100%活性物を基準とした生成物の1-ジメチルオキサン
1	28.7	10.2	82.2	1.8	45.7	0.67	0.26	0.93	1.00	0.93
2		5.3		0.8	102.8	0.67	0.32	1.00		
3		19.0		5.0	13.4	0.69	0.09	0.77		
4	25.5	17.1	67.0	3.5	19.1	0.69	0.12	0.81		
5		21.7		4.9	13.7	0.69	0.05	0.74		
6		17.8		5.8	6.4	0.61	0.11	0.72		
7		15.0		3.3	11.2	0.61	0.15	0.76		
8	26.0	21.0	37.0	5.6	6.6	0.61	0.07	0.68		
9		17.1		2.5	14.8	0.69	0.12	0.81		
10		20.0		3.2	11.6	0.69	0.08	0.77		
11		22.2		4.6	8.0	0.69	0.05	0.74		
12	19.4	7.1	44.5	0.9	49.4	0.25	0.15	0.40		
13	23.7	10.1	21.6	1.3	19.8	0.27	0.19	0.46		
14		11.7		6.6	12.7	0.14	0.20	0.34		
15	26.2	11.0	83.6	3.3	25.3	0.28	0.20	0.49		
16		13.2		11.6	7.2	0.00	0.15	0.15		
17		10.4		3.1	27.0	0.28	0.20	0.48		

S t m = ステアール、T W = 予熱水、E O = 脂肪アルコールの 1 モルについて重合された酸化エチレンのモル

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 0 1 D 1/22 D

(72)発明者 ダブリュー・ブラッド・シート
アメリカ合衆国 9 8 0 2 3 ワシントン州フェデラル・ウェイ、トゥエルフス・プレイス・サウスウ
エスト 3 1 8 0 6

審査官 古妻 泰一

(56)参考文献 国際公開第 0 5 / 0 8 7 9 0 9 (W O , A 1)
国際公開第 0 2 / 0 8 1 3 8 1 (W O , A 1)
国際公開第 9 5 / 0 1 4 6 6 0 (W O , A 1)
米国特許第 0 5 7 2 3 4 3 3 (U S , A)
米国特許第 0 4 2 8 5 8 8 1 (U S , A)
欧州特許出願公開第 0 0 6 4 5 4 4 5 (E P , A 1)
独国特許出願公開第 0 3 3 4 3 8 0 2 (D E , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 1 1 D 1 / 2 9
B 0 1 D 1 / 2 2
C 0 7 C 3 0 3 / 4 4
C 0 7 C 3 0 5 / 1 0
C 1 1 D 1 1 / 0 0