

(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2014-172011

(P2014-172011A)

(43) 公開日 平成26年9月22日(2014.9.22)

(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参考)	
B O 1 J	3/04	(2006.01)	B O 1 J	3/04	A
B O 1 J	3/03	(2006.01)	B O 1 J	3/03	A
			B O 1 J	3/04	B

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2013-48922 (P2013-48922)
 (22) 出願日 平成25年3月12日 (2013.3.12)

(71) 出願人 000005119
 日立造船株式会社
 大阪府大阪市住之江区南港北1丁目7番8
 9号
 (74) 代理人 100079038
 弁理士 渡邊 彰
 (74) 代理人 100106091
 弁理士 松村 直都
 (74) 代理人 100060874
 弁理士 岸本 瑛之助
 (72) 発明者 篠矢 健太郎
 大阪市住之江区南港北1丁目7番89号
 日立造船株式会社内

最終頁に続く

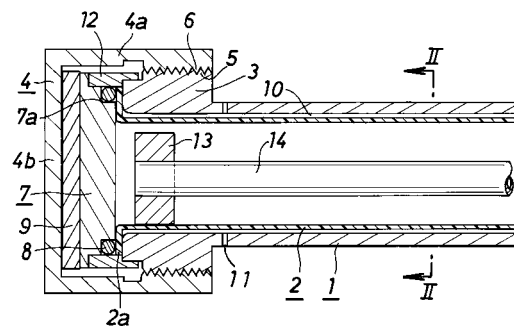
(54) 【発明の名称】 両端開閉自在な耐圧反応器

(57) 【要約】

【解決手段】耐圧反応器は、両端部(3)に雄ネジ部(5)を有する円筒状の金属製反応器本体(1)と、反応器本体(1)の内面に沿って内装された連続使用温度が200℃以上の樹脂チューブ(2)と、樹脂チューブ(2)の両端部に形成され、反応器本体(1)の各端面にあてがわれた外向きフランジ(2a)と、反応器本体(1)の両端開口を各端面にて外向きフランジ(2a)を介して閉じる内蓋(7)と、内蓋(7)と外向きフランジ(2a)の間に介在されたシール用Oリング(8)と、内蓋(7)を覆い、反応器本体(1)の雄ネジ部(5)に螺合する雌ネジ部(6)を有する有底円筒状の金属製キャップ(4)とを具備する。

【効果】耐圧反応器は、両端開閉自在で反応器本体(1)内に樹脂チューブ(2)が内装されているので、同チューブ(2)から反応残渣を容易に除去することができ、製品の歩留りを向上させることができる。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

両端部(3)に雄ネジ部(5)を有する円筒状の金属製反応器本体(1)と、
反応器本体(1)の内面に沿って内装された連続使用温度が200℃以上の樹脂チューブ(2)と、
樹脂チューブ(2)の両端部に形成され、反応器本体(1)の各端面にあてがわれた外向きフランジ(2a)と、
反応器本体(1)の両端開口を各端面にて外向きフランジ(2a)を介して閉じる内蓋(7)と、
内蓋(7)と外向きフランジ(2a)の間に介在されたシール用Oリング(8)と、
内蓋(7)を覆い、反応器本体(1)の雄ネジ部(5)に螺合する雌ネジ部(6)を有する有底円筒状の金属製キャップ(4)とを具備することを特徴とする両端開閉自在な耐圧反応器。

10

【請求項 2】

Oリング(8)は、内蓋(7)の段差部と、内蓋(7)の外周部に設けられた金属製リング(12)とによってフランジ(2a)に向かって開口状に形成された凹部(7a)内に配置されていることを特徴とする請求項1記載の両端開閉自在な耐圧反応器。

【請求項 3】

全長が1～2mであり、樹脂チューブ(2)の外表面と反応器本体(1)の内面との間に1～5mmのクリアランス(10)が設けられていることを特徴とする請求項1または2に記載の両端開閉自在な耐圧反応器。

20

【請求項 4】

樹脂チューブ(2)の肉厚が1～3mmであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の両端開閉自在な耐圧反応器。

【請求項 5】

樹脂チューブ(2)の材質がフッ素樹脂、ポリイミド樹脂、芳香族ポリエーテルケトン樹脂または全芳香族ポリエステル樹脂であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の両端開閉自在な耐圧反応器。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、たとえば、液体や気体をその構成成分毎に分離するためのゼオライト膜の合成反応に用いられる耐圧反応器に関する。本発明による耐圧反応器は、そのほかに、例えば有機合成におけるオートクレーブとしても使用できる。

【背景技術】

【0002】

特許文献1には、外向きフランジ(51a)を有する合成樹脂製の内容器(51)と、该内容器を収納する金属製の外容器(52)と、外容器(52)の上端開口を開閉する金属製の蓋(53)と、外向きフランジ(51a)と外容器(52)の段差との間に介在される内側Oリング(54)と、同Oリングの外側にて蓋(53)と外容器(52)の間に介在される外側Oリング(55)と、蓋(53)を外容器(52)の開口周部に固定するボルト(56)とナット(57)とを含む圧力容器が記載されている。

40

【0003】

また、非特許文献1には、有底円筒状の金属製容器内にテフロン(登録商標、以下同じ)製の内筒を内装し、同容器の開口に形成した雄ネジ部とキャップの雌ネジ部を緊密に螺合することによって容器をキャップで密封するタイプのテフロン内筒型密閉容器が記載され、これは反応器として使用できると述べられている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

50

【特許文献1】特開平5-256369号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】「テフロン内筒型密閉容器」 耐圧硝子工業株式会社の商品紹介、[平成24年6月12日検索] インターネット<URL: <http://www.taiatsu.co.jp/products/pdf/taf-sr.pdf>>

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかし、特許文献1の圧力容器および非特許文献1のテフロン内筒型密閉容器はいずれも一端だけが開閉自在であるタイプのものであるので、これらを用いて全長約1~2メートルものセラミックス製支持管の表面にゼオライト膜を合成すると、テフロン製の内筒の奥に固着した反応残渣（前回の合成時に生じた未反応物質などが固形化またはゲル化したもの）の除去が甚だやりにくいという問題がある。また、テフロン製の内筒と金属製の外筒からなる両端が開閉自在な長尺用密閉容器を用いるためには、テフロンと金属との熱膨張係数の違いによる伸縮量の差を考慮しないと、内筒の変形やシール性の低下を生じるおそれがある。単に金属のみからなる両端が開閉自在な長尺用密閉容器を用いた場合には、反応残渣の固着が一層激しくなり、製品であるゼオライト膜の歩留まりが低いという問題がある。

【0007】

加えて、特許文献1の圧力容器では、蓋（53）は、ボルト（56）とナット（57）で外容器（52）の開口部に固定するので、蓋（53）の開閉の都度ボルトとナットを螺合ないし脱着する面倒な操作が必要となり、ゼオライト膜の生産性が低いという問題がある。

【0008】

本発明は、これら諸問題を解決することができる耐圧反応器を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、上記目的を達成すべく工夫されたものであり、
両端部(3)に雄ネジ部(5)を有する円筒状の金属製反応器本体(1)と、
反応器本体(1)の内面に沿って内装された連続使用温度が200℃以上の樹脂チューブ(2)と、

樹脂チューブ(2)の両端部に形成され、反応器本体(1)の各端面にあてがわれた外向きフランジ(2a)と、

反応器本体(1)の両端開口を各端面にて外向きフランジ(2a)を介して閉じる内蓋(7)と、

内蓋(7)と外向きフランジ(2a)の間に介在されたシール用Oリング(8)と、

内蓋(7)を覆い、反応器本体(1)の雄ネジ部(5)に螺合する雌ネジ部(6)を有する有底円筒状の金属製キャップ(4)とを具備することを特徴とする両端開閉自在な耐圧反応器を提供する。

【0010】

本発明の好適な実施態様では、上記構成の耐圧反応器において、Oリング(8)は、内蓋(7)の段差部と、内蓋(7)の外周部に設けられた金属製リング(12)とによってフランジ(2a)に向かって開口状に形成された凹部(7a)内に配置されている。これにより、Oリング(8)のずれを防止することができ、シール性が向上する。

【0011】

本発明の別の好適な実施態様では、上記構成の耐圧反応器において、同反応器の全長は1~2mであり、樹脂チューブ(2)の外表面と反応器本体(1)の内面との間に1~5mmのクリアランス(10)が設けられ、これによって、熱膨張および反応器内部の圧力に

10

20

30

40

50

よる樹脂チューブ（２）の円周方向の伸びを逃がすようになされている。クリアランスが１mm未満では、加熱時に樹脂チューブ（２）の円周方向の伸びが拘束されて局部的に変形するおそれがあり、５mmを上回ると、反応器内部が高圧になったとき樹脂チューブ（２）が膨張しすぎて破裂することが懸念される。樹脂チューブ（２）の材質としては、連続使用温度が２００℃以上の耐熱性樹脂である、フッ素樹脂、ポリイミド樹脂、芳香族ポリエーテルケトン樹脂または全芳香族ポリエステル樹脂などが好ましく、ＰＴＦＥ、ＦＥＰおよびＰＦＡの中から選択されるフッ素樹脂が、加工容易性及び反応液との濡れにくさ（＝残渣の付着のしにくさ）の面でより好ましい。

【００１２】

本発明のさらに別の好適な実施態様では、上記構成の耐圧反応器において、樹脂チューブ（２）の肉厚は、同チューブ（２）と反応器本体（１）との熱膨張差を抑えるために、好ましくは１～３mm、より好ましくは１．２～２．８mmである。一般に市販されている樹脂チューブ（２）の肉厚は０．５～３mm程度であるが、肉厚が薄すぎると樹脂チューブ（２）が耐久性に乏しくなり、厚すぎるとフレア加工が困難になるので、上記肉厚が好ましい。

【００１３】

本発明による耐圧反応器において、反応器本体（１）、キャップ（４）、内蓋（７）および金属製リング（１２）は、いずれもステンレス鋼製であることが好ましい。Ｏリング（８）は温度条件に適した材料のゴムで構成されたものを適宜選択する。

【００１４】

内蓋（７）とキャップ（４）の円板部（４b）との間には、ステンレス鋼などの金属部材との摩擦抵抗が少ない材料、例えばテフロン製の円盤（９）が介在されていることが好ましい。

【００１５】

反応器本体（１）において両端雄ネジ部以外の部分の外径はおおよそ３０～１００mmである。

【００１６】

樹脂チューブ（２）としては、使用時の変形を抑えるため実際の使用温度より高い温度、例えば１００～２５０℃程度で事前に熱処理して一度熱膨張させたものを用いることが好ましい。樹脂チューブ（２）の両端に設けられたフランジ（２a）は、好ましくはフレア加工（９０°折り曲げ加工）で形成したものである。

【００１７】

反応器本体（１）の両端開口を塞ぐ内蓋（７）と外向きフランジ（２a）の間のシールは、反応器本体（１）の雄ネジ部（５）に、キャップ（４）の雌ネジ部（６）を螺合し、内蓋（７）と外向きフランジ（２a）の間に介在されたＯリング（８）を押し潰すことで達成される。内蓋（７）とキャップ（４）の円板部（４b）との間に介在された円盤（９）は、ステンレス鋼との摩擦抵抗が少ない材料で構成されているので、キャップ（４）を回転させて反応器本体（１）の開口を閉めるときに、内蓋（７）がキャップ（４）と供回りしない。

【００１８】

反応器本体（１）の両端付近には数カ所、例えば円周方向に等距離で４カ所、空気穴（１１）を設け、樹脂チューブ（２）が熱膨張した際には、樹脂チューブ（２）と反応器本体（１）のクリアランス（１０）内の空気を、空気穴（１１）を経て管外へ逃がすようにすることが好ましい。

【００１９】

熱膨張による樹脂チューブ（２）の長さ方向の伸びは、反応器本体（１）の雄ネジ部（５）とキャップ（４）の雌ネジ部（６）との螺合によって内蓋（７）を樹脂チューブ（２）のフランジ（２a）に圧接させることで、抑えることが好ましい。それでも樹脂チューブ（２）は熱膨張により長さ方向にある程度伸びるが、この伸びによって、反応器本体（１）両端部におけるシール性が向上する。

【発明の効果】

【0020】

ステンレス鋼製の反応器では、ゼオライト合成の際に反応器内面に前回合成時の反応残渣が固着して除去しにくく、合成したゼオライト膜の性能に悪影響を及ぼし、製品の歩留りを低下させるが、本発明による耐圧反応器は、両端開閉自在で反応器本体（１）内に樹脂チューブ（２）が内装されているので、同チューブ（２）から反応残渣を容易に除去することができ、製品の歩留りを向上させることができる。

【0021】

加えて、反応器両端開口の開閉は、反応器本体（１）の雄ネジ部（５）にキャップ（４）の雌ネジ部（６）を螺合することで行うので、ボルトとナットを螺合ないし脱着する面倒な操作が必要でなく、ゼオライト膜合成の生産性を高めることができる。

10

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図１】本発明の実施例を示す耐圧反応器の一部省略縦断面図である。

【図２】図１中のII-II線に沿う断面図である。

【図３】先行技術を示す圧力容器の垂直断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0023】

つぎに、本発明の実施例を示す。ただし、本発明はこれに限定されるものではない。

【実施例１】

【0024】

20

図１および図２において、耐圧反応器は、
両端部（３）に雄ネジ部（５）を有する円筒状の金属製反応器本体（１）と、
反応器本体（１）の内面に沿って内装されたＰＴＦＥ製の樹脂チューブ（２）と、
樹脂チューブ（２）の両端部に形成され、反応器本体（１）の各端面にあてがわれた外向きフランジ（２ａ）と、
反応器本体（１）の両端開口を各端面にて外向きフランジ（２ａ）を介して閉じる内蓋（７）と、
内蓋（７）と外向きフランジ（２ａ）の間に介在されたシール用Ｏリング（８）と、
内蓋（７）を覆い、反応器本体（１）の雄ネジ部（５）に螺合する雌ネジ部（６）を有する有底円筒状の金属製キャップ（４）とを具備する。

30

【0025】

上記構成の耐圧反応器において、Ｏリング（８）は、内蓋（７）の段差部と、内蓋（７）の外周部に設けられた金属製リング（１２）とによってフランジ（２ａ）に向かって開口状に形成された凹部（７ａ）内に配置されている。

【0026】

耐圧反応器の全長は１．２ｍであり、外径は４２．７ｍｍである。樹脂チューブ（２）の外表面と反応器本体（１）の内面との間には約３ｍｍのクリアランス（１０）が設けられ、これによって、熱膨張による樹脂チューブ（２）の円周方向の伸びを逃がすようになされている。なお、ステンレス鋼とＰＴＦＥの熱膨張係数は、ステンレス（ＳＵＳ３０４）： $1.730 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ 、ＰＴＦＥ： $1.000 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ である。

40

【0027】

樹脂チューブ（２）の肉厚は、同チューブ（２）と反応器本体（１）との熱膨張差を抑えるために、２ｍｍである。

【0028】

反応器本体（１）、キャップ（４）、内蓋（７）および金属製リング（１２）は、いずれもステンレス鋼で構成されている。Ｏリング（８）はフッ素ゴム製である。

【0029】

内蓋（７）とキャップ（４）の円板部（４ｂ）との間には、ＰＴＦＥ製の円盤（９）が介在されている。

【0030】

50

樹脂チューブ(2)は、実際の使用温度より高い温度である200℃程度で事前に熱処理したものである。樹脂チューブ(2)の両端に設けられたフランジ(2a)は、90°折り曲げ加工で形成したものである。

【0031】

反応器本体(1)の両端開口を塞ぐ内蓋(7)と外向きフランジ(2a)の間のシールは、反応器本体(1)の雄ネジ部(5)に、キャップ(4)の雌ネジ部(6)を螺合し、内蓋(7)と外向きフランジ(2a)の間に介在されたOリング(8)を押し潰すことで達成される。内蓋(7)とキャップ(4)の円板部(4b)との間に介在された円盤(9)は、P T F E製であるので、ステンレス鋼部材との摩擦抵抗が少なく、キャップ(4)を回転させて反応器本体(1)の開口を閉めるときに、内蓋(7)がキャップ(4)と供回りしない。

10

【0032】

反応器本体(1)の両端付近には円周方向に等距離で空気穴(11)が4カ所設けられ、樹脂チューブ(2)が熱膨張した際には、樹脂チューブ(2)と反応器本体(1)のクリアランス(10)内の空気を、空気穴(11)を経て管外へ逃がすようになっている。

【0033】

熱膨張による樹脂チューブ(2)の長さ方向の伸びは、反応器本体(1)の雄ネジ部(5)とキャップ(4)の雌ネジ部(6)との螺合によって内蓋(7)を樹脂チューブ(2)のフランジ(2a)に圧接させることで抑えられる。それでも樹脂チューブ(2)は熱膨張により長さ方法にある程度伸びるが、この伸びによって、反応器本体(1)両端部におけるシール性が向上する。

20

【0034】

本発明による耐圧反応器を用いたゼオライトの水熱合成例について説明をする。まず、耐圧反応器の両端を開口状態にし、200℃程度で事前に熱処理したP T F E製の樹脂チューブ(2)を反応器本体(1)の内部に配した。ついで、片端をプラグ止めした長さ約1 m、外径16 mmのアルミナ製支持管(14)を位置調整ジグ(13)とともに樹脂チューブ(2)内に差し込み、調合した合成原料液を注ぎ込んだ。ついで、反応器本体(1)の端面に樹脂チューブ(2)のフランジ(2a)をあてがい、Oリング(8)とステンレス鋼リング(12)とを外装した内蓋(7)をフランジ(2a)にあてがった。ついで、円盤(9)を内装したキャップ(4)を内蓋(7)に被せて、その雌ネジ部(6)を反応器本体(1)の雄ネジ部(5)に螺合し、反応器本体(1)両端部をシールした。この状態で耐圧反応器を加熱炉内に入れ、100℃以上200℃未満に加熱した。こうして、耐圧反応器内を高温・高圧下条件、上記温度で圧力2 MP a以下にし、支持管の外面にゼオライト結晶膜を合成した。歩留りは63%であった。

30

【比較例1】

【0035】

ステンレス鋼製の反応器本体(1)内に樹脂チューブが内装されていない点を除いて、実施例1と同じである。この耐圧反応器を用いて実施例1と同じ操作でゼオライトの水熱合成を行ったところ、歩留りは36%であった。

【符号の説明】

40

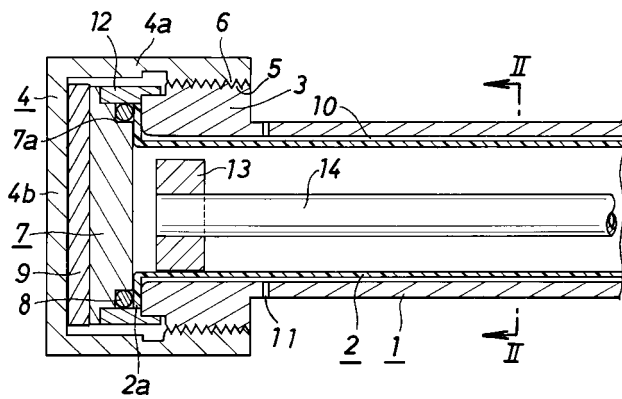
【0036】

- (1) : 金属製反応器本体
- (2) : 樹脂チューブ
- (2a) : 外向きフランジ
- (3) : 両端部
- (4) : 金属製キャップ
- (5) : 雄ネジ部
- (6) : 雌ネジ部
- (7) : 内蓋
- (7a) : 凹部

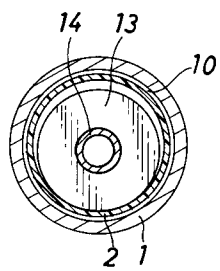
50

- (8) : Oリング
- (9) : 円盤
- (1 0) : クリアランス
- (1 1) : 空気穴
- (1 2) : 金属製リング
- (1 3) : 位置調整ジグ
- (1 4) : 支持管

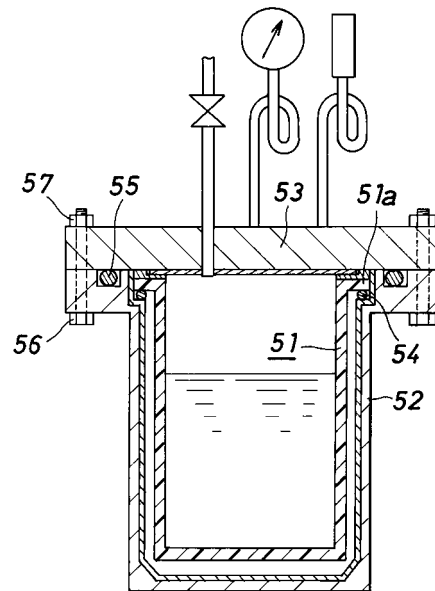
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

- (72)発明者 八木 崇晴
大阪市住之江区南港北1丁目7番89号 日立造船株式会社内
- (72)発明者 矢野 和宏
大阪市住之江区南港北1丁目7番89号 日立造船株式会社内