(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2006 年3 月9 日 (09.03.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/025355 A1

(51) 国際特許分類:
B01D 3/14 (2006.01) *B01D 3/42* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/015709

(22) 国際出願日: 2005 年8 月30 日 (30.08.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2004-252524 2004 年8 月31 日 (31.08.2004) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 協和▲醗▼酵工業株式会社 (KYOWA HAKKO KOGYO CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1008185 東京都千代田区大手町一丁目６番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 日高 寛真 (HIDAKA, Hiromichi) [JP/JP]; 〒7478522 山口県防府市協和町１番１号 協和▲醗▼酵工業株式会社 生産技術研究所内 Yamaguchi (JP). 日比 一雄 (HIBI, Kazuo) [JP/JP]; 〒7478522 山口県防府市協和町１番１号 協和▲醗▼酵工業株式会社 防府工場内 Yamaguchi (JP). 小田 英伸 (ODA, Hidenobu) [JP/JP]; 〒7478522 山口県防府市協和町１番１号 協和▲醗▼酵工業株式会社 生産技術研究所内 Yamaguchi (JP).

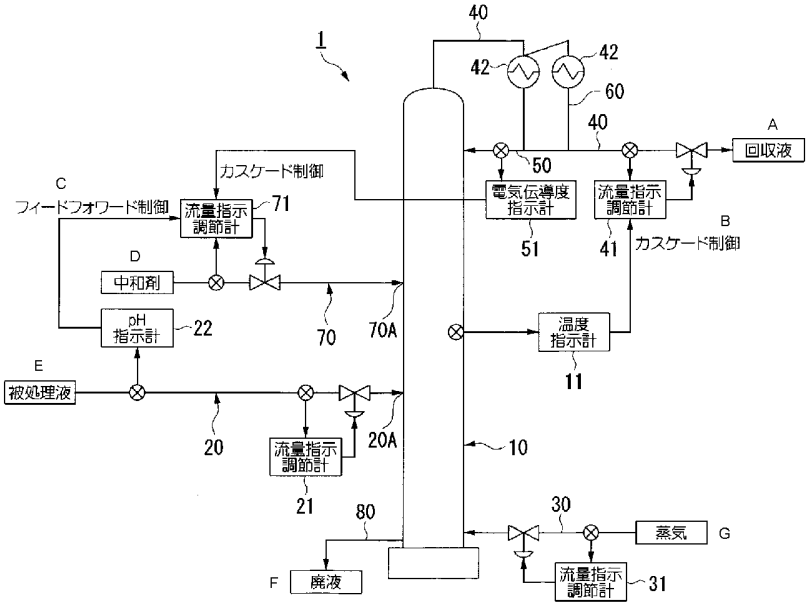
(74) 代理人: 志賀 正武, 外(SHIGA, Masatake et al.); 〒1048453 東京都中央区八重洲２丁目３番１号 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK,

[続葉有]

(54) **Title:** RECTIFICATION APPARATUS AND METHOD OF RECTIFICATION WITH THE SAME

(54) 発明の名称: 精留装置、及びこれを用いた精留方法



11... TEMPERATURE INDICATOR
21, 31, 41, 71... FLOW RATE INDICATOR/REGULATOR
22... pH INDICATOR
51... ELECTROCONDUCTIVITY INDICATOR
A... RECOVERED LIQUID
B... CASCADE CONTROL
C... FEEDFORWARD CONTROL
D... NEUTRALIZING AGENT
E... RAW LIQUID
F... WASTE LIQUID
G... STEAM

(57) Abstract: A rectification apparatus in which a raw liquid comprising an organic solvent and an alkaline or acid volatile matter is supplied to a rectification column to separate and recover the organic solvent, characterized in that the rectification column has a neutralizing-agent introduction means for introducing a neutralizing agent for neutralizing the volatile matter, the introduction means being disposed on the column top side of the position to which the raw liquid is supplied. The apparatus preferably further has a detection means for detecting the volatile matter contained in a recovered liquid discharged from the rectification column and a pH-measuring means for measuring the pH of the raw liquid. The amount of the neutralizing agent to be introduced by the neutralizing-agent introduction means is preferably controlled based on these results.

(57) 要約: 本発明の精留装置は、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留塔に供給し、有機溶剤を分離回収するものであり、精留塔の被処理液の給液位置より塔頂側に、揮発成分を中和する中和剤を投入する中和剤投入手段が設けられていることを特徴とする。本発明においては、

[続葉有]

WO 2006/025355 A1

DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

２文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

さらに、精留塔から抜き出される回収液中の揮発成分を検出する検出手段、及び被処理液のｐＨを計測するｐＨ計測手段が設けられており、これらの結果に基づいて、中和剤投入手段による中和剤投入量が制御されることが好ましい。

明 細 書

精留装置、及びこれを用いた精留方法

技術分野

[0001] 本発明は、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液から、有機溶剤を分離回収する精留装置、及びこれを用いた精留方法に関する。

本願は、2004年8月31日に出願された特願2004－252524号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 醗酵工業等で生じる廃液には、水や、不揮発性のアミノ酸等の有機物・塩類等の他に、有機溶剤が含まれることが多い。廃液中の有機溶剤は、廃液処理の際に精留塔を用いて分離回収され、再使用されることが好ましい。しかしながら、廃液中には、上記成分の他にアルカリ性や酸性の揮発成分も含まれることがある。このような場合、廃液をそのまま精留塔に供すると、回収された有機溶剤中に揮発成分が混入し、有機溶剤の再使用が困難になるという問題がある。そこで、揮発成分の回収された有機溶剤への混入を避けるため、例えば、被処理液にあらかじめ揮発成分を中和する中和剤(酸又はアルカリ)を添加することで、精留中の揮発成分の揮発を抑制している(特許文献1等)。

特許文献1:特開平7－145140号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0003] しかしながら、上記従来の廃液処理法では、被処理液中にpHを緩衝する不揮発性のアミノ酸等の有機物や塩類が多く含まれていると、被処理液を所望のpHに安定的に調整することが難しく、多量の中和剤が必要となる。しかも、精留塔底液に、添加した中和剤の塩が多量に含まれることになり、その処理には手間やコストを要する。

アルカリ性揮発成分の中和剤としては、精留塔に対して腐食等の影響の少ないリン酸が広く使用されており、この場合、アミノ酸等の有機物や塩類による中和の阻害により、塔底液に多量のリンが含まれてしまい、その処理に労力を要するという問題があ

る。

[0004] 本発明はかかる事情に鑑みてなされたものであり、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留するにあたり、多量の中和剤を使用することなく、安定的に、回収側への揮発成分の混入を抑制し、高純度の有機溶剤を分離回収することが可能な精留装置、及びこれを用いた精留方法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

[0005] 本発明の精留装置は、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留塔に供給し、有機溶剤を分離回収する精留装置において、前記精留塔の前記被処理液の給液位置より塔頂側に、前記揮発成分を中和する中和剤を投入する中和剤投入手段が設けられていることを特徴とする。

本発明においては、さらに、前記精留塔から抜き出される回収液中の前記揮発成分を検出する検出手段が設けられており、この検出結果に基づいて、前記中和剤投入手段による中和剤投入量が制御されることが好ましい。

さらに、前記被処理液のpHを計測するpH計測手段が設けられており、この計測結果に基づいて、前記中和剤投入手段による中和剤投入量が制御されることが好ましい。

[0006] 本発明の精留方法は、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留塔に供給し、有機溶剤を分離回収する精留方法において、前記精留塔の前記被処理液の給液位置より塔頂側に、前記揮発成分を中和する中和剤を投入し、精留を行うことを特徴とする。

発明の効果

[0007] 本発明によれば、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留するにあたり、多量の中和剤を使用することなく、安定的に、回収液への揮発成分の混入を抑制し、高純度の有機溶剤を分離回収することが可能な精留装置、及びこれを用いた精留方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]図1は、本発明に係る一実施形態の精留装置の構成を示す図である

[図2]図2は、アンモニア濃度と電気伝導度の相関を示す図である。

[図3]図3は、本発明に係る実施例の運転例を示す図である。

符号の説明

[0009] 1 精留装置

10 精留塔

20 被処理液供給ライン

20A 給液口

22 pH指示計(pH計測手段)

40 回収ライン

50 還流ライン

51 電気伝導度指示計(検出手段)

70 中和剤投入ライン(中和剤投入手段)

70A 投入口

71 流量指示調節計

発明を実施するための最良の形態

[0010] 図1に基づいて、本発明に係る一実施形態の精留装置、及びこれを用いた精留方法について詳述する。本実施形態では、連続的に精留を実施する連続精留装置を取り上げて説明する。

[0011] 図示するように、本実施形態の精留装置1は、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留する精留塔10を主体として構成されている。

被処理液は、被処理液供給ライン20を介して精留塔10の中段に供給される。一方、加熱源として、蒸気が蒸気供給ライン30を介して精留塔10の塔底部に供給される。精留塔10内の沸点の低い有機溶剤は蒸発気化して、塔頂部に向かい、回収ライン40から抜き出される。抜き出された有機溶剤を含む蒸気は、回収ライン40の途中で、コンデンサ42にて凝縮されて凝縮液の形態となり、回収される。回収液の一部は、還流ライン50を経て蒸留塔10内に戻され、一部は、還流ライン60を経てコンデンサ42にて再凝縮処理される。精留塔10の塔底部の残査は、廃液ライン80を介して抜き出され、廃液として処理される。

[0012] 被処理液の組成は、有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分を含むものであれば特に制限はないが、醗酵工業の廃液の場合、有機溶剤としてはメタノール、エタノール、アセトン等が挙げられ、アルカリ性揮発成分としてはアンモニア等、酸性揮発性成分としては亜硫酸ガス等が挙げられる。醗酵工業の廃液には、その他、水や、不揮発性のアミノ酸等の有機物や塩類等が含まれる。

給液量は特に制限はないが、被処理液供給ライン20には、流量指示調節計21が取り付けられており、これによって、例えば0．1～10m^3／h（時間）の範囲内で、通常は略一定に保持される。

[0013] 蒸気の特性は特に制限はないが、通常175～190℃、蒸気圧0．40～0．45PaG（パスカルゲージ）のものが好ましく用いられる。その供給量は特に制限はないが、蒸気供給ライン30には、流量指示調節計31が取り付けられており、例えば0．1～3t／hの範囲内で、通常は略一定に保持される。なお、PaGはゲージ圧を示す（以下同じ）。

[0014] 回収液の抜き取り量は特に制限はないが、通常は、精留塔10の中段温度を一定に保持するように調整される。精留塔内の液組成は、同圧下では、精留温度でほぼ決定されるので、精留塔10の中段温度を一定に保持することで、回収液の組成を安定化することができる。

本実施形態では、蒸留塔10の中段に温度指示計11、回収ライン40に流量指示調節計41が各々取り付けられている。温度指示計11には、流量指示調節計41を制御する機能が備えられており、温度指示計11の計測結果に基づいて、流量指示調節計41によって回収液の抜き取り量がカスケード制御されるようになっている。

[0015] 本実施形態では、精留塔10内に中和剤を投入する中和剤投入ライン（中和剤投入手段）70が設けられている。この投入口70Aは、被処理液の給液口20Aより塔頂側に位置している。

すなわち、従来は被処理液にあらかじめ中和剤を添加していたのに対し、本実施形態では、精留塔10内に直接中和剤を投入し、精留を行うこと、しかもその投入位置を被処理液の給液位置より塔頂側に設定することを特徴としている。

中和剤の投入位置（投入口70A）は、被処理液の給液位置（給液口20A）より塔頂

側であればいずれの位置でもよいが、高い方が好ましい。具体的には、被処理液の給液位置の高さをHa、塔頂の高さをHbとすれば、中和剤の投入位置の高さは、Ha＋(Hb－Ha)×1／2以上、特にHa＋(Hb－Ha)×3／4以上であることが好ましい。

なお、充填式の精留塔では、液再分散装置を設けて、投入口70Aを給液段より上の位置に設けて投入する様にしたほうが好ましいが、給液段より上の位置に液再分散装置がある場合は、投入口70Aを液再分散装置の位置に設けてもよい。

[0016] 本実施形態で用いる中和剤としては特に制限はないが、揮発成分がアンモニア等のアルカリ性揮発成分である場合、硫酸、塩酸、リン酸等の酸が挙げられる。中でも、精留塔10に対して腐食等の影響の少ないリン酸が好ましく用いられる。また、揮発成分が亜硫酸ガス等の酸性揮発成分である場合、水酸化ナトリウム等のアルカリが挙げられる。中和剤は水溶液等の形態で、精留塔10内に投入される。

[0017] 精留塔10内に投入された被処理液に含まれる有機溶剤は、蒸発気化して精留塔10の塔頂部側に向かい、不揮発性のアミノ酸等の有機物や塩類は、塔底部側に向かう。また、被処理液に含まれるアルカリ性又は酸性の揮発成分は、少なくとも一部が揮発し、有機溶剤と共に、塔頂部側に向かう。

[0018] 本実施形態では、被処理液の給液位置より塔頂側に中和剤を投入する構成を採用しているので、塔頂側に向かう揮発成分を中和し、イオン化することで、塔底部側に戻し、回収液へのアルカリ性又は酸性の揮発成分の混入を抑制することができる。

この際、中和を阻害する恐れのある不揮発性のアミノ酸等の有機物や塩類は、そのすべて又は大部分が、被処理液の給液位置より下方、すなわち、中和剤投入位置より下方に存在しているので、これらと投入した中和剤が被処理液の給液位置より上方で直接接触することがない。したがって、中和剤投入位置より下方で被処理液の給液位置より上方の間は中和を阻害する恐れのある不揮発性のアミノ酸等の有機物や塩類の存在によって、中和剤によるアルカリ性又は酸性の揮発成分の中和が阻害されることがない。その結果、必要最小限又はそれに近い量の中和剤を投入するだけで、安定的に、回収液へのアルカリ性又は酸性の揮発成分の混入を抑制し、高純度の有機溶剤を分離回収することができる。

従来技術では、特に、中和剤としてリン酸を用いる場合に、不揮発性のアミノ酸等の有機物や塩類により中和が阻害されることがあったが、本実施形態では、用いる中和剤の種類や、被処理液の組成によらず、上記効果が安定的に得られる。

[0019] さらに、本実施形態の精留装置1には、精留塔10から抜き出される回収液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分を検出するべく、還流ライン50に電気伝導度指示計(検出手段)51が取り付けられている。

精留塔10から抜き出される回収液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分の濃度が高まると、電気伝導度指示計51の示す値が高くなるので、これを検出することができる。電気伝導度指示計51は還流ライン50ではなく、回収ライン40に設置することもできる。

[0020] 電気伝導度指示計51による計測頻度は問わないが、連続的又は定期的に計測し、常時又は定期的にモニタリングを行うことが好ましい。被処理液の組成は変動するので、これに含まれるアルカリ性又は酸性の揮発成分の濃度も変動する。したがって、回収液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分の濃度をモニタリングすることで、被処理液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分の増減を直ちに検出することができる。

[0021] そして、検出結果に基づいて中和剤投入量を調整することで、被処理液の組成が変動しても、必要最小限又はそれに近い中和剤投入量でもって、回収液へのアルカリ性又は酸性の揮発成分の混入を安定的に抑制することができる。

例えば、電気伝導度指示計51による指示値が上昇すれば、それに応じて中和剤投入量を増量し、電気伝導度指示計51による指示値が下降すれば、中和剤は過剰と判断されるので、中和剤投入量を減量し、電気伝導度が規格内に収まるように調整する。

本実施形態では、中和剤投入ライン70に流量指示調節計71が取り付けられ、電気伝導度指示計51には、この流量指示調節計71を制御する機能が備えられている。そして、電気伝導度指示計51の検出結果に基づいて、自動的に流量指示調節計71によって中和剤投入量がカスケード制御されるようになっている。なお、制御にあたっては、サンプル値PI制御等を採用し、無駄時間の補償を行うことが好ましい。電気伝導度の規格は適宜設計すれば良いが、例えばアンモニアを対象にする場合は

、0～3μS(マイクロジーメンス)／cm(アンモニア濃度0 ～0．05mg/Lに相当)、亜硫酸ガスを対象にする場合は、0～0．5μS/cm(亜硫酸ガス濃度0～0．2mg／Lに相当)が好ましい。

[0022] 本実施形態では、電気伝導度指示計51によって、回収液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分量をモニタリングしているので、被処理液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分量が突如高くなり、回収液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分量が規格値を大きく外れるような事態にも、回収液の送り先を変更するなどの迅速な対応を取ることができ、回収液の品質を安定化することができる。

[0023] さらに、本実施形態の精留装置1には、被処理液供給ライン20に、被処理液のpHを計測するpH指示計(pH計測手段)22が取り付けられている。そして、この計測結果に基づいて、流量指示調節計71によって中和剤投入量がフィードフォワード制御されるようになっている。

例えば、アルカリ性揮発成分が含まれる被処理液の場合、被処理液のpHが上昇すれば、被処理液中のアルカリ性揮発成分濃度が上昇したと判断して中和剤投入量を増量し、逆に被処理液のpHが下降すれば、被処理液中のアルカリ性揮発成分濃度が下降したと判断して中和剤投入量を減量する。

同様に、酸性揮発成分が含まれる被処理液の場合、被処理液のpHが下降すれば、被処理液中の酸性揮発成分濃度が上昇したと判断して中和剤投入量を増量し、逆に被処理液のpHが上昇すれば、被処理液中の酸性揮発成分濃度が下降したと判断して中和剤投入量を減量する。

かかる構成を採用することで、被処理液中の揮発成分濃度が大幅に変動しても、迅速に対応することができる。pH指示計22による計測頻度も問わないが、連続的又は定期的に計測し、常時又は定期的にモニタリングを行うことが好ましい。

[0024] 以上説明したように、本実施形態の精留装置1及びこれを用いた精留方法によれば、精留塔10の被処理液の給液位置より塔頂側に中和剤を投入する構成を採用しているので、多量の中和剤を使用することなく、安定的に、回収側へのアルカリ性又は酸性の揮発成分の混入を抑制し、高純度の有機溶剤を分離回収することができる。

本実施形態では、必要最小限又はそれに近い量の中和剤を投入するだけで良いので、使用する中和剤量を著しく低減でき経済的である。また、塔底液の処理も著しく簡略化することができる。

従来は、中和剤としてリン酸を用いる場合、アミノ酸等の有機物や塩類により中和が阻害され、塔底液にリンが多量に含まれてしまうという問題があったが、本実施形態では、リン酸を用いる場合にも、上記効果が安定的に得られる。

[0025] なお、精留装置1は一実施形態にすぎず、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で適宜設計変更可能である。

例えば、精留塔底部に蒸気を直接導入する代わりに、蒸気にて精留塔内を間接的に加熱する間接加熱式を採用することもできる。

その他、電気伝導度指示計51を設置する代わりに、回収液をサンプリングし、ガスクロマトグラフィー法等により、分析を行うことでも、回収液中のアルカリ性又は酸性の揮発成分の濃度をモニタリングすることができる。

[0026] また、被処理液には、アルカリ性、酸性の揮発成分のうちいずれかが含まれる場合についてのみ説明したが、本発明は、これら双方を含む被処理液に対しても適用可能である。

例えば、アルカリ揮発成分を中和する精留装置と、酸性揮発成分を中和する精留装置を併用し、順次処理を行うことで、両揮発成分の回収側への混入を抑えられる。また、あらかじめ、一方の揮発成分を中和や酸化処理等により不揮発化してから、本発明の精留装置にて処理しても、両揮発成分の回収側への混入を抑えられる。

[0027] 次に、本発明に係る実施例について説明する。

なお、アルカリ性または酸性の揮発成分の濃度と電気伝導度の関係については、濃度の異なるアンモニア水を調製し、電気伝導度計(東亜ディーケーケー株式会社製 CM－21P)にて、電気伝導度を測定することにより調べた。

この結果を表1及び図2に示す。アンモニア(NH_3)濃度と電気伝導度には正の相関があることが確認された。また、回収溶剤として問題のないレベルをアンモニア濃度0～0．05mg／Lと規格したが、これは電気伝導度0～3μScmに相当することが明らかとなった。

亜硫酸ガスについても濃度と電気伝導度との関係を調べたところ、アンモニアの場合と同様に、亜硫酸ガス濃度と電気伝導度には正の相関があることが確認された。

[0028] [表1]

アンモニア濃度 [mg/L]	電気伝導度 [μS/cm]	pH [−]
0.0005	0.72	7.4
0.0050	1.03	7.6
0.0500	2.64	8.3
0.5000	7.26	9.1
5.0000	9.07	9.1

実施例 1

[0029] 図1に示した精留装置を用い、醗酵工業の廃液の連続精留を実施した。

多段精留塔を用い、被処理液の給液口は下から約1／2の高さの段、中和剤投入口は下から約3／4の高さの段に各々設けた。

塔底部に175℃、0．45MPaGの蒸気を導入し、精留塔の中段温度は73℃に保持した。

被処理液の運転開始時の組成は、水約47重量%、メタノール約53重量%であり、29mg/Lのアンモニア、及び少量の不揮発性のアミノ酸や塩等が含まれていた。被処理液の精留塔への供給量は2．5m^3／時間とした。

精留塔に投入する酸としては、75重量%リン酸水溶液を用いた。

表1及び図2に示されるアンモニア濃度と電気伝導度の相関から、回収液の電気伝導度の規格は0～3μS／cm（アンモニア濃度0～0．05mg/Lに相当）とした。

[0030] 運転開始後の、被処理液のpH及びその給液量、電気伝導度計の指示値、及び投入したリン酸量を図3に示す。なお、図では、リン酸水溶液量をそのままリン酸量としてある。

図示するように、運転開始時は電気伝導度が一時的に高い値を示していたが、リン酸投入後、直ちに電気伝導度はほぼゼロになり、電気伝導度が規格内となった時点で、回収液の取り出しを開始した。その後も長時間に渡って、安定的に回収液の電気伝導度をほぼゼロに維持することができた。

[0031] 運転開始20時間後に被処理液のpHが急上昇し、図示されない低レベルの範囲

内で電気伝導度が急上昇したが、被処理液のpH変化に応じて、自動的にリン酸の投入量が制御され、電気伝導度をほぼゼロに維持することができた。なお、電気伝導度が急上昇した際には、回収液の取出しタンクを変更することで、回収液の品質を確保した。

[0032] 本実験に用いた図1に示される精留塔と同程度の規模および精留能力を有する精留塔において、あらかじめ中和剤を被処理液に投入してから精留塔に給液する従来の精留方法を用いた場合、回収液へのアンモニアの混入を確実に避けるためには、被処理液のpHを3にする必要があることを別途確かめた。

上記実験に供した被処理液の滴定を行ったところ、該被処理液のpHを3にするに必要な75重量%リン酸水溶液は、被処理液1000Lあたり約6．9Lと見積もられた。

しかしながら、図3の結果から算出したところ、本実施例では、75重量%リン酸水溶液の投入量は被処理液1000Lあたり約1．0Lであり、従来の精留方法で必要と見積もられた75重量%リン酸液水溶液のわずか約14%であった。そのため、精留塔残査に含まれるリンの量も大幅に削減することができ、廃液処理も著しく簡略化することができた。

産業上の利用可能性

[0033] 本発明の精留塔及びこれを用いた精留方法は、醗酵工業等で排出される有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む廃液の処理等に好ましく適用できる。

請求の範囲

[1] 有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留塔に供給し、有機溶剤を分離回収する精留装置において、

前記精留塔の前記被処理液の給液位置より塔頂側に、前記揮発成分を中和する中和剤を投入する中和剤投入手段が設けられていることを特徴とする精留装置。

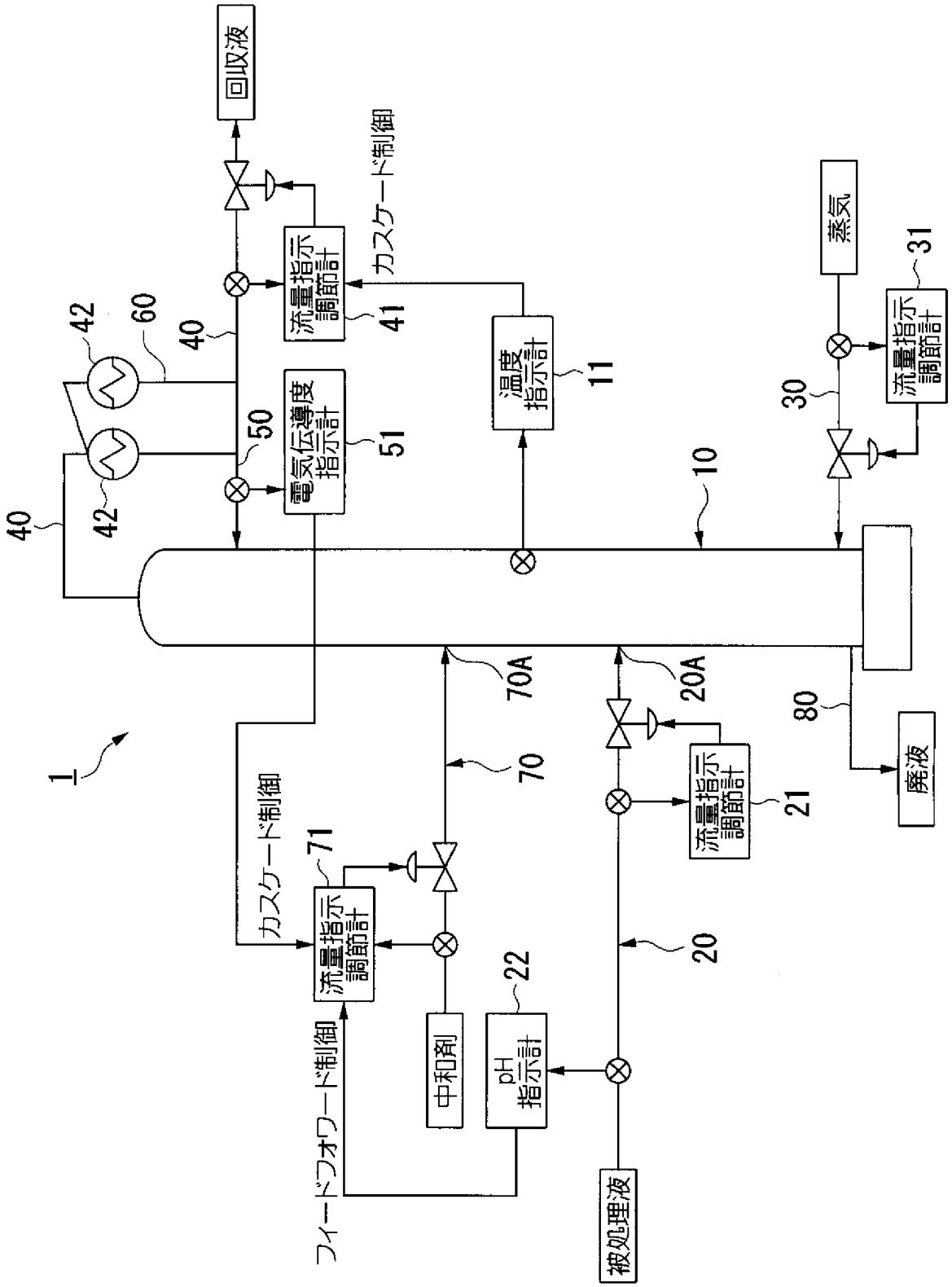
[2] さらに、前記精留塔から抜き出される回収液中の前記揮発成分を検出する検出手段が設けられており、この検出結果に基づいて、前記中和剤投入手段による中和剤投入量が制御されることを特徴とする請求項1に記載の精留装置。

[3] さらに、前記被処理液のpHを計測するpH計測手段が設けられており、この計測結果に基づいて、前記中和剤投入手段による中和剤投入量が制御されることを特徴とする請求項1又は2に記載の精留装置。

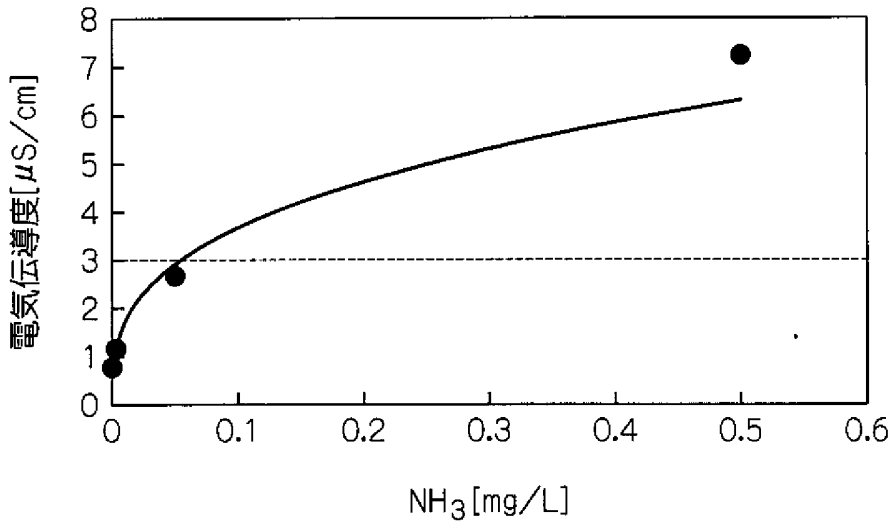
[4] 有機溶剤とアルカリ性又は酸性の揮発成分とを含む被処理液を精留塔に供給し、有機溶剤を分離回収する精留方法において、

前記精留塔の前記被処理液の給液位置より塔頂側に、前記揮発成分を中和する中和剤を投入し、精留を行うことを特徴とする精留方法。

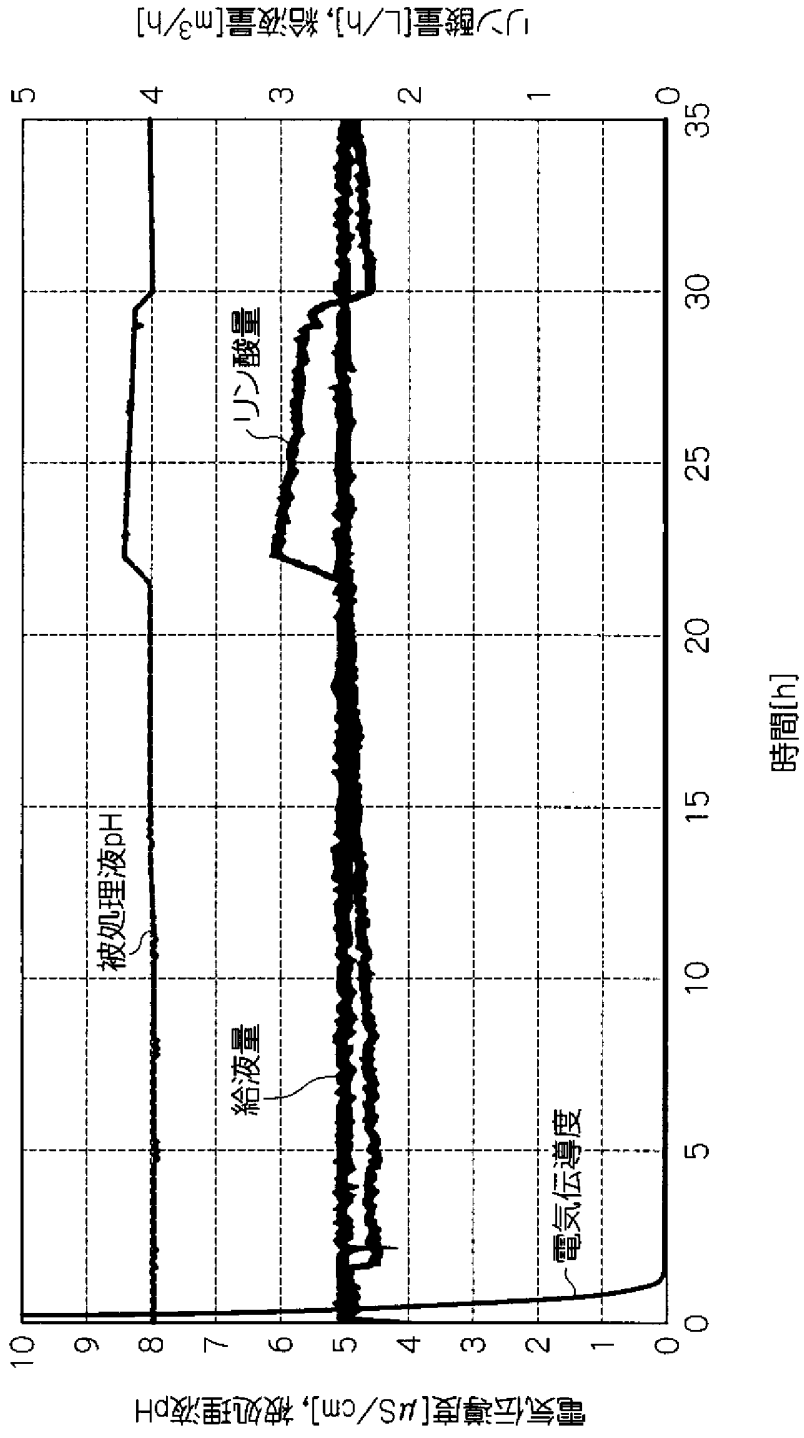
[図1]


回収液
カスケード制御
流量指示調節計
41
42
60
40
温度指示計
11
蒸気
31
流量指示調節計
50
電気伝導度指示計
51
30
10
40
42
70A
20A
80
廃液
1
70
流量指示調節計
21
カスケード制御
71
流量指示調節計
20
22
中和剤
pH指示計
フィードフォワード制御
被処理液

[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2005/015709

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B01D3/14 (2006.01), ***B01D3/42*** (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D3/14 (2006.01), ***B01D3/42*** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-301301 A (Nippon Refine Kabushiki Kaisha), 15 October, 2002 (15.10.02), Full text (Family: none)	1-4
A	JP 11-207093 A (Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.), 03 August, 1999 (03.08.99), Claim 3; Par. Nos. [0019] to [0021]; Fig. 1 (Family: none)	1-4

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
28 November, 2005 (28.11.05)	06 December, 2005 (06.12.05)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００５／０１５７０９

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　***B01D3/14*** (2006.01)，***B01D3/42*** (2006.01)

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　***B01D3/14*** (2006.01)，***B01D3/42*** (2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２００５年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２００５年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２００５年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
A	JP 2002-301301 A（日本リファイン株式会社）2002.10.15，全文（ファミリーなし）	１－４
A	JP 11-207093 A（三菱重工業株式会社）1999.08.03，【請求項3】、段落【0019】－【0021】、第１図　（ファミリーなし）	１－４

☐　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー

「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献

「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 ２８．１１．２００５	国際調査報告の発送日 ０６．１２．２００５
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 郵便番号１００－８９１５ 東京都千代田区霞が関三丁目４番３号	特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｑ　８０１４ 小川　慶子 電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４６８