

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4680462号
(P4680462)

(45) 発行日 平成23年5月11日(2011.5.11)

(24) 登録日 平成23年2月10日(2011.2.10)

(51) Int.Cl. F I
C O 7 C 29/70 (2006.01) C O 7 C 29/70
C O 7 C 31/30 (2006.01) C O 7 C 31/30

請求項の数 26 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2001-543481 (P2001-543481)	(73) 特許権者	508020155
(86) (22) 出願日	平成12年12月8日 (2000.12.8)		ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
(65) 公表番号	特表2003-516373 (P2003-516373A)		ア
(43) 公表日	平成15年5月13日 (2003.5.13)		B A S F S E
(86) 国際出願番号	PCT/EP2000/012440		ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
(87) 国際公開番号	W02001/042178		D-67056 Ludwigshafen, Germany
(87) 国際公開日	平成13年6月14日 (2001.6.14)	(74) 代理人	100100354
審査請求日	平成19年12月5日 (2007.12.5)		弁理士 江藤 聡明
(31) 優先権主張番号	199 59 153.9	(72) 発明者	グート, ヨーゼフ
(32) 優先日	平成11年12月8日 (1999.12.8)		ドイツ, 67251、フラインスハイム、エルポルツハイマー、シュトラーセ、24
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルカリ金属メトキサイドの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

メタノールと混合されていてもよい水性アルカリ金属水酸化物とメタノールとから、水性アルカリ金属水酸化物の供給箇所とメタノールの供給箇所との間の理論段数が少なくとも5段を有する反応塔内で生成し、その反応で生成した気体状メタノール/水混合物の精留塔における分留によりアルカリ金属メトキサイドを製造する方法において、

塔断面積全体の2~5%に相当する塔壁近傍の塔断面の縁辺区域における液細流密度を残余の断面に比して100%以下だけ減少させることによって、

泡鐘トレイ、バルブトレイ又は網目トレイ塔として配置された反応塔のために選択されたトレイが、その液体の5%以下が各トレイから流下するトレイであり、若しくは、反応塔に不規則充填物又は規則充填物を装備し、液体流量対蒸気流量の平均比率が塔の全断面積の2%超過に相当する塔断面積の全ての小領域において、液体に対し15%を超えることがなく、そして、

不規則充填物又は規則充填物を装備した上記反応塔の内壁が、反応塔の内部温度より3~10 高い温度であり、また、

反応塔を還流なしで運転し、かつ、

反応塔と精留塔が、個別の塔であるか、又は、単一の塔外壁内に收容された塔であり、前記個別の塔である場合の反応塔は、該反応塔の塔頂に水性アルカリ金属水酸化物の供給箇所を有し、該反応塔の下部末端にメタノールの供給箇所を有し、

前記単一の塔外壁内に收容された塔は、該塔の下部領域を2つの小領域に分割する垂直

分割隔壁を有し、該2つの小領域のうち1つの小領域内の前記分割隔壁の上部末端に水性アルカリ金属水酸化物の供給箇所を有し、該1つの小領域の下部末端にメタノールの供給箇所を有する、

ことを特徴とするアルカリ金属メトキサイドの製造方法。

【請求項2】

上記水性アルカリ金属水酸化物が、電気化学的に調製されたものであることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項3】

上記水性アルカリ金属水酸化物が、少なくとも30%の濃度を有し、かつ、反応塔に流入する前に熱交換器によって反応塔内の圧力での沸点近傍まで加熱されることを特徴とする請求項1又は2に記載の製造方法。

10

【請求項4】

上記水性アルカリ金属水酸化物が水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムの場合、上記メタノールの量が水性アルカリ金属水酸化物とともに注入される水分量の10~50倍量とすることを特徴とする請求項1~3のうちいずれか一項記載の製造方法。

【請求項5】

精留塔で、還流比少なくとも0.5においてメタノール/水混合物から生成した20~100ppmの水分含量を有する上記メタノールを、部分凝縮器と蒸気圧縮機を經由して反応塔の下部末端に再循環させることを特徴とする請求項1~4のうちいずれか一項記載の製造方法。

20

【請求項6】

分留の後得た水分含量20~100ppmのメタノール流の一部、即ち、10~70%を反応塔の下部末端に供給し、残余部分を単一の流れ又は複数の部分流に分割して、気体状で、水性アルカリ金属水酸化物の供給箇所の下部1~10理論段数のところに導入することを特徴とする請求項5に記載の製造方法。

【請求項7】

新規メタノールを沸点以下の温度で精留塔の塔頂に供給することを特徴とする請求項1~6のうちいずれか一項記載の製造方法。

【請求項8】

上記反応塔及び精留塔が別個の塔であることを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項9】

還流比が少なくとも0.6で、上昇蒸気流圧縮機を用い、精留塔においてメタノール/水混合物から生成した水分含量20~100ppmを有するメタノールを、部分凝縮器を經由して反応塔へ再循環させることを特徴とする請求項8記載の製造方法。

30

【請求項10】

上記反応塔を、1~15バールの圧力で運転することを特徴とする請求項8記載の製造方法。

【請求項11】

上記反応塔と精留塔とを単一の塔外壁内に収納し、そこでその単一の塔外壁内に収容された塔の下部領域を塔外壁の間に挿入した垂直分割隔壁によって分割することにより塔の該小領域内の液及び蒸気流の交差混合を防ぎ、該縦分割領域の両方が固有の蒸発器を有し、それを經由してアルコキサイド溶液又は水分を取出すことを特徴とする請求項1記載の製造方法。

40

【請求項12】

少なくとも30%の濃度を有し、沸点近傍まで加熱した上記水性アルカリ金属水酸化物をアルコキサイド溶液を取出す小領域内で分割隔壁の上部末端に導入することを特徴とする請求項11記載の製造方法。

【請求項13】

上記単一の塔外壁内に収容された塔を、1~8バールの圧力で運転することを特徴とする請求項11記載の製造方法。

【請求項14】

50

上記水性アルカリ金属水酸化物の供給箇所とメタノールの供給箇所との理論段数が15～30であることを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

【請求項15】

上記反応塔のために選択されたトレイが、その液体の1%以下が各トレイから流下するトレイであることを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

【請求項16】

上記液体流量対蒸気流量の平均比率が、液体に対し3%を超えることがないことを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

【請求項17】

上記液細流密度を残余の断面に比して、5～15%だけ減少させることを特徴とする請求項1に記載の製造方法。

10

【請求項18】

上記水性アルカリ金属水酸化物が、隔膜法によって電気化学的に調製されたものであることを特徴とする請求項2に記載の製造方法。

【請求項19】

上記水性アルカリ金属水酸化物が、溶解度の限界まで濃縮されたことを特徴とする請求項3に記載の製造方法。

【請求項20】

上記水性アルカリ金属水酸化物が水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムの場合、上記メタノールの量が水性アルカリ金属水酸化物とともに注入される水分量の30～40倍量とすることを特徴とする請求項4に記載の製造方法。

20

【請求項21】

上記還流比が0.8～1.4であることを特徴とする請求項5に記載の製造方法。

【請求項22】

分留の後得られ、反応塔の下部末端に供給するメタノール流の一部が30～50%であることを特徴とする請求項6に記載の製造方法。

【請求項23】

新規メタノールを室温で精留塔の塔頂に供給することを特徴とする請求項7に記載の製造方法。

【請求項24】

上記還流比が0.8～1.4であることを特徴とする請求項9に記載の製造方法。

30

【請求項25】

上記反応塔を、3～10パールの圧力で運転することを特徴とする請求項10に記載の製造方法。

【請求項26】

上記単一の塔外壁内に収容された塔を、3～5パールの圧力で運転することを特徴とする請求項13に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、メタノールと混合されていてもよい水性アルカリ金属水酸化物とメタノールとから、アルカリ金属メトキサイドを製造する方法に関する。

40

【0002】

アルカリ金属水酸化物とアルコールとからのアルコキサイドの調製はそれ自体、既知である。

【0003】

西独特許第968903号公報には、既に、アルカリ金属水酸化物の沈漬による塔の閉塞を防ぐ目的で、水性アルカリ金属水酸化物を塔の多様な場所に供給することによる充填塔でのアルコールとの向流で、高濃度水性アルカリ金属水酸化物溶液の連続処理が開示されている。アルコキサイドは、充填物に偏在するアルカリ金属水酸化物と、塔頂から下部へ塔を介して添加し流されるアルコール流との反応によって生成する。

50

【 0 0 0 4 】

しかし、低沸点のアルコール（メタノール）をこの方法で用いることができるのは、水を除去するために好適な補助液剤を使用する場合だけである。この方法はまた、塔の充填物に沈降する固体アルカリ金属水酸化物の沈漬が、塔の閉塞を生じ得るという欠陥を有する。西独特許第968903号公報に記載された工程には、共留剤を用いる共沸蒸留によるアルコールの除去を挙げているが、その工程に示されているように、定常的に留出するアルコール／水共沸混合物のアルコールを回収しなければならず、複雑な回収工程を必要とする。

【 0 0 0 5 】

ソ連邦特願公開第165691号公報には、メタノール性水酸化ナトリウム溶液から出発し、攪拌槽から気体メタノールに向流で連続運転している充填塔の上部に移送するナトリウムメトキシドの製造方法が開示されている。

10

【 0 0 0 6 】

この方法は、好適な製品純度を得るために高エネルギー投与を必要とする。それはまた、固体の水酸化ナトリウムを使用するという欠点をも有する。

【 0 0 0 7 】

欧州特願公開第0299577号公報には、反応水を過蒸発（pervaporation）によって除去するアルコキシドの製造方法が開示されている。この方法では、アルコールの完全な脱水は達成できないことが知られている。

【 0 0 0 8 】

西独特許第3413212号公報及び西独特許第3701268号公報には、西独特許第968903号公報に記載の補助液剤とは対照的に、水と共沸混合物を生成しない共留剤を用い、水性水酸化カリウムと過剰の第三ブタノールとから蒸留塔でカリウム第三ブトキシドを製造する方法が開示されている。

20

【 0 0 0 9 】

更に、ルーマニア特願公開第60485号公報には、無水の工業銘柄メタノールと工業銘柄水酸化ナトリウムとから、炭化水素を助剤とする三工程の方法でのナトリウムメトキシドの単離が開示されていて、この方法では生成した反応水を共沸蒸留によって除去している。無水の炭化水素は、 Na_2SO_4 を添加した分別蒸留によって回収する。ナトリウムメトキシドを炭化水素中の懸濁液として得、それを濾過することができる。

【 0 0 1 0 】

これらの方法は、分離操作を追加する必要があるが、また、アルカリ金属アルコキシド溶液に異物が残る。この後者の異物は、その後の工程に障害となる。

30

【 0 0 1 1 】

理論段数の理論的数字だけでは、実質的に無水のアルコキシド溶液を調製する効果的な方法かどうかの十分な判定基準ではないことが実験的に見出された。従って、既知のアルコキシド調製方法は、理論段数35～40段という高い数字を有する塔においても水分含量がアルコキシドに対して約0.5～2%である不満足な品質のものが得られる。これらの水分含量は、水分含量約0.1%である商業用銘柄のものよりも大である。

【 0 0 1 2 】

本発明の目的は、妥当なエネルギー投入量で実質的に無水の最終製品を得ることが可能であり、かつ充填反応塔を使用した場合、沈漬が充填物上に生成しないようなアルコキシドの製造方法を提供することである。

40

【 0 0 1 3 】

この目的は、メタノールと混合されていてもよい水性アルカリ金属水酸化物とメタノールとから、水性アルカリ金属水酸化物の供給箇所とメタノールの供給箇所との間の理論段数が少なくとも5段、好ましくは15～30段を有する反応塔内で、アルカリ金属メトキシドを製造する既知の方法によって達成されることが見出され、ここで、泡鐘トレイ（bubble cap tray）、バルブトレイ（valve tray）又は網目トレイ塔として配置された反応塔の場合には、これらトレイが5%以下、好ましくは1%以下の液体が各トレイを介して流下するように選択される。

50

【0014】

本発明方法の実施形態としては、好適な塔は実質的に泡鐘トレイ、バルブトレイ及び網目トレイ塔である。特に、バルブトレイ及び網目トレイの場合には、液体の流量を最小化するように配置すべきである。当業者はこのために必要な構成基準を知悉している。特に固く詰まったバルブ型が選択され、この場合は、特にトレイ開口部への蒸気速度は、通常設定される値の2倍に増加する。このことはバルブの数の減少によって達成される。網目トレイの場合には、トレイの開口部の直径を小さくし、開口部の数を変えないか増加させてもよい。

【0015】

本発明方法の変形例においては、反応塔にランダムな充填物素子、又は、整えられた充填物を装備するが、整えられた充填物の方がランダムな充填物素子より、液体の均一分布の観点から好ましい。本発明のかかる実施形態においては、液体流量対蒸気流量の平均比率が15%を超えてはならず、好ましいのは塔断面積全体の2%以上に相当する塔断面の小領域全てについて3%を超えないことである。本発明により維持すべき液量をこのように低く維持することで、金網での毛細管効果によって液細流密度が部分的に最大となるのを防ぐことも可能となることは明らかである。

10

【0016】

このことを達成する好適な方法は欧州特願公開第0684060号公報に開示されている。液の分布の望ましい特徴は、ランダム又は整えられた充填物のある塔を用いる場合、塔断面積全体の2~5%に相当する塔壁近傍の塔断面の縁辺区域における液細流密度を残余の断面に比して100%以下だけ、好ましくは5~15%だけ減少させることによって達成できる。このことは、簡単な方法で液分布を決めるもの、換言すれば、その穴の滴下箇所を目指す分布にすることによって達成できる。

20

【0017】

この操作形態では、反応塔の内壁が反応塔の温度の3~10 以上の温度であることが有利である。

【0018】

化学平衡の非常に不利な状況のために、極めて少量であっても、十分大量の蒸気と接触していない静止水含有の液の浸入は、確実に回避されるべきであることは明らかである。水分含有液体の部分的な浸入は、明らかに、逆反応による生成物品質への重大な逆効果をもたらし得る。

30

【0019】

縁辺での通過又は液流の生成若しくは流下が、反応塔横断面のどの箇所でも生じないことを確実にする本発明の特徴によって、アルカリ金属メトキサイドを調製するための、それ自体既知の方法の組合せにより、驚くべきかつ相乗的な形で、今まではアマルガム法、又は、アルカリ金属の使用によってのみ達成できた純度のアルカリ金属メトキサイドが得られる。

【0020】

塔の断面積に亘る気体の均一性に関しては追加すべき構成上の必要性がないことは宣言することができ、かつ、工業的实施に際しての利点である。気体流量対液流量の比が部分的に平均値よりも高い値を取ったとしても不利にはならない。寧ろ、気体流量の増加は、部分的に水分除去を向上する。

40

【0021】

本発明方法を実施する場合、ランダムな、又は、整えられた充填物を装備した反応塔で閉塞は発生せず、かつ、用いたメタノールは、複雑な処理を行うことなく工程に再循環できる。

【0022】

本発明の方法は、バッチ式でも連続式でも実施することができる。

【0023】

バッチ式操作においては、所望のアルコキサイド濃度が反応混合物中に存在する時点まで

50

、アルコール及び水を蒸発させる。

【0024】

連続式操作においては、メタノールと混合されていてもよい水性アルカリ金属水酸化物流を反応塔の塔頂に供給する。反応塔は、純粋なストリップング塔として運転する。メタノールを塔の下部領域に蒸気の形態で供給する。本明細書記載のアルコキサイドを、底部オフテイク(offtake)を經由して得る。塔頂から出る水分含有メタノール流を精留塔で処理する。塔頂に必要な新規メタノールを導入する。部分凝縮の後、水分含量の極めて低い気体状メタノール流を塔頂で収得し、反応塔の下部領域に再循環させる。水分は精留塔の底部を經由して系から取出す。

【0025】

本発明方法に使用する水性アルカリ金属水酸化物は、隔膜法で得たものが有利である。この方法で、完全に水銀のないアルコキサイドを製造することが可能である。エネルギー消費高の見地からも、水性アルカリ金属水酸化物が少なくとも30%の濃度を有し、反応塔に入る前に沸点近くまで熱交換器によって加熱することが有利である。

【0026】

メタノールを、得られたアルカリ金属メトキサイド用の溶媒として一時的に役立つ程度の量で使用する。この量は、アルカリ金属メトキサイドの所望の濃度、好ましくは30%が反応塔底部に存在するように選択するべきである。

【0027】

使用するメタノールの量に関する上記の条件は、その量が水性水酸化ナトリウムにより導入された水分量の10~50倍、好ましくは35~40倍の量、又は水性水酸化カリウムにより導入された水分量の10~50倍、好ましくは30~40倍の量である場合に適合する。

【0028】

本発明方法において、反応塔は還流なしに運転される。

【0029】

精留塔においては、反応塔の塔頂で取出した蒸気を、好ましくは気体状で、精留塔に供給し、水分含量20~100ppmを有する、この塔頂で得たメタノールを、好ましくは気体状で部分凝縮器を介して送り、次いで、蒸気圧縮機を經由して反応塔の下部末端に供給する場合、還流比は少なくとも0.5、好ましくは0.8~1.4が妥当である。

【0030】

本発明方法の一変形例においては、精留塔の還流比は少なくとも0.6、好ましくは0.8~1.4である。

【0031】

この場合、反応塔塔頂で取出した蒸気を、精留塔の上流の蒸気圧縮機を介して通過させ、次いで精留塔で得た、20~100ppmの水分含量を有するメタノールを、好ましくは気体状で、部分凝縮器を經由して反応塔の下部末端に供給する。

【0032】

メタノールの一部を気体状で反応塔の上部末端に、又は、上部末端領域内に導入する場合に、反応塔の寸法を塔の下部領域で縮減することができる。

【0033】

本発明による操業形態では、メタノール流の一部のみ、即ち10~70%、好ましくは30~50%を反応塔の下部末端に供給し、残余部分を単一の物流としてか、又は、複数の小物流に分割して、気体状で水性アルカリ金属水酸化物の供給点の、理論段数1~3段下に導入する。

【0034】

反応塔の上部領域に1器以上の中間蒸発器を任意に挿入することにより、反応塔の寸法を、塔の下部領域で縮減することができる。この配置においては、液状でメタノール小流を反応塔の上部領域に導入することも可能である。

【0035】

反応塔を0.5~40バール、好ましくは1~15バール、特に好ましくは3~10バールの圧力で

10

20

30

40

50

運転することが有利であって、その理由は、より高い圧力ではより小さい熱量の投入と、より少量のメタノールを達成できるからである。

【0036】

精留塔での圧力は、広範囲に自由に選択することができる。約1~4バールでの操作が得策である。蒸気圧縮の場合には、二塔間の圧力変化は、メタノール/水混合物か、又は、その代わりにメタノール流についての蒸気圧縮が容易に可能となるように選択するのが有利である。

【0037】

反応に必要な、またアルカリ金属メトキサイド溶液の希釈に必要なメタノールを沸点までの温度で、好ましくは室温で精留塔の塔頂に導入する。

10

【0038】

主要なコストに関して有利である本発明の他の実施形態においては、反応塔と精留塔とを単一の塔外壁内に収納し、そこで塔の下部領域を塔外壁の間に挿入した垂直分割隔壁によって分割することにより塔のこの小領域内の液及び蒸気流の交差混合を防ぎ、この縦分割領域の両方が固有の蒸発器を有し、それを經由してアルコキサイド溶液又は水分を取出し、水分含量20~100ppmを有し、還流比少なくとも0.5、好ましくは0.8~1.4で塔頂で得たメタノールを、部分凝縮器と蒸気圧縮機を介して通過させ、次いで塔の下部末端で小領域に導入し、そこからアルコキサイド溶液を取出す。

【0039】

この操作形態では、0.5~10バール、好ましくは1~8バール、特に好ましくは3~5バールの圧力で塔を運転するのが有用であることが見出された。

20

【0040】

本発明方法を図1~3に示す装置で有利に実施できる。

【0041】

図1に示す装置では、水性アルカリ金属水酸化物をライン1を經由して熱交換器2に導入し、そこで供給時点の温度に加熱し、所望に応じて一部を蒸発させ、ライン3を經由して塔4の塔頂に導入する。アルカリ金属メトキサイド溶液は、塔の底部からライン6を經由して取出される。塔の底部には蒸発器5があり、それによってアルカリ金属メトキサイド溶液の濃度を所望の値に調整する。蒸発器からの蒸気は、ライン7を經由して塔の下部末端に供給される。気体メタノールは、同様にライン8を經由して塔の下部末端に供給される。ライン8経由の導入に加えて、気体メタノールを1ヶ所以上のライン20を經由して塔の上部領域に導入できる。塔頂で、メタノールと水含有の流れ9を凝縮することなく気体状で取出し、蒸気圧縮機10を介して圧縮し、ライン11を經由して蒸留塔12に供給する。この塔の底部で水分をライン18を經由して取出す。蒸気流をライン17を經由して塔の下部末端に供給する蒸発器16を用いて塔を加熱する。塔頂には、液体メタノールを、ライン19を經由して導入する。塔頂で得た蒸気流をライン13を經由して部分凝縮器14に送り、そこで蒸気の一部を凝縮して、液状でライン15を經由して塔頂に供給し、残余の蒸気流をライン21を經由して取出し、反応塔4中にライン8及び20を介して導入する。

30

【0042】

図2は、図示する実施態様1の変形例を示すもので、反応塔4は塔12より高圧下で運転される。塔4の塔頂で取出される蒸気流9を、塔12に直接供給する。塔12の部分凝縮器14から取出した蒸気流21を、圧縮機10を介して移送し、そこからライン8及び20を經由して塔4に供給する。

40

【0043】

図3は、装置の有利な簡略化を示すもので、ここでは、図1及び2において示した塔4及び12を単一の塔22に結合したものである。この塔は、下部領域に隔壁23を有し、この領域を2つの小領域24と25とに分割してある。水性アルカリ金属水酸化物をライン1を經由して熱交換器2に導入し、そこで供給時点の温度に加熱し、所望に応じて一部を蒸発させ、ライン3を經由して塔の小領域24中に隔壁の上部末端で供給する。塔の小領域24の下部末端に蒸発器5があり、これを用いてアルカリ金属メトキサイド溶液の濃度を所望の値に調整し

50

、アルカリ金属メトキサイド溶液をライン6を經由して取出す。蒸発器からの蒸気をライン7を經由して塔の小領域24の下部末端に供給する。同様に塔の小領域24の下部末端で気体メタノールをライン8を經由して供給する。ライン8を經由しての導入に加え、気体状メタノールを1ヶ所以上のライン20を經由して塔の小領域24の上部に供給することもできる。

【0044】

塔の小領域25の下部末端で、水分をライン18を經由して取出す。

【0045】

ライン17を經由して塔の小領域25の下部末端へ蒸気流を供給する蒸発器16によって、塔の小領域25を加熱する。塔頂には、ライン19を經由して液体メタノールを導入する。塔頂で得た蒸気流をライン13を經由して部分凝縮器14に送り、そこで蒸気の一部を凝縮し、ライン15を經由して液状で塔頂に供給し、残余の蒸気流をライン21を經由して取出し、圧縮機10で圧縮して、ライン8及び20を經由して塔の小領域24に供給する。

10

【0046】

実施例

実施例 1

75 に加熱した50%濃度の水性水酸化ナトリウム流を毎時27g、3×3mmの金網環を含有する1m高さの塔の塔頂に供給した。このベッド (bed) の高さは、約20段の理論段数に相当する。塔は、塔に対して交差して4室に分割する二重隔壁を装備している。80 に加熱した油の流れを各室に供給した。塔内部の温度は71~75 である。塔は還流なしで運転した。保護加熱を伴うこの操作態様では、液流量対蒸気流量の平均比率は15%を超えることなく、かつ、縁辺での通過量は蒸発によって最小化された。

20

【0047】

塔を周囲気圧にて運転した。ベッドの下部末端に、約20ppmの水分を含有し、61 の温度を有する液体メタノール流を毎時532g供給した。塔底部からの生成物流 (毎時61g) には、ナトリウムメトキサイド30重量%を含有し、また、約60ppmの水と410ppmの水酸化ナトリウムを含有していた。塔頂の温度は75 であった。塔頂から取出した物流は、水分含量3.93重量%のメタノールを含有し、質量流量は毎時498gであった。この物流を気体状で第2塔に理論段数5段の水準の場所へ供給した。この第2塔は、理論段数29段に相当し、40個の泡鐘トレイを有し、大気圧下で運転した。還流比は1.3であった。全量凝縮後塔頂で取出した物流は、メタノール中に約30ppmの水分を含有し、毎時478gの流量であった。凝縮分の緩衝用として、プラントから取出したメタノール流 (毎時54g) に相当する量のメタノールを供給した。凝縮槽から取出した物流を反応塔に供給した。第2塔からの底部生成物 (毎時20g) は、水酸化ナトリウムからの水分と、系からの1重量%の残余メタノール含量を伴う、反応での生成水とを運搬した。

30

【0048】

比較例 C 2 (本発明に準拠せず)

75 に加熱した50%濃度の水性水酸化ナトリウム流を毎時29g、3×3mmの金網環を含有する1m高さの塔の塔頂に供給した。このベッド (bed) の高さは、約20段の理論段数に相当する。塔は、塔に対して交差して4室に分割する二重隔壁を装備している。室には、加熱媒体を供給しなかった。塔壁に沿った縁辺には液体の通過を観測した。この液体の流量は、全液体の流量の約3~5%であった。塔を周囲気圧にて運転した。ベッドの下部末端に、約20ppmの水分を含有し、61 の温度を有する液体メタノール流を毎時532g供給した。塔底部からの生成物流 (毎時66g) には、ナトリウムメトキサイド30重量%を含有し、また、約1070ppmの水と4060ppmの水酸化ナトリウムを含有していた。塔は還流なしで運転され、塔頂の温度は75 であった。塔頂から取出した物流は、水分含量4.2重量%のメタノールを含有し、質量流量は毎時498gであった。この物流を気体状で第2塔に理論段数5段の水準の場所へ供給した。この第2塔は、理論段数29段に相当し、40個の泡鐘トレイを有し、大気圧下で運転した。還流比は1.3であった。全量凝縮後塔頂で取出した物流は、メタノール中に約30ppmの水分を含有し、毎時477gの流量であった。凝縮分の緩衝用として、プ

40

50

ラントから取出したメタノール流（毎時58g）に相当する量のメタノールを供給した。凝縮槽から取出した物流を反応塔に供給した。第2塔からの底部生成物（毎時20g）は、水酸化ナトリウムからの水分と、系からの約1重量%の残余メタノール含量を伴う、反応での生成水とを運搬した。

【0049】

実施例3

実施例3は図3に示す分割隔壁塔でのナトリウムメトキサイドの合成について示す。実験室での規模での小型の塔の直径では、相当する塔室を分割するよりも分割隔壁の領域を2塔から構成する方が簡単である。この理由から、隔壁分割塔による操業に代わるストリッピング室を実験室用として次のように構成した。即ち、3×3mmの金網環の1m長さのベッドから成る室24（理論段数20段）及び10個の泡鐘トレイを含む塔室から成る室25（理論段数7段）、並びに、1m長さを有する3×3mm金網環のベッドから成る精留室（理論段数20段）である。

【0050】

塔室24に、塔に対して交差して4室に分割する二重隔壁を装備した。80℃に加熱した油の流れを各室に供給した。塔内部の温度を71~75℃とした。従って、縁辺での流れは蒸発によって回避された。

【0051】

毎時20gの供給物流は、75℃で50%濃度の水性水酸化ナトリウムを含有していた。金網環のベッドの理論段数20段の水準で、即ち、室24の上部末端で、この物流を塔に供給した。生成物流（毎時45g）を室24の底の部分から取出した。それには、460ppmの水酸化ナトリウムと約65ppmの水分とを含有するメタノール流の69.5%濃度のナトリウムメトキサイドを含有していた。底部の温度は71℃であった。

【0052】

二重隔壁の領域における細流密度は、その全長に亘って毎時0.007リットル/cm²であった。この低い細流密度によって、液体流量対蒸気流量の比率が、ベッドにおける毛細管効果により、塔断面積に亘って極めて一定していること、及びこの比率の平均値から15%以上の偏差が生じないことが確保されている。

【0053】

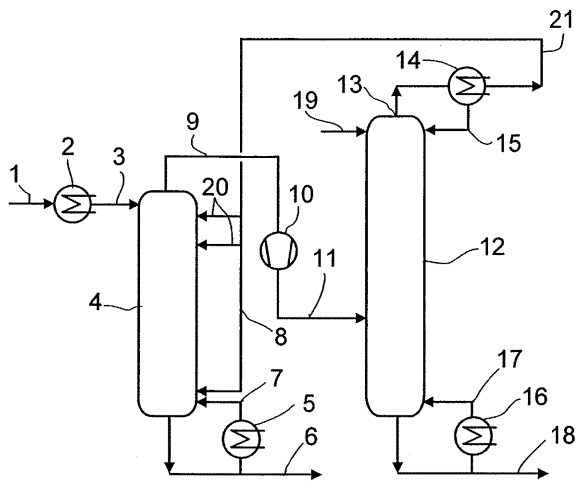
金網環ベッドの最上部を出た蒸気流は、通常の前留室へ流れた。塔は大気圧で運転された。還流比は1.4であった。全量凝縮の後、かつ、系から凝縮容器へ流出（毎時40g）したメタノールの置換の後、塔頂において、約25ppmの水分を含有するメタノール流（毎時50g）を得たが、また、このメタノール流をベッドの下部末端の水準で塔室24に返送した。前留室の下部末端には、全ての流下液流が塔室25に向かうように設定された返送分配装置が置かれていた。室25の底部流路から出た物流は、尚、約1重量%のメタノールを含有し、その量は毎時15gに達した。

10

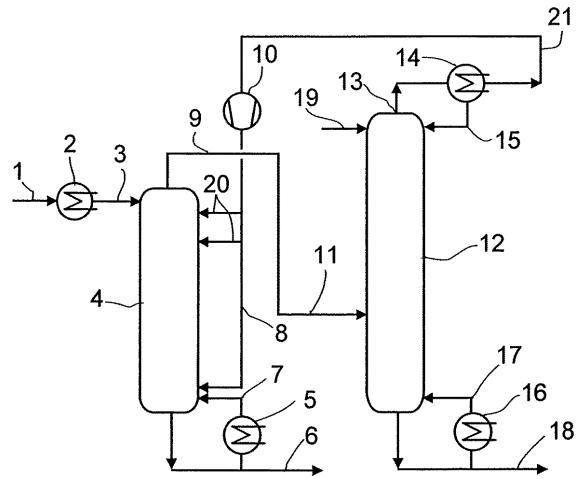
20

30

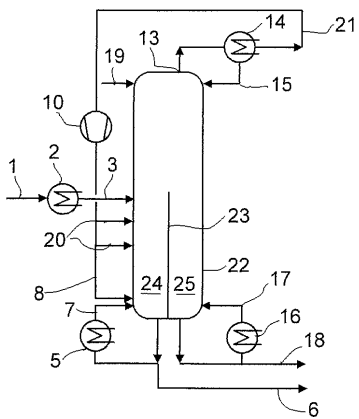
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】
FIG.3



フロントページの続き

- (72)発明者 フリードリヒ, ホルガー
ドイツ、67240、ポベンハイム - ロクスハイム、ロクスハイマー、シュトラーセ、66
- (72)発明者 シュテルツェル, ハンス - ヨーゼフ
ドイツ、67125、ダンシュタット - シャウエルンハイム、ヴァスガウリング、3
- (72)発明者 カイベル, ゲルト
ドイツ、68623、ラムペルトハイム、ロベルト - ボッシュ - シュトラーセ、4
- (72)発明者 ブルカルト, キルステン
ドイツ、67069、ルートヴィッヒスハーフェン、オルトヴィンシュトラーセ、3
- (72)発明者 ホフマン, エルケ
ドイツ、07749、イエーナ、ヒューゲルシュトラーセ、12

審査官 福島 芳隆

- (56)参考文献 特開昭61-194039(JP, A)
特開昭63-201139(JP, A)
特開昭63-264430(JP, A)
特開昭64-034934(JP, A)
特開平01-308241(JP, A)
西独国特許第00968903(DE, B)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 29/70

C07C 31/30