

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4285938号
(P4285938)

(45) 発行日 平成21年6月24日 (2009. 6. 24)

(24) 登録日 平成21年4月3日 (2009. 4. 3)

(51) Int. Cl.	F I
B O 1 J 19/00 (2006. 01)	B O 1 J 19/00 H
C O 7 C 67/48 (2006. 01)	C O 7 C 67/48
C O 7 C 69/54 (2006. 01)	C O 7 C 69/54

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2002-91857 (P2002-91857)	(73) 特許権者	000006035
(22) 出願日	平成14年3月28日 (2002. 3. 28)		三菱レイヨン株式会社
(65) 公開番号	特開2003-284941 (P2003-284941A)		東京都港区港南一丁目6番4 1 号
(43) 公開日	平成15年10月7日 (2003. 10. 7)	(74) 代理人	100064908
審査請求日	平成17年3月16日 (2005. 3. 16)		弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100108578
			弁理士 高橋 詔男
		(74) 代理人	100089037
			弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100101465
			弁理士 青山 正和
		(74) 代理人	100094400
			弁理士 鈴木 三義
		(74) 代理人	100107836
			弁理士 西 和哉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 易重合性物質取扱装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一端が装置内に開口して装置本体の側壁に接合され、他端が蓋体で封止された管状部材を具備する、易重合性物質を取り扱う装置において、

管状部材の内壁面の全周が、装置本体に向かって大径となるテーパ面とされ、テーパ面の勾配が、管状部材の中心軸に対して3～70°の範囲であることを特徴とする易重合性物質取扱装置。

【請求項 2】

装置本体の側壁から蓋体までの管状部材の長さが、蓋体の直径の1/3以下であることを特徴とする請求項1記載の易重合性物質取扱装置。

【請求項 3】

蓋体が、管状部材の端面のめねじ孔に固定されたおねじを蓋体の周縁の貫通孔に挿し通し、蓋体から突出したおねじにナットを取り付けることによって、管状部材の端面に固定されていることを特徴とする請求項1または請求項2記載の易重合性物質取扱装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステルおよび(メタ)アクロレイン等の易重合性物質、およびこれら易重合性物質を含む液の製造、取り扱いを行う蒸留塔などの装置に関し、詳しくは、装置内部における易重合性物質の滞留、それに伴う重合物

の発生、成長が抑えられた易重合性物質取扱装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステルおよび(メタ)アクロレインなどの易重合性物質は、非常に重合しやすく、これらの製造および取り扱いの際には、これらかなる重合物が発生し、場合によっては装置や工程の停止を余儀なくされることがよくある。

【0003】

その対策として、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステルおよび(メタ)アクロレインなどの製造の際には、(i)ハイドロキノン、フェノチアジン等の重合防止剤を添加すること、さらには(ii)重合物、析出物等の固形分の装置内部への付着を防止するために、装置内部に表面研磨処理を施すこと、(iii)装置外面からの冷却(場合によっては加温)、(iv)液滞在や滞留を防止することは公知である。しかしながら、重合物、析出物等の固形分の発生や付着を完全に防止することは未だ達成されていない。

10

【0004】

(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステルおよび(メタ)アクロレインなどを合成、精製する際には、必ずといってよいほど蒸留プロセスが必要となってくる。この蒸留プロセスの際に問題となっているのが、蒸留塔、およびこれに付随する槽、熱交換器、装置、機器などの内部に形成されている凹部での易重合性物質の滞留による重合物や固形物の発生である。

【0005】

20

このような凹部の例としては、蒸留塔、槽、装置、機器の内部点検のための開放点検口、内部の圧力、液面を計測する圧力伝送器などの計測器の取り付け口が挙げられる。

図4は、従来の蒸留塔における開放点検口の一例を示す上断面図である。この開放点検口11は、蒸留塔本体12側壁の開口部13周縁に、一端が蒸留塔本体12内に開口した状態で接合された管状部材14と、管状部材14の他端を封止する蓋体15とから概略構成されるものであり、管状部材14のフランジ部18および蓋体15とは、ボルト16およびナット17の組み合わせにより締め合わされている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

この開放点検口11においては、蒸留塔本体12から外部に突出した管状部材14において、蒸留塔本体12内から流れてきた易重合性物質のガスが冷やされて凝縮し、易重合性物質の凝縮液が滞留し、易重合性物質の重合が起こるという問題があった。また、易重合性物質のガスにおける重合防止剤濃度は極めて低く、このガスが凝縮した凝縮液中では、易重合性物質の重合が起こりやすかった。

30

【0007】

また、重合物等が一度発生してしまうと、凝集液の滞留が促進され、その部分を中心として局部的にしかも急激に重合物が成長し始めてしまうため、重合物に起因する詰まりなどの工程異常が発生し、結果として、蒸留塔をはじめとするプロセス全体の設備が使用不能となることがあった。

【0008】

40

さらに、製造品種の切り替えなどにより、取り扱われる易重合性物質の種類が切り替わった場合に、易重合性取扱装置内の凹部に滞留した前品種の易重合性物質が、次の品種に混入し、品質異常以上を起こすこともあった。

よって、本発明の目的は、装置内部における易重合性物質の滞留、それに伴う重合物の発生、成長が抑えられた易重合性物質取扱装置を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】

すなわち、本発明の易重合性物質取扱装置は、一端が装置内に開口して装置本体の側壁に接合され、他端が蓋体で封止された管状部材を具備する、易重合性物質を取り扱う装置において、管状部材の内壁面の全周が、装置本体に向かって大径となるテーパ面とされ、

50

テーパ面の勾配が、管状部材の中心軸に対して $3 \sim 70^\circ$ の範囲であることを特徴とする。

【0010】

また、本発明の易重合性物質取扱装置においては、装置本体の側壁から蓋体までの管状部材の長さが、蓋体の直径の $1/3$ 以下であることが望ましい。

また、蓋体は、管状部材の端面のめねじ孔に固定されたおねじを蓋体の周縁の貫通孔に挿し通し、蓋体から突出したおねじにナットを取り付けることによって、管状部材の端面に固定されていることが望ましい。

【0011】

また、易重合性物質は、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステル、および(メタ)アクロレインからなる群から選ばれる1種であることが望ましい。

10

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明における易重合性物質取扱装置とは、易重合性物質の製造を行う装置や易重合性物質を取り扱う装置のことである。このような易重合性物質取扱装置としては、例えば、蒸留塔、これに付随する熱交換器、貯留タンクなど；易重合性物質の合成に使用される反応器、これに付随する熱交換器、貯留タンクなどが挙げられる。

【0013】

また、本発明における易重合性物質としては、重合し易い物質であれば特に限定はされないが、例えば、重合性ビニル化合物を挙げることができる。重合性ビニル化合物としては、例えば、(メタ)アクリル酸などの不飽和カルボン酸類、メチル(メタ)アクリレート、ノルマルブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、ターシャリーブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、トリデシル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレートなどのアルキル(メタ)アクリレート類、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、グリシジル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、アリル(メタ)アクリレートなどの脂環・芳香環・複素環およびビニル基含有(メタ)アクリレート類、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2-メトキシエチル(メタ)アクリレート、2-エトキシエチル(メタ)アクリレートなどのヒドロキシルまたはアルコキシル基含有(メタ)アクリレート類、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,3-ブチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレートなどの多官能(メタ)アクリレート類、フタル酸2-(メタ)アクロイルオキシエチル、ヘキサヒドロフタル酸2-(メタ)アクロイルオキシエチルなどのカルボン酸含有(メタ)アクリレート類、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレートメチルクロライド塩、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレートベンジルクロライド塩、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレートなどのジアルキルアミノエチル(メタ)アクリレート類、トリフルオロエチル(メタ)アクリレート、ヘプタデカフルオロデシル(メタ)アクリレートなどのハロゲン化アルキル(メタ)アクリレート類、(メタ)アクロレインなどの不飽和アルデヒド類が挙げられる。易重合性物質は単独でも複数の化合物の混合物でもよい。

20

30

40

【0014】

ここで、(メタ)アクリル酸とは、アクリル酸またはメタクリル酸のことを意味し、(メタ)アクリレートとは、アクリレートまたはメタクリレートのことを意味し、(メタ)アクロレインとは、アクロレインまたはメタクロレインのことを意味する。

【0015】

本発明における易重合性物質には、上述の易重合性物質を含む液も含まれる。易重合性物質を含む液とは、例えば、上記の易重合性物質と易重合性物質の合成または生成時の副生

50

物との混合物である。また、第三成分溶媒として水、トルエン、ヘキサン等の上記の易重合性物質に対して非反応性の溶媒が混合した液である場合もある。

【0016】

以下、蒸留塔を例にとり、本発明の易重合性物質取扱装置を詳しく説明する。図1および図2は、本発明の易重合性物質取扱装置である蒸留塔における開放点検口の一例を示す上断面図および側断面図である。この開放点検口31は、蒸留塔本体12側壁の開口部13周縁に、一端が蒸留塔本体12内に開口した状態で接合された管状部材32と、管状部材32の他端を封止する蓋体15とから概略構成されるものである。

【0017】

管状部材32は、図3に示すように、内壁面が装置本体に向かって大径となるテーパ面33とされ、一端が蒸留塔本体12にアーク溶接等によって接合される接合部34であり、他端が、シール部材（図示略）を介して蓋体15が取り付けられる取り付け面35であり、この取り付け面35には、複数のめねじ孔36に螺合によって固定された複数のおねじ37が突設されている。

10

【0018】

そして、蓋体15は、管状部材32の取り付け面35のおねじ37を蓋体15の周縁の貫通孔（図示略）に挿し通し、蓋体15から突出したおねじ37にナット17を取り付けることによって、管状部材32の取り付け面35にシール部材を介して固定されている。管状部材32のおねじ37（すなわち蓋体15のナット締め箇所）の数は、特に限定されず、蓋体15の質量、開放点検口31のシール性、蒸留塔本体12内部の圧力等に応じて適宜設定される。また、シール部材としては、ポリ四フッ化エチレンを主体とした成型パッキン、ポリ四フッ化エチレンの包みパッキンなどが好適に使用される。

20

【0019】

この蒸留塔においては、管状部材32のテーパ面33の勾配 α が、管状部材32の中心軸38に対して $3\sim 70^\circ$ の範囲とされる。テーパ面33の勾配 α が 3° 未満では、凝縮した易重合性物質の凝縮液が蒸留塔本体12内部に流れにくくなり、開放点検口31内に易重合性物質が滞留しやすくなる。一方、テーパ面33の勾配 α が 70° を超えると、蒸留塔本体12と管状部材32との接合が困難となる。

【0020】

また、この蒸留塔においては、蒸留塔本体12の側壁から蓋体15までの管状部材32の長さAは、蓋体15の直径Bの $1/3$ 以下とされる。管状部材32の長さAが蓋体15の直径Bの $1/3$ よりも長くなると、開放点検口31が蒸留塔本体12から突出している部分の表面積が大きくなり、易重合性物質のガスが冷えやすく、凝縮しやすい。また、管状部材32の長さAが長いため、凝縮した易重合性物質の凝縮液が蒸留塔本体12内部に流れにくくなり、開放点検口31内に易重合性物質が滞留しやすくなる。

30

【0021】

また、この蒸留塔においては、開放点検口31の管状部材32および蓋体15の外側に、開放点検口31内の易重合性物質のガスが冷えないように、保温材料または加温手段を設けてもよい。このような保温材料または加温手段を設けることにより、開放点検口31内で凝縮する易重合性物質の量が減り、易重合性物質の滞留、それに伴う重合物の発生、成長がさらに抑えられる。

40

【0022】

以上説明した蒸留塔（易重合性取扱装置）にあつては、管状部材32のテーパ面33の勾配 α が、管状部材32の中心軸38に対して $3\sim 70^\circ$ の範囲であるので、凝縮した易重合性物質の凝縮液が蒸留塔本体12内部に流れやすく、開放点検口31内に易重合性物質が滞留しにくい。

【0023】

また、蒸留塔本体12の側壁から蓋体15までの管状部材32の長さAが、蓋体15の直径Bの $1/3$ 以下であるので、開放点検口31が蒸留塔本体12から突出している部分の表面積が小さくなり、易重合性物質のガスが冷えにくく、凝縮しにくい。また、管状部材

50

32の長さAが短いので、凝縮した易重合性物質の凝縮液が蒸留塔本体12内部に流れやすく、開放点検口31内に易重合性物質が滞留しにくい。

また、蓋体15が、管状部材32の取り付け面35のおねじ37を蓋体15の周縁の貫通孔に挿し通し、蓋体15から突出したおねじ37にナット17を取り付けることによって、管状部材14の取り付け面35にシール部材を介して固定されているので、図4に示すようなフランジ接合を採用した場合より管状部材32の長さを短くできる。そのため、外気による冷却凝縮が少なくなるので、開放点検口31内に易重合性物質が滞留しにくい。

【0024】

なお、本発明の易重合性物質取扱装置の一例である蒸留塔は、図1～3に示すのものに限定はされず、一端が装置内に開口して装置本体の側壁に接合され、他端が蓋体で封止された管状部材を具備する、易重合性物質を含む液を取り扱う蒸留塔であり、管状部材の内壁面が、装置本体に向かって大径となるテーパ面とされ、テーパ面の勾配が、管状部材の中心軸に対して $3\sim70^\circ$ の範囲であるものであればどのような形態のものであっても構わない。さらに、(I)蒸留塔本体の側壁から蓋体までの管状部材の長さが、蓋体の直径の $1/3$ 以下である、(II)蓋体が、管状部材の端面のめねじ孔に固定されたおねじを蓋体の周縁の貫通孔に挿し通し、蓋体から突出したおねじにナットを取り付けることによって、管状部材の端面に固定されている、のいずれかの構成を有することが好ましい。

【0025】

【実施例】

以下に実施例を示して、本発明をさらに説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0026】

〔実施例1〕

図1に示す開放点検口を3箇所有する蒸留塔を用いてメタクロレインを含む液体の蒸留を行った。ここで、開放点検口は、高さ6.95m、内径1.1mの円筒状の蒸留塔本体側壁に開口された直径0.582mの開口部周縁に、一端が蒸留塔本体内に開口した状態で接合された長さ0.17m、内壁面のテーパ面の勾配 α が 15° の管状部材と、管状部材の他端を封止する直径0.675mの蓋体とから概略構成されるものである。

【0027】

この蒸留塔にメタクロレインを含む液体を $10\text{m}^3/\text{h}$ の供給速度で供給し、蒸留塔底部に接続された熱交換器により加熱、蒸発させて、 130°C でメタクロレインの蒸留を行った。蒸留中、開放点検口におけるメタクロレインの重合物の発生、それに起因する熱交換器における重合物の付着、詰まりは発生しなかった。

【0028】

〔比較例1〕

図4に示す開放点検口を3箇所有する蒸留塔を用いてメタクロレインを含む液体の蒸留を行った。ここで、開放点検口は、実施例1と同じ蒸留塔本体側壁に開口された直径0.6mの開口部周縁に、一端が蒸留塔本体内に開口した状態で接合された長さ0.25m、内径0.6m、内壁面がテーパでない管状部材と、管状部材の他端を封止する直径0.7mの蓋体とから概略構成されるものである。

この蒸留塔を使用し、実施例1と同様にしてメタクロレインの蒸留を行った。蒸留中、開放点検口におけるメタクロレインの重合物の発生に起因する熱交換器における重合物の付着、詰まりが、月当たり平均2回発生した。

【0029】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の易重合性物質取扱装置は、一端が装置内に開口して装置本体の側壁に接合され、他端が蓋体で封止された管状部材を具備する、易重合性物質を取り扱う装置において、管状部材の内壁面が、装置本体に向かって大径となるテーパ面とされ、テーパ面の勾配が、管状部材の中心軸に対して $3\sim70^\circ$ の範囲であるものであるため、装置内部における易重合性物質の滞留、それに伴う重合物の発生、成長が抑えられる。

【0030】

また、本発明の易重合性物質取扱装置は、一端が装置内に開口して装置本体の側壁に接合され、他端が蓋体で封止された管状部材を具備する、易重合性物質を取り扱う装置において、装置本体の側壁から蓋体までの管状部材の長さが、蓋体の直径の $1/3$ 以下であるものである。装置内部における易重合性物質の滞留、それに伴う重合物の発生、成長が抑えられる。

【0031】

また、本発明の易重合性物質取扱装置は、一端が装置内に開口して装置本体の側壁に接合され、他端が蓋体で封止された管状部材を具備する、易重合性物質を取り扱う装置において、蓋体が、管状部材の端面のめねじ孔に固定されたおねじを蓋体の周縁の貫通孔に挿し通し、蓋体から突出したおねじにナットを取り付けることによって、管状部材の端面に固定されているものである。装置内部における易重合性物質の滞留、それに伴う重合物の発生、成長が抑えられる。

10

【0032】

また、易重合性物質が、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリル酸エステル、および(メタ)アクロレインからなる群から選ばれる1種のような特に重合し易い物質の場合であっても、効果的に重合物の発生、成長が抑えられる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の易重合性物質取扱装置である蒸留塔における開放点検口の一例を示す上断面図である。

20

【図2】 本発明の易重合性物質取扱装置である蒸留塔における開放点検口の一例を示す側断面図である。

【図3】 図1における開放点検口の管状部材を示す要部側断面図である

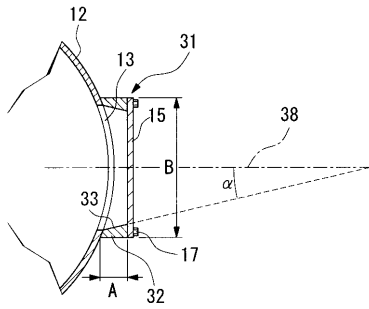
【図4】 従来の蒸留塔における開放点検口の一例を示す上断面図である。

【符号の説明】

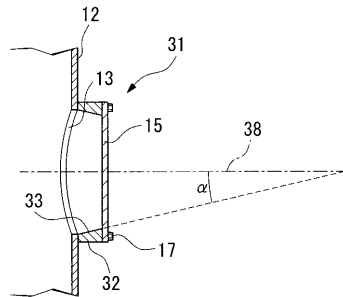
- 1 2 蒸留塔本体（装置本体）
- 1 5 蓋体
- 1 7 ナット
- 3 2 管状部材
- 3 3 テーパ面
- 3 5 取り付け面（管状部材の端面）
- 3 6 めねじ孔
- 3 7 おねじ
- A 管状部材の長さ
- B 蓋体の直径
- α テーパ面の勾配

30

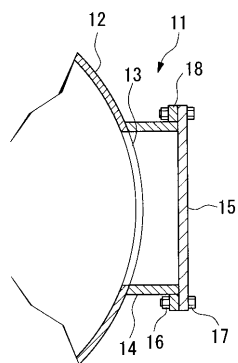
【図 1】



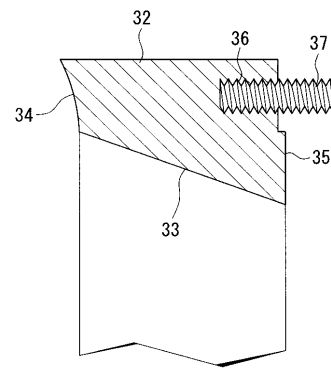
【図 2】



【図 4】



【図 3】



フロントページの続き

- (74)代理人 100108453
弁理士 村山 靖彦
- (72)発明者 河野 通幸
広島県大竹市御幸町２０番１号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内
- (72)発明者 加峯 靖弘
広島県大竹市御幸町２０番１号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内
- (72)発明者 谷口 芳行
広島県大竹市御幸町２０番１号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内
- (72)発明者 山近 肇
広島県大竹市御幸町２０番１号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所内

審査官 中澤 登

- (56)参考文献 国際公開第００／０２７５１７（WO，A１）
特開２００１－０８１０５０（JP，A）

- (58)調査した分野(Int.Cl.，DB名)
- B01J 19/00- 19/32
 - C07B 31/00- 61/00
 - C07B 61/02- 63/04
 - C07C 1/00-409/44