(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4704743号
(P4704743)

(45)発行日　平成23年6月22日(2011.6.22)　(24)登録日　平成23年3月18日(2011.3.18)

| (51)Int.Cl. | | F I | | |
|---|---|---|---|---|
| C07C 17/383 | (2006.01) | C07C | 17/383 | |
| B01D 3/00 | (2006.01) | B01D | 3/00 | B |
| B01D 3/42 | (2006.01) | B01D | 3/42 | |
| C02F 1/04 | (2006.01) | C02F | 1/04 | D |
| C07C 19/03 | (2006.01) | C07C | 19/03 | |

請求項の数 4　(全 12 頁)

(21)出願番号　特願2004-366970 (P2004-366970)
(22)出願日　平成16年12月20日 (2004.12.20)
(65)公開番号　特開2005-179365 (P2005-179365A)
(43)公開日　平成17年7月7日 (2005.7.7)
審査請求日　平成19年12月13日 (2007.12.13)
(31)優先権主張番号　10/744,792
(32)優先日　平成15年12月23日 (2003.12.23)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(73)特許権者　596170170
ゼロックス　コーポレイション
ＸＥＲＯＸ　ＣＯＲＰＯＲＡＴＩＯＮ
アメリカ合衆国、コネチカット州　０６８５６、ノーウォーク、ピーオーボックス　４５０５、グローバー・アヴェニュー　４５
(74)代理人　100075258
弁理士　吉田　研二
(74)代理人　100096976
弁理士　石田　純
(72)発明者　トーマス　ビー　グレンライト
アメリカ合衆国　ニューヨーク　ウェブスター　キャノン　サークル　９３７

最終頁に続く

(54)【発明の名称】塩化メチレンを回収するためのプロセス

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

水性廃液流れから塩化メチレンを回収するためのシステムであって、

前記システムは、

蒸留ユニットであって、塩化メチレンを含む水性廃液のフィード流れを受け入れるようにした入口を有し、前記ユニットの出口において製品流れを製造する、蒸留ユニットと；

前記製品流れに接続されており、前記製品流れからの熱エネルギを移動させるようにした少なくとも１基の伝熱ユニットであって、前記伝熱ユニットが前記製品流れのための入口と出口とを有し、前記伝熱ユニットの前記入口が前記蒸留ユニットの前記製品流れに接続されている、伝熱ユニットと；

選択的に調節することが可能な第１の入口バルブを有する塩化メチレン受器と；

選択的に調節することが可能な第２の入口バルブを有する廃液受器と；

選択的に調節することが可能な第３の入口バルブを有するリサイクル流れ配管であって、前記リサイクル配管が前記フィード流れと接続されている、リサイクル流れ配管と；

前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの温度を測定するようにした第１の温度センサと；

前記蒸留ユニットの底温度を測定するようにした第２の温度センサと；および

前記第１および前記第２の温度センサ、前記選択的に調節することが可能な第１の入口バルブ、前記選択的に調節することが可能な第２の入口バルブ、および前記選択的に調節することが可能な第３の入口バルブに接続されたコントローラと；

を有し、
前記塩化メチレン受器、前記廃液受器、および前記リサイクル流れ配管のそれぞれが、前記製品流れのための前記伝熱ユニットの前記出口と選択的に接続され；
前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの前記第１の温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）以下である場合、または、前記蒸留ユニットの底の前記第２の温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）未満である場合に、前記コントローラが前記第１の入口バルブを開き、前記第２および第３の入口バルブを閉じ、
前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの前記第１の温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）よりも高く、そして前記蒸留ユニットの底の前記第２の温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）以上である場合に、前記コントローラが前記第３の入口バルブを開き、前記第１および第２の入口バルブを閉じる、
ことを特徴とするシステム。
【請求項２】
請求項１に記載のシステムであって、
前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの前記第１の温度が１０２°Ｆ（３８．９℃）未満であるか、または、前記蒸留ユニットの底の前記第２の温度が１２５°Ｆ（５１．７℃）未満である場合には、前記コントローラが前記第２の入口バルブを開き、前記第１および第３の入口バルブを閉じることを特徴とするシステム。
【請求項３】
塩化メチレンおよび水を含む混合物から塩化メチレンを再生するためのシステムであって、
前記システムは、
蒸留ユニットであって、前記混合物を受け入れるための入口と、前記ユニットから流出する製品のための出口とを有する、蒸留ユニットと；
１つの入口と、少なくとも第１、第２、および第３の出口とを有する複数のコントロールバルブであって、前記入口が前記蒸留ユニットの前記出口に接続され、前記複数のコントロールバルブが、前記バルブの入口から前記第１、第２、または第３のバルブ出口までに、流れを送り出すようにした、コントロールバルブと；
前記第３のバルブ出口と前記蒸留ユニットの前記入口との間を接続するようにした流れ配管と；
前記蒸留ユニットから流出する前記製品の温度と、前記蒸留ユニットの低部領域の温度とを測定し、前記測定した温度を示す少なくとも１つの出力信号を発する、複数の温度センサと；
前記温度センサからの前記少なくとも１つの出力信号を受けて、前記複数のコントロールバルブを駆動するようにしたコントローラと；
を有し、
前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットから流出する前記製品の温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）以下である場合、または、前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットの前記低部領域の温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）未満である場合に、前記コントローラが前記コントロールバルブを駆動して、前記バルブの入口から前記バルブの第１の出口へ、塩化メチレンタンクに、流れを送り出すようにし、
前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットから流出する前記製品の温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）よりも高く、そして前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットの前記低部領域の温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）以上である場合に、前記コントローラが前記コントロールバルブを駆動して、前記バルブの入口から前記バルブの第３の出口へ、前記流れ配管に流れを送り出すようにする、
ことを特徴とするシステム。
【請求項４】
水および塩化メチレンを含む混合物から塩化メチレンの再生効率を向上するための方法であって、

前記方法は、
（ｉ）入口と出口とを有する蒸留ユニット、（ｉｉ）それぞれに入口と出口とを有し、その出口の１つは前記蒸留ユニットの入口に接続されている、複数の、選択的に開度を調節することが可能なコントロールバルブ、（ｉｉｉ）複数の温度センサ、および感知した温度に応じたコントロール信号を発する手段、および（ｉｖ）前記温度センサと前記コントロールバルブの間を取り持つコントローラを含むシステムを提供する工程と、
前記水および塩化メチレンを含む混合物を、前記蒸留ユニットの入口に送り込む工程と、
前記蒸留ユニットを運転して、前記蒸留ユニットの出口で製品流れを製造する工程と、
前記温度センサを用いて、前記製品流れの温度および前記蒸留ユニットの低部領域における温度を測定する工程と、
前記温度センサからのコントロール信号を前記コントローラに伝える工程と、
前記コントロール信号に応じて、前記コントロールバルブの開度を選択的に調節するための、前記コントローラを操作する工程と、
を含み、
前記製品流れの温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）よりも高く、そして前記蒸留ユニットの低部領域における温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）以上である場合に、前記コントローラが前記コントロールバルブを、前記製品流れが前記蒸留ユニットの入口に向かうように調整する、
ことを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本明細書に開示されているのは、水性水溶液から塩化メチレンを回収するためのプロセス、およびそれにより製造される回収塩化メチレンである。さらに詳しくは、本明細書に開示される例示的実施態様は、廃液流れから塩化メチレンを回収するためのバッチ蒸留プロセスにおけるリサイクル流れの使用に関する。このプロセスは有害な廃液を減少させ、塩化メチレンの再生効率を向上させる。この例示的実施態様は、感光体（photoreceptor）の製作において溶媒として使用される塩化メチレンを回収することに関連して特に有用であることが見いだされており、特にその点に関連させて説明をしていく。しかしながら、本発明の例示的実施態様が、その他同様の用途にも応用できることは、認識されるべきである。
【背景技術】
【０００２】
感光体の製作では、溶媒として使用するには、試薬グレード（すなわち、純度９９．９９％）の塩化メチレンが必要である。典型的には、リサイクルシステムでは、溶媒がカーボン床で蒸発したところで、溶媒を捕捉する。捕捉した溶媒をスチームを用いてカーボン床から除去し、その結果得られる水／塩化メチレン混合物を蒸留して溶媒を回収する。従来の操作法では、蒸留プロセスを監視して、溶媒の品質または濃度のレベルが試薬グレードに満たない回収溶媒を他に転用していた。この工業製品グレードの原料は、それをペイントリムーバーなどとして販売している企業に売却することができる。しかしながらこの方法では、感光体の製作プロセスの間に塩化メチレン溶媒を頻繁に補給しなければならない。さらにこの方法では、他企業に出荷するこの低品質な溶媒は有害廃液に指定しなければならないという、もう１つの難点がある。
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００３】
本発明の例示的実施態様では、上述の問題点その他を克服する、塩化メチレンを回収するための新規で改良されたプロセスを意図している。

【課題を解決するための手段】
【０００４】
本発明は、水性廃液流れから塩化メチレンを回収するためのシステムであって、前記システムは、蒸留ユニットであって、塩化メチレンを含む水性廃液のフィード流れを受け入れるようにした入口を有し、前記ユニットの出口において製品流れを製造する、蒸留ユニットと；前記製品流れに接続されており、前記製品流れからの熱エネルギを移動させるようにした少なくとも１基の伝熱ユニットであって、前記伝熱ユニットが前記製品流れのための入口と出口とを有し、前記伝熱ユニットの前記入口が前記蒸留ユニットの前記製品流れに接続されている、伝熱ユニットと；選択的に調節することが可能な第１の入口バルブを有する塩化メチレン受器と；選択的に調節することが可能な第２の入口バルブを有する廃液受器と；選択的に調節することが可能な第３の入口バルブを有するリサイクル流れ配管であって、前記リサイクル配管が前記フィード流れと接続されている、リサイクル流れ配管と；前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの温度を測定するようにした第１の温度センサと；前記蒸留ユニットの底温度を測定するようにした第２の温度センサと；および前記第１および前記第２の温度センサ、前記選択的に調節することが可能な第１の入口バルブ、前記選択的に調節することが可能な第２の入口バルブ、および前記選択的に調節することが可能な第３の入口バルブに接続されたコントローラと；を有し、前記塩化メチレン受器、前記廃液受器、および前記リサイクル流れ配管のそれぞれが、前記製品流れのための前記伝熱ユニットの前記出口と選択的に接続され；前記第１の温度センサが、前記製品流れが特定の温度を有することを検知し、そして前記第２の温度センサが、前記蒸留ユニットの底が特定の温度を有することを検知し、前記コントローラが、前記第１、第２および第３の入口バルブのそれぞれを独立して駆動させて、前記水性廃液流れから塩化メチレンを回収する。
【０００５】
また、前記システムにおいて、前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの前記第１の温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）以下である場合、または、前記蒸留ユニットの底の前記第２の温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）未満である場合に、前記コントローラが前記第１の入口バルブを開き、前記第２および第３の入口バルブを閉じることが好ましい。
【０００６】
また、前記システムにおいて、前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの前記第１の温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）よりも高く、そして前記蒸留ユニットの底の前記第２の温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）以上である場合に、前記コントローラが前記第３の入口バルブを開き、前記第１および第２の入口バルブを閉じることが好ましい。
【０００７】
また、前記システムにおいて、前記蒸留ユニットから流出する前記製品流れの前記第１の温度が１０２°Ｆ（３８．９℃）未満であるか、または、前記蒸留ユニットの底の前記第２の温度が１２５°Ｆ（５１．７℃）未満である場合には、前記コントローラが前記第２の入口バルブを開き、前記第１および第３の入口バルブを閉じることが好ましい。
【０００８】
また、本発明は、塩化メチレンおよび水を含む混合物から塩化メチレンを再生するためのシステムであって、前記システムは、蒸留ユニットであって、前記混合物を受け入れるための入口と、前記ユニットから流出する製品のための出口とを有する、蒸留ユニットと；１つの入口と、少なくとも第１、第２、および第３の出口とを有する複数のコントロールバルブであって、前記入口が前記蒸留ユニットの前記出口に接続され、前記複数のコントロールバルブが、前記バルブの入口から前記第１、第２、または第３のバルブ出口までに、流れを送り出すようにした、コントロールバルブと；前記第３のバルブ出口と前記蒸留ユニットの前記入口との間を接続するようにした流れ配管と；前記蒸留ユニットから流出する前記製品の温度と、前記蒸留ユニットの低部領域の温度とを測定し、前記測定した温度を示す少なくとも１つの出力信号を発する、複数の温度センサと；前記温度センサか

らの前記少なくとも１つの出力信号を受けて、前記複数のコントロールバルブを駆動するようにしたコントローラと；を有し、前記温度センサが、前記蒸留ユニットから流出する前記製品の特定の温度、および前記蒸留ユニットの前記低部領域の特定の温度を測定することによって、前記コントローラが前記複数のコントロールバルブを駆動して、前記入口からの流れを、前記バルブの前記第１、第２または第３の出口に流れを送り出すようにする。

【０００９】

また、前記システムにおいて、前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットから流出する前記製品の前記温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）以下である場合に、前記コントローラが前記コントロールバルブを駆動して、前記バルブの前記入口から前記バルブの前記第１の出口へ、塩化メチレンタンクに、流れを送り出すようにすることが好ましい。

【００１０】

また、前記システムにおいて、前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットの前記低部領域の前記温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）未満である場合に、前記コントローラが前記コントロールバルブを駆動して、前記バルブの前記入口から前記バルブの前記第１の出口へ、塩化メチレンタンクに、流れを送り出すようにすることが好ましい。

【００１１】

また、前記システムにおいて、前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットから流出する前記製品の前記温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）よりも高く、そして前記温度センサにより測定した前記蒸留ユニットの前記低部領域の前記温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）以上である場合に、前記コントローラが前記コントロールバルブを駆動して、前記バルブの前記入口から前記バルブの前記第３の出口へ、前記流れ配管に流れを送り出すようにすることが好ましい。

【発明の効果】

【００１２】

本発明の例示的実施態様の１つの利点は、水性廃液流れからの塩化メチレンの改良された回収法が得られることにある。

【００１３】

本発明の例示的実施態様のまた別な利点は、塩化メチレンと水の流れの形態となっている、有害な廃液の量が削減されることにある。

【００１４】

本発明の例示的実施態様のさらなる利点やメリットは、以下の好ましい実施態様に関する詳細な説明を読み、理解することにより、当業者には明らかになるであろう。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１５】

本発明の例示的実施態様は、１つの態様においては、水性廃液流れから塩化メチレンを回収するためのシステムを提供する。このシステムには、塩化メチレンを含む水性廃液のフィード流れを受け入れるようにした入口を有する蒸留ユニットを含む。この蒸留ユニットはさらに、この蒸留ユニットの出口で製品流れを製造できるようにされている。このシステムにはさらに、製品流れに接続させて、その製品流れから熱エネルギを移動させるようにした、少なくとも１基の伝熱ユニットが含まれる。この伝熱ユニットは、製品流れのための入口と出口を有している。この伝熱ユニットの入口は、蒸留ユニットの製品流れに接続されている。このシステムにはさらに、選択的に調節することが可能な第１の入口バルブを有する塩化メチレン受器が含まれる。このシステムにはさらに、選択的に調節することが可能な第２の入口バルブを有する廃液受器が含まれる。このシステムにはさらに、選択的に調節することが可能な第３の入口バルブを有する、リサイクル流れ配管が含まれる。このリサイクル配管は、フィード流れに接続されている。これら塩化メチレン受器、廃液受器、およびリサイクル流れ配管のそれぞれは、製品流れを受けるための伝熱ユニットの出口と選択的に接続されている。その上、このシステムには、蒸留ユニットから流出する製品流れの温度を測定するように設定した第１の温度センサと、蒸留ユニットの底の

温度を測定するように設定した第２の温度センサとが含まれる。第１および第２の温度センサ、選択的に調節することが可能な第１の入口バルブ、選択的に調節することが可能な第２の入口バルブ、および選択的に調節することが可能な第３の入口バルブに接続したコントローラがさらに備わっている。温度センサが、製品流れや蒸留ユニットの底部分が特定の温度になったことを検知すると、コントローラが第１、第２および第３の入口バルブをそれぞれ独立に駆動して、製品流れを選択的に送り出す。

【００１６】

この例示的実施態様では、また別な態様において、塩化メチレンと水を含む混合物から塩化メチレンを再生させるためのシステムをさらに提供する。そのシステムには、その混合物を受け入れるための入口と、そのユニットを流出する製品のための出口とを有する、蒸留ユニットが含まれる。そのシステムにはさらに、１つの入口と、少なくとも第１、第２、および第３の出口を有する複数のコントロールバルブが含まれる。それらのバルブの入口は、蒸留ユニットの出口に接続されている。これらのバルブは、その入口から、駆動に応じて第１、第２または第３の出口の１つへと、流れを送り出すようになっている。そのシステムにはさらに、第３の出口と蒸留ユニットの入口との間を接続するための流れ配管が含まれる。さらに複数の温度センサも備えてある。それらの温度センサは、蒸留ユニットから流出する製品の温度および蒸留ユニットの低部領域の温度を測定し、その測定温度を示す少なくとも１つの出力信号を発するようになっている。そのシステムにはさらに、温度センサからの出力信号を受け取って、コントロールバルブを駆動させるようにした、コントローラが含まれる。温度センサが、蒸留ユニットから流出する製品の特定の温度や、蒸留ユニットの低部領域のある種の温度を測定すると、コントローラがコントロールバルブを駆動させて、コントロールバルブの入口から、バルブの第１、第２または第３の出口の１つへと、流れを送り出すようになっている。

【００１７】

この例示的実施態様では、さらに別な態様において、水と塩化メチレンを含む混合物から塩化メチレンを回収するためのプロセスをさらに提供する。そのプロセスには、以下のものを含むシステムを備えることが含まれる：

（ｉ）入口と出口とを有する蒸留ユニット、

（ｉｉ）それぞれに入口と出口とを有し、その出口の１つは蒸留ユニットの入口に接続されている、複数の、選択的に開度を調節することが可能なコントロールバルブ

（ｉｉｉ）複数の温度センサ、および感知した温度に応じたコントロール信号を発する手段、および

（ｉｖ）温度センサとコントロールバルブの間を取り持つコントローラ。

このプロセスにはさらに、水と塩化メチレンを含む混合物を、蒸留ユニットの入口に送り込むことが含まれる。このプロセスにはさらに、蒸留ユニットを運転して、蒸留ユニットの出口で製品流れを製造することが含まれる。このプロセスにはさらに、温度センサを用いて、製品流れの温度および蒸留ユニットの低部領域における温度を測定することが含まれる。このプロセスにはさらに、温度センサからのコントロール信号をコントローラに伝えることが含まれる。このプロセスにはさらに、コントロール信号に応じて、コントロールバルブの開度を選択的に調節するための、コントローラの操作が含まれる。

【００１８】

塩化メチレンを再生するための従来のプロセスでは、多くの場合、低グレード、あるいは、純度は比較的高いが試薬グレード（９９．９９％）には達しない規格外の塩化メチレンを排出する結果となっている。本発明の例示的実施態様では、試薬グレードの塩化メチレンのカットオフポイントをすぎたら直ちに「リサイクル」を用いる。このパージ方式では、低グレードまたは規格外の塩化メチレンを排出することはせず、その方向を変えて、システムのフィードタンクに戻す。こうすることによって、その規格外の塩化メチレンをバッチ毎にリサイクルさせて、それにより、試薬グレードの純度を有する塩化メチレンの再生効率を向上させることが可能となる。

【００１９】

典型的な感光体の製作プロセスにおいては、ＡＭＡＴコーティングプロセスの後で、溶媒を含んだ空気を１基または複数のカーボン吸着装置に通して精製する。その吸収装置は、コーティングプロセスで発生した溶媒を含んだ空気を精製する。次いでその吸収装置をスチーム発生器で作ったスチームを用いて再生させるが、スチームをポンプ輸送でカーボンの中を通過させて、カーボン粒子上の溶媒を捕捉する。そのスチーム／溶媒混合物を次いで凝縮させる。それにより得られる凝縮させた水／溶媒混合物だけを、バッチ蒸留プロセスに送って、そこで水／溶媒混合物を沸騰させることができる。水よりも低い温度で沸騰する溶媒は、ボイラーセクションから追い出されて、蒸気の形で蒸留塔を上っていく。この蒸気の形で、塔の上部に到達するまでにそれらは精製される。これらの蒸気は最終的には塔頂から出て、凝縮される。次いでその凝縮液は還流液分流器（reflux divider）に入って、そこで流れが分けられて、その一部は塔頂に戻ってそこで再蒸発され、塔のその部分で蒸気を精製するのに役立つ。残りの液は、製品クーラーを通過して、純塩化メチレンとして貯蔵されるか、あるいは、可燃性廃液タンクに入って後ほど排出される。

【００２０】

本発明の例示的実施態様は、リサイクル操作の追加に関する。「製品のカット」または純塩化メチレンの再生の際に、コントロールシステムが塔頂温度と、「底」または蒸留塔の低部領域の温度とを監視している。本明細書で使用するとき、「底」という用語は、一般に塔の低部領域に位置する、蒸留塔の部分のことを指していて、そこでは、典型的には操作温度が最も高くなっている。塔頂温度が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）に達し、底温度が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）に達したときが、塩化メチレン留分の品質すなわち濃度が、試薬グレードのレベルより下に落ち始めたときである。この時点で、リサイクルを開始させて、その製品バルブを切り替えて、可燃性廃液タンクへ送るのではなく、バッチ蒸留塔フィードタンクへ送るようにする。このリサイクルは、塔頂温度が１０２°Ｆ（３８．９℃）以上、そして底温度が１２５°Ｆ（５１．７℃）以上になるまで続ける。塔頂温度が１０２°Ｆ（３８．９℃）未満になるか、および／または底温度が１２５°Ｆ（５１．７℃）未満になるかの、いずれかまたは両方が成立したら、リサイクルを停止する。この時点で塩化メチレンの溶媒濃度は、２５％未満にまで低下している。次いで製品バルブを可燃性廃液タンクの方に切り替えてリサイクルを終了させる。この蒸留プロセスを、塔頂温度が２１２°Ｆ（１００℃）に達して、溶媒がすべて除去されて水だけが残っていることを示すようになるまで、続ける。次いでその水をスチーム発生器のフィードタンクにポンプ輸送して、吸着器再生のためのスチームを作るのに再利用する。

【００２１】

例示的なプロセスの概略を図１に示す。このシステム１０には、廃液流れＡを受け入れるフィードタンク２０が含まれる。この廃液流れＡは、感光体の製作プロセスからの廃液流れであってもよい。この廃液流れＡには、水および塩化メチレン、そして場合によってはさらに別の溶媒類が含まれる。システム１０にはさらに、蒸留ユニット３０と加熱源（ヒータ）４０とが含まれる。スチーム発生器３５を加熱源４０として備えてもよい。スチーム発生器３５から蒸留ユニット３０への熱の入力は、スチームバルブ（コントロールバルブ）３７によって調節することができる。温度センサ３４Ａを、蒸留ユニット３０の塔頂領域に備える。温度センサ３４Ｂを、蒸留ユニット３０の底領域に備える。このシステム１０にはさらに、熱交換器５０および７０と、図１で$CW_1$および$CW_2$で示した冷却水のような１つまたは複数の冷却媒体源が含まれる。このシステム１０にはその他に、還流液分流器６０が含まれる。さらにこのシステム１０には、流れＣとして示した、再生塩化メチレンを貯蔵するための、製品タンク８０が含まれる。このシステム１０にはさらに、少量の廃液流れＤを集めるための廃液タンク９０が含まれる。システム１０にはさらに、バルブ（コントロールバルブ）１００、１１０、および１２０と関連の流れ配管があるが、それらについては以下で説明する。

【００２２】

システム１０の運転は以下の通りにする。水、塩化メチレンおよび場合によってはその他の溶媒を含む廃液流れＡを、流れ配管２２を通してフィードタンク２０に入れる。フィ

ード配管２４を通してフィードタンク２０の内容物を蒸留ユニット３０にフィードする。当業者には理解されることであるが、ヒータ４０からの熱、またはスチーム発生器３５からのスチームが、フィード中の成分を蒸発させて蒸気成分とし、それが流れ配管３２を通って蒸留ユニットから出て行く。センサ３４Ａが流出する蒸気の温度を測定する。この温度情報を$T_{TOP}$と呼ぶことにする。センサ３４Ｂが底温度を測定していて、この温度を$T_{BOT}$と呼ぶことにする。流れ配管３２から流れ出した蒸気は、熱交換器５０に入り、そこで蒸気の全部または一部を凝縮する。供給される冷却水$CW_2$を使用する。冷却された塩化メチレンリッチな流れは流れ配管５２を通って還流液分流器６０に入り、そこで２つの出口流れが形成される。第１の流れは流れ配管３６を通って蒸留ユニット３０に戻り、第２の流れは流れ配管６２を通って、第２の熱交換器７０に向かう。冷却水$CW_1$を用いて、その塩化メチレンリッチな流れの温度を下げる。流れ配管７２、７４、７６、７８、９２、９４、および９６は、図に示すように、熱交換器７０の出口から、１基または複数の製品タンク８０、廃液タンク９０、およびバルブ１２０までの流れ系を作っている。流れ配管２６と１２２が、バルブ１２０とフィードタンク２０との間の流れ系を作っている。

【００２３】

温度センサ３４Ａおよび３４Ｂで検出される温度$T_{TOP}$および$T_{BOT}$に応じて、コントローラ２００が図に示したバルブ１００、１１０および１２０それぞれの開度を決める。コントローラ２００は、ラインWおよびVを介して温度センサ３４Ａおよび３４Ｂに接続されており、またそれぞれのバルブ１００、１１０および１２０とそれぞれラインZ、YおよびXで接続されている。ラインV、W、X、Y、およびZは、電気的な伝送手段でも、信号ラインでもよい。そして、それぞれのバルブは当業者公知の駆動装置によって開度を決めることができる。

【００２４】

システム１０を運転している間、塩化メチレンリッチな製品流れは、センサ３４Ａで測定される温度、すなわち、$T_{TOP}$が１０１．５°Ｆ（３８．６℃）以下であるか、および／またはセンサ３４Ｂで測定される温度、すなわち、$T_{BOT}$が１０４．５°Ｆ（４０．３℃）未満である場合には、製品タンク８０に入れる。プロセスがこの状態にある間は、コントローラ２００が温度センサ３４Ａおよび３４Ｂからのコントロール信号を受けて、バルブ１００を開き、バルブ１１０および１２０を閉じるかまたは閉じている状態を確認する。

【００２５】

センサ３４Ａで測定される温度、すなわち$T_{TOP}$が１０１．５±０．３°Ｆを超えるか、好ましくは１０１．５°Ｆ（３８．６℃）となり、そしてセンサ３４Ｂで測定される温度、すなわち$T_{BOT}$が１０４．５±０．５°Ｆ以上、好ましくは１０４．５°Ｆ（４０．３℃）となったときに、コントローラ２００は、バルブ１２０を開き、バルブ１００および１１０を閉じるかまたは閉じている状態を確認する。これがリサイクル運転の始まりである。好ましいとした数値とは異なった温度の数値、たとえば$T_{TOP}$として１０１．３°Ｆ（３８．５℃）を使用するような場合には、運転サイクルを適宜修正するということも考えられる。そのような例においては、センサ３４Ａによって測定される温度が１０１．３°Ｆ（３８．５℃）以下である間は、製品流れを製品タンク８０に入れる。

【００２６】

このリサイクル運転は、センサ３４Ａによって測定される温度、すなわち、$T_{TOP}$が１０２±０．３°Ｆ以上、好ましくは１０２°Ｆ（３８．９℃）となり、そしてセンサ３４Ｂによって測定される温度、すなわち、$T_{BOT}$が、１２５±５．０°Ｆ以上、好ましくは１２５°Ｆ（５１．７℃）となるまで、続ける。それらの条件のいずれか一方が満たされない、あるいはそれらの条件が両方とも満たされなくなった場合には、コントローラ２００はリサイクル運転を停止させ、バルブ１２０を閉じ、バルブ１１０を開けて、製品流れを廃液タンク９０に入れる。バルブ１００は閉じたままとする。

【００２７】

本発明の例示的実施態様のシステムでは、広い範囲の各種プロセス構成要素を使用することが可能であると考えられたい。たとえば、複数のコントロールバルブを使用する代わりに、複数の出口を持つ単一のバルブユニットを採用することも可能である。また、各種のセンサや、信号構成を使用することも考えられる。たとえば、単一のコントロール信号を用いて、温度センサ３４Ａおよび３４Ｂとコントローラ２００との間の交信をすることもできる。さらに、ある種の実施態様においては、リサイクル運転の間は蒸留ユニット３０への熱エネルギの最大入力を制限して、約５５％とするのが望ましい。さらに安全上の限度の面から、入ってくるスチームの圧力がその最大圧力の７５％を超えることが検知されたら、コントローラ２００がスチームバルブ３７を閉じるような構成とすることも考えられる。蒸留ユニット３０に適当な圧力センサを使用して、コントローラ２００に接続すればよい。考慮すべきさらなる安全対策として、蒸留ユニットの内部が限界的な最小レベル、たとえばその容量の約３０％に達したら、蒸留ユニット３０の運転を停止することも考えられる。さらに、各種のプロセスユニット、構成成分、および機器類やそのメーカーは、当業者はよく理解するところであろう。

【００２８】

本発明の例示的実施態様の利点は、経済面と環境面とにある。塩化メチレン再生の効率を上げることによって、塩化メチレンの購入費用、したがってコストが大幅に削減される。その上、発生する有害な廃液の量も顕著に減少する。

【００２９】

この点に関して、バッチ蒸留塔試験を実施して、本発見の例示的実施態様を使用することによる、節減量を推測した。表１に示すような、以下の量の再生塩化メチレンが生産された。

【００３０】

【表１】

典型的に再生された塩化メチレンの量

| | |
|---|---|
| 第1月 | 2436 ガロン |
| 第2月 | 2154 ガロン |
| 第3月 | 1429 ガロン |
| | |
| | 6019 ガロン／四半期 |
| | 68617 ポンド／四半期 |
| | 68564 再生ポンド／四半期 |
| | |
| | 24076 推定年間ガロン |
| | 274254 推定年間ポンド |

【００３１】

これだけの量の再生塩化メチレンが、実質的なコスト削減を生み出す。それに加えて、再生塩化メチレンの純度は極めて高いものであった。表２に記載した以下のデータは、本明細書に記載したようなリサイクルをした場合のバッチ蒸留塔の運転特性を説明するために得たものである。

【００３２】

【表２】

バッチ蒸留塔試験

| 時刻 | 塔頂温度 | 中段温度 | 底温度 | タンク温度 | Vis%$H_2O$ | エタノール | 塩化ビニル | CLORO | THF | CYCLENE | HEP | TOL | CYCLE ONE |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 13:43 | 100.3 | 101.1 | 111.5 | 150.2 | 0% | 424 | 0 | 0 | 57 | 2 | 98 | 36 | 2 |
| 13:45 | 100.2 | 101.1 | 113.5 | 155.0 | 0% | 509 | 0 | 0 | 6 | 3 | 134 | 1 | 0 |
| 13:49 | 100.3 | 101.1 | 114.7 | 160.0 | 0% | 518 | 0 | 0 | 3 | 3 | 145 | 0 | 0 |
| 13:53 | 100.3 | 100.9 | 118.3 | 165.0 | 0% | 541 | 0 | 0 | 6 | 4 | 205 | 0 | 0 |
| 13:57 | 100.2 | 101.2 | 122.8 | 170.0 | 0% | 634 | 0 | 0 | 11 | 10 | 465 | 0 | 0 |

【００３３】

本発明の例示的実施態様では、工業製品グレードの溶媒はフィードタンクの中またはフィード流れに向けたが、そこでそれらは次にまた蒸留ユニットを通過して、かなりの割合で、先には回収されなかった塩化メチレンが捕捉される。典型的な感光体の製作プロセスにおいては、この例示的実施態様によって、年間にすれば相当な量の塩化メチレンを節約することが可能となる。ＥＰＡの規制では企業に対して、可能な範囲で最も効果的な溶媒回収システムを設けるよう要求しているので、このプロセスは商業的価値を秘めている。

【００３４】

この例示的実施態様は、好ましい実施態様に関連させて記述してきた。これまでの詳細な説明を読んで理解すれば、種々の修正や変更を思いつくのは当然のことである。この例示的実施態様には、添付の特許請求項およびその均等物の範囲に含まれる限りにおいて、そのような修正や変更のすべてを含むものと考えるべきである。

【図面の簡単な説明】

【００３５】

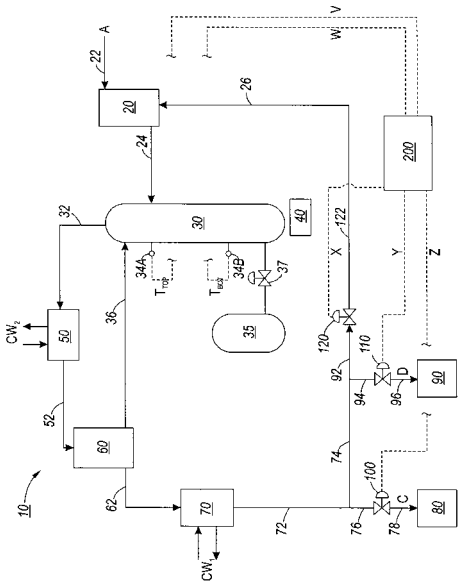
【図１】本発明の例示的実施態様に関するプロセスの概略図である。

【符号の説明】

【００３６】

１０　システム、２０　フィードタンク、２２，２６，３２，３６，５２，６２，７２，７４，７６，７８，９２，９４，９６，１２２　流れ配管、２４　フィード配管、３０　蒸留ユニット、３４Ａ，３４Ｂ　センサ、３５　スチーム発生器、３７　スチームバルブ（コントロールバルブ）、４０　ヒータ、５０，７０　熱交換器、６０　還流液分流器、８０　製品タンク、９０　廃液タンク、１００，１１０，１２０　バルブ（コントロールバルブ）、２００　コントローラ。

【図１】



フロントページの続き

(72)発明者 ウォーレン アール スミス
アメリカ合衆国 ニューヨーク ウェブスター インペリアル ドライブ １２３１
(72)発明者 ベッツィ ビー ドッジ
アメリカ合衆国 ニューヨーク ウィリアムソン イースト タウンライン ロード ６８０３
(72)発明者 スティーブン ピー ヴァツェンケヴィッツ
アメリカ合衆国 ニューヨーク ソーダス グローバー ロード ８１５３
(72)発明者 ロナルド エル スイフト
アメリカ合衆国 ワシントン デュバル スリーハンドレッド フィフティーンス アヴェニュー ノース イースト １６３２５

審査官 高橋 直子

(56)参考文献 米国特許第０６６３８３９７（ＵＳ，Ｂ１）
米国特許第０４２０４９１３（ＵＳ，Ａ）
米国特許第０５２４８３９３（ＵＳ，Ａ）
特開平０７－１１６４０２（ＪＰ，Ａ）
特開２０００－２２５３０１（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２００３／００２４８０１（ＵＳ，Ａ１）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０７Ｂ ３１／００－６３／０４
Ｃ０７Ｃ １／００－４０９／４４
Ｂ０１Ｂ １／００－１／０８
Ｂ０１Ｄ １／００－８／００Ｃ０２Ｆ １／０４
ＪＳＴＰｌｕｓ／ＪＳＴ７５８０（ＪＤｒｅａｍＩＩ）