



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I557119 B

(45) 公告日：中華民國 105 (2016) 年 11 月 11 日

(21) 申請案號：103111862

(22) 申請日：中華民國 103 (2014) 年 03 月 28 日

(51) Int. Cl. : C07D301/10 (2006.01)

C07D301/32 (2006.01)

C07D303/04 (2006.01)

(30) 優先權：2013/03/29 日本

2013-074174

(71) 申請人：日本觸媒股份有限公司 (日本) NIPPON SHOKUBAI CO., LTD. (JP)

日本

(72) 發明人：井口真吾 IGUCHI, SHINGO (JP) ; 川口幸真 KAWAGUCHI, YUKIMASA (JP)

(74) 代理人：陳展俊；林聖富

(56) 參考文獻：

US 3418338

US 3766714

US 3964980

審查人員：方冠岳

申請專利範圍項數：4 項 圖式數：3 共 29 頁

(54) 名稱

環氧乙烷的製造方法

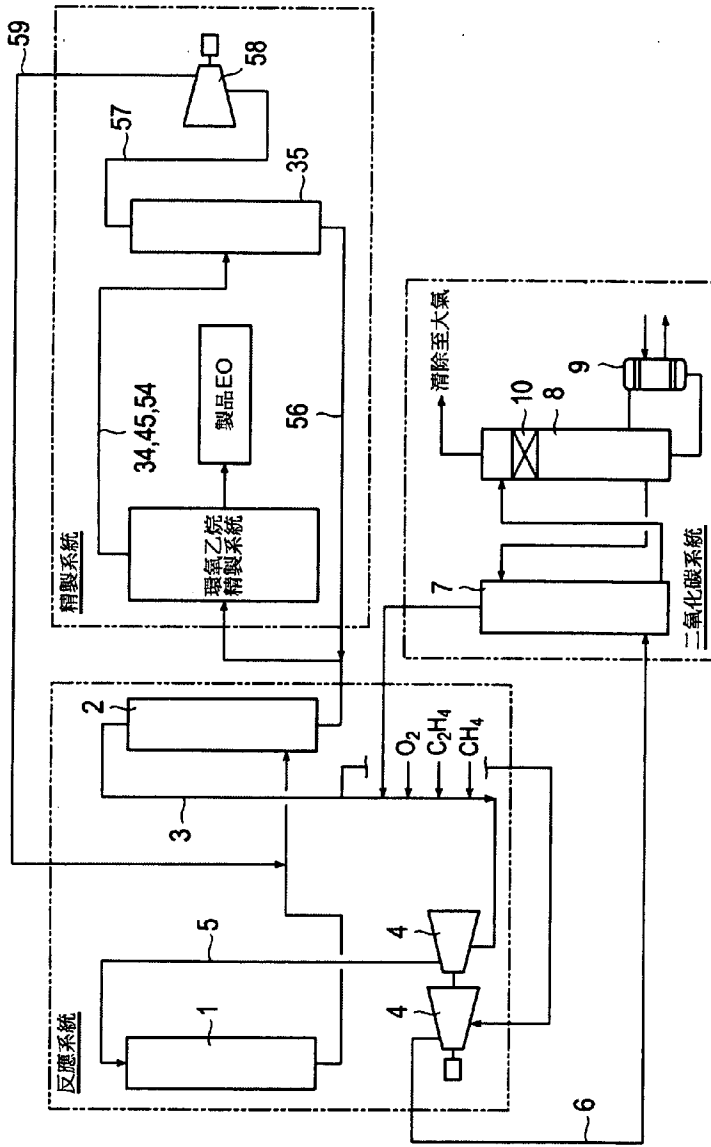
PRODUCTION METHOD OF ETHYLENE OXIDE

(57) 摘要

本發明提供一種在環氧乙烷的製造流程中，可降低乙二醇的副產量、可提高環氧乙烷的獲取率的方法。

本發明的一形態是關於一種環氧乙烷的製造方法。該環氧乙烷的製造方法的特徵為包括下列步驟：將乙烯在銀觸媒的存在下與含有分子狀氧的氣體進行接觸氣相氧化的乙烯氧化反應步驟，及將在該乙烯氧化反應步驟所產生的含有環氧乙烷的反應產生氣體供應至環氧乙烷吸收塔、與供應至前述環氧乙烷吸收塔的吸收液相接觸，且將含有環氧乙烷的前述環氧乙烷吸收塔的塔底液供應至環氧乙烷精製系統，將從前述環氧乙烷精製系統排出的含有環氧乙烷的未凝縮氣體供應至環氧乙烷再吸收塔的步骤；並且，將環氧乙烷再吸收塔的運轉壓力設定為 3~50kPa 表壓。

指定代表圖：



符號簡單說明：

- 1 . . . 乙烯氧化反應器
- 2 . . . 環氧乙烷吸收塔
- 3 . . . 導管
- 4 . . . 增壓泵
- 5 . . . 導管
- 6 . . . 導管
- 7 . . . 二氧化碳吸收塔
- 8 . . . 二氧化碳汽提塔
- 9 . . . 再沸器
- 10 . . . 氣液接觸部
- 34 . . . 導管
- 35 . . . 環氧乙烷再吸收塔
- 45 . . . 導管
- 54 . . . 導管
- 55 . . . 導管
- 56 . . . 導管
- 57 . . . 熱交換器
- 58 . . . 氣體壓縮機
- 59 . . . 導管

第 1 圖

發明摘要

※ 申請案號： 103111862

※ 申請日： 103. 3. 28

※IPC 分類：

C07D 301/10
301/32
303/64
" " " "

【發明名稱】 (中文/英文)

環氧乙烷的製造方法

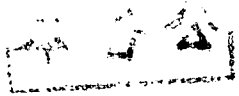
PRODUCTION METHOD OF ETHYLENE OXIDE

【中文】

本發明提供一種在環氧乙烷的製造流程中，可降低乙二醇的副產量、可提高環氧乙烷的獲取率的方法。

本發明的一形態是關於一種環氧乙烷的製造方法。該環氧乙烷的製造方法的特徵為包括下列步驟：將乙烯在銀觸媒的存在下與含有分子狀氧的氣體進行接觸氣相氧化的乙烯氧化反應步驟，及將在該乙烯氧化反應步驟所產生的含有環氧乙烷的反應產生氣體供應至環氧乙烷吸收塔、與供應至前述環氧乙烷吸收塔的吸收液相接觸，且將含有環氧乙烷的前述環氧乙烷吸收塔的塔底液供應至環氧乙烷精製系統，將從前述環氧乙烷精製系統排出的含有環氧乙烷的未凝縮氣體供應至環氧乙烷再吸收塔的步驟；並且，將環氧乙烷再吸收塔的運轉壓力設定為 3~50 kPa 表壓。

【英文】

**【代表圖】**

【本案指定代表圖】：第（ 1 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

- 1 乙烯氧化反應器
- 2 環氧乙烷吸收塔
- 3 導管
- 4 增壓泵
- 5 導管
- 6 導管
- 7 二氧化碳吸收塔
- 8 二氧化碳汽提塔
- 9 再沸器
- 10 氣液接觸部
- 34 導管
- 35 環氧乙烷再吸收塔
- 45 導管
- 54 導管
- 55 導管
- 56 導管
- 57 熱交換器
- 58 氣體壓縮機
- 59 導管

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

【無】

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

環氧乙烷的製造方法

PRODUCTION METHOD OF ETHYLENE OXIDE

【技術領域】

【0001】本發明是關於一種環氧乙烷(ethylene oxide)的製造方法(production method)。

【先前技術】

【0002】環氧乙烷在目前是將乙烯在銀觸媒(silver catalyst)的存在下與含有分子狀氧的氣體(molecular oxygen-containing gas)進行接觸氣相氧化(contact gas-phase oxidation)來製造。並且，在環氧乙烷的製造流程(production process)中的精製方法(refining method)是大致如下所述(參照例如日本專利特開昭第 62-103072 號公報)。

【0003】首先，將乙烯與含有分子狀氧的氣體在銀觸媒的存在下進行接觸氣相氧化，獲得含有環氧乙烷的反應產生氣體(reaction product gas)(反應步驟(reaction step))。其次，將所獲得的反應產生氣體導入環氧乙烷吸收塔(ethylene oxide absorption tower)，與以水作為主成份的吸收液(absorbing solution)相接觸，以將環氧乙烷作成水溶液而加以回收(吸收步驟(absorption step))。其次，將所回收的環

氧乙烷水溶液飼入環氧乙烷的精製系統(refining system)，並經由某些階段即可獲得高純度環氧乙烷。此環氧乙烷的精製系統通常是由汽提步驟(stripping step)、精餾步驟(rectification step)、脫水步驟(dehydration step)、輕質份分離步驟(light-duty fraction separation step)、重質份分離步驟(heavy-duty fraction separation step)等所構成。

【0004】另外，關於從環氧乙烷吸收塔的塔頂部排出的含有未反應乙烯、副產(by-produced)的二氧化碳(carbon dioxide)（二氧化碳；CO₂）或水、以及惰性氣體（氮氣、氬氣、甲烷、乙烷等）的排出氣體(discharged gas)，則通常是實施將其直接循環至乙烯氧化步驟(ethylene oxidation step)，或將其中一部份抽出而導入二氧化碳吸收塔(carbon dioxide absorption tower)，並藉由鹼性吸收液(alkaline absorbing solution)選擇性地吸收二氧化碳，將此吸收液供應至二氧化碳汽提塔(carbon dioxide stripping tower)而將二氧化碳加以汽提回收(stripping recovery)（參照例如日本專利特開昭第 60-131817 號公報）。

【發明內容】

〔所欲解決的技術問題〕

【0005】在此，由於從環氧乙烷精製系統(ethylene oxide refining system)排出的未凝縮氣體是含有環氧乙烷，關於該未凝縮氣體，則一向是在實施藉由將該未凝縮氣體供應至環氧乙烷再吸收塔(ethylene oxide resorption tower)而將環氧乙

烷加以再吸收，將所獲得的吸收液再循環至環氧乙烷精製系統，以回收環氧乙烷。

【0006】然而，若欲以此方式在環氧乙烷再吸收塔中將環氧乙烷加以回收時，在將經吸收環氧乙烷後的環氧乙烷吸收塔的塔底液飼入環氧乙烷汽提塔(ethylene oxide stripping tower)的過程、或在環氧乙烷汽提塔中，則將發生水分子加成於一部份的環氧乙烷而產生乙二醇(ethylene glycol)的反應。如此的乙二醇的副產，則將成爲以更高獲取率(acquisition rate)來製造更高純度的環氧乙烷的阻礙。因此，正在期望開發一種可抑制如此的乙二醇的副產的方法。另外，以防止在環氧乙烷製造流程系統內的乙二醇濃縮爲目的，先前一直是在採取將一部份的乙二醇排出至系統外、或輸送至乙二醇製造工廠的對策，但是此等的對策卻有將會導致環氧乙烷的獲取率降低的問題。

【0007】因此，本發明的目的爲提供一種在環氧乙烷的製造流程中，可降低乙二醇的副產量(by-produced amount)、可提高環氧乙烷的獲取率的方法。

〔解決問題的技術方法〕

【0008】本案發明人爲了解決上述課題而進行精心研究。其結果，發現藉由將環氧乙烷再吸收塔的運轉壓力(operating pressure)設定成低於先前者，即可解決上述課題，基於此發現而完成本發明。

【0009】亦即，本發明的一形態是關於一種環氧乙烷的

製造方法。該環氧乙烷的製造方法的特徵為包括下列步驟：將乙烯在銀觸媒的存在下與含有分子狀氧的氣體進行接觸氣相氧化的乙烯氧化反應步驟(ethylene oxidation reaction step)，及將在該乙烯氧化反應步驟所產生的含有環氧乙烷的反應產生氣體供應至環氧乙烷吸收塔、與供應至前述環氧乙烷吸收塔的吸收液相接觸，且將含有環氧乙烷的前述環氧乙烷吸收塔的塔底液供應至環氧乙烷精製系統，將從前述環氧乙烷精製系統排出的含有環氧乙烷的未凝縮氣體供應至環氧乙烷再吸收塔的步驟；並且，將環氧乙烷再吸收塔的運轉壓力設定為 3~50 kPa 表壓。

〔發明的功效〕

【0010】若根據本發明，在環氧乙烷的製造流程中的乙二醇的副產量則降低、環氧乙烷的獲取率則提高。此外，作為次要的功效，則可實現：可減少如應排出至環氧乙烷製造流程系統外的副產乙二醇(by-produced ethylene glycol)的濃縮所需要的蒸氣量(vapor amount)，或排出至副產乙二醇系統外所需要的投入水量等在工業上極其有利的功效。

【圖式簡單說明】

【0011】

第 1 圖是展示實施涉及本發明的一實施形態的「環氧乙烷的製造方法」的環氧乙烷的製造流程構成例分段略圖

(block diagram)。

第 2 圖是展示為實施涉及本發明的一實施形態的「環氧乙烷的製造流程」的流程(process)構成例分段略圖。第 2 圖是對應於在後述實施例所採用的汽提步驟。

第 3 圖是展示經汽提(stripping)的環氧乙烷直至最終的精製(refining)為止的精餾步驟(rectification step)的構成例分段略圖。

● 【實施方式】

〔本發明的最佳實施方式〕

【0012】在下文中，參照圖示，同時就為實施本發明的具體形態加以詳細地說明，但是本發明的技術的範圍應根據本案請求申請專利範圍的範圍而定，且並不受限於下述的形態。

《反應系統》

● 【0013】首先，參照第 1 圖，同時就藉由使用乙烯的氧化反應(oxidation reaction)以製造環氧乙烷的系統（在下文中，簡單地稱為「反應系統(reaction system)」）加以說明。第 1 圖是展示實施涉及本發明的一實施形態的「環氧乙烷的製造方法」的環氧乙烷的製造流程構成例分段略圖。展示於第 1 圖的「環氧乙烷的製造流程」是概括地由反應系統、二氧化碳系統(carbon dioxide system)、及精製系統的三個系統所構成。

【0014】在本發明使用的「含有環氧乙烷的反應產生氣體」，只要為經將乙烯在銀觸媒的存在下與含有分子狀氧的氣體進行接觸氣相氧化的步驟（在下文中，也稱為「乙烯氧化反應步驟」）所產生者即可。此接觸氣相氧化反應(contact gas-phase oxidation reaction)的技術本身是已廣泛而為眾所皆知者，在實施本發明時，也可適當地參照先前習知的知識。另外，關於反應產生氣體的組成等的具體形態，並無特殊的限制。作為一實例，反應產生氣體，除了通常為 0.5~5 容量%的環氧乙烷以外，也含有未反應氧氣、未反應乙烯、生成水、二氧化碳、氮氣、氫氣、甲烷、乙烷等的氣體，以及微量的甲醛、乙醛的醛類、醋酸等的有機酸類。

【0015】參照第 1 圖，首先，含有乙烯或分子狀氧(molecular oxygen)的原料氣體是以增壓泵(booster pump) 4 加以增壓(boost)後，以熱交換器(heat exchanger)（未圖示）進行加熱而供應至乙烯氧化反應器(ethylene oxidation reactor) 1。乙烯氧化反應器 1 通常是配備許多經填充銀觸媒的反應管的多管式反應器。在乙烯氧化反應步驟所產生的反應產生氣體，則經通過熱交換器（未圖示）加以冷卻後，供應至環氧乙烷吸收塔（在下文中，簡單地稱為「吸收塔(absorption tower)」）2。具體而言，反應產生氣體是從吸收塔 2 的塔底部供應。在另一方面，從吸收塔 2 的塔頂部供應以水作為主成份的吸收液。藉此，在吸收塔 2 的內部即進行氣液(gas-liquid)的逆向流接觸(counter-flow contact)，使得在反應產生氣體中所含有的環氧乙烷（通常為 99 質量%以上）被吸收於

吸收液中。此外，除了環氧乙烷以外，實質數量的乙烯、氧氣、二氧化碳、惰性氣體（氮氣、氬氣、甲烷、乙烷等）、以及在乙烯氧化反應步驟所產生的甲醛等的低沸點雜質、乙醛、醋酸等的高沸點雜質也同時被吸收。另外，供應至吸收塔 2 的反應產生氣體的溫度，較佳為約 20~80℃。此外，關於吸收液的組成並無特殊的限制，除了以水作為主成份者以外，如揭示於日本專利特開平第 8-127573 號公報的碳酸伸丙酯(propylene carbonate)也可用作為吸收液。此外，因應需要，對於吸收液可添加添加劑。可添加於吸收液的添加劑可列舉：例如消泡劑(anti-foaming agent)或 pH 調整劑(pH adjustor)。消泡劑只要為對於環氧乙烷及副產乙二醇等為惰性(inert)，且具有吸收液的消泡功效者時，則任何消泡劑皆可使用，作為代表性實例，由於水溶性矽酮乳化液(water-soluble silicone emulsion)對於吸收液的分散性、稀釋穩定性、熱穩定性為優異，因此為有效。此外，pH 調整劑可列舉：例如鉀、鈉的鹼金屬的氫氧化物或碳酸鹽等可溶解於吸收液的化合物，較佳為氫氧化鉀或氫氧化鈉。另外，吸收液的 pH 較佳為 5~12，更佳為 6~11。

【0016】作為吸收塔 2，通常是可使用層板塔(tray tower)形式或填充塔(packed tower)形式的吸收塔。吸收塔 2 的操作條件是在反應產生氣體中的環氧乙烷濃度為 0.5~5 容量%，較佳為 1.0~4 容量%，吸收塔 2 的操作壓力為 0.2~4.0 MPa 表壓，較佳為 1.0~3.0 MPa 表壓。吸收操作(absorption operation)是愈高壓愈有利，但是可採用的數值是可因應氧化

反應器的運轉壓力加以決定。此外，相對於反應產生氣體的吸收液的莫耳流量比（L/V）通常為 0.30~2.00。此外，在反應產生氣體的標準狀態的空間線速度（GHSV〔NTP〕）通常為 400~6000h⁻¹。

【0017】在吸收塔 2 中未被吸收的含有乙烯、氧氣、二氧化碳、惰性氣體（氮氣、氫氣、甲烷、乙烷）、醛、酸性物質等的氣體是從吸收塔 2 的塔頂部經由導管(conduit) 3 排出。並且，此排出氣體是以增壓泵 4 提高壓力後，經由導管 5 循環至乙烯氧化反應器 1。另外，關於乙烯氧化反應步驟的詳細細節，則如上所述。在此，乙烯氧化反應步驟，通常是在配備許多經填充銀觸媒的反應管的氧化反應器中，在加壓（約 1.0~3.0 MPa 表壓的壓力）的條件下進行。因此，在將從吸收塔 2 的塔頂部的排出氣體循環至乙烯氧化反應步驟前，則需要使用增壓泵 4 等的增壓方法(means)加以增壓。

《二氧化碳系統》

【0018】在較佳的實施形態中，如第 1 圖所示，將從吸收塔 2 的塔頂部排出的氣體的至少一部份，藉由增壓泵 4 等的增壓方法加以增壓，並經由導管 6 而供應至二氧化碳吸收塔 7。在下文中，參照第 1 圖，同時就對於二氧化碳吸收塔 7 的氣體導入開始的二氧化碳回收系統(carbon dioxide recovery system)（在下文中，簡單地稱為「二氧化碳系統」）加以說明。

【0019】在如上所述從吸收塔 2 的塔頂部排出的氣體是

經加壓而導入二氧化碳吸收塔 7 的情況，此時的氣體壓力是加以調節為約 0.2~4.0 MPa 表壓，氣體溫度是加以調節為約 80~120°C。在二氧化碳吸收塔 7 的後段，則設置二氧化碳汽提塔 8，鹼性吸收液是從此二氧化碳汽提塔 8 的塔底部而供應至二氧化碳吸收塔 7 的上部。並且，藉由與此鹼性吸收液的逆向流接觸，在導入二氧化碳吸收塔 7 的氣體中所含有的二氧化碳、或少量的惰性氣體（例如乙烯、甲烷、乙烷、氧氣、氮氣、氫氣等）則被吸收。從二氧化碳吸收塔 7 的塔頂部排出的未被吸收的氣體是循環至導管 3，且與新補充的氧氣、乙烯、甲烷等混合後，則循環至乙烯氧化反應器 1。

【0020】在二氧化碳吸收塔 7 中經吸收二氧化碳的二氧化碳濃厚吸收液(carbon dioxide concentrated absorbing solution)，則從二氧化碳吸收塔的塔底部抽出後，供應至經調節成壓力 0.01~0.5 MPa 表壓、溫度約 80~120°C、且在塔底部配備再沸器(reboiler) 9 的二氧化碳汽提塔 8 的上部。在二氧化碳汽提塔 8 上部的供液部中的吸收液，則由於二氧化碳吸收塔 7 與二氧化碳汽提塔 8 之間的壓力差而發生壓力閃蒸(pressure flash)。藉此，吸收液中的 10~30 容量%的二氧化碳及大部份的惰性氣體，則從吸收液分離，並從二氧化碳汽提塔 8 的塔頂部排出。

【0021】藉由上述的壓力閃蒸而分離一部份的二氧化碳後所殘留的二氧化碳吸收液(carbon dioxide absorbing solution)，則進入設置在供液部下方的氣液接觸部(gas-liquid contact part) 10，與藉由再沸器 9 而產生的蒸氣(vapor)、及

從氣液接觸部 10 以下的部份所產生以二氧化碳為主的氣體進行逆向流接觸，使得吸收液中一部份的二氧化碳及其他大部份的惰性氣體從吸收液中分離。藉由在二氧化碳系統中的此等一連串流程，從氣液接觸部 10 最上部的下方，較佳為在相當於氣液接觸(gas-liquid contact)所需要的一理論段數以上的氣液接觸部 10 的下部的二氧化碳汽提塔 8 的內部，即可獲得高純度的二氧化碳。亦即，在氣液接觸部 10，二氧化碳吸收液中的惰性氣體，則由於從下部上升而來且含有極其微量的惰性氣體的二氧化碳與水蒸氣(steam)而發生逆向流氣液接觸(counter-flow gas-liquid contact)並進行汽提，藉此，惰性氣體的濃度則變成極低。因此，若取出此汽提後的氣體，即可獲得高純度的二氧化碳。

《精製系統》

【0022】在吸收塔 2 中經吸收環氧乙烷的吸收液，則作為該吸收塔 2 的塔底液而飼入環氧乙烷精製系統（在下文中，簡單地稱為「精製系統」）。關於精製系統的具體形態並無特殊的限制，也可適當地參照先前習知的知識。作為一實例，精製系統通常是由汽提步驟、精餾步驟(rectification step)、脫水步驟、輕質份分離步驟、重質份分離步驟等所構成。在下文中，參照第 2 圖及第 3 圖，同時就由某些步驟所構成的精製系統加以說明。第 2 圖是展示為實施涉及本發明的一實施形態的「環氧乙烷的製造流程」的流程構成例分段略圖。

【0023】吸收塔 2 的塔底液（吸收液），在供應至環氧乙烷汽提塔（在下文中，簡單地稱爲「汽提塔 (stripping tower)」) 11 前，通常是預先加熱至適合於在汽提塔 11 進行汽提的溫度。具體而言，如第 2 圖所示，吸收塔 2 的塔底液（吸收液）是經由導管 12 而供應至熱交換器 13。並且，在此熱交換器 13 中進行與汽提塔 11 的塔底液間的熱交換 (heat exchange)，進一步需要時則以加熱器 (heater) 14 加以加熱，使得吸收塔 2 的塔底液（吸收液）加熱至約 70~110°C 的溫度。在本實施形態中，藉由與汽提塔 11 的塔底液的熱交換所加熱的吸收塔 2 的塔底液（吸收液），則經由導管 15 而供應至氣液分離槽 (gas-liquid separation tank) 16。在氣液分離槽 16 中，含有一部份環氧乙烷及水的惰性氣體的輕質份氣體則被分離，並經由導管 17 排出。在另一方面，經閃蒸 (flash) 輕質份氣體的殘留部份的吸收液，則經由導管 18 而供應至汽提塔 11 的上部。另外，關於如導管 18 在特別高溫條件下環氧乙烷是與水同時存在的部位，則考慮儘可能縮短其配設距離，藉此可縮短吸收液的滯留時間 (retention time)，其結果，有助於防止乙二醇的副產。

【0024】接著，例如如第 2 圖所示，將水蒸氣等的加熱媒體 (heating medium) 供應至加熱器 19，使用經在該加熱器 19 所加熱的加熱媒體來加熱汽提塔 11，或將水蒸氣直接供應至汽提塔 11 的塔底部來加熱汽提塔 11。以此方式，由於汽提塔 11 受到加熱，在從汽提塔 11 的上部所供應的吸收液中所含有的環氧乙烷（通常爲其的 99 質量%以上）進行汽

提，並從汽提塔 11 的塔頂部經由導管 20 排出。另外，汽提塔 11 的操作條件是運轉壓力（塔頂壓力）為 3~60 kPa 表壓，較佳為 3~30 kPa 表壓。塔頂壓力愈小，則塔內的溫度愈降低，其結果，則有可抑制源自塔內環氧乙烷的乙二醇的副產的傾向。然而，由於環氧乙烷是比較容易著火(ignition)的物質，從防止氧氣滲漏入系統內的觀點，則通常是不進行在大氣壓以下的運轉，而以在如上所述稍高於大氣壓的壓力下進行運轉。另外，汽提塔 11 的溫度條件是塔頂溫度較佳為 101~115℃，塔底溫度較佳為 101~110℃。

【0025】經汽提環氧乙烷後的殘留部份的吸收液，如第 2 圖所示，作為汽提塔 11 的塔底液而抽出，並可作為在吸收塔 2 的吸收液而供應至吸收塔 2 的上部以循環使用。然而，也可以調節吸收液的組成為目的，經由另外設置的導管而將新鮮的水、或因應需要的上述添加劑供應至吸收塔 2。此外，較佳為將供應至吸收塔 2 的吸收液中的乙二醇濃度保持一定。因此，在吸收塔 2 與汽提塔 11 間循環的一部份吸收液，則從汽提塔 11 的塔底部抽出。在此，汽提塔 11 的塔底液是大體上未含有環氧乙烷。具體而言，在該塔底液中所含有的環氧乙烷的濃度較佳為 10 質量 ppm 以下，更佳為 0.5 質量 ppm 以下。此塔底液是含有在乙烯氧化反應步驟與環氧乙烷汽提步驟(ethylene oxide stripping step)之間，在吸收液中副產的乙二醇，其中一部份是經由導管 21 及導管 22 而抽出。經抽出的液，則供燃燒處理、或供應至為將所含有的乙二醇加以濃縮而回收的乙二醇濃縮步驟(ethylene glycol

concentration step)。並且，在某些情況，則將在經抽出的液中所含有的乙二醇直接、或經由乙二醇濃縮步驟後，除了藉由施加如日本專利特公昭第 45-9926 號公報或日本專利特公平第 4-28247 號公報等所揭示的化學處理以外，在某些情況，也可藉由施加物理處理來作成纖維級製品而加以回收。

【0026】另外，汽提塔 11 的塔底液，由於也含有甲醛等的低沸點雜質、乙醛及醋酸等的高沸點雜質，藉由如上所述將其中一部份抽出至系統外，也可獲得可防止此等雜質積聚而循環至吸收塔 2 中的吸收液的優點。

【0027】從汽提塔 11 的塔頂部汽提的含有環氧乙烷的汽提物(stripped substance)，則經由導管 20 而飼入冷卻水在導管 23 及導管 24 內流通的汽提塔凝縮器(stripping tower condenser) 25，凝縮液是經由導管 26 而回流至汽提塔 11 的塔頂部，未凝縮蒸氣是經由導管 27 而供應至脫水塔(dehydration tower) 28 (第 3 圖)。

【0028】供應至脫水塔 28 的含有環氧乙烷的蒸氣，則與經由導管 29 而回流(reflux)的液相接觸而變成環氧乙烷濃度高的蒸氣，從塔底抽出的環氧乙烷濃度低的液，則經由導管而飼入汽提塔凝縮器 25。

【0029】從脫水塔 28 的塔頂部排出的含有環氧乙烷的蒸氣，則經由導管 30 而飼入冷卻水在導管 31 及導管 32 內流通的脫水塔凝縮器(dehydration tower condenser) 33，凝縮液的一部份是經由導管 29 而回流至脫水塔 28 的塔頂部，脫水塔凝縮器 33 的未凝縮蒸氣(含有環氧乙烷的未凝縮氣

體)，則經由導管 34 而供應至如第 1 圖所示的環氧乙烷再吸收塔（在下文中，簡單地稱爲「再吸收塔(resorption tower)」）35。

【0030】脫水塔凝縮器 33 的凝縮液的殘留部份，則經由導管 36 而供應至輕質份分離塔(light-duty fraction separation tower) 37。藉由使用輕質份分離塔 37 的加熱器 38，並以水蒸氣等的加熱媒體經由導管 39 而加熱的方式進行加熱，從輕質份分離塔 37 的塔頂部所含有輕質份的環氧乙烷蒸氣，則經由導管 40 而飼入冷卻水在導管 41 及導管 42 內流通的輕質份分離塔凝縮器(light-duty fraction separation tower condenser) 43，凝縮液是經由導管 44 而回流至輕質份分離塔 37 的塔頂部，輕質份分離塔凝縮器 43 的未凝縮蒸氣（含有環氧乙烷的未凝縮氣體），則經由導管 45 而供應至用於回收環氧乙烷的如第 1 圖所示的再吸收塔 35。

【0031】輕質份分離塔 37 的塔底液，則經由導管 46 而供應至環氧乙烷精餾塔(ethylene oxide rectifying tower)（在下文中，簡單地稱爲「精餾塔(rectifying tower)」）47。對於精餾塔 47 的加熱器 48 供應壓力約 0.05~0.10 MPa 表壓的水蒸氣，在精餾塔 47 的塔底溫度 35~80℃、精餾塔 47 的塔底壓力 0.10~0.80 MPa 表壓進行精餾(rectifying)，將從精餾塔 47 的塔頂部、塔頂溫度 35~75℃、塔頂部壓力 0.10~0.80 MPa 表壓的環氧乙烷蒸氣飼入冷卻水在導管 49 及導管 50 內流通的精餾塔凝縮器(rectifying tower condenser) 51，使得環氧乙烷液化，一部份是經由導管 52 而供應至精餾塔

47 的塔頂部作為回流液(reflux liquid)，殘留部份則經由導管 53 而抽出作為製品環氧乙烷（製品 EO）。精餾塔凝縮器 51 的未凝縮蒸氣（含有環氧乙烷的未凝縮氣體），則經由導管 54 而供應至用於回收環氧乙烷的如第 1 圖所示的再吸收塔 35。

【0032】另外，精餾塔 47 的塔底液是為進行乙醛、水、及醋酸等的高沸點雜質的重質份分離，則因應需要經由導管 55 而抽出。

● 【0033】如上所述，從精製系統排出的未凝縮蒸氣（若為如第 3 圖所示實施形態，則為源自脫水塔凝縮器 33、輕質份分離塔凝縮器 43、及精餾塔凝縮器 51 的未凝縮蒸氣）是含有環氧乙烷。因此，此等的未凝縮蒸氣是供應至如第 1 圖所示的再吸收塔 35。

● 【0034】在再吸收塔 35 是以與上述吸收塔 2 相同的方式，環氧乙烷是藉由與吸收液的逆向流接觸而加以再吸收。在此，在再吸收塔 35 中，關於使用於再吸收環氧乙烷的吸收液的組成或 pH、再吸收塔的形態（層板塔形式或填充塔形式）等是與上述關於吸收塔 2 所敘述者相同，因此在此省略詳細的說明。在另一方面，本發明是在再吸收塔 35 的運轉壓力方面具有特徵者。先前，再吸收塔 35 的運轉壓力一向是設定於約 100~150 kPa 表壓（參照後述的比較例）。相對於此，在本發明是如後述的實施例所示，將再吸收塔 35 的運轉壓力設定為 3~50 kPa 表壓。由於設定為如此的構成，令人驚奇的是經本案發明人的研討而發現：在環氧乙烷

的製造流程中的乙二醇的副產量降低、環氧乙烷的獲取率提高。此外，其結果，可確認也可顯現：可減少如應排出至環氧乙烷製造流程系統外的副產乙二醇的濃縮所需要的蒸氣量，或排出至副產乙二醇系統外所需要的投入水量等在工業上極其有利的功效。另外，可達成如此的優異功效的機制，可推斷為：由於屬再吸收塔上游步驟的汽提塔的運轉壓力降低，汽提塔的運轉溫度、或從吸收塔流通至汽提塔的導管內的吸收液的溫度降低，而可抑制乙二醇的副產者。

【0035】再吸收塔 35 的塔底液是經由導管 56，以與上述吸收塔 2 的塔底液相同的方式循環至精製系統（在本實施形態，具體而言是汽提塔 11）。更詳而言，循環至如第 2 圖所示的導管 12，且在預先加熱後導入汽提塔 11。

【0036】在另一方面，關於在再吸收塔 35 中未被吸收的未凝縮氣體是從再吸收塔 35 的塔頂部經由導管 57 排出。在一實施形態，經由導管 57 排出的未凝縮氣體是以氣體壓縮機(gas compressor) 58 提高壓力後，循環至吸收塔 2。然而，由於在從再吸收塔 35 的塔頂部排出的未凝縮氣體中是含有許多二氧化碳（通常為約 5~60 體積%），若將該未凝縮氣體循環至吸收塔 2 時，則將導致從吸收塔 2 供應至二氧化碳吸收塔 7 的氣體中的二氧化碳量增加。在該情況下，以二氧化碳吸收塔 7 及二氧化碳汽提塔 8 處理的二氧化碳量則增加，結果導致有可能造成需要增加投入於二氧化碳汽提塔 8 的再沸器 9 的蒸氣量，或造成需要增加二氧化碳吸收促進劑(carbon dioxide absorption promoter)的投入量。因此，從再

吸收塔 35 的塔頂部經由導管 57 排出的未凝縮氣體是也可以氣體壓縮機 58 提高壓力後，供應至二氧化碳吸收塔 7。由於設定為如此的構成，供應至二氧化碳吸收塔 7 的氣體的流量僅稍微增加而已，但是如上所述在從環氧乙烷再吸收塔的塔頂部排出的未凝縮氣體中卻含有許多二氧化碳（通常為約 5～60 體積%）。因此，若將從再吸收塔 35 的塔頂部排出的含有環氧乙烷的未凝縮氣體供應至二氧化碳吸收塔 7 時，則在供應至二氧化碳吸收塔 7 的氣體中的二氧化碳濃度只是會稍微增加。以此方式，若根據本發明，由於將含有更高濃度的二氧化碳的氣體導入二氧化碳系統，可顯現在工業上有利的各種功效。

【0037】另外，為提高從再吸收塔 35 的塔頂部經由導管 57 排出的未凝縮氣體的壓力的氣體壓縮機 58 的吸入壓力 (suction pressure)，較佳為在微加壓下。具體而言，較佳為在 3～5 kPa 表壓。由於設定為如此的構成，可防止從大氣的氧氣流入氣體壓縮機 58 中。

【0038】此外，在從再吸收塔 35 的塔頂部排出的未凝縮氣體中是含有屬反應原料的乙烯，但是如上所述從二氧化碳吸收塔 7 的塔頂部排出的未被吸收的氣體是經由導管 3 而循環至乙烯氧化反應器 1，且乙烯在二氧化碳吸收塔 7 中大部份是未被吸收，即使採取如上述的構成，也不會造成屬反應原料的乙烯的損耗的顧慮。

《實施例》

【0039】在下文中，使用實施例更詳細說明本發明的實施形態，但是本發明的技術範圍並不受限於僅下述形態。

〔比較例〕

【0040】根據在第 1 圖至第 3 圖所示的環氧乙烷的製造流程以製造環氧乙烷。此時，將再吸收塔 35 的運轉壓力（塔頂壓力）設定為 120 kPa 表壓。

〔實施例〕

【0041】根據在第 1 圖至第 3 圖所示的環氧乙烷的製造流程以製造環氧乙烷。此時，將再吸收塔 35 的運轉壓力（塔頂壓力）設定為 10 kPa 表壓。

【0042】經實施涉及上述比較例及實施例的製造流程的結果，環氧乙烷汽提塔的各種運轉條件是如下表 1 所示。

表 1

運轉條件	實施例	比較例
再吸收塔運轉壓力（塔頂）(kPa 表壓)	10	120
汽提塔塔頂壓力(kPa 表壓)	30	140
汽提塔塔底壓力(kPa 表壓)	38	148
汽提塔塔底溫度(°C)	110	128

【0043】此外，經實施涉及上述比較例及實施例的製造流程的結果，在製造流程中各部位的環氧乙烷流量是如下表

2 所示。

表 2

運轉條件	實施例	比較例
吸收塔供應環氧乙烷流量(kg/hr)	100	100
吸收塔塔頂環氧乙烷流量(kg/hr)	0	0
汽提塔塔頂環氧乙烷流量(kg/hr)	97	92
汽提塔塔底環氧乙烷流量(kg/hr)	0	0
環氧乙烷取得率(%)	97	92

【0044】如由表 2 所示結果可了解：在本案實施例，與上述比較例相比較，環氧乙烷的獲取率已大幅度提高。此外，關於由於環氧乙烷的獲取率提高所帶來的次要功效，也可顯現：可減少爲了濃縮應排出至環氧乙烷製造流程系統外的副產乙二醇所需要的蒸氣量、或排出至副產乙二醇系統外時所需要的投入水量的功效。

〔產業上的利用可能性〕

【0045】從上述實施例與比較例的對比得知：若根據在涉及本發明的環氧乙烷的製造流程中的環氧乙烷的製造方法時，則可實現在環氧乙烷的製造流程中的各種有利功效。鑒於年產數十萬噸規模的環氧乙烷生產量，本發明所完成結果在產業上的貢獻則有不可測知者。

【0046】本申請案是根據 2013 年 3 月 29 日在日本國提

出申請專利的特許出願第 2013-074174 號，其揭示內容理應
整體參照併入本說明書。

【符號說明】

【0047】

- 1 乙烯氧化反應器
- 2 環氧乙烷吸收塔
- 3 導管
- 4 增壓泵
- 5 導管
- 6 導管
- 7 二氧化碳吸收塔
- 8 二氧化碳汽提塔
- 9 再沸器
- 10 氣液接觸部
- 11 環氧乙烷汽提塔
- 12 導管
- 13 熱交換器
- 14 加熱器
- 15 導管
- 16 氣液分離槽
- 17 導管
- 18 導管
- 19 汽提塔加熱器

- 20 導管
- 21 導管
- 22 導管
- 23 導管
- 24 導管
- 25 汽提塔凝縮器
- 26 導管
- 27 導管
- 28 脫水塔
- 29 導管
- 30 導管
- 31 導管
- 32 導管
- 33 脫水塔凝縮器
- 34 導管
- 35 環氧乙烷再吸收塔
- 36 導管
- 37 輕質份分離塔
- 38 輕質份分離塔加熱器
- 39 導管
- 40 導管
- 41 導管
- 42 導管
- 43 輕質份分離塔凝縮器

- 44 導管
- 45 導管
- 46 導管
- 47 環氧乙烷精餾塔
- 48 精餾塔加熱器
- 49 導管
- 50 導管
- 51 精餾塔凝縮器
- 52 導管
- 53 導管
- 54 導管
- 55 導管
- 56 導管
- 57 熱交換器
- 58 氣體壓縮機
- 59 導管

申請專利範圍

1. 一種環氧乙烷的製造方法，其特徵為包括下列步驟：

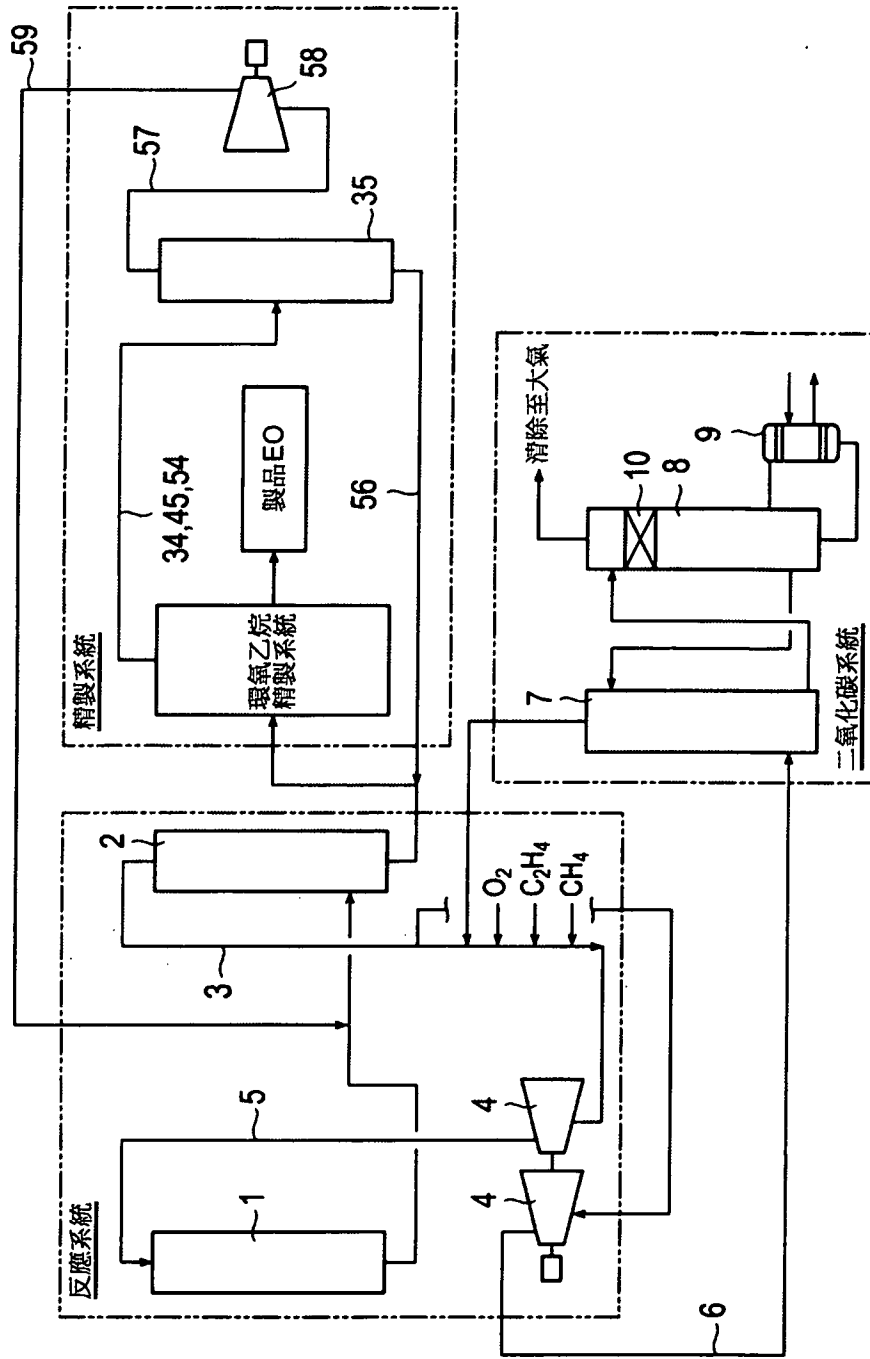
將乙烯在銀觸媒的存在下與含有分子狀氧的氣體進行接觸氣相氧化的乙烯氧化反應步驟，及將在該乙烯氧化反應步驟所產生的含有環氧乙烷的反應產生氣體供應至環氧乙烷吸收塔、與供應至前述環氧乙烷吸收塔的吸收液相接觸，且將含有環氧乙烷的前述環氧乙烷吸收塔的塔底液供應至環氧乙烷精製系統，將從前述環氧乙烷精製系統排出的含有環氧乙烷的未凝縮氣體供應至環氧乙烷再吸收塔的步驟；並且，

將前述環氧乙烷再吸收塔的運轉壓力（塔頂壓力）設定為 3~50 kPa 表壓。

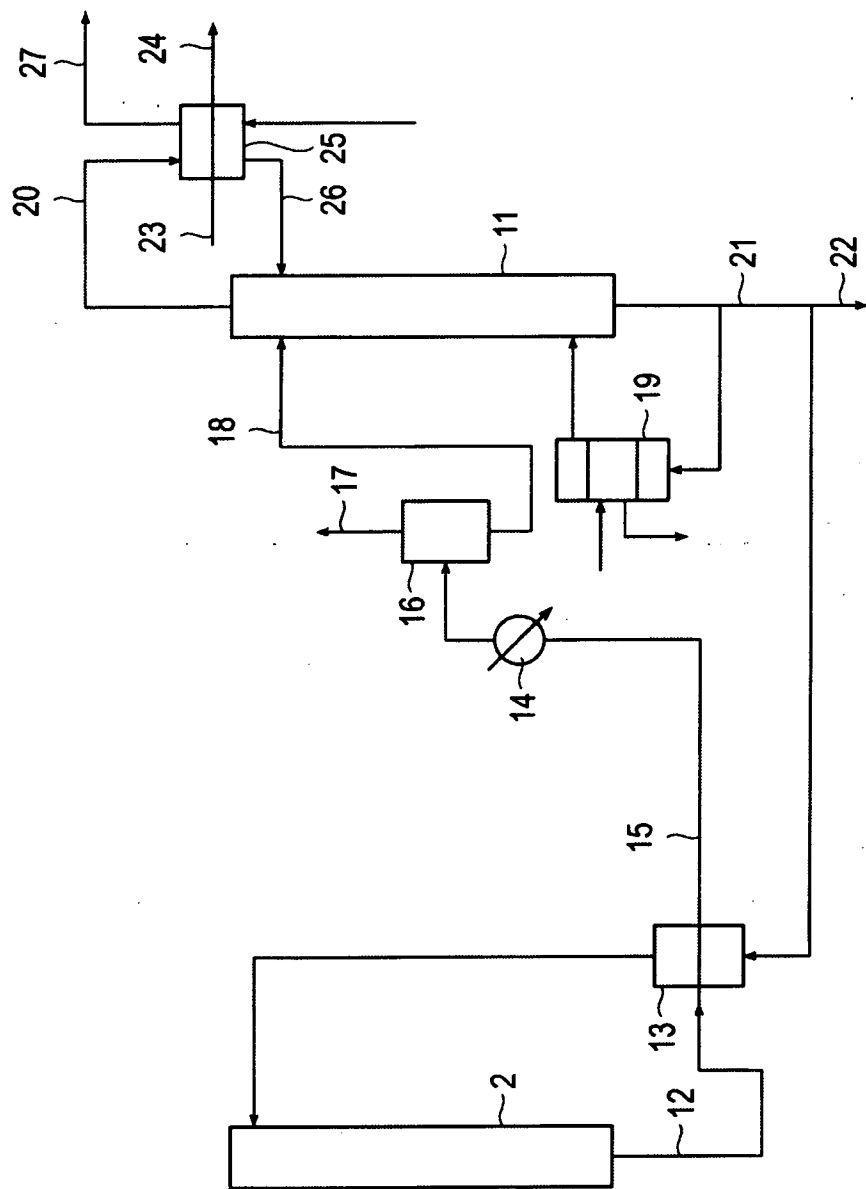
2. 如請求項 1 所述的製造方法，其又包括將前述環氧乙烷吸收塔的塔底液加熱後，供應至位於前述環氧乙烷精製系統中之環氧乙烷汽提塔，再由前述環氧乙烷汽提塔的塔頂部將環氧乙烷進行汽提的步驟，其中，將前述環氧乙烷汽提塔的運轉壓力（塔頂壓力）設定為 3~60 kPa 表壓。
3. 如請求項 1 或 2 所述的製造方法，其中，為將前述環氧乙烷再吸收塔的未凝縮氣體增壓所使用的壓縮機的吸入壓力為 3~5 kPa 表壓。
4. 如請求項 1 或 2 所述的環氧乙烷的製造方法，其中，又

包括將從前述環氧乙烷再吸收塔的塔頂部排出的含有環氧乙烷的未凝縮氣體供應至二氧化碳吸收塔，以回收二氧化碳的步驟。

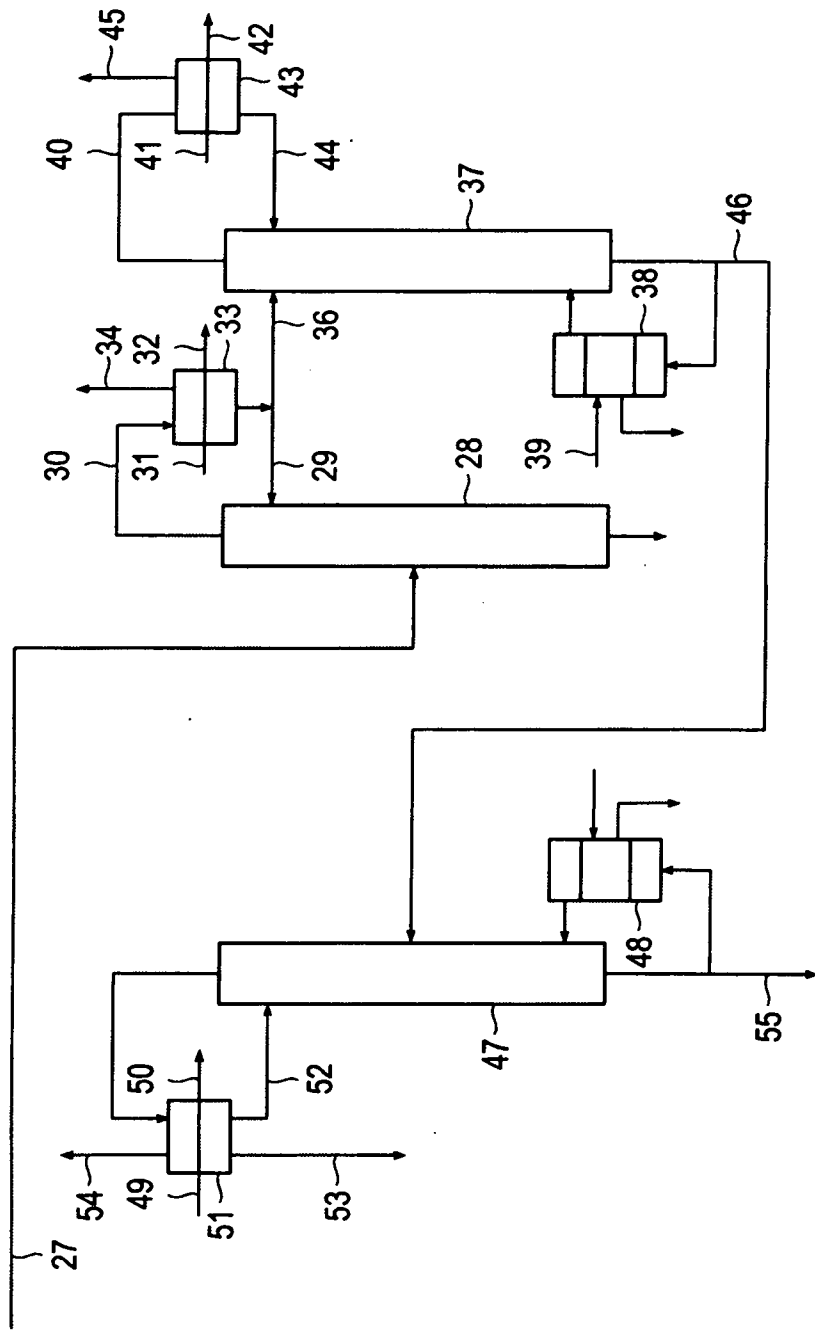
圖式



第 1 圖



第 2 圖



第 3 圖