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

特許第3748668号

(P3748668)

(45)発行日　平成18年2月22日(2006.2.22)　(24)登録日　平成17年12月9日(2005.12.9)

(51)Int.Cl.			F I		
B01D	3/32	(2006.01)	B01D	3/32	B
B01D	3/26	(2006.01)	B01D	3/26	A
C10G	7/00	(2006.01)	C10G	7/00	

請求項の数 9　(全 23 頁)

(21)出願番号　特願平9-140046
(22)出願日　平成9年5月29日(1997.5.29)
(65)公開番号　特開平10-57704
(43)公開日　平成10年3月3日(1998.3.3)
審査請求日　平成14年11月26日(2002.11.26)
(31)優先権主張番号　特願平8-137035
(32)優先日　平成8年5月30日(1996.5.30)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

早期審査対象出願

(73)特許権者　000162607
協和発酵ケミカル株式会社
東京都中央区日本橋室町三丁目２番１５号
(74)代理人　100096426
弁理士　川合　誠
(74)代理人　100089635
弁理士　清水　守
(72)発明者　緑　静男
三重県四日市市大協町２－３　協和油化株式会社四日市研究所内
(72)発明者　山田　幾穂
愛知県大府市桃山町３－２１４

審査官　小川　慶子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】蒸留方法及び蒸留装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

塔頂から下方に延びる第１カラム、上端が塔頂において缶体に取り付けられた中仕切を介して前記第１カラムと隣接させて配設された第２カラム、並びに塔底から上方に延び、前記第１カラム及び第２カラムと連通する第３カラムを備えるとともに、前記第１カラムに原液を供給するためのフィードノズルが配設され、該フィードノズルより上方に濃縮部が、前記フィードノズルより下方に回収部が形成された蒸留装置を使用することを特徴とする蒸留方法。

【請求項２】

（ａ）複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、

（ｂ）塔底から排出された液体を缶出液として外部に排出し、

（ｃ）該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに循環させ、

（ｄ）前記第１カラム及び第２カラムにおける各塔頂からそれぞれ蒸気を排出し、各蒸気を凝縮して液体にし、該各液体をそれぞれ留出液として外部に排出し、

（ｅ）各留出液の一部をそれぞれ前記第１カラム及び第２カラムに還流する請求項１に記載の蒸留方法。

【請求項３】

（ａ）最低共沸混合物を形成する二つの成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、

（ｂ）前記原液の蒸気に抽出剤を加え、最低共沸混合物を形成する二つの成分のうちの一

方の揮発度を高くし、
（ｃ）前記第１カラム及び第２カラムにおける塔頂から排出された各蒸気をそれぞれ凝縮して液体にし、該各液体を留出液として外部に排出し、
（ｄ）前記抽出剤に富んだ液体を塔底から缶出液として排出し、
（ｅ）該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに、残りを冷却して第１カラムにそれぞれ循環させる請求項１に記載の蒸留方法。
【請求項４】
（ａ）原液を前記第１カラム内に供給し、
（ｂ）該原液に第１の反応剤を加えて第１の反応を起こさせ、
（ｃ）該第１の反応の生成物に第２の反応剤を加えて第２の反応を起こさせ、
（ｄ）該第２の反応の生成物を塔底から缶出液として排出し、
（ｅ）該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに、缶出液の一部を第２カラムにそれぞれ循環させ、
（ｆ）前記第１カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として第１カラムに循環させ、
（ｇ）前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として分液槽に供給し、
（ｈ）前記留出液の一部を前記第２カラムに還流し、
（ｉ）前記分液槽において分離させられた各液体を外部に排出する請求項１に記載の蒸留方法。
【請求項５】
（ａ）塔頂から下方に延びる第１カラムと、
（ｂ）上端が塔頂において缶体に取り付けられた中仕切を介して前記第１カラムと隣接させて配設された第２カラムと、
（ｃ）塔底から上方に延び、前記第１カラム及び第２カラムと連通する第３カラムとを有するとともに、
（ｄ）前記第１カラムに原液を供給するためのフィードノズルが配設され、
（ｅ）該フィードノズルより上方に濃縮部が、前記フィードノズルより下方に回収部が形成されることを特徴とする蒸留装置。
【請求項６】
（ａ）前記第１カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器と、
（ｂ）前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器と、
（ｃ）前記第３カラムにおける塔底から排出された缶出液を蒸発させる蒸発器とを有する請求項５に記載の蒸留装置。
【請求項７】
前記第１カラムと第２カラムとは平板状の中仕切を介して隣接させられる請求項５又は６に記載の蒸留装置。
【請求項８】
前記第１カラムと第２カラムとは円筒状の中仕切を介して隣接させられる請求項５又は６に記載の蒸留装置。
【請求項９】
前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器から排出された液体を分離させる分液槽を有する請求項５又は６に記載の蒸留装置。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、蒸留方法及び蒸留装置に関するものである。
【０００２】
【従来の技術】
従来、複数の成分を含有する原液を蒸留して各成分を分離させる蒸留装置においては、複

数の蒸留塔を組み合わせるようになっている。例えば、三つの成分Ａ～Ｃを含有する原液において、成分Ａが成分Ｂより、該成分Ｂが成分Ｃより沸点が低い場合、次のような蒸留装置によって原液が蒸留され、各成分Ａ～Ｃが分離させられる。

【０００３】

図２は従来の第１の蒸留装置の概念図である。

図において、１１は第１の蒸留塔、１２は第２の蒸留塔、２０１、２０３は蒸発器、２０２、２０４は凝縮器である。前記第１の蒸留塔１１は、塔頂から塔底に向けて第１セクション２１１～第５セクション２１５から成り、そのうち、第２セクション２１２及び第４セクション２１４は図示しない充填物エレメントによって形成される。また、前記第２の蒸留塔１２は、塔頂から塔底に向けて第１セクション２１６～第５セクション２２０から成り、そのうち、第２セクション２１７及び第４セクション２１９は図示しない充填物エレメントによって形成される。

【０００４】

そして、三つの成分Ａ～Ｃを含有する原液を蒸留しようとする場合、第１の蒸留塔１１の適宜位置、例えば、第３セクション２１３に原液が供給されると、成分Ａに富んだ蒸気が第１の蒸留塔１１の塔頂から排出され、凝縮器２０２によって凝縮され、成分Ａに富んだ液体、すなわち、留出液になる。また、該留出液の一部が還流液として第１の蒸留塔１１内に還流されるとともに、前記留出液の残りが外部に排出される。

【０００５】

一方、成分Ｂ、Ｃに富んだ液体は第１の蒸留塔１１の塔底から缶出液として排出される。そして、該缶出液の一部は、蒸発器２０１によって加熱されて成分Ｂ、Ｃに富んだ蒸気になり、第１の蒸留塔１１に循環させられ、前記缶出液の残りは、第２の蒸留塔に供給される。

前記第１の蒸留塔１１から排出された缶出液が前記第２の蒸留塔１２の第３セクション２１８に供給されると、成分Ｂに富んだ蒸気が第２の蒸留塔１２の塔頂から排出され、凝縮器２０４によって凝縮され、成分Ｂに富んだ液体、すなわち、留出液になる。また、該留出液の一部が還流液として第２の蒸留塔１２内に還流されるとともに、前記留出液の残りが外部に排出される。

【０００６】

一方、成分Ｃに富んだ液体は第２の蒸留塔１２の塔底から缶出液として排出される。そして、該缶出液の一部は、蒸発器２０３によって加熱されて成分Ｃに富んだ蒸気になり、第２の蒸留塔１２に循環させられ、前記缶出液の残りは、外部に排出される。

次に、最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂを含有する原液に、抽出剤として成分Ｃを加え、抽出蒸留によって蒸留して各成分Ａ、Ｂを分離する蒸留装置について説明する。

【０００７】

図３は従来の第２の蒸留装置の概念図である。

図において、１１は第１の蒸留塔、１２は第２の蒸留塔、３０１、３０３は蒸発器、３０２、３０４は凝縮器、３０５は冷却器である。前記第１の蒸留塔１１は、塔頂から塔底に向けて第１セクション３１１～第７セクション３１７から成り、そのうち、第２セクション３１２、第４セクション３１４及び第６セクション３１６は図示しない充填物エレメントによって形成される。また、前記第２の蒸留塔１２は、塔頂から塔底に向けて第１セクション３２１～第５セクション３２５から成り、そのうち、第２セクション３２２及び第４セクション３２４は図示しない充填物エレメントによって形成される。

【０００８】

前記最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂを含有する原液に、抽出剤として成分Ｃを加え、抽出蒸留によって蒸留しようとする場合、第１の蒸留塔１１の適宜位置、例えば、第５セクション３１５に原液が、第５セクション３１５より上方の第３セクション３１３に成分Ｃが供給されると、第１の蒸留塔１１内において、成分Ｂが成分Ｃの中に抽出され、成分Ａから成る蒸気は塔頂から排出されて凝縮器３０２によって凝縮され、成分Ａか

ら成る液体、すなわち、留出液になる。そして、該留出液の一部が還流液として第１の蒸留塔１１内に還流されるとともに、前記留出液の残りが外部に排出される。

【０００９】

一方、第１の蒸留塔１１内の成分Ｂ、Ｃから成る液体は、第１の蒸留塔１１の塔底から缶出液として排出される。そして、該缶出液の一部が蒸発器３０１によって加熱されて成分Ｂ、Ｃから成る蒸気になり、第１の蒸留塔１１に循環させられるとともに、前記缶出液の残りが第２の蒸留塔１２の第３セクション３２３に供給される。

【００１０】

また、前記第１の蒸留塔１１から排出された缶出液が前記第２の蒸留塔１２の第３セクション３２３に供給されると、成分Ｂから成る蒸気が第２の蒸留塔１２の塔頂から排出され、凝縮器３０４によって凝縮され、成分Ｂから成る液体、すなわち、留出液になる。そして、該留出液の一部が還流液として第２の蒸留塔１２内に還流されるとともに、前記留出液の残りが外部に排出される。

【００１１】

一方、成分Ｃから成る液体は、第２の蒸留塔１２の塔底から缶出液として排出される。そして、該缶出液の一部が蒸発器３０３によって加熱されて成分Ｃから成る蒸気になり、第２の蒸留塔１２に循環させられるとともに、前記缶出液の残りは、冷却器３０５に送られ適切な温度に冷却された後、再び第１の蒸留塔１１の第３セクション３１３に供給される。

【００１２】

なお、最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂとして、アセトン及びメタノールを使用した場合、成分Ｃとして水が使用される。

次に、成分Ａから成る原液に、第１の反応剤、すなわち、縮合触媒として成分Ｅを加え、第１の反応としての縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂを生成し、該成分Ｂに、第２の反応剤、すなわち、中和剤として成分Ｆを加え、第２の反応としての脱水反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｃを、副生成物として成分Ｄ（水）をそれぞれ生成するとともに蒸留して、前記各成分Ｃ、Ｄを分離する蒸留装置について説明する。

【００１３】

図４は従来の第３の蒸留装置の概念図である。

図において、１１は第１の蒸留塔、１２は第２の蒸留塔、４０１、４０３は蒸発器、４０２、４０４は凝縮器、４３１は分液槽である。前記第１の蒸留塔１１は、塔頂から塔底に向けて第１セクション４１１～第８セクション４１８から成り、そのうち、第３セクション４１３、第５セクション４１５及び第７セクション４１７は図示しない棚段によって形成される。また、前記第２の蒸留塔１２は、塔頂から塔底に向けて第１セクション４２１～第５セクション４２５から成り、そのうち、第２セクション４２２及び第４セクション４２４は前記棚段によって形成される。

【００１４】

この場合、成分Ａから成る原液に、第１の反応剤、すなわち、縮合触媒として成分Ｅを加え、第１の反応としての縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂが生成される。そして、該成分Ｂに、第２の反応剤、すなわち、中和剤として成分Ｆを加え、第２の反応としての脱水反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｃが、副生成物として成分Ｄがそれぞれ生成されるとともに蒸留される。したがって、各成分Ｃ、Ｄを分離することができる。

【００１５】

そのために、第１の蒸留塔１１の適宜位置、例えば、第４セクション４１４に成分Ａから成る原液が、第４セクション４１４より上方の第２セクション４１２に縮合触媒として成分Ｅが供給されると、第１の蒸留塔１１内において原液に縮合反応が起こされて成分Ａが成分Ｂになるとともに、蒸留が行われ、未反応の成分Ａを含有する蒸気が塔頂から排出される。

【００１６】
該未反応の成分Ａを含有する蒸気は、凝縮器４０２によって凝縮され、未反応の成分Ａを含有する液体、すなわち、留出液になる。そして、該留出液の一部が還流液として第１の蒸留塔１１内に還流されるとともに、留出液の残りが第４セクション４１４に循環させられる。
また、前記第４セクション４１４より下方の第６セクション４１６に中和剤として成分Ｆが供給されると、第１の蒸留塔１１内の縮合反応が停止させられ、成分Ｅ、Ｆによって塩、すなわち、成分Ｇが生成される。該成分Ｇは、脱水反応の触媒として第１の蒸留塔１１の塔底から成分Ｂと共に缶出液として排出され、第２の蒸留塔１２の第３セクション４２３に供給される。
【００１７】
そして、前記第１の蒸留塔１１から排出された缶出液が第２の蒸留塔１２の第３セクション４２３に供給されると、前記缶出液に脱水反応が起きて生成物として成分Ｃが、副生成物として成分Ｄがそれぞれ生成され、缶出液は成分Ｃ、Ｄに富んだ液体になる。また、第２の蒸留塔１２内において蒸留が行われ、成分Ｃに富んだ蒸気が塔頂から排出され、凝縮器４０４によって凝縮されて成分Ｃに富んだ液体、すなわち、留出液になる。このとき、未反応の成分Ａを含有する蒸気は、気相の状態（分縮）のまま第１の蒸留塔１１の凝縮器４０２に循環させられる。そして、前記留出液の一部は還流液として第２の蒸留塔１２内に還流されるとともに、前記留出液の残りは分液槽４３１に供給される。
【００１８】
さらに、該分液槽４３１において、前記留出液は成分Ｃから成る液体と成分Ｄから成る液体とに分離させられ、成分Ｃから成る液体及び成分Ｄから成る液体はそれぞれ外部に排出される。
一方、第２の蒸留塔１２内の成分Ｄに富んだ液体は、成分Ｇを含有した状態で、塔底から缶出液として排出される。そして、該缶出液の一部は、蒸発器４０３によって加熱されて成分Ｃに富んだ蒸気になり、第２の蒸留塔１２に循環させられ、前記缶出液の残りは外部に排出される。
【００１９】
また、前記分液槽４３１から排出された成分Ｃから成る液体及び成分Ｄから成る液体は、図示しない回収塔において処理され、成分Ｃ、Ｄに富んだ液体にされて分液槽４３１に供給されるようにしている。
なお、成分Ａとしてアセトアルデヒドを使用した場合、成分Ａから成る原液に縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂ、すなわち、アセトアルドールが生成される。そして、該成分Ｂに、縮合触媒として成分Ｅ、すなわち、苛（か）性ソーダを、中和剤として成分Ｆ、すなわち、酢酸をそれぞれ加え、脱水反応を起こさせると、生成物として成分Ｃ、すなわち、クロトンアルデヒドが、副生成物として成分Ｄ、すなわち、水（H_2O）がそれぞれ生成される。また、成分Ｇとして酢酸ソーダが生成される。
【００２０】
【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、前記従来の蒸留装置においては、いずれも第１、第２の蒸留塔１１、１２が必要になるので、大型化してしまう。また、蒸発器２０１、２０３、３０１、３０３、４０１、４０３、凝縮器２０２、２０４、３０２、３０４、４０２、４０４、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ２系列分必要になるので、蒸留装置の占有面積が大きくなるだけでなく、コストが高くなってしまう。
【００２１】
本発明は、前記従来の蒸留装置の問題点を解決して、小型化することができ、占有面積を小さくし、コストを低くすることができる蒸留方法及び蒸留装置を提供することを目的とする。
【００２２】
【課題を解決するための手段】

そのために、本発明の蒸留方法においては、塔頂から下方に延びる第１カラム、上端が塔頂において缶体に取り付けられた中仕切を介して前記第１カラムと隣接させて配設された第２カラム、並びに塔底から上方に延び、前記第１カラム及び第２カラムと連通する第３カラムを備えるとともに、前記第１カラムに原液を供給するためのフィードノズルが配設され、該フィードノズルより上方に濃縮部が、前記フィードノズルより下方に回収部が形成された蒸留装置を使用する。

【００２３】

本発明の他の蒸留方法においては、さらに、複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、塔底から排出された液体を缶出液として外部に排出し、該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに循環させる。

また、前記第１カラム及び第２カラムにおける各塔頂からそれぞれ蒸気を排出し、各蒸気を凝縮して液体にし、該各液体をそれぞれ留出液として外部に排出し、各留出液の一部をそれぞれ前記第１カラム及び第２カラムに還流する。

【００２４】

本発明の更に他の蒸留方法においては、さらに、最低共沸混合物を形成する二つの成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、前記原液の蒸気に抽出剤を加え、最低共沸混合物を形成する二つの成分のうちの一方の揮発度を高くし、前記第１カラム及び第２カラムにおける塔頂から排出された各蒸気をそれぞれ凝縮して液体にし、該各液体を留出液として外部に排出する。

【００２５】

また、前記抽出剤に富んだ液体を塔底から缶出液として排出し、該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに、残りを冷却して第１カラムにそれぞれ循環させる。

本発明の更に他の蒸留方法においては、さらに、原液を前記第１カラム内に供給し、該原液に第１の反応剤を加えて第１の反応を起こさせ、該第１の反応の生成物に第２の反応剤を加えて第２の反応を起こさせ、該第２の反応の生成物を塔底から缶出液として排出し、該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに、前記缶出液の一部を第２カラムにそれぞれ循環させる。

【００２６】

また、前記第１カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として第１カラムに循環させ、前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として分液槽に供給し、前記留出液の一部を前記第２カラムに還流し、前記分液槽において分離させられた各液体を外部に排出する。

【００２７】

本発明の蒸留装置においては、塔頂から下方に延びる第１カラムと、上端が塔頂において缶体に取り付けられた中仕切を介して前記第１カラムと隣接させて配設された第２カラムと、塔底から上方に延び、前記第１カラム及び第２カラムと連通する第３カラムとを有する。

そして、前記第１カラムに原液を供給するためのフィードノズルが配設される。また、該フィードノズルより上方に濃縮部が、前記フィードノズルより下方に回収部が形成される。

本発明の他の蒸留装置においては、さらに、前記第１カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器と、前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器と、前記第３カラムにおける塔底から排出された缶出液を蒸発させる蒸発器とを有する。

【００２８】

本発明の更に他の蒸留装置においては、さらに、前記第１カラムと第２カラムとは平板状の中仕切を介して隣接させられる。

本発明の更に他の蒸留装置においては、さらに、前記第１カラムと第２カラムとは円筒状の中仕切を介して隣接させられる。

本発明の更に他の蒸留装置においては、さらに、前記第２カラムにおける塔頂から排出

された蒸気を凝縮する凝縮器から排出された液体を分離させる分液槽を有する。

【００２９】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について図面を参照しながら詳細に説明する。

図１は本発明の第１の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

図において、２１は下方部が一体構造を有し、上方部が分割構造を有する蒸留塔である。該蒸留塔２１は、塔頂及び塔底が半球形状を有し、胴部が円筒形状を有する缶体２２を備え、該缶体２２によって包囲された断面が円形である空間の中央に、缶体２２の塔頂から下方部の所定位置に向けて平板状の中仕切２３が配設され、該中仕切２３によって、断面が半円形であり、それぞれ塔頂から下方に延びる第１カラム７１及び第２カラム７２が形成される。また、前記缶体２２の下方には、塔底から上方に延び、前記第１カラム７１及び第２カラム７２と連通する第３カラム７３が形成される。なお、本実施の形態においては、前記中仕切２３は缶体２２の中央に配設されるが、必ずしも中央に配設する必要はない。

【００３０】

そして、前記第１カラム７１は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第１セクション５１、第２セクション５２、第３セクション５３及び第４セクション５４から成る。また、前記第２カラム７２は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第５セクション６１、第６セクション６２、第７セクション６３及び第８セクション６４から成る。さらに、第３カラム７３は、第１カラム７１及び第２カラム７２の下端から塔底に向けて積層させて形成された第９セクション４１、第１０セクション４２及び第１１セクション４３から成る。

【００３１】

前記第２セクション５２、第４セクション５４、第６セクション６２、第８セクション６４及び第１０セクション４２は、いずれも、規則型充填材、不規則型充填材等から成る図示しない充填物エレメントによって形成される。なお、前記第２セクション５２、第４セクション５４、第６セクション６２、第８セクション６４及び第１０セクション４２を棚段によって形成してもよい。

【００３２】

前記構成の蒸留塔２１においては、複数の成分、例えば、三つの成分Ａ～Ｃを含有する原液において、成分Ａが成分Ｂより、該成分Ｂが成分Ｃより沸点が低い場合、次のような蒸留方法によって原液が蒸留され、各成分Ａ～Ｃが分離させられる。

すなわち、前記第３セクション５３に臨ませて前記缶体２２にフィードノズル２５が配設され、原液は、図示しない供給源からラインＬ１１及びフィードノズル２５を介して第３セクション５３に供給される。なお、前記フィードノズル２５を配設する位置は、原液の成分の性状等によって変更される。

【００３３】

そして、前記第１カラム７１における第３セクション５３より上方に形成された第２セクション５２によって濃縮部が、第３セクション５３より下方に形成された第４セクション５４によって回収部がそれぞれ構成される。また、前記第２カラム７２における第５セクション６１より下方に形成された第６セクション６２及び第８セクション６４によって濃縮部が、前記第３カラム７３における第９セクション４１より下方に形成された第１０セクション４２によって回収部がそれぞれ構成される。なお、第２カラム７２において、第６セクション６２、第８セクション６４の総段数が多すぎる場合は、第６セクション６２、第８セクション６４のいずれかを除去することができる。

【００３４】

ところで、前記第１カラム７１においては、フィードノズル２５を介して第３セクション５３に供給された原液は、第４セクション５４内を下降するが、そのとき、原液と第４セクション５４内を上昇する成分Ｂに富んだ蒸気とが熱交換し、成分Ａに富んだ蒸気を発生させる。該成分Ａに富んだ蒸気は、前記第２セクション５２に送られ、塔頂からラインＬ

１２に排出され、凝縮器３１によって凝縮され、成分Ａに富んだ液体、すなわち、留出液になる。

【００３５】

そして、該留出液の一部は、ラインＬ１３、Ｌ１５を介して第１カラム７１の第１セクション５１に還流液として還流され、第２セクション５２内を上昇する成分Ａに富んだ蒸気と熱交換し、下段になるに従って成分Ｂに富んだ液体になる。

一方、前記留出液の残りはラインＬ１４に排出される。

【００３６】

また、第３カラム７３においては、成分Ｂ、Ｃに富んだ液体は第１０セクション４２内を下降し、下段になるに従って成分Ｃに富んだ液体になり、塔底から成分Ｃに富んだ液体が缶出液としてラインＬ２０に排出される。

そして、該缶出液の一部は、蒸発器３３に送られ、該蒸発器３３によって加熱され、成分Ｃに富んだ蒸気になり、ラインＬ２２を介して第１１セクション４３に循環させられる。その後、成分Ｃに富んだ蒸気は、第１０セクション４２内を上昇する間に成分Ｂ、Ｃに富んだ液体と熱交換する。その結果、成分Ｂ、Ｃに富んだ液体から成分Ｂに富んだ蒸気が発生させられ、該成分Ｂに富んだ蒸気は第１０セクション４２内を上昇し、第９セクション４１の上端から第４セクション５４と第８セクション６４とにほぼ均等に振り分けられる。

【００３７】

一方、前記缶出液の残りはラインＬ２１に排出される。

なお、第３カラム７３から第４セクション５４と第８セクション６４とに振り分けられる蒸気の流量比は、前記第１カラム７１及び第２カラム７２における塔頂の各圧力、並びに第１カラム７１及び第２カラム７２を流れる液体の流量に基づいて決定され、不要なエネルギーを消費することがないようにしている。

【００３８】

そして、第２カラム７２において、第８セクション６４及び第６セクション６２内を上昇する成分Ｂに富んだ蒸気は、塔頂からラインＬ１６に排出され、凝縮器３２によって凝縮され、成分Ｂに富んだ液体、すなわち、留出液になる。

また、該留出液の一部は、ラインＬ１７、Ｌ１９を介して第２カラム７２の第５セクション６１に還流液として還流され、第６セクション６２内を上昇する成分Ｂに富んだ蒸気と熱交換し、下段になるに従って成分Ｃに富んだ液体になる。

【００３９】

一方、前記留出液の残りはラインＬ１８に排出される。

このように、１個の蒸留塔２１だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。また、蒸発器３３、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。

【００４０】

次に、本発明の第２の実施の形態について説明する。

図５は本発明の第２の実施の形態における蒸留装置の概念図である。なお、第１の実施の形態と同じ構造の部分については、同じ符号を付与することによってその説明を省略する。

図において、２１は下方部が一体構造を有し、上方部が分割構造を有する蒸留塔である。該蒸留塔２１は、塔頂及び塔底が半球形状を有し、胴部が円筒形状を有する缶体２２を備え、該缶体２２によって包囲された断面が円形である空間の中央に、缶体２２の塔頂から下方部の所定位置に向けて円筒状の中仕切２８が配設され、該中仕切２８の外側に、塔頂から下方に延びる環状の第１カラム７７が、前記中仕切２８の内側に、塔頂から下方に延びる円柱状の第２カラム７８がそれぞれ形成される。また、前記缶体２２の下方には、塔底から上方に延び、前記第１カラム７７及び第２カラム７８と連通する第３カラム７３が形成される。なお、本実施の形態においては、前記中仕切２８は缶体２２と同心状に配設

されるが、必ずしも同心状に配設する必要はない。

【００４１】

そして、前記第１カラム７７は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第１セクション５１、第２セクション５２、第３セクション５３及び第４セクション５４から成る。また、前記第２カラム７８は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第５セクション６１、第６セクション６２、第７セクション６３及び第８セクション６４から成る。さらに、第３カラム７３は、第１カラム７７及び第２カラム７８の下端から塔底に向けて積層させて形成された第９セクション４１、第１０セクション４２及び第１１セクション４３から成る。

【００４２】

次に、最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂを含有する原液に、抽出剤として成分Ｃを加え、抽出蒸留によって蒸留して各成分Ａ、Ｂを分離する蒸留装置について説明する。

図６は本発明の第３の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

図において、２１は下方部が一体構造を有し、上方部が分割構造を有する蒸留塔である。該蒸留塔２１は、塔頂及び塔底が半球形状を有し、胴部が円筒形状を有する缶体２２を備え、該缶体２２によって包囲された断面が円形である空間の中央に、缶体２２の塔頂から下方部の所定位置に向けて平板状の中仕切２３が配設され、該中仕切２３によって、断面が半円形であり、それぞれ塔頂から下方に延びる第１カラム７１及び第２カラム７２が形成される。また、前記缶体２２の下方には、塔底から上方に延び、前記第１カラム７１及び第２カラム７２と連通する第３カラム７３が形成される。なお、本実施の形態においては、前記中仕切２３は缶体２２の中央に配設されるが、必ずしも中央に配設する必要はない。

【００４３】

そして、前記第１カラム７１は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第１セクション５１、第２セクション５２、第３セクション５３、第４セクション５４、第５セクション５５及び第６セクション５６から成る。また、前記第２カラム７２は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第７セクション６１、第８セクション６２、第９セクション６３、第１０セクション６４、第１１セクション６５及び第１２セクション６６から成る。さらに、第３カラム７３は、第１カラム７１及び第２カラム７２の下端から塔底に向けて積層させて形成された第１３セクション４１、第１４セクション４２及び第１５セクション４３から成る。

【００４４】

前記第２セクション５２、第４セクション５４、第６セクション５６、第８セクション６２、第１０セクション６４、第１２セクション６６及び第１４セクション４２は、いずれも、規則型充填材、不規則型充填材等から成る図示しない充填物エレメントによって形成される。なお、前記第２セクション５２、第４セクション５４、第６セクション５６、第８セクション６２、第１０セクション６４、第１２セクション６６及び第１４セクション４２を棚段によって形成してもよい。

【００４５】

この場合、最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂを含有する原液に、抽出剤として成分Ｃを加え、抽出蒸留によって蒸留して各成分Ａ、Ｂを分離することができる。

そのために、前記第５セクション５５に臨ませて前記缶体２２にフィードノズル２５が配設され、原液は、図示しない供給源からラインＬ１１及びフィードノズル２５を介して第５セクション５５に供給される。なお、前記フィードノズル２５を配設する位置は、原液の成分の性状等によって変更される。

【００４６】

また、前記第３セクション５３に臨ませて前記缶体２２にフィードノズル２６が配設され、成分Ｃは、図示しない供給源からラインＬ２３及びフィードノズル２６を介して第３セクション５３に供給される。

そして、第１カラム７１においては、第３セクション５３の上方に配設された第２セクション５２によって溶剤回収部が、第５セクション５５の上方に配設された第４セクション５４によって濃縮部が、第５セクション５５の下方に配設された第６セクション５６によって回収部がそれぞれ構成される。また、第２カラム７２においては、第８セクション６２、第１０セクション６４及び第１２セクション６６によって濃縮部が構成される。なお、第２カラム７２において、第８セクション６２、第１０セクション６４及び第１２セクション６６の総段数が多すぎる場合は、第８セクション６２、第１０セクション６４及び第１２セクション６６のいずれかを除去することができる。さらに、第３カラム７３において、第１４セクション４２によって回収部が構成される。

【００４７】

ところで、前述のように、最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂを含有する原液に、抽出剤として成分Ｃを加え、抽出蒸留によって蒸留して各成分Ａ、Ｂを分離しようとする場合、成分Ｃがフィードノズル２６を介して第１カラム７１の第３セクション５３に供給され、第４セクション５４内を下降するが、そのとき、第４セクション５４内を上昇する成分Ａ、Ｂに富んだ蒸気と接触し、成分Ｂの揮発度を低く、かつ、成分Ａの揮発度を高くする。その結果、成分Ａに富んだ蒸気が第２セクション５２内を上昇し、成分Ｂ、Ｃに富んだ液体が第６セクション５６内を下降する。

【００４８】

そして、第２セクション５２内を上昇した成分Ａに富んだ蒸気は、塔頂からラインＬ１２に排出され、凝縮器３１によって凝縮され、成分Ａに富んだ液体、すなわち、留出液になる。

また、該留出液の一部は、ラインＬ１３及びラインＬ１５を介して第１セクション５１に還流液として還流され、第２セクション５２内を上昇する成分Ａに富んだ蒸気と熱交換し、下段になるに従って成分Ｃに富んだ液体になる。

【００４９】

一方、前記留出液の残りはラインＬ１４に排出される。

また、第３カラム７３においては、成分Ｂ、Ｃに富んだ液体が下降し、第１４セクション４２の上部で成分Ｂに富んだ蒸気を発生させる。そして、成分Ｃに富んだ液体が第１４セクション４２内を下降し、塔底から成分Ｃに富んだ液体が缶出液としてラインＬ２０に排出される。

【００５０】

続いて、該缶出液の一部は、蒸発器３３に送られ、該蒸発器３３によって加熱され、成分Ｃに富んだ蒸気になり、ラインＬ２２を介して第１５セクション４３に循環させられる。その後、成分Ｃに富んだ蒸気は、第１４セクション４２内を上昇する間に成分Ｂ、Ｃに富んだ液体と熱交換する。その結果、該成分Ｂ、Ｃに富んだ液体から成分Ｂに富んだ蒸気が発生させられ、成分Ｂに富んだ蒸気は第１４セクション４２内を上昇し、第１３セクション４１の上端から第６セクション５６と第１２セクション６６とにほぼ均等に振り分けられる。

【００５１】

一方、前記缶出液の残りはラインＬ２１を介して冷却器３５に送られ、適切な温度に冷却された後、ラインＬ２４及びラインＬ２３を介して第３セクション５３に循環させられる。

なお、第１３セクション４１から第６セクション５６と第１２セクション６６とに振り分けられる蒸気の流量比は、前記第１カラム７１及び第２カラム７２における塔頂の各圧力、並びに第１カラム７１及び第２カラム７２を流れる液体の流量に基づいて決定され、不要なエネルギーを消費することがないようにしている。

【００５２】

そして、第２カラム７２においては、成分Ｂに富んだ蒸気が第１２セクション６６、第１０セクション６４及び第８セクション６２内を順次上昇し、塔頂からラインＬ１６に排出され、凝縮器３２によって凝縮され、成分Ｂに富んだ液体、すなわち、留出液になる。

また、該留出液の一部は、ラインＬ１７及びラインＬ１９を介して第７セクション６１に還流液として還流され、第８セクション６２内を上昇する成分Ｂに富んだ蒸気と熱交換し、下段になるに従って成分Ｃに富んだ液体になる。

【００５３】

一方、前記留出液の残りはラインＬ１８に排出される。

なお、最低共沸混合物を形成する二つの成分Ａ、Ｂとして、アセトン及びメタノールを使用したとき、成分Ｃとして水が使用される。

このように、１個の蒸留塔２１だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。また、蒸発器３３、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。

【００５４】

なお、本実施の形態においては、塔頂から第３カラム７３の上端までの空間に平板状の中仕切２３が配設され、該中仕切２３によって、断面が半円形の第１カラム７１及び第２カラム７２が形成されるようになっているが、塔頂から第３カラム７３の上端までの空間に円筒状の中仕切２８（図５）を配設し、該中仕切２８によって、環状の第１カラム７７及び円柱状の第２カラム７８を形成することもできる。

【００５５】

次に、成分Ａから成る原液に、第１の反応剤、すなわち、縮合触媒として成分Ｅを加え、第１の反応としての縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂを生成し、該成分Ｂに、第２の反応剤、すなわち、中和剤として成分Ｆを加え、第２の反応としての脱水反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｃを、副生成物として成分Ｄ（水）をそれぞれ生成するとともに蒸留して、前記各成分Ｃ、Ｄを分離するようにした本発明の第４の実施の形態について説明する。

【００５６】

図７は本発明の第４の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

図において、２１は下方部が一体構造を有し、上方部が分割構造を有する蒸留塔である。該蒸留塔２１は、塔頂及び塔底が半球形状を有し、胴部が円筒形状を有する缶体２２を備え、該缶体２２によって包囲された断面が円形である空間の中央に、缶体２２の塔頂から下方部の所定位置に向けて平板状の中仕切２３が配設され、該中仕切２３によって、断面が半円形であり、それぞれ塔頂から下方に延びる第１カラム７１及び第２カラム７２が形成される。また、前記缶体２２の下方には、塔底から上方に延び、前記第１カラム７１及び第２カラム７２と連通する第３カラム７３が形成される。なお、本実施の形態においては、前記中仕切２３は缶体２２の中央に配設されるが、必ずしも中央に配設する必要はない。

【００５７】

そして、前記第１カラム７１は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第１セクション５１、第２セクション５２、第３セクション５３、第４セクション５４、第５セクション５５及び第６セクション５６から成る。また、前記第２カラム７２は、塔頂から下方に向けて積層させて形成された第７セクション６１、第８セクション６２、第９セクション６３及び第１０セクション６４から成る。さらに、第３カラム７３は、第１カラム７１及び第２カラム７２の下端から塔底に向けて積層させて形成された第１１セクション４１、第１２セクション４２及び第１３セクション４３から成る。

【００５８】

前記第４セクション５４、第６セクション５６、第８セクション６２、第１０セクション６４及び第１２セクション４２は、いずれも、図示しない棚段によって形成される。なお、前記第４セクション５４、第６セクション５６、第８セクション６２、第１０セクション６４及び第１２セクション４２を図示しない充填物エレメントによって形成してもよい。

【００５９】

この場合、成分Ａから成る原液に、第１の反応剤、すなわち、縮合触媒として成分Ｅを加え、第１の反応としての縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂが生成される。そして、該成分Ｂに、第２の反応剤、すなわち、中和剤として成分Ｆを加え、第２の反応としての脱水反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｃが、副生成物として成分Ｄがそれぞれ生成されるとともに蒸留される。したがって、各成分Ｃ、Ｄを分離することができる。

【００６０】

そのために、前記第５セクション５５に臨ませて前記缶体２２にフィードノズル２５が配設され、原液は、図示しない供給源からラインＬ１１及びフィードノズル２５を介して第５セクション５５に供給される。なお、前記フィードノズル２５を配設する位置は、原液の成分の性状等によって変更される。

また、前記第３セクション５３に臨ませて前記缶体２２にフィードノズル２６が配設され、成分Ｅは、図示しない供給源からラインＬ２３及びフィードノズル２６を介して第３セクション５３に供給される。

【００６１】

さらに、前記第１１セクション４１に臨ませて前記缶体２２にフィードノズル２７が配設され、成分Ｆは、図示しない供給源からラインＬ２４及びフィードノズル２７を介して第１１セクション４１に供給される。

そして、第１カラム７１においては、第５セクション５５より上方の第４セクション５４、及び第５セクション５５より下方の第６セクション５６によって縮合反応部が構成される。また、第３カラム７３においては第１２セクション４２によって、第２カラム７２においては第８セクション６２及び第１０セクション６４によってそれぞれ脱水反応部が構成される。

【００６２】

ところで、前述したように、成分Ａから成る原液に、第１の反応剤、すなわち、縮合触媒として成分Ｅを加え、第１の反応としての縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂを生成し、該成分Ｂに、第２の反応剤、すなわち、中和剤として成分Ｆを加え、第２の反応としての脱水反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｃを、副生成物として成分Ｄをそれぞれ生成するとともに蒸留して、前記各成分Ｃ、Ｄを分離する場合、第３セクション５３に供給された成分Ｅが第１カラム７１の第４セクション５４内を下降し、第４セクション５４内を上昇する成分Ａに富んだ蒸気と接触する。その結果、成分Ｅによって成分Ａに縮合反応が起こり、成分Ｂが生成され、該成分Ｂが液体になる。

【００６３】

また、未反応の成分Ａは蒸気の状態で前記第２セクション５２内を上昇し、塔頂からラインＬ１２に排出され、凝縮器３１によって凝縮され、成分Ａに富んだ液体、すなわち、留出液になる。

そして、該留出液の一部は、ラインＬ１３及びラインＬ１５を介して第１セクション５１に還流液として還流され、第２セクション５２内を上昇する成分Ａに富んだ蒸気と熱交換し、下段になるに従って成分Ｂに富んだ液体になる。

【００６４】

一方、前記留出液の残りはラインＬ１４及びラインＬ１１を介して第５セクション５５に循環させられる。

そして、前記第６セクション５６においては、成分Ａの縮合反応が更に進み、成分Ｂに富んだ液体が下降する。

また、第３カラム７３においては、第１１セクション４１に供給された成分Ｆが、第１２セクション４２内を下降し、前記成分Ｅと反応して塩、すなわち、成分Ｇが生成される。該成分Ｇは、脱水反応触媒として作用し、成分Ａの縮合反応を停止させるとともに、成分Ｂに脱水反応を起こし、生成物として成分Ｃを、副生成物として成分Ｄをそれぞれ生成する。したがって、第１３セクション４３内を、第１２セクション４２から下降してきた成分Ｂ、Ｃ、Ｄに富んだ液体、及び成分Ｇが下降し、成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気を発生させる

。
【００６５】
一方、塔底から成分Ｇを含有する成分Ｄに富んだ液体がラインＬ２０に缶出液として排出される。
そして、該缶出液の一部は、蒸発器３３に送られ、該蒸発器３３によって加熱され、成分Ｄに富んだ蒸気になり、ラインＬ２２を介して第１３セクション４３に循環させられる。その後、成分Ｄに富んだ蒸気は、第１２セクション４２内を上昇する間に成分Ｇを含有する成分Ｂ、Ｃ、Ｄに富んだ液体と熱交換する。その結果、成分Ｇを含有する成分Ｂ、Ｃ、Ｄに富んだ液体から成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気が発生させられ、該成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気は第１２セクション４２内を上昇し、第１１セクション４１の上端から第６セクション５６と第１０セクション６４とにほぼ均等に振り分けられる。
【００６６】
一方、前記缶出液の更に一部は、ラインＬ２１及びラインＬ２８を介して第９セクション６３に循環させられ、前記缶出液の残りは、ラインＬ２７に排出される。
なお、第３カラム７３から第６セクション５６と第１０セクション６４とに振り分けられる蒸気の流量比は、前記第１カラム７１及び第２カラム７２における塔頂の各圧力、並びに第１カラム７１及び第２カラム７２を流れる液体の流量に基づいて決定され、不要なエネルギーを消費することがないようにしている。
【００６７】
また、第２カラム７２においては、第１０セクション６４内を成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気が上昇し、第９セクション６３において、成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気と、ラインＬ２８を介して循環させられた缶出液に含有される成分Ｇとが接触する。このとき、前記成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気内に残留している成分Ｂに脱水反応が起こされ、成分Ｃ、Ｄが生成される。
【００６８】
その結果、成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気において成分Ｃ、Ｄが濃縮され、成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気は第８セクション６２内を上昇し、塔頂からラインＬ１６に排出され、凝縮器３２によって凝縮され、成分Ｃ、Ｄに富んだ液体、すなわち、留出液になる。このとき、脱水反応の際に同伴された未反応成分Ａは、気相の状態（分縮）のままラインＬ２９を介して凝縮器３１に循環させられる。
【００６９】
そして、前記留出液の一部は、ラインＬ１７及びラインＬ１９を介して第７セクション６１に還流液として還流され、第８セクション６２内を上昇する成分Ｃ、Ｄに富んだ蒸気と熱交換し、下段になるに従って成分Ｄに富んだ液体になる。
一方、前記留出液の残りはラインＬ１７及びラインＬ１８を介して分液槽３４に排出され、該分液槽３４において、成分Ｃに富んだ液体と成分Ｄに富んだ液体とに分離させられ、成分Ｄに富んだ液体はラインＬ２５に、成分Ｃに富んだ液体はラインＬ２６にそれぞれ排出される。
【００７０】
また、ラインＬ２５に排出された成分Ｄに富んだ液体には、成分Ｃが含有される。そこで、成分Ｄに富んだ液体をラインＬ２５に排出した後、図示しない回収塔において処理し、成分Ｃ、Ｄに富んだ液体にしてラインＬ３０及びラインＬ１８を介して分液槽３４に供給するようにしている。
なお、成分Ａとしてアセトアルデヒドを使用した場合、成分Ａから成る原液に、縮合触媒として成分Ｅ、すなわち、苛性ソーダを加え、縮合反応を起こさせることによって、生成物として成分Ｂ、すなわち、アセトアルドールが生成される。そして、該成分Ｂに、中和剤として成分Ｆ、すなわち、酢酸を加え、脱水反応を起こさせると、生成物として成分Ｃ、すなわち、クロトンアルデヒドが、副生成物として成分Ｄ、すなわち、水（H_2O）がそれぞれ生成される。また、成分Ｇとして酢酸ソーダが生成される。
【００７１】
このように、１個の蒸留塔２１だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができ

る。また、蒸発器３３、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。
なお、本実施の形態においては、塔頂から第３カラム７３の上端までの空間に平板状の中仕切２３が配設され、該中仕切２３によって、断面が半円形の第１カラム７１及び第２カラム７２が形成されるようになっているが、塔頂から第３カラム７３の上端までの空間に円筒状の中仕切２８（図５）を配設し、該中仕切２８によって、環状の第１カラム７７及び円柱状の第２カラム７８を形成することもできる。
【００７２】
次に、シミュレーションによる蒸留計算を行った結果を示す。実際のプラントの運転結果とシミュレーションによる蒸留計算の結果とが一致する実績は多く、例えば、「ＡＳＰＥＮＰＬＵＳ」（「ＡＳＰＥＮ　ＴＥＣ」社製）等の市販のプロセスシミュレータを使用することができる。
また、ここで使用する化学成分の略号は以下のとおりである。
【００７３】
ＭｅＯＨ　　メタノール
ＥｔＯＨ　　エタノール
ＰｒＯＨ　　１－プロパノール
ＡＣＴ　　アセトン
H_2O　　水
ＡｃＨ　　アセトアルデヒド
Ａｌｄｏｌ　　アセトアルドール
ＣｒＨＯ　　クロトンアルデヒド
ＮａＯＨ　　苛性ソーダ
ＨＡｃ　　酢酸
ＮａＯＡｃ　　酢酸ソーダ
シミュレーション（１）
図１に示す蒸留塔２１において、ＭｅＯＨ、ＥｔＯＨ及びＰｒＯＨの三つの成分を等量ずつ含有する原液を連続的に蒸留した。
【００７４】
まず、３０〔℃〕の原液を９９９〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第３セクション５３に供給すると、留出液としてＭｅＯＨに富んだ液体がラインＬ１４に、留出液としてＥｔＯＨに富んだ液体がラインＬ１８に、缶出液としてＰｒＯＨに富んだ液体がラインＬ２１にそれぞれ排出された。
そして、ＭｅＯＨに富んだ液体及びＥｔＯＨに富んだ液体の一部は、いずれも３３３０〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で還流液として還流され、ＭｅＯＨに富んだ液体及びＥｔＯＨに富んだ液体の残りは、いずれも、３３３〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で留出液として外部に排出された。
【００７５】
また、前記塔頂の圧力を、還流液の還流比が１０（還流量を１０としたとき、残りの量が１）になるように調整し、第１カラム７１側の塔頂の圧力を常圧の７６０〔Ｔｏｒｒ〕にし、第２カラム７２側の塔頂の圧力を７６５〔Ｔｏｒｒ〕にした。このようにすると、蒸発器３３に供給される熱量を、次の比較例（１）における第１の蒸留塔１１（図２参照）及び第２の蒸留塔１２に供給される各熱量の和と等しくすることができた。
【００７６】
図１の蒸留装置による蒸留結果を表１に示す。
【００７７】
【表１】

	原　液	ラインＬ１４ 留出液	ラインＬ１８ 留出液	ラインＬ２１ 缶出液
ＭｅＯＨ	33.3 [%]	99.8 [%]	0.2 [%]	
ＥｔＯＨ	33.3 [%]	0.2 [%]	99.8 [%]	0.02 [%]
ＰｒＯＨ	33.3 [%]		0.02 [%]	99.9 [%]
流　量	999[kg/hr]	333[kg/hr]	333[kg/hr]	333[kg/hr]

【００７８】
なお、前記蒸留塔２１の塔径を１．２〔ｍ〕とし、中仕切２３は缶体２２によって包囲された空間を二等分するように配設した。また、第１０セクション４２の理論段数は１０段相当であり、第２セクション５２、第４セクション５４、第６セクション６２及び第８セクション６４の各理論段数は１５段相当である。
このように、蒸留塔２１において原液を三つの成分に分離させることができ、次に示す比較例（１）と比較しても分離性能に問題はなかった。
【００７９】
比較例（１）
図２に示す従来の蒸留装置を使用して、シミュレーション（１）と同様の組成及び流量の原液を蒸留した。その結果、第１の蒸留塔１１の塔頂からＭｅＯＨに富んだ液体が留出液として排出された。また、第１の蒸留塔１１の塔頂における留出液の還流比は１０（還流量を１０としたとき、残りの量が１）である。
【００８０】
そして、第１の蒸留塔１１の缶出液は第２の蒸留塔１２に供給され、凝縮器２０４からＥｔＯＨに富んだ液体が留出液として排出され、第２の蒸留塔１２の塔底からＰｒＯＨに富んだ液体が缶出液として排出された。また、第２の蒸留塔１２の塔頂における留出液の還流比も１０である。第２セクション２１２、第４セクション２１４、第２セクション２１７及び第４セクション２１９の各理論段数は、いずれも１５段相当である。なお、第１の蒸留塔１１及び第２の蒸留塔１２の各塔径をいずれも０．８５〔ｍ〕とした。
【００８１】
図２の従来の蒸留装置による蒸留結果を表２に示す。
【００８２】
【表２】

	原　液	第１の蒸留塔 １１の留出液	第２の蒸留塔 １２の留出液	第２の蒸留塔 １２の缶出液
ＭｅＯＨ	33.3 [%]	99.9 [%]	0.1 [%]	
ＥｔＯＨ	33.3 [%]	0.1 [%]	99.9 [%]	0.01 [%]
ＰｒＯＨ	33.3 [%]		0.01 [%]	99.9 [%]
流　量	999[kg/hr]	333[kg/hr]	333[kg/hr]	333[kg/hr]

【００８３】
シミュレーション（２）

図６に示す蒸留塔２１において、最低共沸混合物を形成するＡＣＴ及びＭｅＯＨを含有する原液を、抽出剤としてH_2Oを使用し、抽出蒸留によって蒸留した。この場合、蒸留塔２１はシミュレーション（１）と同様の塔径及び理論段数を有する。

【００８４】

まず、ＡＣＴ及びＭｅＯＨをそれぞれ５０〔ｗｔ％〕含有する３０〔℃〕の原液を、１０００〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第５セクション５５に供給した。塔底においてH_2Oが濃縮し、ラインＬ２１に排出されたH_2Oを冷却器３５によって冷却した後、ラインＬ２４及びラインＬ２３を介して第３セクション５３に補給水として補給した。

【００８５】

その結果、ＡＣＴに富んだ液体はラインＬ１４に、ＭｅＯＨに富んだ液体はラインＬ１８に、いずれも５００〔ｋｇ／ｈｒ〕程度の速度で留出液として排出された。各留出液の還流比はいずれも１０である。

図６の蒸留塔２１による蒸留結果を表３に示す。

【００８６】

【表３】

	原　液	ライン　Ｌ２０ 缶　出　液	ライン　Ｌ２４ 補　給　水	ライン　Ｌ１４ 留　出　液	ライン　Ｌ１８ 留　出　液
ACT	50　[%]			99.7　[%]	0.3　[%]
MeOH	50　[%]			63　[ppm]	99.4　[%]
H_2O		100　[%]	100　[%]	0.3　[%]	0.3　[%]
流量	1000[kg/hr]	2497[kg/hr]	3　[kg/hr]	500[kg/hr]	503[kg/hr]

【００８７】

このように、蒸留塔２１において最低共沸混合物を形成する二つの成分を含有する原液を抽出蒸留して二つの成分を分離させることができ、次に示す比較例（２）と比較しても分離性能に問題はなかった。

比較例（２）

図３に示す従来の蒸留装置を使用して、シミュレーション（２）と同様の組成及び流量の原液を蒸留した。その結果、第１の蒸留塔１１の塔頂からＡＣＴが、第２の蒸留塔１２の塔頂からＭｅＯＨがそれぞれ排出された。

【００８８】

第１の蒸留塔１１及び第２の蒸留塔１２の塔頂における還流比はいずれも１０である。また、第２セクション３１２、第４セクション３１４、第６セクション３１６、第２セクション３２２及び第４セクション３２４の各理論段数は１５段相当であり、第１の蒸留塔１１の総段数は４５段相当、第２の蒸留塔１２の総段数は３０段相当である。なお、第１の蒸留塔１１及び第２の蒸留塔１２の各塔径をいずれも０．８５〔ｍ〕とした。

【００８９】

図３の従来の蒸留装置による蒸留結果を表４に示す。

【００９０】

【表４】

	原　液	第２の蒸留塔１２の缶出液	補　給　水	第１の蒸留塔１１の留出液	第２の蒸留塔１２の留出液
ＡＣＴ	50 [%]			99.7 [%]	0.3 [%]
ＭｅＯＨ	50 [%]				99.4 [%]
H_2O		100 [%]	100 [%]	0.3 [%]	0.3 [%]
流　量	1000 [kg/hr]	2497 [kg/hr]	3 [kg/hr]	500 [kg/hr]	503 [kg/hr]

【００９１】
シミュレーション（３）
図７に示す蒸留装置において、２分子のＡｃＨにアルドール縮合の縮合反応を起こさせてＡｌｄｏｌを生成し、該Ａｌｄｏｌに脱水反応を起こさせてＣｒＨＯ及びH_2Oを生成し、ＣｒＨＯ及びH_2Oを蒸留して分離させた。
この場合、ＡｃＨから成る原液を１０００〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第５セクション５５に、縮合触媒として２５〔％〕のＮａＯＨ水溶液を８〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第３セクション５３に、中和剤としてＨＡｃを３〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第９セクション４１にそれぞれ供給した。
【００９２】
その結果、ＮａＯＡｃを含有するH_2Oに富んだ液体の一部を、１００〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で缶出液としてラインＬ２７に排出し、ＮａＯＡｃを含有するH_2Oに富んだ液体の残り一部を、脱水反応触媒として１００〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第９セクション６３に循環させた。そして、未反応のＡｃＨを第１カラム７１における塔頂から排出し、凝縮器３２から凝縮されないまま循環させられたＡｃＨと共に凝縮させて留出液とした。また、該留出液の一部を５０〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で還流液としてラインＬ１５に還流し、留出液の残りを１５００〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で第５セクション５５に循環させた。この場合、缶体２２内におけるＡｃＨの反応率は約４０〔％〕になった。
【００９３】
一方、ＣｒＨＯ及びH_2Oに富んだ液体を、第２カラム７２における塔頂から留出液として１０００〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度で排出し、分液槽３４においてＣｒＨＯに富んだ液体とH_2Oに富んだ液体とを分離させ、ＣｒＨＯに富んだ液体（軽液）を８７４．０〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度でラインＬ２６に、H_2Oに富んだ液体（重液）を１３６．５〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度でラインＬ２５にそれぞれ排出した。
【００９４】
そして、ラインＬ２５に排出されたH_2Oに富んだ液体から回収されたＣｒＨＯを１００．４〔ｋｇ／ｈｒ〕の速度でラインＬ３０を介して分液槽３４に循環させた。
また、第４セクション５４、第６セクション５６、第８セクション６２、第１０セクション６４及び第１２セクション４２の各理論段数は１５段相当であり、第１カラム７１の総段数は４５段相当、第２カラム７２の総段数は３０段相当である。
【００９５】
図７の蒸留塔２１による蒸留結果を表５に示す。
【００９６】
【表５】

	ラインＬ１１ 原　　液	ラインＬ３０ 回収ＣｒＨＯ	ラインＬ２６ Ｃ ｒ Ｈ Ｏ	ラインＬ２５ 生　成　水
Ａ ｃ Ｈ	100 [%]			
ＣｒＨＯ		21.7 [%]	91.0 [%]	16.0 [%]
Ｈ ｚ Ｏ		78.3 [%]	9.0 [%]	84.0 [%]
流　　量	1000[kg/hr]	100.4[kg/hr]	874.0[kg/hr]	136.5[kg/hr]

【００９７】
なお、本発明は前記実施の形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨に基づいて種々変形させることが可能であり、それらを本発明の範囲から排除するものではない。
【００９８】
【発明の効果】
以上詳細に説明したように、本発明によれば、蒸留方法においては、塔頂から下方に延びる第１カラム、上端が塔頂において缶体に取り付けられた中仕切を介して前記第１カラムと隣接させて配設された第２カラム、並びに塔底から上方に延び、前記第１カラム及び第２カラムと連通する第３カラムを備えるとともに、前記第１カラムに原液を供給するためのフィードノズルが配設され、該フィードノズルより上方に濃縮部が、前記フィードノズルより下方に回収部が形成された蒸留装置を使用する。
【００９９】
この場合、複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給すると、塔頂において二つの留出液を、塔底において缶出液をそれぞれ得ることができる。
したがって、前記原液を蒸留するために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。
本発明の他の蒸留方法においては、さらに、複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、塔底から排出された液体を缶出液として外部に排出し、該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに循環させる。
【０１００】
また、前記第１カラム及び第２カラムにおける各塔頂からそれぞれ蒸気を排出し、各蒸気を凝縮して液体にし、該各液体をそれぞれ留出液として外部に排出し、各留出液の一部をそれぞれ前記第１カラム及び第２カラムに還流する。
この場合、複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給すると、塔頂において二つの留出液を、塔底において缶出液をそれぞれ得ることができる。
【０１０１】
したがって、前記原液を蒸留するために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。
また、蒸発器、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。
【０１０２】
本発明の更に他の蒸留方法においては、さらに、最低共沸混合物を形成する二つの成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、前記原液の蒸気に抽出剤を加え、最低共沸混合物を形成する二つの成分のうちの一方の揮発度を高くし、前記第１カラム及び第２カラムにおける塔頂から排出された各蒸気をそれぞれ凝縮して液体にし、該各液体を留出液として外部に排出する。
【０１０３】

また、前記抽出剤に富んだ液体を塔底から缶出液として排出し、該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに、残りを冷却して第１カラムにそれぞれ循環させる。
この場合、最低共沸混合物を形成する二つの成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給すると、第１カラム及び第２カラムの各塔頂において二つの留出液をそれぞれ得ることができる。
【０１０４】
したがって、前記原液を抽出蒸留によって蒸留するために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。
また、蒸発器、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。
【０１０５】
本発明の更に他の蒸留方法においては、さらに、原液を前記第１カラム内に供給し、該原液に第１の反応剤を加えて第１の反応を起こさせ、該第１の反応の生成物に第２の反応剤を加えて第２の反応を起こさせ、該第２の反応の生成物を塔底から缶出液として排出し、該缶出液の一部を蒸気にして第３カラムに、缶出液の一部を第２カラムにそれぞれ循環させる。
【０１０６】
また、前記第１カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として第１カラムに循環させ、前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として分液槽に供給し、前記留出液の一部を第２カラムに還流し、前記分液槽において分離させられた各液体を外部に排出する。
【０１０７】
この場合、原液を前記第１カラム内に供給すると、前記原液に第１の反応を起こさせることができ、該第１の反応の生成物に第２の反応を起こさせることができる。そして、該第２の反応の生成物を第２カラムにおける塔頂から留出液として排出し、該留出液を分液槽に供給し、該分液槽において分離させられた各液体を外部に排出する。
【０１０８】
したがって、前記原液に反応を起こさせて蒸留を行うために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。
また、蒸発器、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。
【０１０９】
本発明の蒸留装置においては、塔頂から下方に延びる第１カラムと、上端が塔頂において缶体に取り付けられた中仕切を介して前記第１カラムと隣接させて配設された第２カラムと、塔底から上方に延び、前記第１カラム及び第２カラムと連通する第３カラムとを有する。
そして、前記第１カラムに原液を供給するためのフィードノズルが配設される。また、該フィードノズルより上方に濃縮部が、前記フィードノズルより下方に回収部が形成される。
この場合、複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、第１カラム及び第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮器によってそれぞれ凝縮して液体にすると、該各液体を留出液として得ることができる。
【０１１０】
そして、該各留出液の一部を前記第１カラム及び第２カラムにそれぞれ還流すると、前記第３カラムにおける塔底から液体を缶出液として得ることができる。
したがって、前記原液を蒸留するために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。
本発明の他の蒸留装置においては、さらに、前記第１カラムにおける塔頂から排出された

蒸気を凝縮する凝縮器と、前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器と、前記第３カラムにおける塔底から排出された缶出液を蒸発させる蒸発器とを有する。

【０１１１】

この場合、複数の成分を含有する原液を前記第１カラム内に供給し、第１カラム及び第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮器によってそれぞれ凝縮して液体にすると、該各液体を留出液として得ることができる。

そして、該各留出液の一部を前記第１カラム及び第２カラムにそれぞれ還流すると、前記第３カラムにおける塔底から液体を缶出液として得ることができる。

【０１１２】

したがって、前記原液を蒸留するために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。

また、蒸発器、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。

【０１１３】

本発明の更に他の蒸留装置においては、さらに、前記第２カラムにおける塔頂から排出された蒸気を凝縮する凝縮器から排出された液体を分離させる分液槽を有する。

この場合、原液を前記第１カラム内に供給し、第１カラム及び第２カラムにおける塔頂からそれぞれ排出された各蒸気を凝縮して液体にし、該液体を留出液として排出するとともに、前記第２カラム側に排出された留出液を分液槽に供給する。

【０１１４】

そして、該分液槽において二つの成分を分離させることができる。

したがって、前記原液を蒸留するために１個の蒸留塔だけが必要になるので、蒸留装置を小型化することができる。

また、蒸発器、図示しないポンプ、計装品等がそれぞれ１系列分だけあればよいので、蒸留装置の占有面積を小さくすることができるだけでなく、コストを低くすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図１】本発明の第１の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

【図２】従来の第１の蒸留装置の概念図である。

【図３】従来の第２の蒸留装置の概念図である。

【図４】従来の第３の蒸留装置の概念図である。

【図５】本発明の第２の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

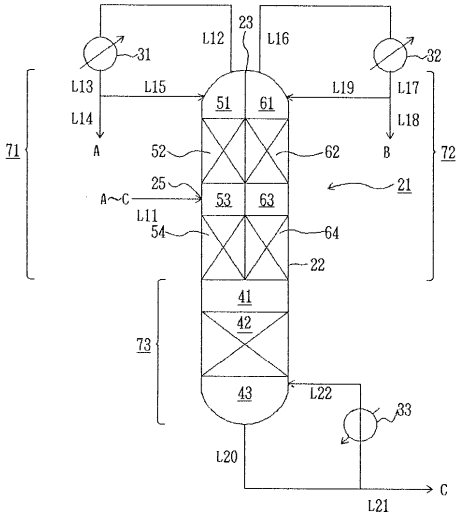
【図６】本発明の第３の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

【図７】本発明の第４の実施の形態における蒸留装置の概念図である。

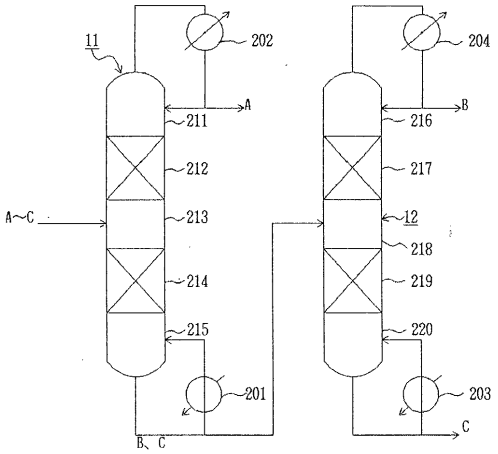
【符号の説明】

２１　蒸留塔
２３、２８　中仕切
３１、３２　凝縮器
３３　蒸発器
３４　分液槽
７１、７７　第１カラム
７２、７８　第２カラム
７３　第３カラム

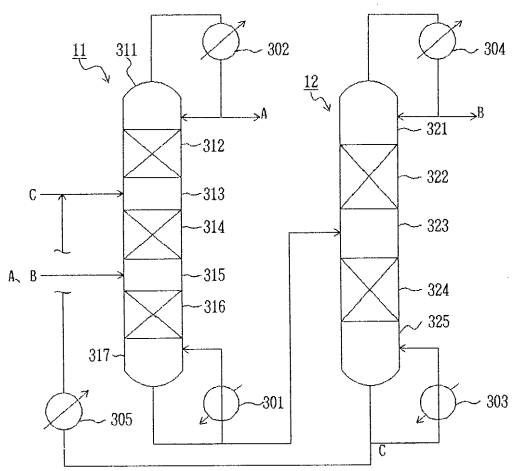
【図１】


31
32
23
L12
L16
L13
L15
L19
L17
L14
L18
51
61
71
72
A
52
62
B
25
21
A～C
53
63
L11
54
64
22
41
42
73
43
L22
33
L20
C
L21

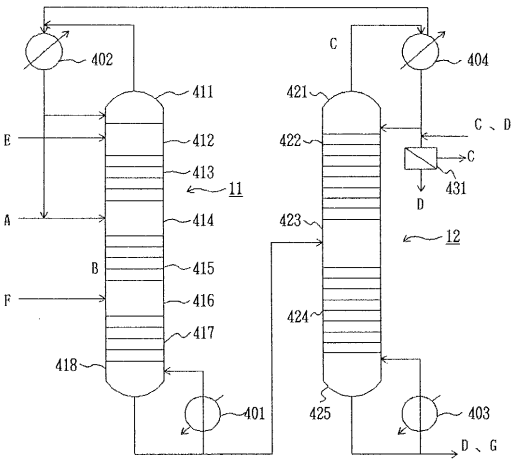
【図２】


11
202
204
211
A
216
B
212
217
A～C
213
12
218
214
219
215
220
201
203
B、C
C

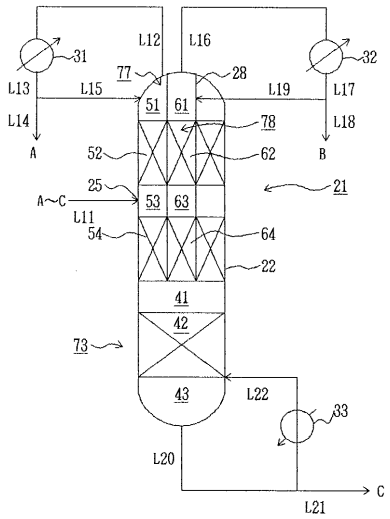
【図３】


11
311
302
304
12
A
B
312
321
322
C
313
323
314
A、B
315
324
316
325
317
305
301
303
C

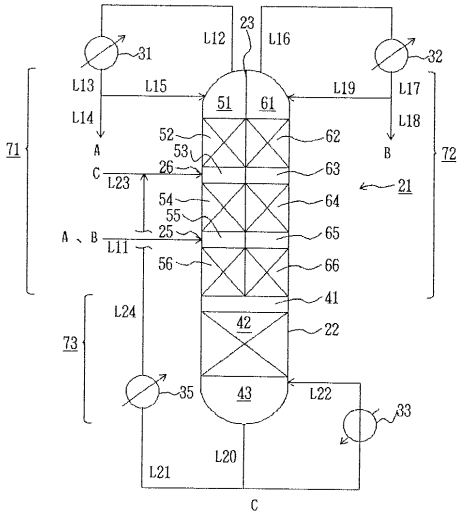
【図４】


402
C
404
411
421
C、D
E
412
422
C
413
11
431
D
A
414
423
12
B
415
F
416
424
417
418
401
425
403
D、G

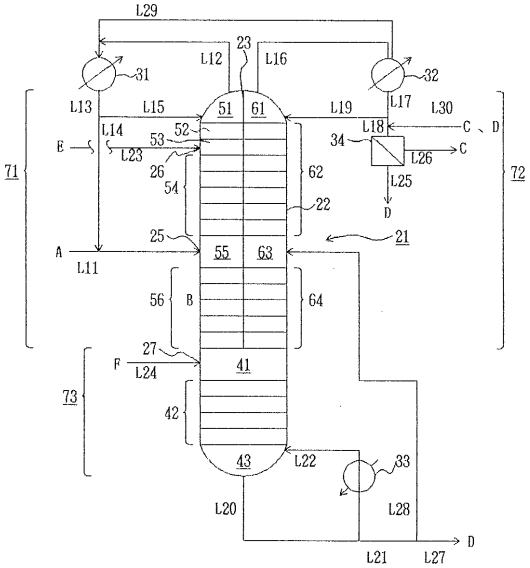
【図５】


31
L12
L16
32
77
28
L13
L15
51
61
L19
L17
L14
78
L18
A
52
62
B
25
21
A～C
53
63
L11
54
64
22
41
42
73
43
L22
33
L20
C
L21

【図６】


31
L12
23
L16
32
L13
L15
51
61
L19
L17
71
L14
L18
72
A
52
62
B
53
C
26
63
L23
21
54
64
55
A、B
25
65
L11
56
66
41
L24
42
22
73
35
43
L22
33
L20
L21
C

【図７】


L29
23
31
L12
L16
32
L13
L15
51
61
L19
L17
L30
71
L14
52
L18
C、D
E
53
34
L23
26
L26
C
54
62
L25
72
22
D
25
21
A
55
63
L11
56
B
64
27
F
41
L24
73
42
43
L22
33
L20
L28
D
L21
L27

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平９－１１７６０２（ＪＰ，Ａ）
特開平９－２９９７０１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
B01D 3/00-3/42