

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4510950号  
(P4510950)

(45) 発行日 平成22年7月28日(2010.7.28)

(24) 登録日 平成22年5月14日(2010.5.14)

(51) Int.Cl.

B01J 8/02 (2006.01)

F 1

B01J 8/02

A

請求項の数 10 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-128271  
 (22) 出願日 平成11年5月10日(1999.5.10)  
 (65) 公開番号 特開2000-51679(P2000-51679A)  
 (43) 公開日 平成12年2月22日(2000.2.22)  
 審査請求日 平成18年2月23日(2006.2.23)  
 (31) 優先権主張番号 98303681.5  
 (32) 優先日 平成10年5月12日(1998.5.12)  
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁(EP)

(73) 特許権者 502443585  
 シーエーティー テック インコーポレー  
 ティッド  
 アメリカ合衆国 77506 テキサス州  
 パサデナ スイート 327 エルスワ  
 ース ドライブ 1149  
 (74) 代理人 100097456  
 弁理士 石川 徹  
 (72) 発明者 ジエイミー・スチュワート・ハーパー  
 イギリス国 ノース・リンカーンシャー・  
 ディーエヌ17・3ビーワイ、スカンソ  
 ブ、サウス・パーク・インダストリアル・  
 エステート、サウス・パーク・ロード 1

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】反応器管装填装置

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

複数の反応器管が実質的に垂直であり、かつ上下の管板により共に保持された多管反応器内に、固体粒子を配給する装填装置において、該装填装置は複数の隣あった多角形の板を含み、各多角形板は1~30個の孔を有し、各孔は前記複数の反応器管の1個の反応器管に対応し、各孔はその対応する反応器管の内径の95%以下、かつ前記対応する反応器管に装填される单一粒子の最大寸法の1.1倍以上の直径を有し、該多角形板は各反応器管に対応する孔を保持するための固定手段を有し、ここで該複数の隣あった多角形の板の間の距離が、前記対応する反応器管に装填される单一粒子の最大寸法よりも小さいことを特徴とする、前記装填装置。

## 【請求項2】

該多角形板が、三角形、四角形、六角形、正方形又は菱形である、請求項1記載の装填装置。

## 【請求項3】

各多角形板が单一孔を有する、請求項1又は2記載の装填装置。

## 【請求項4】

各反応器管に対応する孔を保持するための該固定手段が、該孔の端部から直角に該反応器管に延在し、かつ0.5cm~1.5mの長さを有するインサートからなる、請求項1~3のいずれか一項に記載の装填装置。

## 【請求項5】

10

20

該インサートが、少なくとも 1 個の下方向に先細りしたパイプ形状である、請求項 4 記載の装填装置。

【請求項 6】

該インサートが、パイプ又は半パイプの形状である、請求項 4 記載の装填装置。

【請求項 7】

該インサートの長さが 2 cm ~ 100 cm である、請求項 6 記載の装填装置。

【請求項 8】

請求項 1 の装填装置を組み立てるのに適用できる、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の多角形板。

【請求項 9】

固体粒子を多管反応器に装填する方法であって、該反応器管は装填される单一粒子の直径の少なくとも 2 倍の内径を有し、該反応器は、多数の反応器管の上端を共に保持する上部管板を有する前記方法において、以下の工程：a ) 請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の装填装置を、連合した該多角形板が該上部管板を実質的に覆い、かつ多角形板の孔が反応器管に対応するように、該上部管板の上端に位置させ、ここで該複数の隣あった多角形の板の間の距離は、前記対応する反応器管に装填される单一粒子の最大寸法よりも小さい；

b ) 該管板を覆う連合した該多角形板の上に該粒子を注入し；

c ) 該粒子を該板の孔を通して各反応器管に掃き入れ、これにより、該粒子を該反応器管に均等充填し、かつブリッジングを防止し；

d ) 多角形板の上部リムの上及び間に残っている残留粒子及びダストを除去し；かつ

e ) 該装填装置を除去すること；を含む、前記方法。

【請求項 10】

工程 c ) を、中心軸の回りを回転するアームに連結された掃除要素を含む掃除機構により行う、請求項 9 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、多管反応器に固体粒子、特に触媒粒子を装填するための装置及びそれを用いる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

いわゆる多管反応器は、本質的には、シェル内に数千本まであるいは何万本もの実質的に垂直な反応器管を収容したシェルアンドチューブ形熱交換器であり、各反応器管は、触媒粒子の固定床を収容し、シェル内の管の間を循環する流体で外部から冷却される。多管反応器は、高発熱反応、例えばエチレンのエポキシ化に使用される。反応器管の横断面は比較的小さい（例えば 20 ~ 50 mm）が、その長さは大である（例えば 1.5 ~ 20 m）。反応器管の内部では、反応器管が上下の管板により共に保持される。反応器シェルは、管板上に上部ドームを形成し、そこで、保守作業、例えば該反応器管に触媒粒子を装填又は再装填することを行える。上部ドームを取り外し可能な反応器もある。

狭く細長い反応器管への触媒（その粒子は、一般に管の内径よりあまり小さくない）の装填又は再装填は、困難かつ時間がかかる。各管内部及びすべての管間の触媒粒子の均等分布が重要であるが、達成するのが難しい。装填の間、「ブリッジング」として知られる状態を回避するために、反応器管に同時に入る粒子の数にその最大寸法を掛けたものが、反応器管の内径に関して十分に小さいことが極めて重要である。「ブリッジング」は、数個の粒子が管に同時に入って落し、一部が一緒に管下方に詰め込まれ、そしてそれらの下に空所(void space)を残すときに起こり、不均等かつ不完全に装填された管という結果となる。上記した細長い反応器管を装填する際に、これらの管に粒子が一個ずつ入ることを保証することが最良である。さらに、特にエチレンエポキシ化反応（気相反応体がかわり、かつ非常に発熱的である）における要件は、各反応器管の上部の小区域に触媒を入れ

10

20

30

40

50

ないでおくことである。

【0003】

従来、実際には、各反応器管の上端に漏斗を置き、粒子を個々の管に注入することが慣例であった。このような手順は、今日では、充填しなければならない管の数の多さのために容認できない。

U.S.-A-3, 223, 490 (1965年12月14日発行) には、(a) 反応器管上に載せる穴あき板であって、その穿孔が反応器管のパターン及び間隔に対応した板；並びに (b) 穴あき板に嵌め込み、かつ対応の反応器管の中に延びる、(各管につき1個の) 充填管からなる反応器管装填機が開示されている。操業時には、穴あき板上に触媒を降ろし、該板を振動機構により振り動かすので、触媒粒子は1個ずつ、該充填管を通って反応器管の中へ進むことになる。同文献は、該充填管がその上端まで触媒で装填された後反応器管から除去される際に、その内容物が反応器管をその上端より下の所定点まで埋めるような長さの充填管でできてもよいとつけ加えている。

GB-B-2186209 (1989年2月1日発行) にも、反応器管上に載せた板、及び該板に嵌め込みかつ対応の反応器管の中に延びる充填管からなる反応器管充填装置が開示されている。最初の文献との相違は、該充填管が該板にしっかりと連結されること、及び振動機構が示されていないことである。この文献による装置の機能は、すべての反応器管を、上端より下の一定レベルまで充填することを保証することである。ブリッジング現象は、述べられていない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

上記触媒装填装置は、重大な欠点を持つ。特に、それらは、板及び関連充填管が、同じ数、パターン、間隔及び直径の反応器管を持つ、同一サイズ及び形状の多管反応器にしか使用できない点で融通がきかない。それらは、また、搬送及び上部反応器ドームに挿入するのに大きく、重くかつやっかいである。

本発明の目的は、多管反応器のためのより簡便かつ融通のきく装填システムを提供することである。この目的は、以下に特定する多数の分離した多角形板を使用して、上部管板を二次元配列に密に包み(close-pack)し、すなわち、床を覆うのにタイルを使用するのと同様な方法で、上部管板のいかなる形状及びサイズも完全に覆うことにより達成することができる。同時に、該多角形板は、非常に簡便かつ融通のきく多管装填装置を形成する。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、反応器管が実質的に垂直でありかつ上下の管板により共に保持された多管反応器内に、固体粒子を配給する装填装置において、該装填装置が複数の隣あった多角形 (polygonal) (すなわち、三角形、四角形又は六角形) の板を含み、各多角形板は1~30個の孔を有し、各孔は1個の反応器管に対応し、各孔は該反応器管の内径の95%以下かつ装填される単一粒子の最大直径の1.1倍以上の直径を有し、該多角形板は各反応器管に対応する孔を保持するための固定手段をも有することを特徴とする、前記装填装置を提供する。

【0006】

本発明は、また、固体粒子を多管反応器に装填する方法であって、該反応器管は、装填される単一粒子の直径の少なくとも2倍の内径を有し、該反応器は、複数の反応器管の上端を共に保持する上部管板を有する前記方法において、以下の工程：

a) 請求項1~8のいずれか一項に記載の装填装置を、連合した該多角形板が該上部管板を実質的に覆いおよび多角形板の孔が反応器管に対応するように、該上部管板の上端に位置し；

b) 該管板を覆う連合した該多角形板の上に粒子を注入し；

c) 該粒子を該板の孔を通して各反応器管に掃き入れ、これにより、該粒子を該反応器管に均等充填し、かつブリッジングを防止し；

d) 該リムの上及び間に残っている残留粒子及びダストを除去し；並びに

10

20

30

40

50

e ) 該装填装置を除去する  
ことを含む前記方法を提供する。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の装填装置に従う各多角形板は、多管反応器の上部管板上に、その孔又は複数の孔(その数は、30まで)を反応器管の個々の上端に対応させながらかつ固定手段により定位置に保持しながら載せる。

該多角形板内の孔の内径は、ブリッジングを確実に回避するように、処理する粒子に関連して決められる。ブリッジングを回避するために、反応器管を今にも入る粒子の数にその最大寸法を掛けたものは、反応器管の内径より実質的に小さい必要がある。実際、粒子は1個ずつ反応器管に入る。孔の内径は、一般に、反応器管の内径の95%以下かつ装填される粒子の最大寸法の1.1倍以上であるが、より適当には、これらの粒子の最大寸法の1.2~2.0倍である。

【0008】

各反応器管に対応する孔又は複数の孔の固定手段は、基本的に各孔に対して独立に選択することができ、あるいは、全体装置に共通するように選択することができる。この手段を行うのに程度の差はあるが簡便な可能性が多く存在する。もちろん、固定手段がより簡便であれば、操業がより容易になるので、その理由から、ネジ及びボルトは好ましくない。適当には、該固定手段は、孔の端部から反応器管上端の中に延在し、かつ0.5cm~1.5mの長さを有するインサートである。そのようなインサートの形状は、少なくとも1個のスパイクから、半パイプのような中間形状を含む完全なパイプまでいかなるものでもよい。

好ましくは、該固定手段は、板内孔と同等又はそれより小さい内径を持ち、その端部から反応器管の中に延在するパイプ又は半パイプの形状のインサートである。もちろん、このインサートが長ければ、充填が遅くなり、そしてインサートが引っ込められる際に、管上部に残る空隙が大きくなる。インサートの長さは、好ましくは2~100cm、より好ましくは2~50cmである。より好ましくは、インサートの長さは、装填時に粒子を入れないでおく反応器管上部の深さの1.1~1.5倍である。

インサートが長い場合、有利には、それは可とう性材料又は伸縮自在の形状からなる。

インサートがパイプ形状の場合、それは、下方向に先細りしてもよく、及び/又は縦方向のコンプレッションスロット(compression slot)が付いていてもよい。

【0009】

本発明の装填装置に従う多角形板は、三角形、四角形又は六角形状を有する。その寸法は、定位置にて、隣あう反応器管開口を確実に干渉しないような寸法である。好ましくは、多角形板の寸法は、定位置にて、隣あう上部リム間の距離が、装填される粒子の最大寸法より小さく、したがって板間に捕獲される粒子を確実に無くするような寸法である。一方、板相互間の空間(inter-plate space)の小ささは、操作の簡便さにとって、及び装填作業の間に必然的に現れるダストを収容し、したがって、ダストを反応器パイプに掃き入れるのを防ぐことにとて便利である。

多角形板の三角形、四角形又は六角形状により、板相互間の空間が常に確実に同じ形になる。

【0010】

側面において、ダストを収容するための空間をさらに与えるために、多角形板は、その下向き面をアンダカットしてもよい。別法として、多角形板から反応器管に延びるインサートは、多角形板と上部管板の間の空間を、ダスト収容のために充てる肩(shoulder)を持つように作ってもよい。該肩の長さは、適当には約1cmである。ダストを収容するという同様の目的から、多角形板をスリット又は小孔で穿孔することもできる。多角形板は、また、粒子が反応器管内を落下するのを加速するために、多角形板の上向き面を孔又は複数の孔の方へ向かって傾斜させてもよい。

本発明に従う装填装置の最も簡便かつ好適な実施態様は、多数の多角形板であって、それ

10

20

30

40

50

それが、1個の反応器管に対応する单一孔を有する多角形板と上記した固定手段とからなる場合である。その場合、多角形板の好ましい形状は、六角形、正方形、菱形又はダイヤモンド形である。複数の孔を有する多角形板を使用する場合、その形状は、最も利便には、矩形、例えば1列又はそれ以上の列のインサートを持つ帯板の形状である。そのような帯板は、搬送及び操作をより大きく簡便にするために可とう性に作ることができる。

本発明の装填装置は、どんな手近な材料から作ってもよく、好ましくは装填装置の再使用を可能にするのに十分強健な材料である。例は、ステンレススチール、アルミニウムなどの金属、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニルなどのポリマーである。

#### 【0011】

本発明の装填装置を操作する際には、最初に、該上部管板上に多角形板を、全反応器管がその上端にて板内の孔に対応しあつ連合した該多角形板が該上部管板を実質的に一部又は全部覆うように置く。次いで、粒子を、連合板の表面一面に注入する。次いで、粒子を掃くことにより、孔を通して反応器管の中へ押し込む。掃海は、手動式で、例えば簡単な箒で行うことができる。別法として、掃海機構を使用でき、例えば、掃海要素を好ましくはその全長に沿って持つ回転アームが延在した機械的に操作される中心軸である。しかし、掃海の実際の方式は、本発明を操作するのに本質的ではない。なぜなら、装填装置自体が、全反応器管の迅速且つ比較的便利な均一装填を保証するからである。上記したように、多角形板がインサートを持つ場合、反応器管の口径に関連したインサートの長さ及び口径が、インサートを除去した後に空のままでいる反応器管上端部の深さを決める。

本発明をさらに以下の例及び図で説明する。

#### 【0012】

##### 【実施例】

それぞれが約3000本の垂直反応器管からなる4個の化学反応器であって、各反応器管が、外径45.2mm、内径39.2mm及び長さ12.8mを有し、隣あう管間の距離が63mmである化学反応器に、基本形状が円筒で直径8mm及び長さ8mmの触媒粒子を装填した。

装填装置に、そのそれがポリプロピレン製で、多数の六角形板からなるものを使用した。各六角形板は、短軸が59.0mm及び長軸が69.0mm、厚みが5.0mmであり、直径23.8mm(15/16インチ)の単一中心孔を有し、スロット付きインサートが孔端から直角に延在していた。各インサートは、長さが30mmで、38mmの外径及び35mmの内径まで先細りした外径39.0mm、内径35.0mmのテーパー型パイプの形状であり、そして全長30mmに延びて締まり嵌め(tight fit)を可能にする3mm幅のコンプレッションスロットを有した。

操業の際、各六角形板装置を手で、そのインサートを装填される反応器管の一つに延在させながら置いた。装填を必要としない反応器管は、プラスチックキャップで塞いだ。この構成により、確実に、管板全体は、隣あう装填装置間の3mmの規則正しい間隔を除いて効果的に覆われた。

それぞれ約80cmの幅を有し、かつ、反応器の一側面から他の側面に延在するのに十分に長い(最大長450cm)ラバーシートの帯板の中に反応器を覆い、外部の物体がオリフィスを通って反応器管内に落ちるのを防止した。反応器をセクションに分けて装填し、ラバーシートの帯板の除去により各セクションを露出させた。1セクションの装填を、後続の装填を始める前に完了するという点できちようめんな装填を行った。

それぞれ200Lの触媒の入ったドラム缶から触媒を装填ホッパーに移した。該ホッパーの出口は、直径203mmのキャンバス地の管を有し、それを通して触媒を注入した。キャンバス地の管は、装填装置に達するダストを最小限にするために取り付けられたダスト除去装置を有した。触媒を第1セクション上に注入し、手でオリフィス上に移動させた。触媒が移動するに従い、摩擦が少量のダスト生成を引き起こした。装填装置間の間隔が、ダスト捕獲域として役立った。

その間隔は、触媒粒子全体の進入を許さないのに十分小さいが、触媒の小細片及び碎断片は許容した。

10

20

30

40

50

六角形板を手で除去した。六角形板の孔を引っ張ることによる損傷を避けるために、Y-形手動除去器具を設計し、六角形板端部を動かすのに使用した。

装填装置の除去後、各反応器管の触媒レベルは、管板のレベルより下がった。次いで、吸引を使用して、各反応器管の上端から管板下約305mm(12インチ)のレベルまでの触媒粒子を排出した。

#### 【0013】

乾燥無オイル空気の一定流を各管に通し、制限(restricted)オリフィスプレート(ROP)で発生した圧力降下を測定することにより、dP-チェック(反応器管の圧力降下)を行った。良好な触媒分布の典型は、各管が平均の±2.5%内のdPである。dP-チェックは、各反応器管内部及び個々の管の間の触媒粒子の均等分布が達成され、アンローディング及び再充填の必要な管がないことを示した。

#### 【0014】

##### 図

図1は、実施例に従う実施態様における本発明の装填装置の一部の平面略図であり、図2は図1のII-II線に沿った断面図である。

定常操業の間、装填装置1は、実質的に垂直な多管反応器(図示せず)の中に配置され、その多管反応器は上部管板5及び下部管板(図示せず)により共に保持される複数の反応器管3からなる。装填装置1は、上部管板5の少なくとも一部を覆うように配置される。装填装置1は、複数の隣あった多角形板8からなる。示した実施態様では、多角形板8は、六角形であり、それぞれ、短軸9及び長軸10を有し、かつそれぞれ単一孔11を有する。

各孔11は、1個の反応器管3に対応し、すなわち、各孔は、対応する反応器管3の上に配置される。個々の反応器管に対応して孔11を保持するために、各六角形板8は、孔11を保持する固定手段をさらに有する。図2に示した実施態様では、固定手段は、コンプレッションスロット16が取り付けられた先細りパイプである。

適当には、隣あう六角形板8間の距離19は、装填される単一粒子(図示せず)の最大寸法より小さい。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例に従う実施態様における本発明の装填装置の一部の平面略図の。

【図2】図1のII-II線に沿った断面図。

30

#### 【符号の説明】

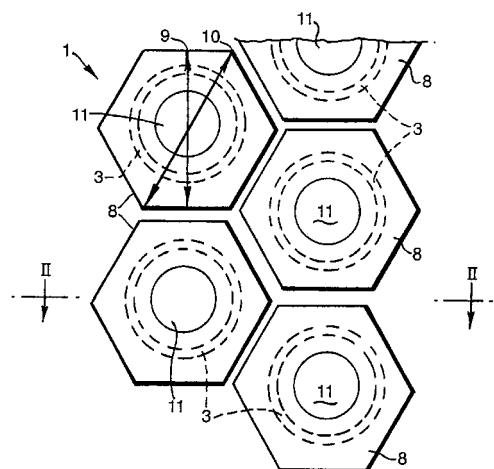
1：装填装置

3：反応器管

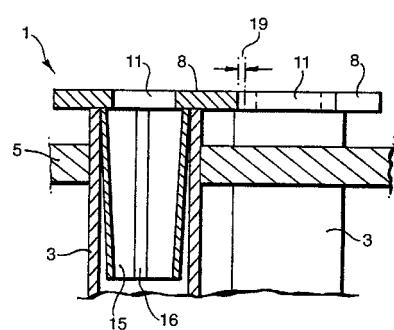
8：多角形板

11：孔

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

(72)発明者 カール・バリー・シュー

イギリス国 ノース・リンカーンシャー・デイーエヌ17・3ビーワイ、スカンソープ、サウス・パーク・インダストリアル・エステート、サウス・パーク・ロード 1

審査官 三崎 仁

(56)参考文献 特開平10-024232(JP, A)

米国特許第03223490(US, A)

米国特許第03788370(US, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01J 8/00-8/46

B01J 4/00