



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202128609 A

(43)公開日：中華民國 110 (2021) 年 08 月 01 日

(21)申請案號：109143224

(22)申請日：中華民國 109 (2020) 年 12 月 08 日

(51)Int. Cl.：

C07C231/12 (2006.01)

C07C233/05 (2006.01)

(30)優先權：2019/12/10

日本

2019-223157

(71)申請人：日商昭和電工股份有限公司(日本) SHOWA DENKO K. K. (JP)

日本

(72)發明人：三浦裕貴 MIURA, YUKI (JP)；中村周平 NAKAMURA, SHUHEI (JP)；山中卓也

YAMANAKA, TAKUYA (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：14 項 圖式數：3 共 35 頁

(54)名稱

N-乙烯基乙醯胺之製造方法及熱解裝置

(57)摘要

本發明之提供可防止原料氣體(氯化原料)因再凝縮而液化，抑制熱解反應器之凝集物導致的阻塞問題，可以長期間安定地連續運轉之 N-乙烯基乙醯胺之製造方法。本發明之 N-乙烯基乙醯胺之製造方法，包含：將含有 N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺(MEA)的原料供給至蒸發器之供給步驟，以前述蒸發器使前述原料蒸發，成為氯化原料之蒸發步驟，將前述氯化原料供給至過熱器，以使前述氯化原料之過熱溫度成為比前述 N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高 5°C 的溫度(前述 N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點+5°C)以上 200°C 以下的方式進行過熱之過熱步驟，將前述過熱的氯化原料供給至熱解反應器，進行熱解之熱解步驟；前述原料中之前述 N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量為 80 ~ 100 質量百分比(質量%)。

指定代表圖：

符號簡單說明：

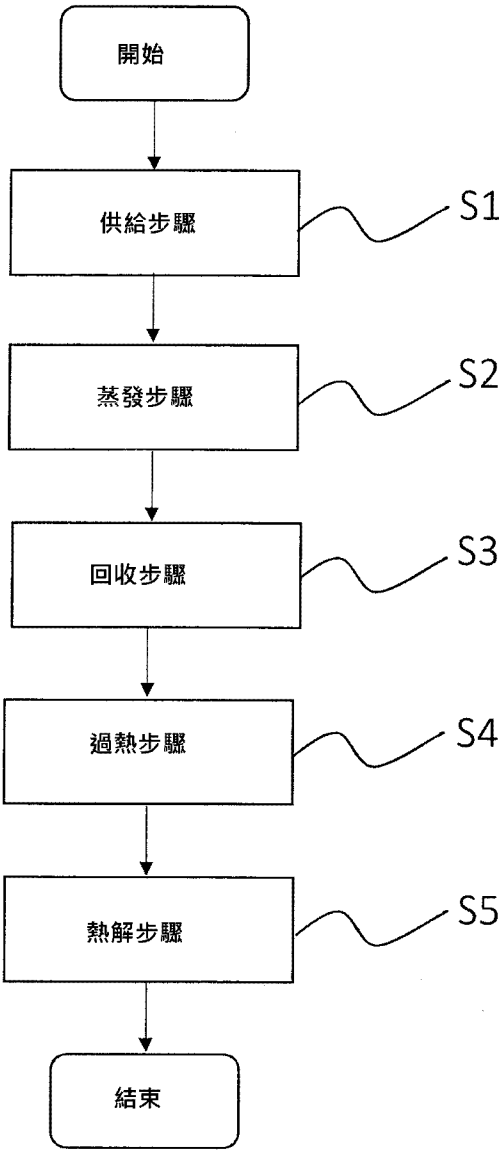
S1:供給步驟

S2:蒸發步驟

S3:回收步驟

S4:過熱步驟

S5:熱解步驟



【圖 1】



202128609

【發明摘要】

【中文發明名稱】

N－乙烯基乙醯胺之製造方法及熱解裝置

【中文】

本發明之提供可防止原料氣體(氣化原料)因再凝縮而液化，抑制熱解反應器之凝集物導致的阻塞問題，可以長期間安定地連續運轉之N-乙烯基乙醯胺之製造方法。本發明之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，包含：將含有N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺(MEA)的原料供給至蒸發器之供給步驟，以前述蒸發器使前述原料蒸發，成為氣化原料之蒸發步驟，將前述氣化原料供給至過熱器，以使前述氣化原料之過熱溫度成為比前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高5℃的溫度(前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點+5℃)以上200℃以下的方式進行過熱之過熱步驟，將前述過熱的氣化原料供給至熱解反應器，進行熱解之熱解步驟；前述原料中之前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量為80～100質量百分比(質量%)。

【指定代表圖】第(1)圖。

【代表圖之符號簡單說明】

S1:供給步驟

S2:蒸發步驟

S3:回收步驟

S4:過熱步驟

S5:熱解步驟

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

N－乙烯基乙醯胺之製造方法及熱解裝置

【技術領域】

【0001】本發明係關於N-乙烯基乙醯胺之製造方法及熱解裝置。

【先前技術】

【0002】關於N-乙烯基羧酸醯胺之製造方法，至此已有多種方法被提出(例如參照專利文獻1)。在專利文獻1所記載的製造方法，揭示了使N-(2-烷氧基乙基)羧酸醯胺原料蒸發而熱解之N-乙烯基羧酸醯胺之製造方法。如此，於藉由熱解來製造N-乙烯基羧酸醯胺之方法，例如，會因為對大氣的散熱、在熱解反應器(熱解步驟)之吸熱、機械故障導致壓力變化、熱源的供給停止等因素，而使原料氣體(氣化原料)在蒸發器、連接蒸發器與熱解反應器的配管內、或者熱解反應器內因再凝縮而液化，液化的原料流入高溫的熱解反應器的情形。結果，有(i)液化原料流入熱解反應器的軟管內壁，(ii)液化原料在熱解反應器的軟管內壁再蒸發之前就高分子化產生瀝青狀或固體狀的凝集物(亦稱為harz)，引起熱解反應器的軟管阻塞問題的情形，安定地運作變得困難。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0003】

[專利文獻1]國際公開第2017/002494號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0004】本發明之目的在於提供可解決前述問題，防止原料氣體(氣化原料)因再凝縮而液化，抑制熱解反應器之凝集物導致的阻塞問題，可以長期間安定地連續運轉之N-乙烷基乙醯胺之製造方法。

[供解決課題之手段]

【0005】本案發明人等，銳意研究解決前述課題的結果，發現在蒸發器(蒸發步驟)與熱解反應器(熱解步驟)之間設過熱器(過熱步驟)，在該過熱器(過熱步驟)，滿足以下至少任一：(i)使原料氣體(氣化原料)之過熱溫度成為比N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高特定溫度(5℃)的溫度(N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點+5℃)以上200℃以下的方式進行過熱，以及(ii)對原料氣體(氣化原料)賦予特定熱量，可以防止原料氣體(氣化原料)因再凝縮而液化，從而完成本發明。

亦即，本發明提供以下(1)~(15)。

(1)N-乙烷基乙醯胺之製造方法，包含：將含有N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺(MEA)的原料供給至蒸發器之供給步

驟，以前述蒸發器使前述原料蒸發而使其成為氣化原料之蒸發步驟，將前述氣化原料供給至過熱器，以使前述氣化原料之過熱溫度成為比前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高 5°C 的溫度(前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點 $+5^{\circ}\text{C}$)以上 200°C 以下的方式使前述氣化原料過熱之過熱步驟，將已過熱的前述氣化原料供給至熱解反應器，進行熱解之熱解步驟；前述原料中之前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量為80~100質量百分比(質量%)。

(2)N-乙烯基乙醯胺之製造方法，包含：將含有N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺(MEA)的原料供給至蒸發器之供給步驟，以前述蒸發器使前述原料蒸發而使其成為氣化原料之蒸發步驟，將前述氣化原料供給至過熱器，對前述氣化原料賦予 1.0kJ/mol 以上之熱量使前述氣化原料過熱之過熱步驟，將已過熱的前述氣化原料供給至熱解反應器，進行熱解之熱解步驟；前述原料中之前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量為80~100質量百分比(質量%)。

(3)如前述(1)或(2)之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述蒸發步驟在減壓下進行。

(4)如前述(1)~(3)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述熱解步驟在減壓下進行。

(5)如前述(1)~(4)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述蒸發器為流下液膜式。

(6)如前述(1)~(4)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方

法，前述蒸發器為強制液膜式。

(7)如前述(1)～(6)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述蒸發器的下游端與前述過熱器的上游端，透過第1配管連接，前述第1配管的下游端的位置，在前述第1配管中為最高。

(8)如前述(1)～(7)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述過熱器的下游端與前述熱解反應器的上游端，透過第2配管連接，前述第2配管的上游端的位置，在前述第2配管中為最高。

(9)如前述(1)～(8)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述蒸發步驟與前述熱解步驟之間，進而包含把被供給至前述蒸發器的前述原料中之未氣化的液體原料及前述氣化原料的一部分液化而成的液體原料予以回收之回收步驟；前述回收步驟，係藉由前述蒸發器與前述熱解反應器之間所具備的原料回收裝置，回收前述液體原料之步驟。

(10)如前述(9)之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述蒸發器的下游端與前述原料回收裝置的上游端接合著。

(11)如前述(9)或(10)之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述原料回收裝置的下游端與前述過熱器的上游端接合著。

(12)如前述(9)～(11)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，前述氣化原料，於經過前述原料回收裝置後被供給至前述熱解反應器。

(13)如前述(9)～(12)之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造

方法，前述原料回收裝置，具有：供前述氯化原料流通的筒部、使流通於前述筒部內的前述氯化原料的氣流的一部分或全部衝突，將被供給至前述蒸發器的前述原料中之未氯化的液體原料以及前述氯化原料的一部分液化而成的液體原料予以回收之回收部、以及將藉由前述回收部回收的前述液體原料排出至前述筒部的外部之排出配管。

(14)熱解裝置，具備：可使原料蒸發而產生氯化原料之蒸發器，被連接於前述蒸發器，可使前述氯化原料成為比N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高5℃的溫度(前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點+5℃)以上200℃以下進行過熱之過熱器，被連接於前述過熱器，可使前述過熱的氯化原料熱解的熱解反應器。

[發明之效果]

【0006】根據本發明的話，可以提供可防止原料氣體(氯化原料)因再凝縮而液化，抑制熱解反應器之凝集物導致的阻塞問題，可以長期間安定地連續運轉之N-乙烯基乙醯胺之製造方法。

【圖式簡單說明】

【0007】

[圖1]係顯示本發明之N-乙烯基乙醯胺之製造方法的流程圖。

[圖2]係於本發明之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，在

蒸發器為流下液膜式蒸發器的場合之全體圖。

[圖3]係於本發明之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，在蒸發器為強制液膜式蒸發器的場合之全體圖。

【實施方式】

【0008】於本說明書，較佳的規定可以任意選擇，較佳的規定彼此組合可說是更佳的。

於本說明書，「XX～YY」之記載，意味著「XX以上YY以下」。

於本說明書，較佳的數值範圍(例如含量等之範圍)，分階段記載的下限值及上限值，分別可以獨立而組合。例如，由「較佳為10～90，更佳為30～60」之記載，也可以組合「較佳的下限值(10)」與「較佳的上限值(60)」，而得到「10～60」。

【0009】

[N-乙烯基乙醯胺之製造方法]

相關於本發明的實施型態之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，如圖1所示，包含：供給步驟S1、蒸發步驟S2、任意的回收步驟S3、過熱步驟S4、與熱解步驟S5。以下，詳細說明關於本發明的實施型態之N-乙烯基乙醯胺之製造方法。

【0010】

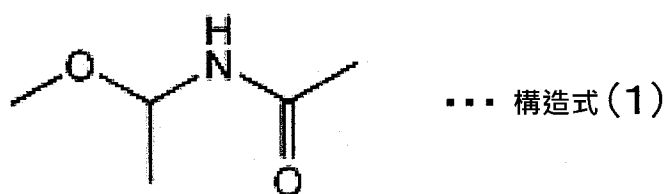
(供給步驟S1)

供給步驟S1，是將含有N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺

(MEA)的原料供給至蒸發器的步驟。

【0011】關於本發明實施型態之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，作為原料的一部分或全部，使用下列一般式(1)所表示的N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺。

【化學式1】



原料中之N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量，只要在80～100質量%即可，沒有特別限制，以90～100質量%為佳，95～100質量%為更佳。

原料中之N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺以外的其他成分沒有特別限制，例如可以舉出乙醯胺、甲醇等。

【0012】於供給步驟S1，原料往蒸發器的供給速度，隨蒸發器的尺寸及能力而有所不同，但由安定地使原料蒸發的觀點來看，以5～350kg/h為佳，10～150kg/h為更佳、15～80kg/h進而又更佳。

【0013】

(蒸發步驟S2)

蒸發步驟S2，係以蒸發器使原料蒸發、形成氣化原料之步驟。

在蒸發步驟S2使用的蒸發器，沒有特別限制，由效率佳地實施原料蒸發的觀點來看，以流下液膜式蒸發器及強制液膜式蒸發器之任一為佳。

【0014】蒸發步驟S2，雖可以是在減壓下或常壓下進行，最好是在減壓下進行。蒸發步驟S2之反應壓力，具體而言，在1~30kPa下進行為佳，在3~25kPa下進行更佳，在5~22kPa下進行又更佳。

蒸發步驟S2，需要在加熱蒸發而形成氣化原料的溫度下進行，具體而言，在100~200℃下進行為佳，在110~190℃下進行更佳，在120~180℃下進行又更佳。

【0015】於蒸發步驟S2，由使蒸發器的傳熱面積更小使蒸發器更小型化的觀點來看，以提供使原料蒸發的最低限度必要的熱量為佳。

在蒸發步驟S2提供的熱量超過使原料蒸發的最低限度必要的熱量的場合，應當要提供更為充分的熱量以供向大氣散熱或是熱解反應步驟之吸熱。

【0016】

(回收步驟S3)

回收步驟S3，是在蒸發步驟S2與熱解步驟S5之間，把被供給至蒸發器的原料中未氣化的液體原料及氣化原料的一部分液化而成的液體原料予以回收之任意的步驟。氣化的狀態之氣化原料往熱解步驟供給。又，此回收步驟S3，以藉由蒸發器與熱解反應器之間的原料回收裝置來進行為佳。

在圖1，為蒸發步驟S2、回收步驟S3、過熱步驟S4的順序，但不以此為限，例如亦可為蒸發步驟S2、過熱步驟S4、回收步驟S3的順序。

【0017】液體原料即使只有少量被導入熱解反應器也會產生凝集物(harz)，凝集物會閉塞熱解反應器使運轉無法繼續下去。即使凝集物沒有閉塞住熱解反應器的全容積，就靠閉塞住熱解反應器的原料導入側的些許容積就使得運轉無法繼續下去。藉著在回收步驟S3把液體原料回收到製造裝置的系統外的回收罐，可以更為確實地抑制液體原料往熱解反應器導入，結果可以達成長期間的繼續運轉。

製造裝置運轉時，作為產生液體原料的重要原因之例，可以舉出往大氣之散熱所導致、在熱解反應器(熱解步驟)之吸熱所導致、機械故障及操作疏失所致的運轉壓力變動所導致、機械故障及操作疏失所致的蒸發器熱源的停止或不足所導致、於蒸發器發生水垢(黑皮)減少傳熱面積而因蒸發不良所產生的，以及運轉開始時裝置的加熱還未充分時導入原料所致等。

【0018】

(過熱步驟S4)

過熱步驟S4，係將氣化原料供給至過熱器，進行過熱的步驟，是滿足以下至少任一之步驟：(i)使氣化原料之過熱溫度成為比N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器壓力下之沸點還高5℃的溫度(N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點+5℃)以上200℃以下，以及(ii)對氣化原料賦予1.0kJ/mol以上之熱量。

過熱步驟S4之氣化原料的過熱溫度，只要是比N-(1-

甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高 5°C 的溫度(N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點 $+5^{\circ}\text{C}$)以上 200°C 以下即可，沒有特別限制，以 $165\sim 200^{\circ}\text{C}$ 為佳， $170\sim 195^{\circ}\text{C}$ 為更佳， $173\sim 190^{\circ}\text{C}$ 進而更佳。又，氣化原料的過熱溫度的上限，不是對沸點溫度加上該溫度之後的溫度，單純表示其上限的溫度。

【0019】在此，於本說明書，所謂「氣化原料的過熱溫度」意味著「氣化原料在過熱器內的最高溫度」，通常為過熱器的下游端之氣化原料的溫度(出口氣體溫度)。

【0020】又， 2.0MPaG (表壓)(工業上之蒸汽上限壓力)之熱媒飽和蒸汽溫度為 215°C ，所以由成本的觀點來看，過熱溫度的上限以 200°C 為佳。

【0021】於過熱步驟S4作為對氣化原料提供的熱量，只要為 1.0kJ/mol 以上即可，沒有特別限制，以 $1.0\sim 9.0\text{kJ/mol}$ 為佳， $1.5\sim 8.0\text{kJ/mol}$ 為更佳， $2.0\sim 7.0\text{kJ/mol}$ 進而更佳。

【0022】前述氣化原料的過熱溫度及對氣化原料提供的熱量的下限值以下述方式決定。

從過熱器的出口到熱解裝置內的軟管，存在著不能加熱的處所(例如夾套(jacket)的接縫，熱解裝置的通道部分)，於這些無法進行加熱的處所會因為熱解步驟的吸熱而使溫度降低。此在熱解步驟之吸熱導致的溫度降低，可由散熱量、反應速度、反應熱、滯留時間而算出。考慮算出的溫度降低與溫度誤差(界限，margin)，決定氣化原料

的過熱溫度及對氯化原料提供的熱量的下限值。

【0023】另一方面，前述氯化原料的過熱溫度及對氯化原料提供的熱量的上限值以下述方式決定。

為了抑制在熱解裝置以外處反應進行太過度，有必要控制熱解反應使反應速度降低到比熱解裝置內的反應速度還充分低。因此，通常從控制熱解反應的觀點，設定氯化原料的過熱溫度及對氯化原料提供的熱量的上限值，但也有隨著可使用的熱媒溫度不同，而設定氯化原料的過熱溫度及對氯化原料提供的熱量的上限值的場合。

【0024】過熱步驟S4，雖可以是在減壓下或常壓下進行，最好是在減壓下進行。過熱步驟S4之壓力，具體而言，在1～30kPa下進行為佳，在3～25kPa下進行更佳，在5～22kPa下進行又更佳。

【0025】

(熱解步驟S5)

熱解步驟S5，係將過熱的氯化原料供給至熱解反應器，予以熱解之步驟。供給至熱解反應器之氯化原料之氣流，如果是流入熱解反應器的氣流則無特別限制，可以是上升流，抑或下降流。

【0026】熱解步驟S5，雖可以是在減壓下或常壓下進行，最好是在減壓下進行。熱解步驟S5之反應壓力，具體而言，在1～30kPa下進行為佳，在3～25kPa下進行更佳，在5～22kPa下進行又更佳。

熱解步驟S5，由有效率地進行熱解之觀點而言，在

250～500℃下進行為佳，在300～480℃下進行更佳，在350～450℃下進行又更佳。

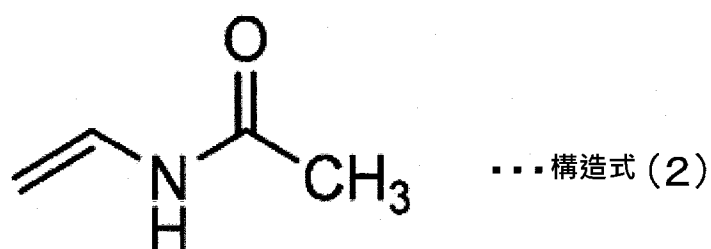
熱解步驟S5之停留時間，由確實地進行熱解之觀點而言，為0.1～10秒佳，0.2～9秒更佳，0.3～8秒又更佳。

作為熱解反應器，由有效率地進行熱解之觀點而言，最好是多管式構造。

【0027】被供給至熱解反應器的原料，以經回收步驟後的氯化原料為佳。藉著將經回收步驟後的氯化原料供給至熱解反應器，可以更為確實地抑制把液體原料導入熱解反應器，可以更為抑制凝集物(harz)的發生。

【0028】藉由以上的步驟而得到的N-乙烯基羧酸醯胺，係以下列構造式(2)表示者，可由包含於原料的構造式(1)表示的N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺得到。

【化學式2】



【0029】

(第1製造裝置)

實施相關於本發明的實施形態之N-乙烯基乙醯胺之製造方法的第1製造裝置，如圖2所示，具備：實施供給步驟S1的原料供給裝置10，實施蒸發步驟S2的蒸發器(流下液

膜式蒸發器)20A，實施回收步驟S3的原料回收裝置30A，實施過熱步驟S4的過熱器40A，實施熱解步驟S5的熱解反應器50，冷卻在熱解步驟S5被熱解的反應物進行液化的冷卻器60，貯留在冷卻器60液化的反應物之反應液承接器70。

原料供給裝置10的下游端透過配管12被連接於蒸發器20A的上游端，蒸發器20A的下游端被連接於原料回收裝置30A的上游端，原料回收裝置30A的下游端被連接於過熱器40A的上游端，過熱器40A的下游端被連接於熱解反應器50的上游端，熱解反應器50的下游端被連接於冷卻器60的上游端，冷卻器60的下游端被連接於反應液承接器70的上游端。

流下液膜式蒸發器，是使液狀的原料以傳送於蒸發管內面的方式膜狀地流下而使蒸發之蒸發器，例如，是在外殼內部設置多數軟管，使液體於這些軟管的內壁流下的構造的蒸發器。過熱器40A，具有與蒸餾器20A同樣的構造。

原料回收裝置30A，被配置把回收的液體原料予以回收之回收罐42。

於反應液承接器70，設有壓力泵71，可以藉由壓力泵71調整製造裝置全體的壓力。製造裝置全體的壓力，可以藉由設於反應液承接器70的壓力計PI來確認。

【0030】原料回收裝置30A，主要成為不使液體原料導入過熱器40A及熱解反應器50的構造即可。

原料回收裝置30A，例如圖2所示，以具有：使氯化原料流通的筒部32、使流通於筒部32內的氯化原料的氣流的一部分或全部衝突，將被供給至蒸發器的原料中未氣化的液體原料以及氯化原料的一部分液化而成的液體原料予以回收之回收部33、以及將藉由回收部33回收的液體原料排出至筒部32的外部之排出配管34的構成為佳。原料回收裝置30A，為了使流通於筒部32內的氯化原料全部衝突於回收部33，以進而具有流通抑制部31的構成為佳。

流通抑制部31，以縮小朝向下流的氯化原料的氣流之錐狀形狀為佳。

回收部33為可承接氯化原料的氣流的皿狀形狀，是具有聚集液體原料的聚集部的形狀為佳。

藉著使原料回收裝置30A為前述構成，被供給至蒸發器的原料之中未氣化的液體原料及氯化原料的一部分液化而成的液體原料，藉著衝突於回收部33而被回收，藉由排出配管34使液體原料排出至筒部32的外部。衝突於回收部33的氯化原料，通過回收部33與流通抑制部31之間隙，朝向過熱器40A及熱解反應器50。總之，藉著使原料回收裝置30A為前述構成，衝突於回收部33而使液體原料被回收的氯化原料被導入過熱器40A及熱解反應器50。

【0031】在原料回收裝置30A被回收的液體原料，被送至回收罐42。回收罐42，可以藉由隔開閥35a、35b控制液體原料。此外，回收罐42，可以藉由壓力泵36及隔開閥35a～35d調整回收罐42的壓力。回收罐42的壓力，可以藉

由壓力計PI來確認。

在原料回收裝置30A被回收的液體原料，總是通過隔開閥35a、35b流入回收罐42。往回收罐42的回收量，可以藉由設置在回收罐42的液面確認窗等液面計LI來確認。回收貯留於回收罐42的液體原料的場合，關閉隔開閥35b、35c之後，打開氮氣閥37a由氮氣供給裝置37將氮氣導入回收罐42內直到返回常壓，開放抽出閥41。回收後關閉抽出閥41、氮氣閥37a，開放隔開閥36a以壓力泵36調整為與製造裝置全體為相同壓力之後開放隔開閥35c，接著開放隔開閥35b成為可以回收液體原料的狀態。

原料回收裝置30A的溫度，從在蒸發器20A產生的氯化原料不凝縮的溫度範圍來適當選擇。回收罐42的溫度，只要是回收的液體原料不凝固的溫度即可。

【0032】以原料回收裝置30A回收的液體原料，以供給至蒸發器20A為佳。於圖2所示的第1製造裝置，在回收罐42回收的液體原料供給至蒸發器20A。藉著將回收的液體原料再度供給至蒸發器20A，可以實現原料的有效率的利用。

【0033】如圖2所示，以蒸發器20A的下游端與原料回收裝置30A的上游端被接合的構成為佳。藉著蒸發器20A的下游端與原料回收裝置30A的上游端被接合的構成，可以把蒸發器20A加熱蒸發的氯化原料直接送至原料回收裝置30A。總之，可以防止在蒸發器20A與原料回收裝置30A之間，有氯化原料的一部分液化。

【0034】如圖2所示，以原料回收裝置30A的下游端與過熱器40A的上游端被接合的構成為佳。藉著原料回收裝置30A的下游端與過熱器40A的上游端被接合的構成，可以把在原料回收裝置30A回收的氯化原料直接送至過熱器40A。總之，可以防止在原料回收裝置30A與過熱器40A之間，有氯化原料的一部分液化。

【0035】如圖2所示，以過熱器40A的下游端與熱解反應器50的上游端被接合的構成為佳。藉著過熱器40A的下游端與熱解反應器50的上游端被接合的構成，可以把過熱器40A過熱的氯化原料直接送至熱解反應器50。總之，可以防止在過熱器40A與熱解反應器50之間，有氯化原料的一部分液化。

【0036】如圖2所示，以熱解反應器50的下游端與冷卻器60的上游端被接合的構成為佳。藉著熱解反應器50的下游端與冷卻器60的上游端被接合的構成，可以把熱解反應器50熱解而得的目的地物直接送至冷卻器60。

【0037】如圖2所示，以冷卻器60的下游端與反應液承接器70的上游端被接合的構成為佳。藉著冷卻器60的下游端與反應液承接器70的上游端被接合的構成，可以把冷卻器60冷卻的目的地物直接送至反應液承接器70。

【0038】

(第2製造裝置)

實施相關於本發明的實施形態之N-乙烯基乙醯胺之製造方法的第2製造裝置，如圖3所示，具備：實施供給步驟

S1的原料供給裝置10，實施蒸發步驟S2的蒸發器(強制液膜式蒸發器)20B，實施過熱步驟S4的過熱器40B，實施回收步驟S3的原料回收裝置30B，實施熱解步驟S5的熱解反應器50，冷卻在熱解步驟S5被熱解的反應物進行液化的冷卻器60，貯留在冷卻器60液化的反應物之反應液承接器70。

原料供給裝置10的下游端透過配管12被連接於蒸發器20B的上游端，蒸發器20B的下游端透過第1配管90被連接於過熱器40B的上游端，過熱器40B的下游端透過第2配管前段部100a被連接於原料回收裝置30B的上游端，原料回收裝置30B的下游端透過第2配管後段部100b被連接於熱解反應器50的上游端，熱解反應器50的下游端透過配管13被連接於冷卻器60的上游端，冷卻器60的下游端透過配管14被連接於反應液承接器70的上游端。

強制液膜式蒸發器，將液狀的原料，以傳送於蒸發管內面的方式膜狀地流入同時藉由以馬達(例如圖3之馬達M)使風扇等旋轉而在蒸發管內產生空氣流動之推進力，以該推進力使蒸發管內的膜狀的原料強制前進而使蒸發之蒸發器。

在過熱器40B內連接第1配管90與第2配管100的配管95藉由蛇行而對配管95內的氣體原料提供特定熱量，使氣體原料成為特定溫度。

原料回收裝置30B，被配置把回收的液體原料予以回收之回收罐42。

於反應液承接器70，設有壓力泵71，可以藉由壓力泵71調整製造裝置全體的壓力。製造裝置全體的壓力，可以藉由設於反應液承接器70的壓力計PI來確認。

【0039】於蒸發器20B，以配置把被供給至蒸發器20B的原料中未氣化的液體原料及氣化原料的一部分液化而成的液體原料進行回收的回收罐21為佳。回收罐21，由容易回收液體原料的觀點來看，以配置於比蒸發器20B更低的位置為佳。回收罐21，具備隔開蒸發器20B與回收罐21的隔開閥22a，以及把以回收罐21回收的液體原料往系外抽出的抽出閥22b。回收罐21，可以藉由隔開閥22a及抽出閥22b控制液體原料。回收被供給至蒸發器20B的原料中未氣化的液體原料的場合，關閉抽出閥22b，開放隔開閥22a。抽出回收至回收罐21的液體原料的場合，關閉隔開閥22a，開放抽出閥22b。

【0040】如圖3所示，蒸發器20B的下游端與過熱器40B的上游端，透過第1配管90連接，第1配管90的下游端，在第1配管90中為位置最高的構成為佳。藉著第1配管90的下游端，在第1配管90中為位置最高的構成，流通於第1配管90的原料之中未氣化的液體原料以及氣化原料的一部分液化而成的液體原料，可以藉著進入過熱器40B、滯留而承受熱履歷，不產生凝集物地運作。

【0041】如圖3所示，蒸發器40B的下游端與原料回收裝置30B的上游端，透過第2配管的前段部100a連接，第2配管的前段部100a的上游端，在第2配管的前段部100a中

為位置最高的構成為佳。藉著第2配管的前段部100a的上游端，在第2配管的前段部100a中為位置最高的構成，流通於第2配管的前段部100a的原料之中氣化原料的一部分液化而成的液體原料可以藉著原料回收裝置30B效率佳地回收。

【0042】如圖3所示，原料回收裝置30B的下游端與熱解反應器50的上游端，透過第2配管的後段部100b連接，第2配管的後段部100b的上游端，在第2配管的後段部100b中為位置最低的構成為佳。藉著第2配管的後段部100b的上游端，在第2配管的後段部100b中為位置最低的構成，流通於第2配管的後段部100b的氣化原料的一部分，即使液化也可以藉著原料回收裝置30B效率佳地回收液化而成的液體原料。

【0043】如圖3所示，過熱器40B的下游端與熱解反應器50的上游端，透過第2配管100(第2配管的前段部100a及後段部100b)連接，第2配管100的上游端，在第2配管100中為位置最高的構成為佳。藉著第2配管100的上游端，在第2配管100中為位置最高的構成，流通於第2配管100的氣化原料的一部分即使液化也可以藉著原料回收裝置30B效率佳地回收液化而成的液體原料。

【0044】在原料回收裝置30B被回收的液體原料，被送至回收罐42。回收罐42，由容易回收液體原料的觀點來看，以配置於比原料回收裝置30B更低的位置為佳。回收罐42，可以藉由隔開閥35e、抽出閥41控制液體原料。此

外，回收罐 42，可以藉由壓力泵 36、隔開閥 35e 及抽出閥 41 調整回收罐 42 的壓力。回收罐 42 的壓力，可以藉由壓力計 PI 來確認。

在原料回收裝置 30B 被回收的液體原料，總是通過隔開閥 35e 流入回收罐 42。往回收罐 42 的回收量，可以藉由設置在回收罐 42 的液面確認窗等液面計 LI 來確認。回收貯留於回收罐 42 的液體原料的場合，關閉隔開閥 35e 之後，打開氮氣閥 37a 由氮氣供給裝置 37 將氮氣導入回收罐 42 內直到返回常壓，開放抽出閥 41。回收後關閉抽出閥 41、氮氣閥 37a，開放隔開閥 36a 以壓力泵 36 調整為與製造裝置全體為相同壓力之後開放隔開閥 35e 成為可以回收液體原料的狀態。

原料回收裝置 30B 的溫度，從在蒸發器 20B 產生而在過熱器 40B 過熱的氣化原料不凝縮的溫度範圍來適當選擇。回收罐 42 的溫度，只要是回收的液體原料不凝固的溫度即可。

【0045】在原料回收裝置 30B 回收的液體原料，以供給至蒸發器 20B 為佳。於圖 3 所示的第 2 製造裝置，在回收罐 42 回收的液體原料供給至蒸發器 20B。此外，於圖 3 所示的第 2 製造裝置，在回收罐 21 回收的液體原料也供給至蒸發器 20B 為佳。藉著將回收的液體原料再度供給至蒸發器，可以實現原料的有效率的利用。

【0046】於圖 3 所示的製造裝置，以第 2 配管的後段部 100b，被連接於原料回收裝置 30B 的側面或上面的構成為

佳。藉由第2配管的後段部100b被連接於原料回收裝置30B的側面或上面的構成，可以抑制在原料回收裝置30B回收的液體原料流入第2配管的後段部100b。

【0047】於圖3所示的第2製造裝置，亦可為原料回收裝置30B的下游端與熱解反應器50的上游端被接合的構成。藉著原料回收裝置30B的下游端與熱解反應器50的上游端被接合的構成，可以把在原料回收裝置30B回收液體原料之後氣化原料直接送至熱解反應器50。總之，可以防止在原料回收裝置30B與熱解反應器50之間，有氣化原料的一部分液化。

【0048】此外，於圖3所示的製造裝置，替代原料回收裝置30B、隔開閥35e、壓力泵36、回收罐42、抽出閥41，而設圖2之原料回收裝置30A、隔開閥35a~35d、壓力泵36、回收罐42、抽出閥41亦可。

【0049】

[熱解裝置]

相關於本發明的實施形態之熱解裝置，具備：可使原料蒸發而產生氣化原料之蒸發器，被連接於蒸發器，可使氣化原料成為比N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高5℃的溫度(N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點+5℃)以上200℃以下進行過熱之過熱器，被連接於過熱器，可使過熱的氣化原料熱解的熱解反應器；進而因應需要而具備前述之原料回收裝置、冷卻器、反應液承受器、回收罐、氮氣供給裝置、壓力泵、隔開閥、氮

氣閥、抽出閥、第1配管、第2配管、液面計、馬達、壓力計等。

使用相關於本發明的實施形態之熱解裝置，適宜地實施前述之相關於本發明的實施形態之N-乙烯基乙醯胺之製造方法。

[實施例]

【0050】以下，根據實施例更具體地說明本發明，但本發明只要在不超出其要旨的情況下，並不以後述的實施例為限。

【0051】

(實施例1)

使用圖2所示之製造裝置。

蒸發器為流下液膜式蒸發器，具有在外殼內部設置多數軟管，使液體於這些軟管的內壁流下的構造之殼及管型蒸發器(管徑：25.4mm、管長：2500mm、管數：22根)。

於蒸發器的外殼側導入0.7MPaG(表壓)(溫度170℃)的飽和蒸汽，於軟管側，把液體原料之N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺，藉由設置於反應液承受器的減壓設備(壓力泵)，在設定於20kPa(絕對壓力)之減壓條件下，以20kg/h之供給速度，流下於軟管內壁的方式供給而使其蒸發。此時蒸發器出口的氣體溫度為160℃(之N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺在20kPa(絕對壓力)之沸點)。

原料回收裝置，於上下設置外徑267.4mm之凸緣，分

別接合於蒸發器與過熱器。於原料回收裝置的筒部(套筒)導入0.7MPaG(表壓)之飽和蒸汽以氣化原料不凝縮的方式加熱。

過熱器，使用與蒸發器同樣的在外殼內部設置多數軟管的殼及管型過熱器(管徑：25.4mm、管長：390mm、管數：22根)。於過熱器的外殼側導入1.85MPaG(表壓)(溫度211℃)之飽和蒸汽，進行對在前述蒸發器產生的製程氣體(氣化原料)提供5.65kJ/mol之熱量，進行過熱。過熱器出口的氣體溫度為185℃(160℃+25℃)。

熱解反應器之軟管，藉由電磁感應加熱而加熱至440℃，被導入軟管內部的氣化原料在減壓條件下熱解，得到N-乙烷基乙醯胺。

以前述條件實施90天的連續運轉，並未發生問題。

【0052】

(實施例2)

與實施例1同樣使用圖2所示的製造裝置，除了以使過熱器出口的製程氣體溫度成為175℃(160℃+15℃)的方式，對蒸發器產生的製程氣體(氣化原料)提供3.39kJ/mol之熱量進行過熱以外，以與實施例1同樣的運轉條件，繼續地實施90天的連續運轉，並未發生問題。

【0053】

(實施例3)

與實施例1同樣使用圖2所示的製造裝置，除了以使過熱器出口的製程氣體溫度成為195℃(160℃+35℃)的方

式，對蒸發器產生的製程氣體(氣化原料)提供 7.91kJ/mol 之熱量進行過熱以外，以與實施例1同樣的運轉條件，繼續地實施90天的連續運轉，並未發生問題。

【0054】

(比較例1)

於實施例1的圖2所示的製造裝置除了不具備過熱器以外，以與實施例1同樣的製造裝置及運轉條件實施連續運轉時，從開始運轉起第45天確認了熱解反應器的溫度變亂，成為無法控制，所以停止運轉。開放檢修製造裝置時，發現產生瀝青狀及固體狀的凝集物(harz)阻塞住熱解反應器的入口部。

【0055】

(比較例2)

與實施例1同樣使用圖2所示的製造裝置，除了以使過熱器出口的製程氣體溫度成為 162°C ($160^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$)的方式，對蒸發器產生的製程氣體(氣化原料)提供 0.45kJ/mol 之熱量進行過熱以外，以與實施例1同樣的運轉條件，繼續地實施連續運轉，從開始運轉起第54天確認了熱解反應器的溫度變亂，成為無法控制，所以停止運轉。開放檢修製造裝置時，發現產生瀝青狀及固體狀的凝集物(harz)阻塞住熱解反應器的入口部。

[產業上利用可能性]

【0056】以本發明的之製造方法所得到的N-乙烷基乙

醯胺，除了用於凝集劑、液體吸收劑及增黏劑等的 N-乙烯基乙醯胺系高分子的製造以外，於多方面的產業上用途也是有用的單體。

【符號說明】

【0057】

10:原料供給裝置

11:隔開閥

12～14:配管

20A,20B:蒸發器

21:回收罐

22a:隔開閥

22b:抽出閥

30A,30B:原料回收裝置

31:流通抑制部

32:筒部

33:回收部

34:排出配管

35a～35e:隔開閥

36,71:壓力泵

36a:隔開閥

37:氮氣供給裝置

37a:氮氣閥

40A,40B:過熱器

41:抽出閥
 42:回收罐
 50:熱解反應器
 60:冷卻器
 70:反應液承接器
 90:第1配管
 95:配管
 100:第2配管
 100a:前段部
 100b:後段部
 LI:液面計
 M:馬達
 PI:壓力計
 S1:供給步驟
 S2:蒸發步驟
 S3:回收步驟
 S4:過熱步驟
 S5:熱解步驟

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種N-乙烷基乙醯胺之製造方法，包含：

將含有N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺(MEA)的原料供給至蒸發器之供給步驟，

以前述蒸發器使前述原料蒸發而使其成為氣化原料之蒸發步驟，

將前述氣化原料供給至過熱器，以使前述氣化原料之過熱溫度成為比前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高 5°C 的溫度(前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點 $+5^{\circ}\text{C}$)以上 200°C 以下的方式使前述氣化原料過熱之過熱步驟，

將已過熱的前述氣化原料供給至熱解反應器，進行熱解之熱解步驟；

前述原料中之前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量為80~100質量百分比(質量%)。

【請求項2】一種N-乙烷基乙醯胺之製造方法，包含：

將含有N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺(MEA)的原料供給至蒸發器之供給步驟，

以前述蒸發器使前述原料蒸發而使其成為氣化原料之蒸發步驟，

將前述氣化原料供給至過熱器，對前述氣化原料賦予 1.0kJ/mol 以上之熱量使前述氣化原料過熱之過熱步驟，

將已過熱的前述氯化原料供給至熱解反應器，進行熱解之熱解步驟；

前述原料中之前述N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的含量為80～100質量百分比(質量%)。

【請求項3】如請求項1或2之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述蒸發步驟在減壓下進行。

【請求項4】如請求項1～3之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述熱解步驟在減壓下進行。

【請求項5】如請求項1～4之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述蒸發器為流下液膜式。

【請求項6】如請求項1～4之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述蒸發器為強制液膜式。

【請求項7】如請求項1～6之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述蒸發器的下游端與前述過熱器的上游端，透過第1配管連接，前述第1配管的下游端的位置，在前述第1配管中為最高。

【請求項8】如請求項1～7之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述過熱器的下游端與前述熱解反應器的上游端，透

過第2配管連接，前述第2配管的上游端的位置，在前述第2配管中為最高。

【請求項9】如請求項1～8之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述蒸發步驟與前述熱解步驟之間，進而包含把被供給至前述蒸發器的前述原料中之未氣化的液體原料及前述氣化原料的一部分液化而成的液體原料予以回收之回收步驟；

前述回收步驟，係藉由前述蒸發器與前述熱解反應器之間所具備的原料回收裝置，回收前述液體原料之步驟。

【請求項10】如請求項9之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述蒸發器的下游端與前述原料回收裝置的上游端接合著。

【請求項11】如請求項9或10之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述原料回收裝置的下游端與前述過熱器的上游端接合著。

【請求項12】如請求項9～11之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述氣化原料，於經過前述原料回收裝置後被供給至前述熱解反應器。

【請求項13】如請求項9～12之任一之N-乙烯基乙醯胺之製造方法，其中

前述原料回收裝置，具有：

供前述氯化原料流通的筒部、

使流通於前述筒部內的前述氯化原料的氣流的一部分或全部衝突，將被供給至前述蒸發器的前述原料中之未氣化的液體原料以及前述氯化原料的一部分液化而成的液體原料予以回收之回收部、以及

將藉由前述回收部回收的前述液體原料排出至前述筒部的外部之排出配管。

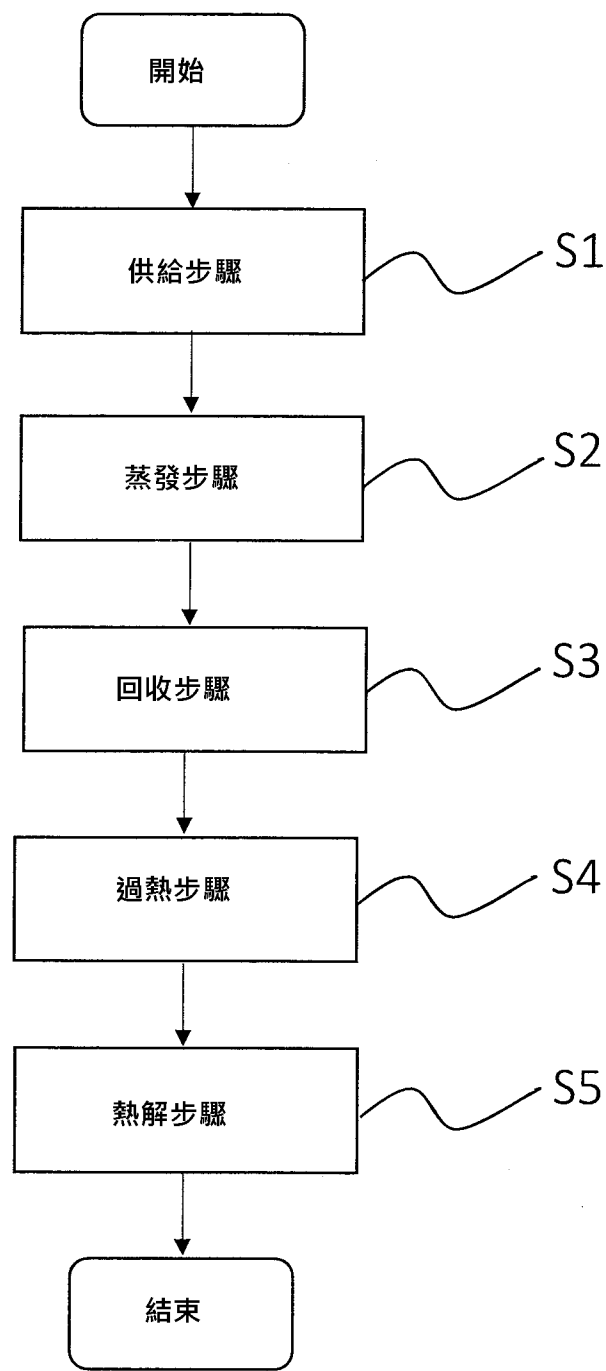
【請求項14】一種熱解裝置，具備：

可使原料蒸發而產生氯化原料之蒸發器，

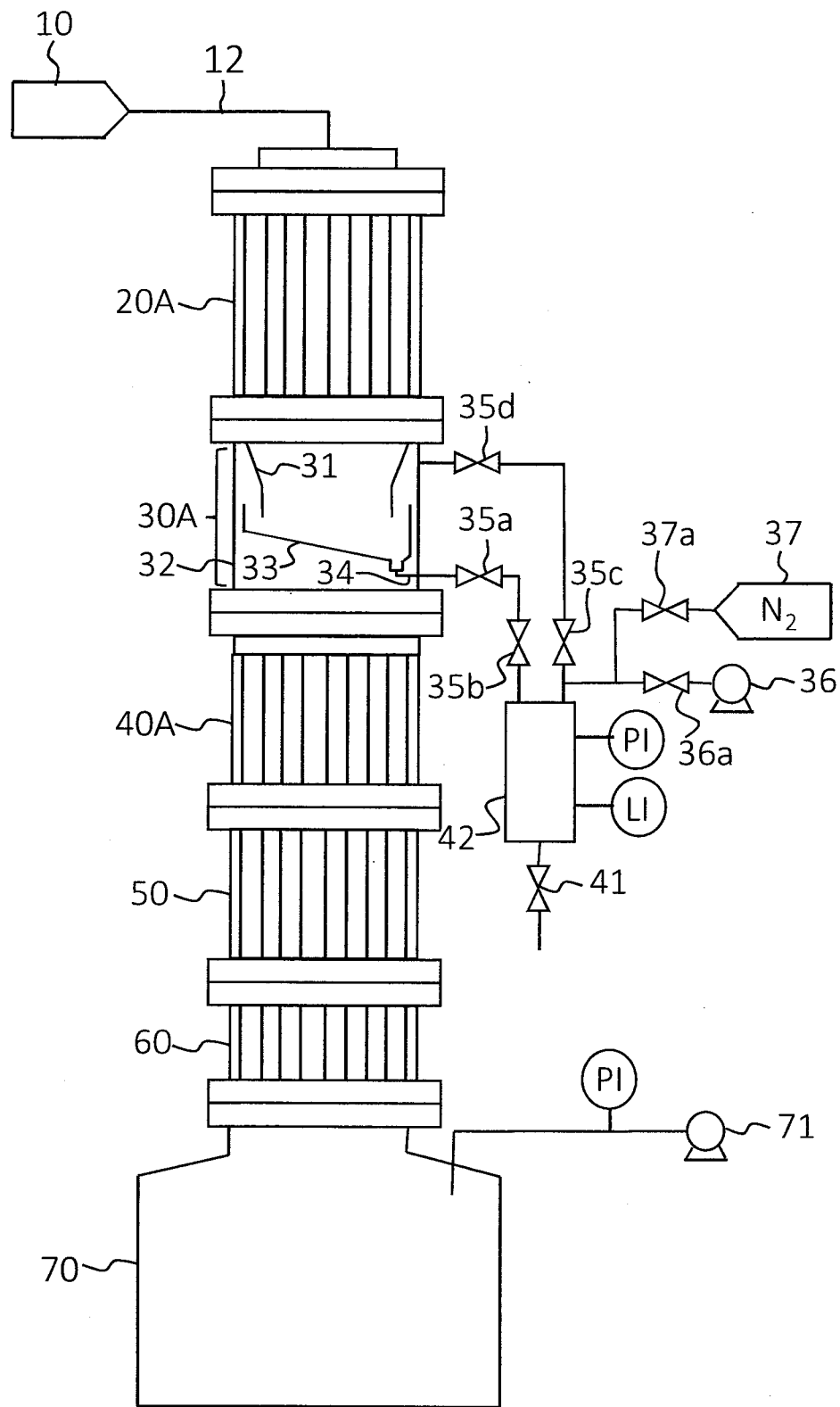
被連接於前述蒸發器，可使前述氯化原料成為比 N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點還高 5℃ 的溫度(前述 N-(1-甲氧基乙基)乙醯胺的過熱器內壓下之沸點 +5℃)以上 200℃ 以下進行過熱之過熱器，以及

被連接於前述過熱器，可使已過熱的前述氯化原料熱解的熱解反應器。

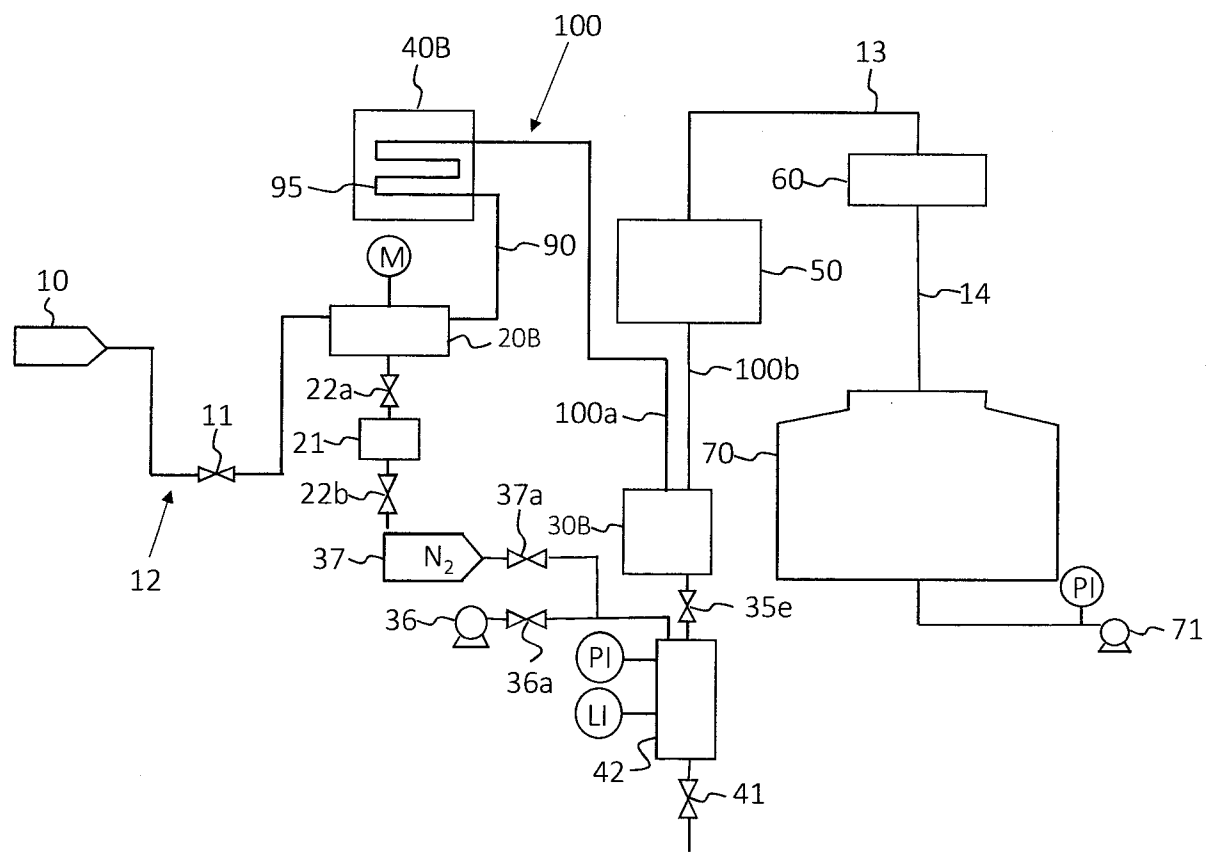
【發明圖式】



【圖 1】



【圖 2】



【圖 3】