

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6144694号
(P6144694)

(45) 発行日 平成29年6月7日(2017.6.7)

(24) 登録日 平成29年5月19日(2017.5.19)

(51) Int.Cl. F I
B O I D 3/32 (2006.01) B O I D 3/32 D

請求項の数 20 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2014-544801 (P2014-544801)	(73) 特許権者	512225379
(86) (22) 出願日	平成24年11月26日(2012.11.26)		セラニーズ・インターナショナル・コーポレーション
(65) 公表番号	特表2015-500139 (P2015-500139A)		アメリカ合衆国 テキサス州 75039
(43) 公表日	平成27年1月5日(2015.1.5)		,アーヴィング,ダブリュー.ラス コリナス
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/066539		ブルバード 222, スウィート
(87) 国際公開番号	W02013/081973		900エヌ
(87) 国際公開日	平成25年6月6日(2013.6.6)	(74) 代理人	100071010
審査請求日	平成26年12月12日(2014.12.12)		弁理士 山崎 行造
(31) 優先権主張番号	13/309,783	(74) 代理人	100118647
(32) 優先日	平成23年12月2日(2011.12.2)		弁理士 赤松 利昭
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100138438
			弁理士 尾首 亘聰
		(74) 代理人	100138519
			弁理士 奥谷 雅子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 拡大された降水管を備えた蒸留塔及び降水管の拡大方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

蒸留塔であって、

上下方向に延びる蒸留ハウジングと、

複数のトレイアセンブリを備えており、そのトレイアセンブリの少なくとも一つが、水平方向に延びるトレイパネルと降水管を規定する降水管パネルアセンブリを持ち、その降水管は、下方向に、その断面が低減する上部領域とその断面が実質的に一定の下部領域を有し、

前記降水管パネルアセンブリが、トレイパネルの外縁部から下方向に向けて離れる様に延伸し、蒸留ハウジングに向けてある角度で延伸する頂部降水管パネル及び前記頂部降水管パネルの左右両側縁に取り付けられた左右の傾斜ボルト棒を含み、

前記左右の傾斜ボルト棒のそれぞれが、前記頂部降水管パネルに取り付けられた三角形の側部が前記蒸留ハウジングの内壁と前記頂部降水管パネルの左右両側縁のそれぞれとの間のギャップを埋めるように、前記三角形の側部を含み、

前記三角形の側部の内縁が、前記頂部降水管パネルの外縁と並行し、

前記三角形の側部の外縁の、前記三角形の側部の内縁からの変位距離が、下方向に向うに従って低減しており、及び

前記蒸留ハウジング、前記頂部降水管パネル及び前記左右の傾斜ボルト棒が、前記降水管の前記上部領域を規定する、

前記蒸留塔。

10

20

【請求項 2】

前記トレイパネルが降水管パネルアセンブリーの上部端に隣接する外縁部を含む、請求項 1 の蒸留塔。

【請求項 3】

前記トレイパネルの外縁部及び蒸留ハウジングの対向する側面が、前記降水管の上部領域を規定する、請求項 2 の蒸留塔。

【請求項 4】

さらに、前記トレイパネルの外縁部に沿って配置され、そしてそこから垂直上方向に延びる堰を含む、請求項 2 の蒸留塔。

【請求項 5】

前記降水管パネルアセンブリーが、頂部降水管パネルから実質的に下方に垂直に延びる底部降水管パネル、及び前記底部降水管パネルを支持する垂直部分を持つ支持構造をさらに含み、前記蒸留ハウジング、前記底部降水管パネル、及び前記支持構造が前記降水管の前記下部領域を規定する、請求項 2 の蒸留塔。

10

【請求項 6】

前記底部降水管パネル及び前記蒸留ハウジングが下部降水管領域を規定する、請求項 5 の蒸留塔。

【請求項 7】

前記少なくとも一つのトレイアセンブリーが、前記底部降水管パネルを支持する垂直部分を持つ支持構造を含み、そしてさらに下部の降水管領域を規定する、請求項 6 の蒸留塔。

20

【請求項 8】

前記左右の傾斜ボルト棒のそれぞれが、前記三角形の側部の頂部から実質的に垂直上方向に延伸する延伸部分をさらに含む、請求項 6 の蒸留塔。

【請求項 9】

前記延伸部分に接続され、前記外縁部に沿って配置され、そこから垂直に延びる堰を含む、請求項 8 の蒸留塔。

【請求項 10】

降水管が、垂直軸に沿って実質的に一定の断面領域のチャンネルを規定する上部及び下部領域を含む、蒸留塔の降水管の上部領域を改良する方法であって、前記方法は、前記降水管の上部領域のサイズを調整して、下方向に向けて断面を減少させるチャンネルを規定し、一方前記降水管の下部領域のサイズは一定に保持して、下方向に沿って実質的に一定の断面を持つチャンネルを規定することを含み、前記調整された上部降水管の領域の容量は、下部降水管の領域の容量より大きい、前記方法。

30

【請求項 11】

前記蒸留塔が、蒸留ハウジングと、複数のトレイアセンブリーを備えており、そのトレイアセンブリーの少なくとも一つが、実質的に円形であり、そして第 1 の外縁部を持つ、水平方向に延伸するトレイパネルを備え、上部降水管の領域の開口部は、前記第 1 の外縁部と前記蒸留ハウジングにより規定される、請求項 10 の方法。

40

【請求項 12】

前記サイズ調整することには、

前記第 1 の外縁部より蒸留塔の中心軸に近い第 2 の外縁部を形成することによりトレイパネルのサイズを調整すること、及び

下方に延伸する頂部降水管パネルであって、前記パネルは、第 2 の外縁部から離れる様に、及び下方向に向けてある角度で前記蒸留ハウジングに向う方向に延伸し、第 2 の外縁部、頂部降水管パネル及び蒸留ハウジングがサイズの調整された上部降水管を形成することを含む、請求項 11 の方法。

【請求項 13】

前記サイズの調整された上部降水管領域の容量は、調整前の降水管領域の容量より少なく

50

とも20%大きい、請求項10の方法。

【請求項14】

前記サイズの調整された上部降水管領域の容量は、調整前の降水管領域の容量より少なくとも30%大きい、請求項10の方法。

【請求項15】

複数のトレイアセンブリであって、その中の少なくとも一つは縁部を持つ、水平方向に延伸するトレイパネルを持つトレイアセンブリ、及び、垂直軸に沿って、下方向に向けて実質的に一定の断面の降水管を規定するトレイパネルの縁部に沿って結合されている、垂直方向に配向された降水管パネルアセンブリを含む蒸留塔の降水管を改良する方法であり、前記方法は、

前記トレイパネルの縁部からパネルアセンブリを分離し、

新たな縁部を形成するために前記縁部に平行にトレイパネルの一部を除去し、

前記トレイパネルの新たな縁部に向けて前記パネルアセンブリの上部部分を移動させると共に、蒸留塔内の同じ垂直位置にパネルアセンブリの下部部分を維持し、及び

前記トレイパネルの新たな縁部に沿って前記パネルアセンブリの上部部分を結合させ、それにより前記パネルアセンブリは、下方向に向けて、その断面が低減する上部降水管領域及び実質的に一定の断面の下部降水管領域を規定する、ことを含む、前記方法。

【請求項16】

前記トレイパネルの十分な部分が除去され、その結果降水管の頂部断面積が少なくとも30%増大する、請求項15の方法。

【請求項17】

前記トレイパネルの十分な部分が除去され、その結果降水管の頂部断面積が少なくとも50%増大する、請求項15の方法。

【請求項18】

前記パネルアセンブリが、上部パネル及び下部パネルを含み、前記上部パネルは、前記トレイパネルの新たな縁部に向けてある角度旋回しており、前記下部パネルは、蒸留塔内の同じ垂直位置に維持される、請求項15の方法。

【請求項19】

堰が前記トレイパネルの縁部に沿って設けられている請求項15の方法であり、前記方法は、さらに新たな縁部を形成するためにその縁部に平行に前記トレイパネルの一部を除去する前に、堰を除去するステップ、そして、堰を新たな縁部に沿って設けることにより再使用するステップを含む、前記方法。

【請求項20】

少なくとも一つのトレイアセンブリが、垂直に配向された前記パネルアセンブリを支持する蒸留ハウジングから延伸する垂直に配向された支持構造を含む請求項19の方法であり、前記方法は、さらに下部パネルに対してある角度で前記上部パネルを支持するために蒸留塔の内部壁に傾斜した支持構造を取付けると共に、下部パネルを支持するために蒸留塔内に垂直に配向した支持構造を維持することを含む、前記方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は2011年12月2日に出願された米国特許出願、出願番号13/309,783に基づく優先権を主張するものであり、この出願の内容の全ては参照により本明細書に組み入れられる。

【0002】

本発明は一般的に、水流から過マンガン酸塩還元化合物、例えば、アルデヒド、を分離するために使用されるタイプの蒸留塔に関し、特に、より高い操業度を可能にする広い降水管を持つトレイを備えた蒸留塔に関し及びその様な蒸留塔に広い降水管を取付ける方法に関する。

【背景技術】

【0003】

10

20

30

40

50

酢酸の合成プロセスにおいて広く使用され、商業的に成功しているプロセスは、一酸化炭素によりメタノールを触媒を使ってカルボニル化することを含む。カルボニル化触媒は、通常ロジウム及び/又はイリジウム及び通常ヨウ化メチルであるハロゲン促進剤を含む。反応は、触媒が溶解される液体反応媒体により一酸化炭素を連続して泡立たせることにより実行される。メタノールに加えて、反応媒体はまた酢酸メチル、水、ヨウ化メチル及び触媒を含む。

【0004】

反応器から得られる粗酢酸製品は不純物を除去するために精製システムを通す。これらの不純物は微量で存在することもあるが、特に反応プロセスを通して循環するため酢酸の品質に影響する。これらの不純物は通常過マンガン酸塩還元化合物（PRCS）と呼ばれる飽和及び不飽和カルボニル化合物を含む。PRCSは、例えば、アセトアルデヒド、アセトン、メチルエチルケトン、ブチルアルデヒド、クロトンアルデヒド、2-エチルクロトンアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド等及びそれらのアルドール縮合製品を含んでも良い。

【0005】

その様なPRCSは一以上の蒸留塔を介して除去することができる。例えば、米国特許第6,143,930および6,339,171（その全体は参照により本明細書に組み込まれる）には、高純度の酢酸を製造するための二段階蒸留法が開示されており、中間プロセス流の軽い相、例えば、ライトエンドカラムの蒸留物の軽い相は第一の蒸留塔で蒸留される。プロセス流のこの軽い相は、種々の濃度の酢酸メチル、メタノール、ヨウ化メチル、ジ-メチルエテル、酢酸およびアセトアルデヒドと共に主として水を含み、そして第一の蒸留塔は、PRCS、及び特にそのオーバーヘッド流中のアセトアルデヒドを濃縮する。PRCSおよびヨウ化アルキルは、次いで精留およびストリッピング部の蒸気-液体接触トリアセンブリーの縦方向に配置されたスタックを含む第二の蒸留塔のプロセス流から除去される。蒸気-液体接触トリアセンブリーは、例えば、上方に流れる蒸気流及び下方に流れる液体流の間の接触を容易にするために物質移動カラム又は交換カラムで使用される。各トリアセンブリーは、トレイパネル、降水管、堰を備えている。トレイパネルが、その上を液体流が流れることができる様に、水平の表面を提供する様にカラム内に配置されている。トレイパネルの大部分の領域は、蒸気がトレイパネルを通過して上方に流れて、トレイパネルの最上部表面に亘って流れる液体と相互反応をする様に開口部の模様をしている。蒸気-液体相互反応がこの領域で起きるため、開口部を含むトレイパネルの領域はアクティブトレイ領域と呼ばれる。

【0006】

運転中、プロセス流の前述の軽い相は、蒸留塔の中間部に供給されカラムのストリッピング部を形成する底部トレイの上をカスケード流で流れる。供給（feed）物から昇る沸騰蒸気は、カラムの頂部に上昇し、そこで回収、凝縮され、カラムの精留部を形成するカラムの最上部トレイに還流として再導入される。

【0007】

第二の蒸留塔の目的の一つは、蒸留物流と共に入ってくる供給成分であるアセトアルデヒド成分の> 98%を回収することである。これは、供給（フィード）の還流に対する比を変え及び圧力を一定にしつつカラムの底部の温度を変えることによって達成される。他の目的は、可能な限り高い生産性を達成することである。供給速度および還流速度の両方が増加するにつれて、蒸留塔内の頂部（精留）及び底部（ストリッピング）の水圧容量は拡がりアンバランスになることが分かった。具体的には、頂部の圧力降下は、水圧（蒸気および液体）の負荷の増加に伴ってほぼ直線的に増加する。対照的に、底部の圧力降下は指数関数的に急速に増大して、それにより底部を浸水させることになり、その結果カラムの全体の運転を無駄なものにする。特に、ストリッピング部におけるフラッディング（水浸し）は、頂部と底部の両方のトレイの頂部降水管領域における不十分な開口領域に起因する、底部トレイ上の供給される液体の発泡によって引き起こされることが現在判っている。泡立ちの問題を回避し、生産を増大させる一つの方法は、蒸留塔の既存のトレーを、より

10

20

30

40

50

大きな領域を持つ降水管を提供することができるようなサイズの、新しいトレイに完全に交換することであろう。しかしながら、このような解決方法は、トレイの再設計を必要とし、再設計されたトレイの全ての構成品を受託製造する必要があり、古いトレイを完全に除去し、そして新しいものを設置する必要があり、コストが高い。さらに、既存のトレイをすべて除去し、新しいものを設置するために必要なダウンタイムが、かなりの時間となるであろう。

【0008】

別の解決策は、水侵しを起こしているトレイの泡立ちを避けつつ、供給及び還流量のより大きな割合を処理するために蒸留塔内の温度、圧力及び供給量に対する還流の比を調整することであろう。しかしながら、運転パラメータにおけるこのような調整は、最終生成物中の不純物を大量に増大させることになり、そのため、蒸留物流と共に導入される供給成分中のアセトアルデヒド成分> 98%を回収するという目的の達成を危うくする。

10

【0009】

供給及び還流の比率が高い流れを扱うことの出来る蒸留塔及びその様な蒸留塔を用いるプロセスへの需要が存在しており、それらの蒸留塔及びプロセスの使用により、トレイの水侵し(フラッキング)及び既存のトレイの完全な再設計及び取替えに起因する高いコストを減少させ又は排除することができる。

【発明の概要】

【0010】

本発明は、その上部部分に関して拡大された降水管を提供する新規のトレイアセンブリーを有する蒸留塔を設けることにより上記課題を解決する。この目的の達成のために、本発明の蒸留塔は、垂直方向に延びる蒸留ハウジングと、複数のトレイアセンブリーを備えており、そのトレイアセンブリーの少なくとも一つが、水平方向に延びるトレイパネルと降水管を規定する降水管パネルアセンブリーとを持ち、その降水管は、下方向に、その断面が低減する漏斗状の上部領域及びその断面が実質的に一定の下部領域を有する。

20

【0011】

好ましい実施の態様においては、トレイパネルは蒸留ハウジングの内径に適合するように実質的に円形であり、直線状外縁部を有する。トレイパネルの外縁及び蒸留ハウジングの内面が降水管の開口部を画定する。堰は外縁に沿って配置され、そこから垂直に上方に延びている。新規のトレイアセンブリーは、拡大された上部降水管領域を画定する蒸留ハウジングに向かってある角度でトレイパネルの外縁から下方に向かって離れる様に延伸する頂部ダウンカマーパネルを含む。角度のついた頂部パネルは、上部の降水管領域に「漏斗状」の輪郭を与える。「漏斗状」の輪郭は下部降水管領域に対して相対的に拡大した断面積を有する。新規のトレイアセンブリーは、降水管の頂部パネルの底部端から垂直方向下方に延びる降水管底部パネルを更に含む。降水管底部パネルは、縦方向に実質的に一定の断面積を有する降水管下部領域を画定する。

30

【0012】

本発明の蒸留塔は、その上部端に小さい領域を有する降水管を有する蒸留塔と同じ又はより少ないシート材料を使用する、その上端により大きい領域を有する降水管を提供するものであり、これは優位な点である。さらに、既存のトレイを設けた蒸留塔は、通常、垂直方向に配向の頂部および底部パネルによって規定された降水管を有するため、本発明の拡大された降水管の設計は容易に既存の蒸留塔に後付けすることができる。

40

【0013】

したがって、本発明はさらに、複数のトレイアセンブリーを含む蒸留塔において、降水管の上部端の容積を増加させるための方法を含み、トレイアセンブリーの少なくとも一つは縁を有する水平方向に延びるトレイパネルと、垂直方向に配向の頂部および底部パネルを含む降水管を含んでいる。この方法の第一工程において、堰は、トレイパネルから除去され、トレイパネルはトレイアセンブリーから切り離される。外側のトレイの縁に平行なトレイパネルの部分は、切断されて新しい縁を形成している。その後頂部降水管パネルが除去され、そして新しい傾斜支持構造は、好ましくは傾斜ボルト棒の形でコラムハウジング

50

の内壁に取り付けられる。そしてカットされたトレイパネルが再設置される。頂部降水管パネルは、前の垂直方向から旋回した新しい方向で、傾斜支持構造上に再設置される。しかし、底部降水管パネルは除去されず、蒸留塔内の同じ垂直位置に維持される。頂部降水管パネルが傾斜支持構造に再設置される場合、このパネルの上部端はトレイパネルの新たな外部端に当接し、そしてこのパネルの底部端は底部降水管パネルの頂部端に接している。その結果、再設置された頂部降水管パネルは、下方方向にその断面積が減少する、拡大された、漏斗状の上部降水管領域を画定する。一方、底部のパネルは、下方方向に実質的に一定の断面積を有する下部降水管領域を画定する。

【図面の簡単な説明】

【0014】

本発明を添付図面を参照して以下に詳細に説明する。ここに同じ番号は同じ部分を示す。

【図1】図1は、本発明の蒸留塔が特に適用されるPRC除去部（PRS）の系統図である。

【図2A】図2Aは、その中で使用される従来のトレイアセンブリーを示す従来技術のPRS蒸留塔の側面断面図である。

【図2B】図2Bは、図2Aの丸で囲んだ部分の拡大図である。

【図2C】図2Cは、内部に従来のトレイアセンブリーの1つの平面図を示す、図2Aの従来技術の蒸留塔の水平断面図である。

【図2D】図2Dは、図2Cの線2D-2Dに沿った蒸留塔の側面断面図である。本発明を実施するために使用される傾斜ボルト棒をより良く示すために底部ボルト棒は中間で切断されている。

【図3A】図3Aは、その中で使用される拡大された降水管を有する改良されたトレイアセンブリーを示す、本発明のPRS蒸留塔の側面断面図である。

【図3B】図3Bは、図3Aの丸で囲んだ部分の拡大図である。

【図3C】図3Cは、その中に改良されたトレイアセンブリーの1つの平面図を示す、図3Aの本発明の蒸留塔の水平断面図である。

【図3D】図3Dは、図3Cの線3D-3Dに沿った蒸留塔の側面断面図である。

【図4】図4A、4Bおよび4Cは、改良されたトレイアセンブリーで使用される新しい角度付きボルト棒の1つの正面図、側面断面図、及び平面図である。

【発明の詳細な説明】

【0015】

図1を参照して説明すると、本発明の蒸留塔は、均一な触媒反応系において、メタノールの一酸化炭素によるカルボニル化のための精製システム101における使用に特に適合しており、触媒反応系は反応溶媒、メタノールおよび/またはその反応誘導体、第VIII族触媒、少なくとも有限濃度の水、および任意にヨウ化物塩を含む。このような精製システム101は、好ましくは反応器内のみならず、システム全体を通して水と酢酸含有量を制御すると共に、さらにPRCsの除去を制御するものであるのが良い。PRCsとしては、例えば、アセトアルデヒド、アセトン、メチルエチルケトン、ブチルアルデヒド、クロトンアルデヒド、2-エチルクロトンアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド等のような化合物及びそれらのアルドール縮合生成物が挙げられる。

【0016】

運転中において、粗酢酸生成物100は反応部（図示せず）から精製システム101に導かれる。精製システム101は、PRC除去部（「PRS」）102、ライトエンド蒸留塔103及びオーバーヘッドデカンタ104を含む。ライトエンド蒸留塔103では、粗酢酸生成物100は、オーバーヘッド蒸気流105、サイドストリーム（側流）106を介して除去されるのが好ましい精製酢酸生成物及び任意選択的なライトエンド残留物流107に分離される。米国特許番号6,627,770（本文献は参照により本明細書に組み入れられる）に記載されているように、サイドストリーム106を介して除去された酢酸は、水及び/又は任意選択的なヘビーエンドカラム（図示せず）から酢酸を選択的に分離する乾燥カラム（図示せず）及び任意選択的な保護床（図示せず）におけると同様に、さらに精製されるのが良い。任意選択的に、サイドストリーム106の一部は、ライトエンドカラム（図示せず）、好ましくは、分離を向上させる

10

20

30

40

50

ためにライトエンド カラムからサイドストリーム106が除去される点より下にある点へ再循環されてもよい。任意のライトエンド残留物流107は、通常、重質成分、酢酸、水、及び同伴触媒を含むが、その全て又は一部は有利に反応部位に再循環することができる。塔頂蒸気流105はヨウ化メチル、酢酸メチル、ガス、水、メタノール、PRCs（例えば、アセトアルデヒド）、および酢酸を含む。一般に、より高い濃度のPRCsが通常存在し、特にアセトアルデヒドは、サイドストリーム106、または残留物流107よりも、ライトエンド カラム103を出る塔頂蒸気流105に高い濃度で存在する。オーバーヘッドデカンタ104に示すように、塔頂蒸気流105は、好ましくは凝縮され、塔頂相分離ユニットに導かれる。一般的に、塔頂蒸気流105は、ヨウ化メチル、酢酸メチル、PRCs、他のカルボニル成分及び水を凝縮し、二相に分離するのに十分な温度に冷却される。このように、一旦デカンタ104にあった塔頂蒸気流105は、軽い相と重い相の二相に分離するようにプロセスの条件が維持されるのが望ましい。例えば、水、水性流、ジメチルエーテル、及びこれらの混合物のような溶媒もまた、二相分離を促進するように使用することができる。非凝縮性ガスは、通気口流（図示せず）によって除去することができる。

10

【0017】

デカンタ104内の凝縮された重い相は、一般に、ヨウ化メチル、他のより重いハロゲン化アルキル、酢酸メチル、及びPRCsを含んでも良い。デカンタ104内の凝縮された重い液体相は、好都合なことには、ストリーム109を介して反応部に直接的または間接的に再循環させることができる。デカンタ104の凝縮された軽い相は、好ましくは、水、酢酸、及びPRCs、ならびにヨウ化メチル、酢酸メチル、メタノール、及び/又はヨウ化アルキルを多く含む。軽い相は、ストリーム110を介してデカンタ104から排出され、そして一または複数のアリコート流に分離することができる。ある実施の態様において、軽い相のストリーム110の最初の部分は、ストリーム111に示す様に、ライトエンド カラム103の最頂部に還流される。ストリーム112に示すように、軽い相のストリーム110の第2の部分は直接的または間接的にPRS102に導入される。好ましくは、軽い相のストリーム110の大部分は、ストリーム112によってPRS102に向けられるのが良い。追加の水が反応器内で所望又は必要とされる場合には、任意選択的に、軽い相のストリーム110の別の部分は、ストリーム113によって反応器に再循環させることができる。

20

【0018】

図示するように、ストリーム112は、そこからPRCsを除去するためにPRS102に導入される。図1に示すように、PRS102は、蒸留塔120および抽出器125を備える。他の実施の態様においては、PRS102は、2以上の蒸留塔および一または複数の抽出器を備えることができる。一以上の抽出器を備える典型的な2段階蒸留PRSは、米国特許第7,223,886に記載されている。同特許は参照により本明細書に組み入れられる。典型的な1段階蒸留PRSは米国特許第7,855,306に記載されている。同特許は参照により本明細書に組み入れられる。ストリーム112は、好ましくは、蒸留物流121及び底部流122を生成するために、蒸留塔120に供給される。蒸留塔120の温度及び圧力はそのオーバーヘッド流にPRCsを分離して導入するように制御される。このように、蒸留物流121は、底部流122に関してはPRCsが、好ましくは、アセトアルデヒドであるが、濃縮されている。ある実施の態様において、アセトアルデヒドについて言えば、ストリーム112からのアセトアルデヒドがその重量により、少なくとも80%、少なくとも95%または少なくとも98%が、蒸留物流121に分離される。蒸留物流121は、好ましくは、酢酸メチル、メタノール、水および/または酢酸を含まず、より好ましくはストリーム110/112の軽い相に比べて、4つ全てを欠いているのが良い。底部流122は、酢酸メチル、メタノール、水および/または酢酸を多く含み、望ましくは蒸留物流121に関して4つ全てを多く含むのが良い。底部流122は、デカンタ104を介して、および/または還流111を介してライトエンド カラム103にリサイクルすることができ、またリサイクルすることが好ましい。底部流122の一部はまた、反応部（図示せず）に戻すことができる。

30

40

【0019】

図1に示すように、蒸留物流121は凝縮され、デカンタ123で二相に分離される。凝縮され

50

た蒸留物流121の一部は、ライン124を介して蒸留塔120に還流させることができる。蒸留物流121の別の部分は水流127と共に、ライン126を介して抽出器125に供給することができる。ライン126の内容物は、必要に応じて、抽出器125に入る前に冷却器又は冷却装置（図示せず）を通過させて冷却していても良い。PRCsは、水性除去流129中において抽出器125中で除去されてもよい。除去流129は排水処理設備に送ることができる。抽出器125のラフィネート128は、ヨウ化メチルを含有し、必要に応じて、反応器に戻す、および/またはシステムから除去することができる。反応系内の水のバランスを維持するために、抽出器125で使用される水流127は内部流から得てもよい。

【0020】

ここで図2A、2B、2C及び2Dを参照すると、従来の蒸留塔120は、トレイアセンブリ202の上下方向に配置されたスタックを含んでいる細長い円筒形ハウジング200から形成される。軽い相のストリームがカラム120に入る点の上部のトレイアセンブリ202は、カラム120の精留部を形成し、一方、供給導入点の下にあるトレイアセンブリ202はカラム120のストリップング部を形成する。各トレイアセンブリ202は（図2Cに示す様に）、半パネル205a及び205bの対から形成された水平方向配向のアクティブトレイパネル204を含む。各トレイパネル204の周縁部は、実質的にハウジング200の内壁に外接するほぼ円形外縁部208、及び降水管開口部を提供するためにハウジング200の内壁から離間している直線、弦状外縁部210を有している。各トレイアセンブリ202のトレイパネル204の円形周縁はパネル支持リング211によって支持されている。支持リング211の外縁部は、円筒形ハウジング200の内壁の周囲に溶接され、トレイパネル204のための柵状支持体を提供する。トレイパネル204の円形の周縁部は、図示するように、支持リング211の上面にボルト止めされている。

【0021】

各トレイアセンブリ202は、さらにトレイパネル204の弦状外縁部210に完全に沿って延伸している堰212を含む。堰212は、弦状外縁部210の上を流れる液体を部分的に堰き止める垂直方向に配向されたフランジ213A、および所定の位置に堰212を確保するために、トレイパネル204の縁210に沿ってボルトで固定されている水平方向に配向の取付フランジ213bを含んでいる。各トレイアセンブリ202は、さらに頂部降水管パネル216と底部降水管パネル218を含む降水管パネルアセンブリ214を持つ。頂部降水管パネル216は、図示のように、トレイパネル204の直線状外縁部210及び堰取付フランジ213bに沿ってボルト止めされている上部取付フランジ217（図2Bにおいて最も良く見られる）を有している。頂部及び底部降水管パネル216、218は、図2Dにおいて最も良く見られる様に、その側縁に沿って、並列、垂直方向に配向された一对のボルト棒219a、219bによって取り付けられている。ボルト棒219a、219bの外縁は、円筒形ハウジング200の内壁に溶接されている。頂部及び底部降水管パネル216、218の側縁は、ボルト棒219a、219bの中央部にボルト留めされている。トレイアセンブリ202の各々に対して、降水管225は、パネルアセンブリ214と円筒形ハウジング200の内壁の対向部との間に画定される。また、隣接するトレイアセンブリ202は、好ましくは、互いに対して180°反対方向に配向されているのが良く、そのため図2Aに示すように、それぞれの下降管225が互い違いに配置されていることに留意すべきである。この従来技術の蒸留塔120においては、降水管225の垂直軸に沿った断面積は一定である。

【0022】

図1及び図2Aを参照して説明すると、運転中はプロセス流の軽い相からの供給物は、ライン100を介して蒸留塔112の中間部に入り、コラム112のストリップング部を形成する底部トレイアセンブリ202の上にカスケード流で流れる。具体的には、液体が上部トレイアセンブリ202の降水管225を通過して流れ、その下のトレイアセンブリ202のトレイパネル204の受領部227に衝突する。受領部から、液体がトレイパネル204の活性部229に向かって流れる。

【0023】

パネル204の受領部は不浸透性である。一方活性部は、気化した供給製品がトレイパネル2

10

20

30

40

50

04の活性領域を通過して上昇できるように開口（図示せず）を含んでも良い。これらの開口を通過して上方に流れる蒸気は、パネル204の活性領域上を流れる液体を泡立たせる。泡立てられた液体は、堰212を越えて、降水管パネル216と218に沿って、その下のトレイアセンブリ-202の受領領域の上に流れ、このプロセスが繰り返される。

【0024】

ライン100からの供給およびライン111からの還流の量が、蒸留塔120の精留部およびストリッピング部の両方の水圧容量以下であるとき、トレイアセンブリ-202は供給及び還流を、それが蒸留塔120に入る時と略同じ割合で効果的に蒸発させる。しかしながら、ライン100からの供給およびライン111からの還流の量がある点を超過して増加すると、カラム120のストリッピング部で問題が発生し始める。蒸留塔120内の精留部の圧力は、増大する水圧（蒸気と液体）負荷に比べて直線的に低下するが、蒸留塔120内のストリッピング部の圧力は、指数関数的に急速に低下する。その結果、精留部およびストリッピング部の水圧が不均衡となり、ストリッピング部のトレイアセンブリ-202が溢れる状態となり、その結果カラム120の運転が困難となる。このような降水管の洪水は、トレイアセンブリ-202における発泡により伝搬され、そして発泡はこれらのアセンブリ-202の降水管225の上部領域に十分なオープン領域がないことにより引き起こされる。

【0025】

図3A、3B、3Cおよび3Dは、降水管の洪水を避けることにより、供給ライン100からのより高い流量及びより高い還流率を実現することにより蒸留塔120の隘路を有利に解消し、それによって、PRC除去部102の生産性を向上させる、本発明の蒸留塔230を例示している。この目的のために、蒸留塔230は改良されたトレイアセンブリ-232が（好ましくはストリッピング部に）設けられており、そのトレイアセンブリ-232は降水管の上部領域のオープン領域が増大している。以下に詳細に説明するように、改良されたトレイアセンブリ-232は、簡便かつ安価に、従来のトレイアセンブリ-202を形成する材料を用いて蒸留塔内に後付けすることができる。本発明の実施形態においては、降水管の洪水を起こすことなく、有利に、生産性を少なくとも約10%、少なくとも20%、少なくとも30%、及び最大約35%まで増大させることができる。

【0026】

改良されたトレイ・アセンブリ-232は、従来のトレイ・アセンブリ-202とは2つの主要な点で異なる。まず、改良された各々のトレイアセンブリ-232の直線状外縁部234は、直線状外縁部210よりもカラム230のハウジング200の中心軸に近い位置に、離間して配置されており、それにより降水管の上部により大きな空間を提供する。好ましい実施形態では、直線状外縁部234は、反対側の壁200から（外縁部210に対して）距離「X」離れて（図3Cに示す）いるので、それにより降水管の上部部分の領域は約20%から50%増加し、好ましくは約30%～40%増加する。第2に頂部降水管パネル216は、従来のトレイアセンブリにあるのとは異なり、もはや垂直に配向されていない。代わりに、図3Aに最も良く示されるよう、縦軸に対して、約7から20度の間の角度、例えば11から15度の角度で配向されている。

【0027】

底部降水管パネル218は、従来のトレイアセンブリ-202と同様に、ハウジング200の内壁に沿って溶接された同じ様に垂直のボルト棒219a、219bによって垂直方向に保持される。しかしながら、頂部降水管パネル216は、パネル216の左右両側縁にボルト止めされた左右の傾斜ボルト棒235a、235bによって、傾斜した位置に取り付けられている。特に図4A、4Bおよび4Cを参照すると、傾斜ボルト棒235a及び235bは棒状ではないが、その代わりに、ハウジング200の内壁と、直線上外縁234を、図3Cに示す様に、距離「X」移動させることにより形成された頂部降水管パネル216との間のギャップを埋めるために、三角形の側部236を含む。傾斜ボルト棒235a、235bが図3Dに示すように配置された場合、これらの三角形の側部236の外縁部237は、ハウジング200の内壁に係合するような形状に形成されている。これらの外縁部237は、溶接によってハウジング200の内壁に密閉を成す様に取り付けられている。傾斜ボルト棒235a、235bのそれぞれは、堰212の端部とハウジング200

10

20

30

40

50

の内壁との間の隙間を埋める堰の延長部238を更に含む。最後に、それぞれの傾斜ボルト棒235a、235bは、図3Cに示すように、トレイパネル204の外縁上にボルトで固定されている取り付けフランジ239を含む。

【0028】

(1) カラム230の中心軸に近い外縁部234を有するように、トレイパネル204のサイズを再調整し、(2) 外縁部234と底部降水管パネル218との間の角度で、頂部降水管パネル216を再配向した最終結果は、図3Aにおいて最も良く見られる様に修飾された降水管241である。降水管241は、垂直軸に沿って減少する断面積を有する拡大された漏斗状の上部部分242及び垂直方向に一定または実質的に一定の断面積を有する下部部分244を備える。下部部分244は、排水口246で終端している。

10

【0029】

その弦状の外縁部234は、蒸留塔の中心軸の近くに移動されるため、改良されたトレイアセンブリ-232のトレイパネル204は、カラム230に入る供給及び還流溶液を蒸発させるための活性領域が小さい。このような小さい活性領域は望ましくない洪水状態を悪化させるように思われる。しかし、出願人は、驚くべきことに、降水管を拡大させた結果、パネル204上のそのような活性領域の減少から生じる洪水の増大の可能性を単に補償する以上のものをもたらし、蒸留塔230を氾濫させることなく、供給ライン100からの流量を35%高くし、そしてより高い還流比を可能にすることを見出した。

【0030】

改良されたトレイアセンブリ-232の設計は、従来の蒸留塔120を容易に、本発明の一実施形態による、改修された蒸留塔230に変換させることを可能にする。この方法の最初の工程においては、蒸留塔120はラインから取り除かれ排水される。次に、蒸留塔120内の何れかの特定のトレイアセンブリ-202が変換すべきかが判定される。特定の供給物の組成、動作圧力および温度、及び蒸留塔の水圧容量の所望される増大の程度に応じて、トレイアセンブリ-202の全てを、又は蒸留塔120内のストリップング部にあるものの様に、これらのトレイアセンブリ-内の幾つかのみを改良されたトレイアセンブリ-232に変換するのが望ましいこともある。本発明の方法は、少なくとも1つの従来のトレイアセンブリ-202を、改良されたトレイアセンブリ-232に変換する例を包含する。次に、トレイパネル204が、本発明の改良されたトレイアセンブリ-232に変換される従来の各トレイアセンブリ-202から除去される。これは、典型的には、各パネル204を形成するハーフパネル205aおよび205bのボルトを支持リング211から外すこと、ボルト棒219a、219bから上部降水管パネル216のボルトを外すこと、及び前記ハーフパネル205aおよび205bの直線外縁部210から堰212のボルトを外すことにより達成される。ハーフパネル205a及び205bは、元の縁210に平行な新たな直線外縁部234を形成する様に切断されるが、蒸留塔の中心に向かって距離X(図3Cに示すように)ずれている。先に示したように、距離Xは、得られた降水管240の頂部の断面積が、好ましくは、従来のトレイアセンブリ-202の降水管225の断面積に比べて約10%から50%増加するようなものであるべきであり、そして、より好ましくはこの断面積の約20%から40%増加するようなものであるのが良い。そして、ボルト穴は元の堰212のボルト穴と合致し、新しい直線外縁部234に沿って設けられる。

20

30

【0031】

変換方法の次のステップでは、傾斜ボルト棒235a、235bが、図3Cに示す方向に、テンプレートを介して慎重に位置決めされ、カラムハウジング200の内壁238上にその外側端238を溶接することにより設置される。その溶接の前に、傾斜ボルト棒235a、235bには、頂部パネル216がそこに搭載された場合、トップ降水管パネル216の側縁に沿ったボルト孔に適合するボルト孔240及びパネル支持リング211を干渉なく受け入れるスロット248が備わっていることに留意すべきであり、その両方は図4Aに示される。次に頂部降水管パネル216が再設置される。頂部降水管パネル216の再設置前に、パネル216の上部取付フランジ217は角度だけ上方に曲げられ、それによって再設置された場合このフランジ217はトレイパネル204と平行になる(図3Cに示す様に)。さらに、パネル216の底部ボルト孔250a、250bは、図3Dに示すように、パネル216の下端を元のボルト棒219a、219bへ固定するボル

40

50

トの再挿入を可能にするように引き伸ばされる。頂部降水管パネル216の両側面に沿ったボルト穴は、傾斜ボルト棒235a、235bの側面に沿ってボルト穴240と整合するように配置されており、そして取除かれたボルト、ナット、ワッシャーは、図3Aに示す様に、傾斜した方向にパネル216を再確保するために（可能な場合）使用される。次に、カットハーフパネル205a及び205bは、好ましくは同じボルト、ナット、ワッシャーを使用して、それぞれのパネル支持リング211上に再設置されるのが良い。堰212の取付フランジ213bは、次にフランジ213b及びハーフパネル205a、205bのボルト孔に互いに適合させるために、トレイパネル204の新しい直線外縁234に沿って配置される。再度、元の留め具は、図3Bに示すように、好ましくはトレイパネル204の外縁部234、堰取付フランジ213b及び頂部降水管取付フランジ217と一緒に固定するために使用されるのが良い。

10

【0032】

新しい直線外縁部234は、以前の直線外縁部210よりも長いため、堰212は完全には直線外縁234に互いに延び延びることにはできない。しかし、堰212により生じた側部のギャップは、傾斜ボルト棒235a、235bから垂直に延びる堰の延伸部分238によって埋められ、それによって、その上を液体がこぼれて改修された降水管241に入る単一のシームレスな堰を形成する。

【0033】

そして、本発明の方法は、一以上のトレイアセンブリ202を、実質的に拡大された上部部分242を有する降水管241を有する改良されたトレイアセンブリ232に変換することにより、約35%以上の追加の容量を有する蒸留塔230を提供する。元のトレイパネル204、堰212、上部および下部下降管パネル216、218、ボルト棒219a、219b及び元の締結具（すなわち、ボルト、ナット、ワッシャー）がまだ使用可能な場合、それらを再使用することができるため、この方法は、新しい材料を最小量使用することによってそのような容量の増加を達成する。

20

【0034】

事実、各トレイアセンブリ202の変換に必要な唯一の新しいコンポーネントは、一对の傾斜ボルト棒235a、235bであり、これはコラム120の変換の前に容易に事前に製造することができる。さらに、底部降水管パネル218は、図3A-3Dに示す様に元のボルト棒219a、219bに有利に固定されたままの状態であるから、本発明の方法は、最小量の時間と労力によりその変換を実行する。元のボルト棒219a、219bの頂部のハーフ部分は新しい下降管241の機能を妨害しないため、その頂部のハーフ部分は、蒸留塔内の所定の位置に放置されてもよい。そのためコラムハウジング200の内壁から元のボルト棒219a、219bを除去するための、時間を要する切断及び研磨作業の必要がない。

30

【0035】

前述の実施例は、単に説明の目的で提供され、本発明を限定するものとして解釈されるべきではない。本発明は、例示的な実施形態を参照して説明したが、そこで使用されている用語は本明細書に用いられている言葉を限定するためではなく、むしろ説明および例示の言葉であることを理解されたい。変更は、その態様において本発明の範囲および精神から逸脱することなく、添付の現に規定されそして改訂されてもよい請求項の範囲内でなされる。本発明は、特定的手段、材料および実施形態に関して説明したが、本発明は、本明細書に開示した詳細に限定されるものではない；むしろ、本発明は添付の特許請求の範囲内にある、すべての機能的に等価な構造、方法および用途に及ぶ。

40

【 図 1 】

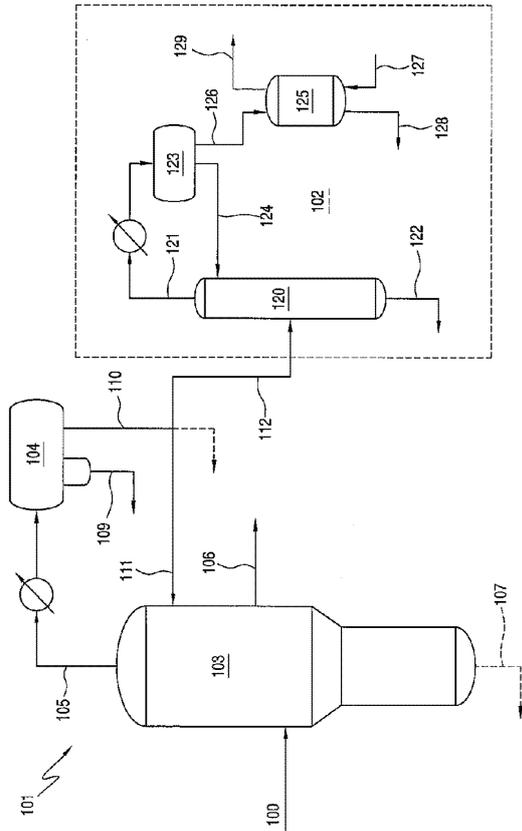


FIG. 1

【 図 2 A 】

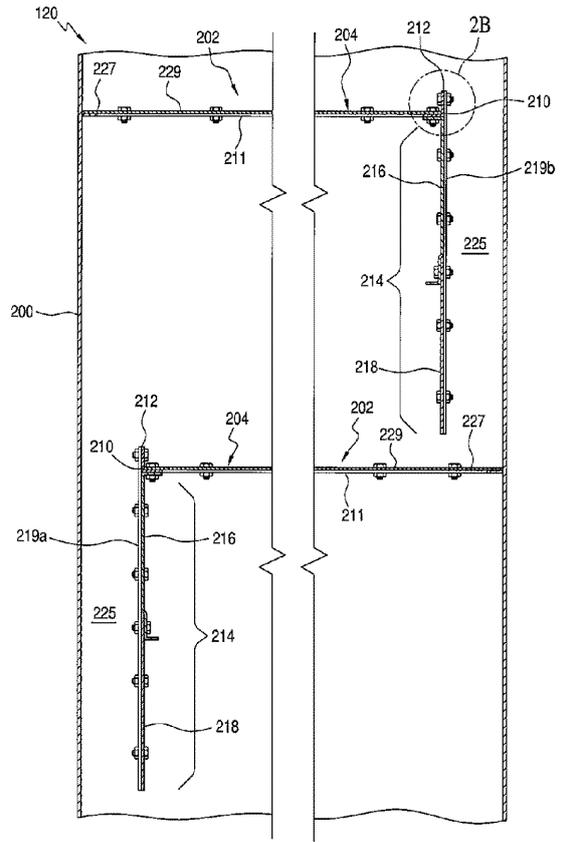


FIG. 2A

【 図 2 B 】

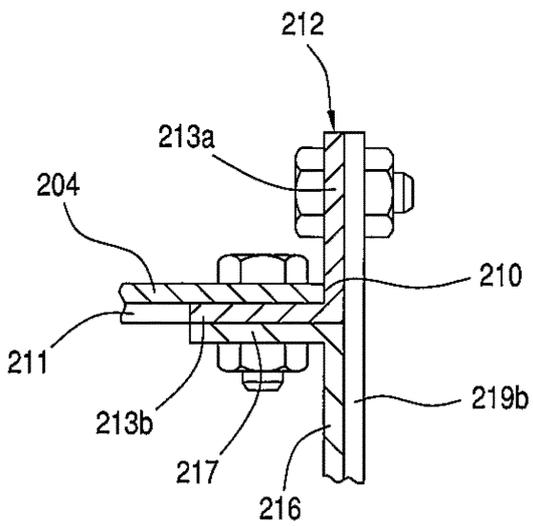


FIG. 2B

【 図 2 C 】

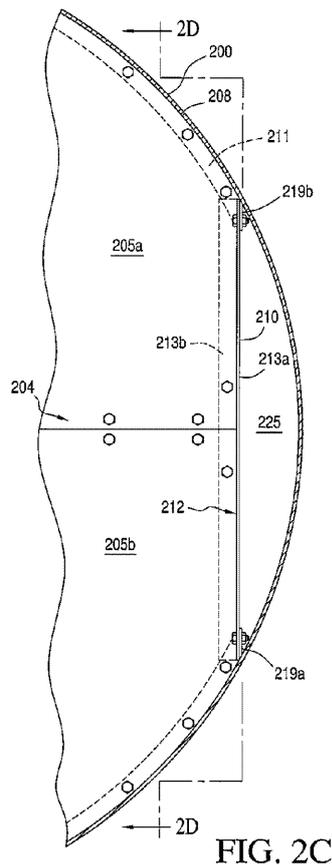


FIG. 2C

【 図 2 D 】

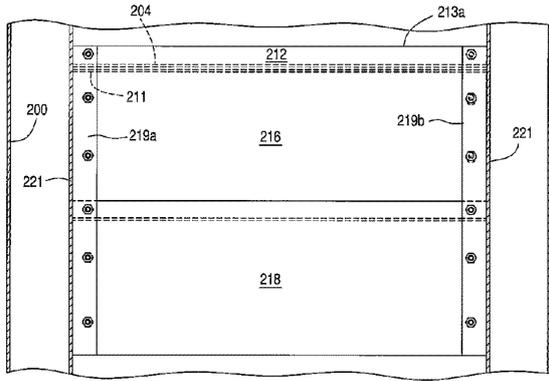


FIG. 2D

【 図 3 A 】

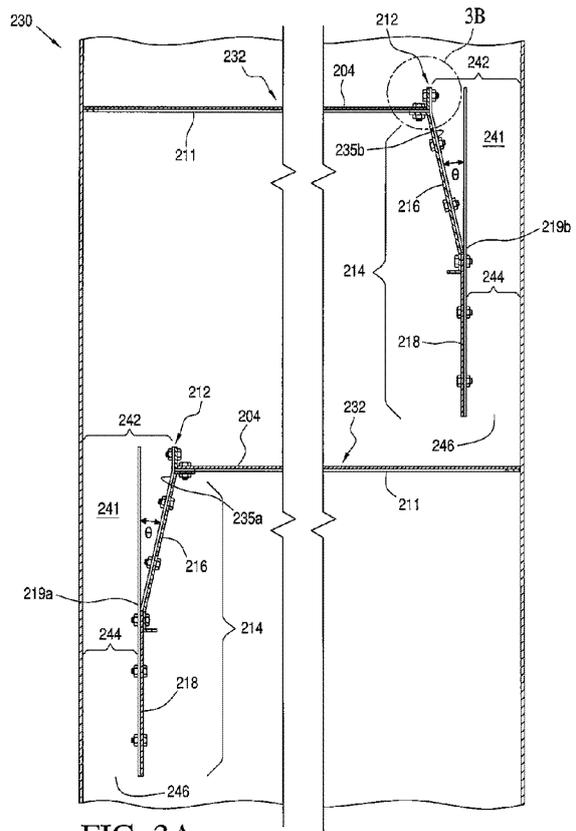


FIG. 3A

【 図 3 B 】

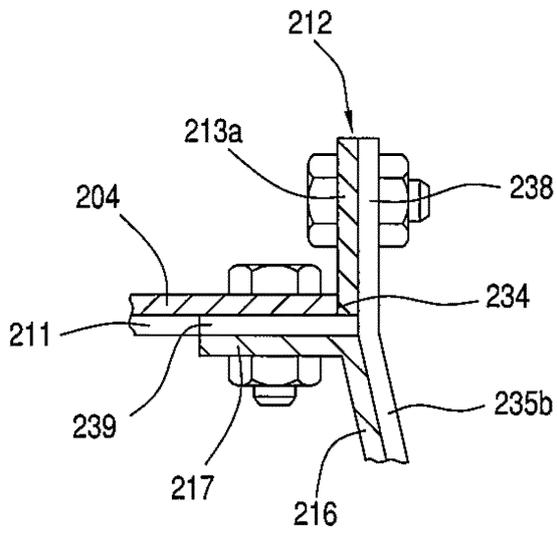


FIG. 3B

【 図 3 C 】

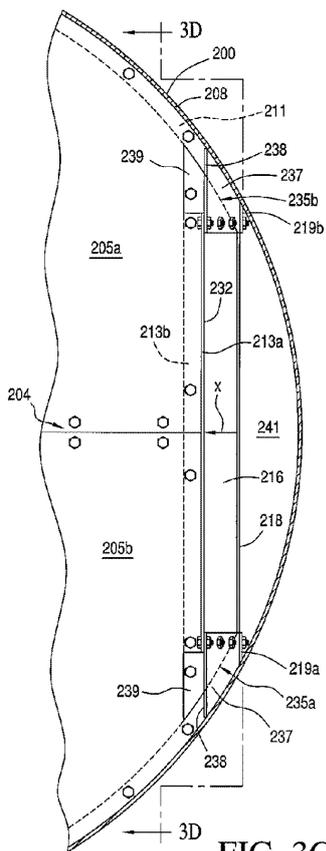


FIG. 3C

【 図 3 D 】

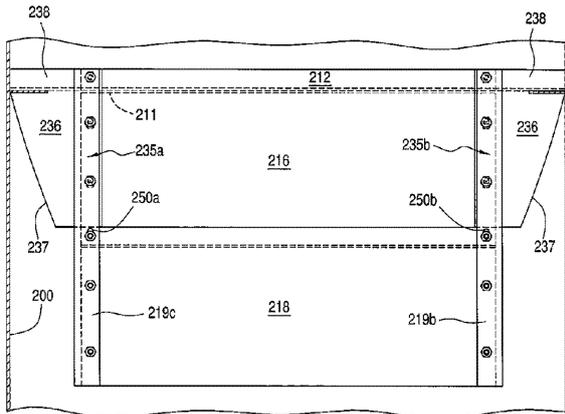


FIG. 3D

【 図 4 A 】

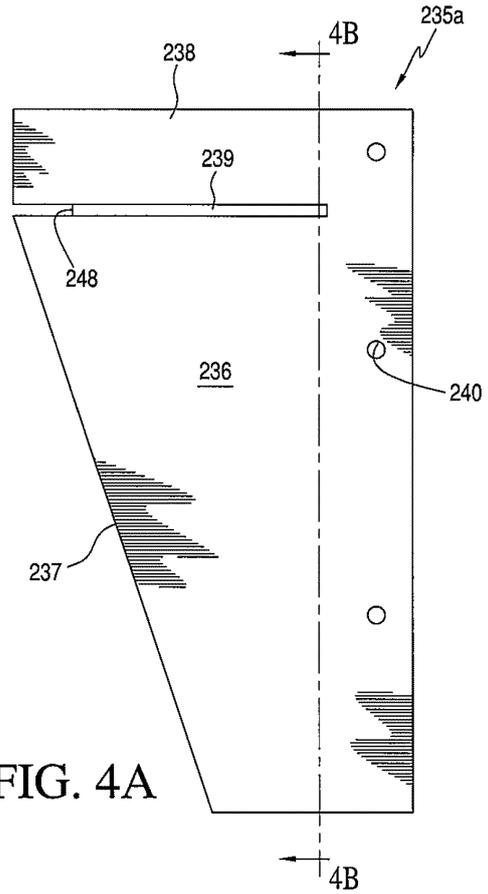


FIG. 4A

【 図 4 B 】

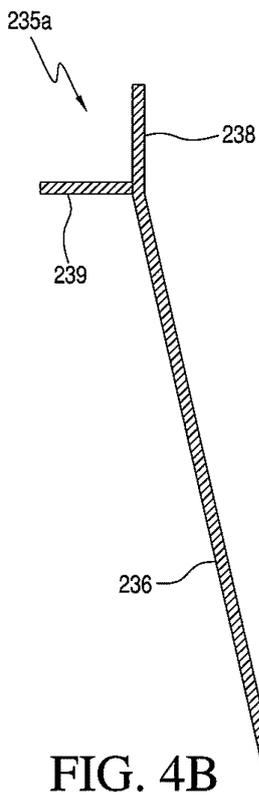


FIG. 4B

【 図 4 C 】

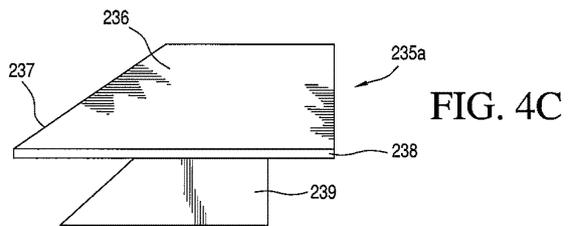


FIG. 4C

フロントページの続き

- (74)代理人 100123892
弁理士 内藤 忠雄
- (74)代理人 100169993
弁理士 今井 千裕
- (74)代理人 100131082
弁理士 小原 正信
- (74)代理人 100185535
弁理士 逢坂 敦
- (72)発明者 ズィノビル、レイモンド・ジェイ
アメリカ合衆国、テキサス州 77058、ヒューストン、ポイント・ルックアウト・ドライブ
18623
- (72)発明者 ラケ、アショク
アメリカ合衆国、テキサス州 78413、コーパス クリスティ、ボロス・ドライブ 4218

審査官 森井 隆信

- (56)参考文献 特開2006-263726(JP,A)
特公昭42-004568(JP,B1)
特開平02-277501(JP,A)
特開昭54-128045(JP,A)
米国特許第02420075(US,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B01B1/00-1/08
B01D1/00-8/00
F25J1/00-5/00