

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4005151号

(P4005151)

(45) 発行日 平成19年11月7日(2007.11.7)

(24) 登録日 平成19年8月31日(2007.8.31)

(51) Int. Cl.		F I	
<b>C10C</b>	<b>1/08</b>	<b>(2006.01)</b>	C10C 1/08
<b>C07C</b>	<b>7/10</b>	<b>(2006.01)</b>	C07C 7/10
<b>C07C</b>	<b>13/465</b>	<b>(2006.01)</b>	C07C 13/465

請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平6-291196	(73) 特許権者	591067794
(22) 出願日	平成6年11月25日(1994.11.25)		J F E ケミカル株式会社
(65) 公開番号	特開平8-143869		東京都台東区蔵前二丁目17番4号
(43) 公開日	平成8年6月4日(1996.6.4)	(74) 代理人	100077698
審査請求日	平成13年1月12日(2001.1.12)		弁理士 吉田 勝広
		(74) 代理人	100098707
			弁理士 近藤 利英子
		(72) 発明者	谷口 博昭
			東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日
			本鋼管株式会社内
		(72) 発明者	加藤 友則
			東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日
			本鋼管株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粗インデンの水洗方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

粗インデンを水洗するに際し、水洗温度が50～95 であって、液滴径0.5～1.8 mmで水洗することを特徴とするインデンの水洗方法。

【請求項2】

スタティックミキサーを用いて行う請求項1に記載のインデンの水洗方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明はコ-ルタル蒸留工程において得られる留分から、高純度のインデンを製造する  
方法に関する。詳しくは、高純度のインデンを製造する場合の分離精製工程の一つである  
洗浄工程に関するものである。

10

【0002】

【従来の技術】

コ-ルタル系軽質油を原料として高純度で高品質のインデンを得る場合、一連の工程の  
中で、精製工程の一つとして酸水溶液及び/またはアルカリ水溶液による薬洗工程は不可  
欠であり、薬洗工程を行なうことにより保存安定性や重合モノマ-として使用する場合の  
反応阻害性などに著しく効果があることが一般的に知られている。

【0003】

また、薬洗後、インデン層中に溶存又は微粒として懸濁した溶剤、及びそれとともに含有

20

され除去されるべき酸性及び／または塩基性の微量不純物が再びインデン中に逆抽出するのを防ぐため、水洗処理も上記薬洗工程に伴い不可欠な工程の一つである。さらに、水洗を行なうことにより、インデン層中の（無機）酸又は塩基がその後の蒸留や脱水工程の蒸留塔の配管、トレ-やりボイラ-に蓄積するのを防ぎ、腐食や閉塞を防止する。なお、水洗方法に関しては、特別な方法等は考えられておらず、薬洗工程の後、一般的な公知の方法により行なわれている。

【 0 0 0 4 】

【 発明が解決しようとする課題 】

しかしながら、公知の方法により水洗を行なうと、インデンを含む留分の比重が1に極めて近いために、水とインデンの全体もしくは一部がエマルジョン化してしまい、その分離のため、長時間の静置又は大型の分離槽が必要となる。さらには長時間静置したり大型の分離槽を用いても分離しない場合、インデン収率の低下をきたす。

10

【 0 0 0 5 】

本発明は上記問題点を解決し、効率良く水洗を行なう方法を提供することをその目的とする。

【 0 0 0 6 】

【 課題を解決するための手段及び作用 】

上記課題を解決すべく、鋭意研究を行なった結果、スタティックミキサ-を用いて液滴径を制御し、さらには水洗処理温度を調整することにより、水洗に伴うエマルジョンの発生を抑えられ、分離も良いことを見出し、本発明を完成するに至った。

20

【 0 0 0 7 】

すなわち、本発明は粗インデンを水洗するに際し、液滴径0.5～1.8mmで水洗することを特徴とする。

【 0 0 0 8 】

さらに、水洗時の温度が50～95であることを特徴とする。

本発明において、粗インデンとは、コ-ルタ-ル蒸留からタ-ル酸等の不純物のある程度除去したインデンを含む残油である。残油中に占めるインデンの割合は特に限定しない。30～40%の低濃度でも90%以上の高濃度でも本発明の方法は適用される。なお、このコ-ルタ-ル留分からタ-ル酸を除去し、インデンを所定濃度まで濃縮する工程は公知の方法により行なわれる。

30

【 0 0 0 9 】

水洗は例えばスタティックミキサ-（ラインミキサ-とも言う）にて行なう。この時の液滴径は一般式（1）によって求められ、スタティックミキサ-の内径、総流量によって決まる。

$$D = (1000F / 9d^2)^{-1.088} \times 37.5 \times (d / 10)^{0.456}$$

D：平均液滴径（mm）

d：スタティックミキサ-内径（mm）

F：2液合計流量（l/H）

・・・・・・（1）

スタティックミキサ-により制御される液滴径としては、最小液滴径としては、0.5mm、好ましくは0.7mm、より好ましくは0.9mmであり、これ以上細かすぎると静置分離に時間を有し、うまくいかない。また、最大液滴径としては1.8mm、好ましくは1.5mm、より好ましくは1.2mmであり、これ以上大きすぎると混合が不十分で目的とする洗浄効果が得られない。

40

【 0 0 1 0 】

本発明の水洗に用いる装置としては、液滴径の大きさを制御し、液滴に非常に狭い分布を持たせることのできる装置であり、例えば、スタティックミキサ-である。

【 0 0 1 1 】

水洗時の温度は50～95、望ましくは70～80である。温度が低いとインデンと水の比重差が小さく、分離が困難となるため、また温度が高いとインデンが蒸発し、系外

50

へ逃げてしまい、歩留りが低下するため、好ましくない。

【0012】

さらに、水洗は1段でも効果はあるが、2段階で行う方が好ましく、更に1段目はインデン：水の流量比を2：1に、2段目は1：1にて行なうと良好である。

【0013】

【実施例】

次に本発明の実施例を説明する。

原料にコ-ルタ-ル蒸留により、沸点範囲が170～210のタ-ル酸留分をサイドカット油として抜き出し、この留分からタ-ル酸を除去したインデンを90～95%含む残油を使用し、これに酸水溶液として硫酸を加え、酸洗浄し、分離槽にて酸水溶液を分離した。次いでアルカリ水溶液として苛性ソ-ダを加えアルカリ洗浄し分離槽にて分離した。次いで下記の条件で水洗を行なった。

【0014】

酸及びアルカリ洗浄後のインデン含有残油をスタティックミキサ-にて2段階洗浄を行なった。1段目のインデン：水の流量比は2：1、2段目のインデン：水の流量比は1：1で行なった。この時の液滴径、水洗温度、スタティックミキサ-を通過する時間（接触時間）および結果を表1に示す。

【0015】

【表1】

液滴径 (mm)	0.7	0.7	1.0	1.5	1.5
温度 (°C)	50	90	70	50	90
接触時間(sec)	0.78	0.78	1.05	1.43	1.43
水分 (ppm)	1860	1012	1230	1440	970
歩留り (%)	92	94	96	96	95
エマルジョン発生率 (%)	5	1	1	2	1
PH	8	8	8	8	8

【0016】

表1より、2段階洗浄時のPHは全て8と安定しており、洗浄効果は良く、インデンの歩留りも高かった。またエマルジョンの発生は最も高いもので5%と、ほとんど認められなかった。

【0017】

(参考例)

液滴径、水洗温度を変えた以外は実施例と同じ条件で水洗を行なった。液滴径、水洗温度、接触時間および結果を表2に示す。

【0018】

【表2】

液滴径 (mm)	0.35	1.0	2.0
温度 (°C)	70	40	70
接触時間(sec)	0.39	1.05	1.96
水分 (ppm)	2300	2560	980
歩留り (%)	76	68	98
エマルジョン発生率 (%)	15	25	1
PH	9	10	11

10

20

## 【0019】

表2より液滴径0.35mm、1.0mmの場合、実施例と比較し、歩留りは低く、エマルジョン発生率も高かった。液滴径2.0mmの場合、液滴径が大きい分、油水分離が良く、実施例と比較し、歩留りの低下はなかったものの、2段目洗浄時のPHは11と実施例のPH8に比べ高く、洗浄効果は悪かった。

## 【0020】

## 【発明の効果】

本発明によれば、

- 1) エマルジョンの発生が防止でき、インデンの回収歩留りが向上する。
- 2) 静置分離に長時間要したり、分解のため静置分離槽を大型化する必要もなく、効率よく水洗処理が行なえる。
- 3) さらに水洗処理に伴う排水量が最小限に抑えられ、廃水処理費用の削減が図れる。

30

---

フロントページの続き

- (72)発明者 滝川 泰行  
東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日本鋼管株式会社内
- (72)発明者 甲村 省二  
東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日本鋼管株式会社内
- (72)発明者 中岡 博美  
東京都千代田区九段北四丁目1番3号 アドケムコ株式会社内

審査官 木村 敏康

- (56)参考文献 特開平05-085953(JP,A)  
特開平07-196540(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C10C 1/08