

申請日期	91 年 12 月 13 日
案 號	91136166
類 別	(C) 57/07

A4  
C4

200303300

(以上各欄由本局填註)

# 發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	(甲基) 丙烯酸之製造方法
	英 文	
二、發明人 創作	姓 名	(1) 矢田修平 (2) 高橋潔 (3) 高崎研二
	國 籍	(1) 日本國三重縣四日市市東邦町一番地 三菱化学株式會社內
	住、居所	(2) 日本國東京都千代田區丸之內二丁目五番二號三菱化學股份有限公司內  (3) 日本國三重縣四日市市東邦町一番地 三菱化学株式會社內
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 三菱化學股份有限公司 三菱化学株式会社
	國 籍	(1) 日本
	住、居所 (事務所)	(1) 日本國東京都千代田區丸之內二丁目五番二號
	代 表 人 姓 名	(1) 富澤龍一

裝 訂 線

申請日期	91 年 12 月 13 日
案 號	91136166
類 別	

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明 人	姓 名	(4) 小川寧之 (5) 神野公克 (6) 鈴木芳郎
	國 籍	(4) 日本國三重縣四日市市東邦町一番地 三菱化学株式會社內
	住、居所	(5) 日本國三重縣四日市市東邦町一番地 三菱化学株式會社內  (6) 日本國三重縣四日市市東邦町一番地 三菱化学株式會社內
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

裝 訂 線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，有 無主張優先權

日本 2001 年 12 月 14 日 2001-381867 有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 1 )

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於(甲基)丙烯酸之製造方法，尤係關於防止用以精製含(甲基)丙烯酸液之蒸餾塔之封閉，為歷期長期進行穩定運轉之(甲基)丙烯酸之製造方法。

本說明書之(甲基)丙烯酸係指丙烯酸與甲基丙烯酸之總稱，可為其中一者或兩者皆可。

丙烯酸係經由丙烷、丙烯或丙烯醛之氣相氧化所製造。氣相氧化所得之含丙烯酸氣體，於收集塔與水接觸成丙烯酸水溶液，於此丙烯酸水溶液添加共沸劑於共沸劑脫水蒸餾塔餾出水與共沸劑之共沸混合物，自塔底回收含乙酸粗丙烯酸。再將此粗丙烯酸於輕沸分離蒸餾塔分離乙酸等輕沸成分，再於重沸分離蒸餾塔除去重質成分製得精製丙烯酸。將所得精製丙烯酸中之醛重質化，再於精製蒸餾塔除去重質成分為高純度化。

另一方面，甲基丙烯酸以異丁烯或叔丁醇為啓始原料，同於上述經氧化、精製過程所製造。

(甲基)丙烯酸係易聚合性化合物，於該精製步驟，尤於進行加熱、氣化之蒸餾步驟，皆知(甲基)丙烯酸易生成聚合物。生成之聚合物引起蒸餾塔阻塞，因影響蒸餾塔之運轉，一般採取以下之阻聚對策。

於減壓下進行蒸餾，以降低操作溫度。

添加對苯二酚、對甲氧基苯酚、吩噻嗪等阻聚劑

供給分子狀氧

將蒸餾塔內作成難生液或氣體難滯留部之結構。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 2 )

### 【 先前技術 】

此類阻聚對策係以固定條件下之連續運轉為前提，因此於設計機器時以(甲基)丙烯酸生產量進行正常運轉，可達所期目的。但實際上廠商係依生產量之變更而變更運轉條件，通常對於蒸餾塔無法進行相同條件下之運轉。為此，為基準之運轉條件即使相同，為依生產量之變更而變更運轉條件，該防聚對策無法防止(甲基)丙烯酸之聚合，以至產生聚合阻塞之問題。

本發明之目的係提供(甲基)丙烯酸之生產量變更時防止蒸餾塔之聚合阻塞，歷經長期可穩定運轉之(甲基)丙烯酸之製造方法。

### 【 內容 】

#### 〔 發明之揭示 〕

本發明(甲基)丙烯酸之製造方法，係含將含(甲基)丙烯酸之被精製物供給蒸餾塔蒸餾之精製步驟之(甲基)丙烯酸之製造方法，其特徵為對正常運轉時(甲基)丙烯酸之生產量將(甲基)丙烯酸之生產量減少 $\alpha\%$ 縮小運轉時，該蒸餾塔內液·氣體流量為對正常運轉時液·氣體流量之 $(100 - \alpha / 2)\%$ 者。

所謂正常運轉係如上述於(甲基)丙烯酸製造廠商設計機器時以預定之(甲基)丙烯酸生產量生產(甲基)丙烯酸之運轉。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 3 )

本發明者對變更(甲基)丙烯酸生產量時運轉條件變更引起蒸餾塔聚合阻塞之原因檢討之結果，找出蒸餾塔內液・氣體流量若變動，加速(甲基)丙烯酸之聚合以至引起聚合阻塞。認為此蒸餾塔內液・氣體流量若變動，助長蒸餾塔內(甲基)丙烯酸之聚合，尤形成易生聚合阻塞部份。

即傳統之運轉管理法，係較之正常運轉時將生產量減少，為與此配合蒸餾塔內液・氣體流量亦減少，例如將生產量減少 30%時，蒸餾塔內液・氣體流量亦減少 30%。若降低該液・氣體流量，蒸餾塔內液・氣體分散產生湍動，液・氣體分散呈不均。且呈易引起慢性(甲基)丙烯酸聚合之狀態，以至產生聚合阻塞。

又，(甲基)丙烯酸製造時蒸餾塔內液・氣體流量之變動，依該生產量之變更作變更外，平均值雖經常維持固定，亦有以數秒～數十分之間隔引起之較短時間之變動。此時，於數秒～數分鐘之短時間，液或氣體之分散不足易引起局部性聚合阻塞之狀態存在，於充足時間內回到液・氣體充分分散狀態，變動程度及／或周期變小，達不到深刻之聚合阻塞。

本發明將生產量較之正常運轉減少縮小運轉時，控制蒸餾塔內液・氣體流量變動變小，經由維持近於正常運轉時之狀態，以防止因液・氣體流量變動引起之聚合阻塞。

即，本發明對正常運轉時之(甲基)丙烯酸生產量，將(甲基)丙烯酸生產量減少縮小運轉時，將蒸餾塔內液・氣體流量變動為對正常運轉時液・氣體流量 $(100 - \alpha / 2)\%$ 者，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

結

## 五、發明說明 ( 4 )

有效防止聚合阻塞。

本發明所謂蒸餾塔內液·氣體流量，係指流過蒸餾塔內之液體成分與氣體成分各自之重量。即將液·氣體流量為固定者指將液體流量及氣體流量為固定，將液·氣體流量為 $(100 - \alpha / 2)\%$ 以上，液體流量或氣體流量亦為 $(100 - \alpha / 2)\%$ 以上者。

於該縮小運轉時，用以維持較於生產量減少幅度高之液·氣體流量，對蒸餾塔須供給配合該液·氣體流量之熱量，用以增加製品每單位量之熱量，若以此點視之即不符經濟性。但若因聚合阻塞使蒸餾塔無法運轉，就無法製造(甲基)丙烯酸，該蒸餾塔以外之製造線之運轉亦不得不停止。且運轉停止中不僅無法製造(甲基)丙烯酸，亦有運轉停止之再起動時所須之熱負荷、人力、製品或助劑之損失等。考量此類損失時，即可清楚蒸餾塔得以連續運轉有助經濟性。

本發明縮小運轉時之生產量對正常運轉時生產量若過少時，若以該液·氣體流量進行運轉，製品每單位量所須之蒸餾塔熱量過度增加，不僅不符經濟性，用以維持液·氣體流量之循環液量過量故不宜。因此本發明尤以生產量減少量以30%以下(即 $\alpha \leq 30$ )為宜，尤以25%以下適合使用。

本發明自蒸餾塔塔頂及/或塔底挑出之液體，於該蒸餾塔及/或自其上流側之精製步驟循環，縮小運轉時將蒸餾塔內液·氣體流量維持該值為宜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 5 )

用以控制蒸餾塔內液・氣體流量變動變小，以不影響液・氣體流量之運轉條件之變更經時慢慢地進行為宜。因此對蒸餾塔之被精製物之供給量，對蒸餾塔之回流液量，或蒸餾塔再沸器之熱負荷之變更時，每 1 小時之變更量(變更速度)以 5% 以下為宜，尤以 3% 以下適宜。

用以控制正常運轉時蒸餾塔內液・氣體流量之變動，蒸餾塔再沸器之熱負荷之變動幅度，5 分鐘該熱負荷之平均值  $R_5$ ，與該 5 分鐘之前 1 小時熱負荷之平均值  $R_B$  及後 1 小時熱負荷之平均值  $R_A$  之差之比例為 10% 以下來控制變動幅度為宜。

$$X_B = ( | R_B - R_5 | / R_B ) \times 100$$

$$X_A = ( | R_A - R_5 | / R_A ) \times 100$$

又，以下將該差之比例  $X_B$  及  $X_A$  稱為「5 分變動幅度」。

用以控制該正常運轉時及縮小運轉時蒸餾塔內液・氣體流量之變動降低，可防止蒸餾塔聚合阻塞。

[ 用以實施發明之形態 ]

以下參照圖式詳細說明本發明(甲基)丙烯酸之製造方法之實際形態。

第 1 圖係表示本發明(甲基)丙烯酸之製造方法之實際形態之製造步驟圖。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂



## 五、發明說明 ( 6 )

將丙烷、丙烯或丙烯醛用分子狀含氧氣體接觸氣相氧化所得含丙烯酸氧化反應氣體，引進丙烯酸收集塔 1，與水接觸成粗丙烯酸水溶液。氧化反應氣體亦含  $N_2$ 、 $CO_2$ 、乙酸、水等，乙酸之一部份、 $N_2$ 、 $CO_2$  自收集塔 1 之塔頂挑出為泄出氣體。

自收集塔 1 之粗丙烯酸水溶液，與共沸劑同時被供給於脫水蒸餾塔 2，自該塔頂餾出由水及共沸劑所成之共沸混合物，自塔底製得含乙酸粗丙烯酸。自脫水蒸餾塔 2 之塔頂餾出水及共沸劑所成之共沸混合物被引進傾析器 3，再此將主要由共沸劑所成之有機相與主要以水所成之水相分離。由共沸劑所成之有機相添加阻聚劑(無圖式)後，循環至脫水蒸餾塔 2。另一方面水相經循環於丙烯酸收集塔 1，與氧化反應氣體接觸為收集水加以使用。又必要時一部份被排出於體系外為排水，或對水回送線為補給水。用以自水回送線回收共沸劑，使水流過沸劑回收塔(無圖式)，以循環至丙烯酸收集塔 1 之情況。

自脫水蒸餾塔 2 塔底挑出含乙酸之粗丙烯酸，用以除去殘留乙酸等輕沸成分被引進輕沸分離蒸餾塔 4，自該塔頂分離除去乙酸等輕沸成分。自塔頂之乙酸因含丙烯酸，自回流槽 4A 一部份回到輕沸蒸餾塔 4，剩餘部份回到脫水蒸餾塔 2 之入口側。含此乙酸之輕沸成分，於脫水蒸餾塔 2 被分離，最後經丙烯酸收集塔 1 被排出體系外為泄外氣體。

自輕沸蒸餾塔 4 塔底所得實質上不含乙酸之丙烯酸。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 7 )

此丙烯酸被引進重沸分離

蒸餾塔 5 以分離除去重質成分為精製丙烯酸。重沸分離蒸餾塔 5 之排出液(高沸物)被引進分解反應器(無圖式)，經由分解反應產生丙烯酸等再利用。

於重沸分離蒸餾塔 5 所得之丙烯酸經過回流槽 5A，一部份回流至重沸分離蒸餾塔 5，一部份回流至重沸分離蒸餾塔 5，剩餘部份成為製品之情況。但第 1 圖用以將該精製丙烯酸尚含極微量醛重質化分離，輸送至醛重質化反應器 6，添加硫醇等助劑將醛重質化後，再於精製蒸餾塔 7 分離除去此重質物。此精製蒸餾塔 7 之醛重質化物經除去成高純度丙烯酸經過回流槽 7A 一部份回流至精製蒸餾塔 7，剩餘部份成為被取出。

本發明該丙烯酸製造時，較之正常運轉時生產量減少生產量縮小運轉時，減少  $\alpha\%$  生產量時，將蒸餾塔內液·氣體流量變動為對正常運轉時液·氣體流量  $(100 - \alpha / 2)\%$ 。即一般性將生產量較之正常運轉時減少  $\alpha\%$  時，因對蒸餾塔供給液之降低蒸餾塔內液·氣體流量為正常運轉時液·氣體流量  $(100 - \alpha / 2)\%$ 。但本發明控制此蒸餾塔內液·氣體流量減少量之降低，為  $(100 - \alpha / 2)\%$  以上。此縮小運轉時蒸餾塔內液·氣體流量若低於  $(100 - \alpha / 2)\%$ ，經由液·氣體流量之變動增大蒸餾塔內液·氣體分散之不勻性致易引起聚合阻塞。此縮小運轉時液·氣體流量以接近正常運轉時液·氣體流量為宜，尤以  $(100 - \alpha / 3)\%$  以上，較佳為  $(100 - \alpha / 10)\%$  以上者為宜。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 8 )

即將生產量為對正常運轉生產量 70% 另時 ( $\alpha = 100 - 70 = 30\%$ )，蒸餾塔內液·氣體流量為 85~100%，以 90~100% 為宜。

如上述縮小運轉時生產量若對正常運轉生產量過度少時，若以該液·氣體流量進行運轉，製品每單位量所須蒸餾塔熱量過度增加，不僅不具經濟性，用以維持液·氣體流量之循環液量等過度變大，故不宜。因此本發明尤以生產量減少率 30% 以下 (即  $\alpha \leq 30$ ) 時尤其適合。

該縮小運轉時維持蒸餾塔內液·氣體流量之方法，簡便之法為將蒸餾塔回流量設為固定值。再將自蒸餾塔之塔頂及 / 或塔底挑出之液體，循環至該蒸餾塔及 / 或自其上流側精製步驟，可維持該液·氣體流量。

用以控制隨著生產量變更蒸餾塔內液·氣體流量變動變小，以不影響液·氣體流量運轉條件變更經時慢慢進行為宜。因此對蒸餾塔之被精製物之供給量，對蒸餾塔之回流液量，或蒸餾塔再沸器之熱負荷之變更時，每 1 小時之變更量以 5% 以下者為宜。

此變更速度若快，蒸餾塔內液·氣體流量變動速度亦同樣變快，隨著液·氣體流量變動塔內液·氣體分散無法達到正常狀態，隨著液·氣體流量變動助長塔內液·氣體分散之湍動，易生聚合物。蒸餾塔內若一旦黏附聚合物，其後雖改善塔內液·氣體分散，卻加速塔內聚合阻塞。

生產量於固定之正常運轉時，蒸餾塔內每小時之平均性液·氣體流量雖為固定值，短時間內有變動。用以防止

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 9 )

聚合物之生，此變動以相當小為宜，為此蒸餾塔再沸器之熱負荷 5 分變動幅度  $R_B$ 、 $R_A$  以 10% 以下者為宜。

再沸器熱負荷之穩定方法，有將回流液量或塔底、塔頂挑出量為固定值以降低控制變數之方法，供給熱源為蒸氣時，供給至再沸器前經由壓力控制將蒸氣供給溫度保持固定之方法等。

本發明控制液、氣體流量經供給含丙烯酸之被精製物，係丙烷、丙烯或丙烯醛經由分子狀氧接觸氣相氧化所得含丙烯酸氣體，形成水或水與二液層之有機溶劑收集所得粗丙烯酸水溶液，或自該粗丙烯酸水溶液分離、精製丙烯酸製得製品步驟所產生，丙烯酸含 30 重量%以上之液及/或氣體。即如第 1 圖所示丙烯酸製造步驟，脫水蒸餾塔 2，輕沸分離蒸餾塔 4，重沸分離蒸餾塔 5，或精製蒸餾塔 7 全部之蒸餾塔皆可適用於本發明。

用以精製丙烯酸之蒸餾步驟不限於第 1 圖，例如將第 1 圖脫水蒸餾塔與輕沸蒸餾塔之功能合而為一，此時之蒸餾塔亦適用於本發明。再自粗丙烯酸水溶液萃取丙烯酸之溶劑萃取，自萃取液中分離丙烯酸加以精製之方法，此方法之蒸餾塔亦適用於本發明。

此類蒸餾塔型式無特別限制，有塔板塔、填料塔等。

又，丙烯酸蒸餾精製時，以採用一般所用阻聚法，具體言之於減壓下進行蒸餾，以降低操作溫度，添加阻聚劑之方法。蒸餾塔塔底溫度以保持於 100°C 以下為宜。阻聚劑至少自塔頂供給為宜。再可自蒸餾塔之塔底供給分子狀

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明( 1b)

氧。

已說明丙烯酸之製造，本發明將異丁烯及／或叔丁醇接觸氣相氧化反應製造甲基丙烯酸步驟亦同樣皆可適用。

### 【實施方式】

以下例舉實施例及比較例進一步具體說明本發明。

#### 實施例 1

於第 1 圖所示之丙烯酸製造步驟，根據本發明之方法進行丙烯酸之製造。

將丙烯於分子狀氧與固體觸媒存在下接觸氣相氧化製得含丙烯酸之氧化反應氣體，將此於丙烯酸收集塔 1，用含 6 重量%乙酸之水溶液收集，製得粗丙烯酸水溶液。此粗丙烯酸水溶液係含水 35 重量%、乙酸 3 重量%、及甲醛 1 重量%。

將此粗丙烯酸水溶液供給由 30 段塔板所成之脫水蒸餾塔 2 之中段，經由甲苯進行共沸脫水蒸餾。使用經由蒸餾被餾出水量 8.5 容量倍之甲苯，於塔頂溫度 43℃，塔頂壓力 14kPa 進行運轉。縮小運轉時較之正常運轉之丙烯酸生產量降低 25%，因丙烯酸生產量之變更，蒸餾塔 2 之供給液量依其比例降低至 75%，甲苯回流量不依其生產量設為固定，將塔內液·氣體流量之變動定於 87.5~100%之範圍。藉此 1 年可進行穩定之連續運轉。對運轉初期 1 年間之連續運轉後蒸餾塔 2 內差壓之上昇值為 1.6kPa，經確認

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 11)

無聚合阻塞之問題。

### 比較例 1

除將實施例 1 之甲苯回流量依蒸餾塔供給液量之比例外，其餘進行相同運轉。運轉期間中生產量變更於 80~100%之範圍進行，蒸餾塔內液・氣體流量亦依其比例於 80~100%變化。其結果，運轉 3 個後塔內差壓上昇 3.9 kPa，無法連續運轉。

### 實施例 2

將實施例 1 自脫水蒸餾塔所得之粗丙烯酸於連續 2 個蒸餾塔 4、5，各自分離輕沸成分及重沸成分。再於醛重質化反應器 6 添加硫醇將所含之醛重質化，供給於精製蒸餾塔 7 之中段進行蒸餾。精製蒸餾塔 7 之供給液中含未反應硫醇 1000 重量 ppm，馬來酸 120 重量 ppm，硫縮醛 500 重量 ppm。此精製蒸餾塔 7 填料不規則填料物 IMTP(英泰洛格金屬塔填料 Intalok metal tower packing (Norton 公司製))，以塔頂溫度 50℃，回流比 .0 進行運轉。

此時丙烯酸生產量於 70~100%之範圍變更，生產量降低時自蒸餾塔 7 之塔頂所得之生產量一部份循環至蒸餾塔 7 之供給線，使蒸餾塔 7 內液・氣體流量經常保持固定。再於再沸器供給熱源之蒸氣溫度保持於 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 之範圍，控制供給熱量之變動，5 分變動幅度保持於 6%以內。

其結果，一年期間可進行穩定之連續運轉，其間精製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 12 )

蒸餾塔 7 內差壓上昇值為 0.4 kPa，經確認無聚合阻塞之問題。

### 實施例 3

除實施例 2 不進行對再沸器供給之蒸氣之溫度控制外，其餘進行相同運轉。依蒸氣之溫度與流量之變動，供給熱量 5 分變動幅度最大為 16%。

其結果，半年期間可進行連續運轉，其間精製蒸餾塔 7 內差壓上昇值為 0.7 kPa。

### 比較例 2

除實施例 3 不進行自精製蒸餾塔之塔頂對供給線之丙烯酸之循環，將回流比固定 1.0 外，其餘進行相同運轉。丙烯酸生產量於對正常運轉時 80~95%之範圍變更。依此精製蒸餾塔內液・氣體流量亦依於相同範圍變動。隨著生產量變更對精製蒸餾塔供給液量之變更速度最大為 8%/30 分。

其結果，6 週期間運轉精製蒸餾塔內差壓上昇為 3.0 kPa，無法繼續運轉。

### 比較例 3

除實施例 2 隨著生產量變更對精製蒸餾塔供給液量之變更速度最大為 4%/1 小時外，其餘進行相同運轉。

3 個月運轉精製蒸餾塔內差壓上昇為 3.0 kPa，無法繼

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 13 )

續運轉。

### 實施例 4

除實施例 3 不進行對自蒸餾塔塔頂所得生產量循環至蒸餾塔 7 之供給線，將蒸餾塔 7 之回流量固定於生產量 100%之值外，其餘進行相同運轉。此時丙烯酸生產量因於 78~100%之範圍，精製蒸餾塔內液・氣體流量之變動亦於 89~100%之範圍。

其結果，半年期間可進行穩定連續運轉，其間精製蒸餾塔內差壓上昇值為 1.5 kPa。

[ 產業上之可利用性 ]

根據本發明於隨著(甲基)丙烯酸生產量之變更之丙烯酸製造廠商，防止蒸餾塔之聚合阻塞，歷經長期可穩定且有效進行(甲基)丙烯酸之製造。

### 【圖式簡單說明】

第 1 圖係表示本發明(甲基)丙烯酸之製造方法之實際形態之製造步驟圖。

[ 圖號說明 ]

- 1：丙烯酸收集塔
- 2：脫水蒸餾塔
- 3：傾析器

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂



五、發明說明 ( 14

- 4：輕沸分離蒸餾塔
- 4A、5A、7A：回流槽
- 5：重沸分離蒸餾塔
- 6：醛重質化反應器
- 7：精製蒸餾塔

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱： (甲基)丙烯酸之製造方法 )

本發明係關於(甲基)丙烯酸之製造方法，變更(甲基)丙烯酸生產量時防止蒸餾塔之聚合阻塞，歷經長期進行穩定運轉。係含將含(甲基)丙烯酸之被精製物供給蒸餾塔蒸餾之精製步驟之(甲基)丙烯酸之製造方法，對正常運轉時(甲基)丙烯酸之生產量將(甲基)丙烯酸之生產量減少 $\alpha\%$ 縮小運轉時，將蒸餾塔內液·氣體流量為對正常運轉時液·氣體流量之 $(100 - \alpha / 2)\%$ 者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

英文發明摘要(發明之名稱： )

訂

線

## 六、申請專利範圍 1

1. 一種(甲基)丙烯酸之製造方法，係含有將含(甲基)丙烯酸之被精製物供給蒸餾塔蒸餾之精製步驟之(甲基)丙烯酸之製造方法，其特徵為相對於正常運轉時之(甲基)丙烯酸之生產量，將(甲基)丙烯酸之生產量減少  $\alpha\%$  縮小運轉時，對正常運轉時液·氣體流量時，該蒸餾塔內液·氣體流量為  $(100 - \alpha / 2)\%$  者。

2. 如申請專利範圍第 1 項之(甲基)丙烯酸之製造方法，其中自蒸餾塔塔頂及／或塔底挑出之液體，於該蒸餾塔及／或自其上流側之精製步驟循環者。

3. 如申請專利範圍第 1 或第 2 項之(甲基)丙烯酸之製造方法，其中將(甲基)丙烯酸生產量減少  $\alpha\%$  縮小運轉時，該蒸餾塔內液·氣體流量為正常運轉時液·氣體流量之  $(100 - \alpha / 3)\%$  以上者。

4. 如申請專利範圍第 1~3 項中任一項之(甲基)丙烯酸之製造方法，其中對蒸餾塔之被精製物之供給量，對蒸餾塔之回流液量，或蒸餾塔再沸器之熱負荷之變更時，每 1 小時之變更量以 5% 以下者。

5. 如申請專利範圍第 1~4 項中任一項之(甲基)丙烯酸之製造方法，其中於正常運轉時該蒸餾塔之再沸器之熱負荷之變動幅度，係依下記式算出，任意 5 分鐘該熱負荷之平均值  $R_5$ ，與該 5 分鐘之前 1 小時熱負荷之平均值  $R_B$  及後 1 小時熱負荷之平均值  $R_A$  之差之比例為 10% 以下來控制變動幅度者。

## 六、申請專利範圍 2

$$X_B = ( | R_B - R_5 | / R_B ) \times 100$$

$$X_A = ( | R_A - R_5 | / R_A ) \times 100$$

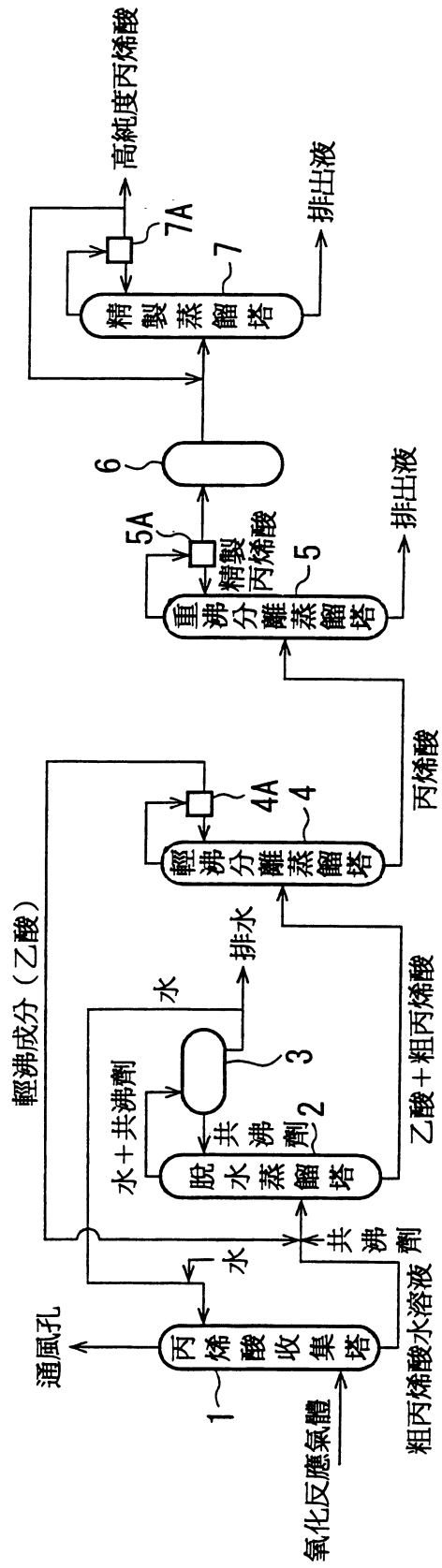
6. 如申請專利範圍第 1~5 項中任一項之(甲基)丙烯酸之製造方法，其中  $\alpha$  為 30 以下者。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



第 1 圖

(一)、本案指定代表圖為：第 1 圖

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

1: 丙烯酸收集塔

2: 脫水蒸餾塔

3: 傾析器

4: 輕沸分離蒸餾塔

4A、5A、7A: 回流槽

5: 重沸分離蒸餾塔

6: 醛重質化反應器

7: 精製蒸餾塔