



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0124307
(43) 공개일자 2010년11월26일

(51) Int. Cl.
B01F 5/06 (2006.01) *B01F 3/04* (2006.01)
B01J 8/02 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2010-7022004
 (22) 출원일자(국제출원일자) 2009년02월25일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2010년10월01일
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2009/054001
 (87) 국제공개번호 WO 2009/110485
 국제공개일자 2009년09월11일
 (30) 우선권주장
 JP-P-2008-053041 2008년03월04일 일본(JP)

(71) 출원인
 스미토모 가가꾸 가부시키가이샤
 일본국 도쿄도 주오구 신카와 2쥬메 27반 1고
 (72) 발명자
 이또, 겐지
 일본 299-0109 치바켄 이찌하라시 치구사 6-5-17
 야마시따, 마유꼬
 일본 299-0241 치바켄 소테가우라시 다이주꾸
 98-1-218
 이시하라, 신지로
 일본 299-0125 치바켄 이찌하라시 유슈다이니시
 1-9-2513
 (74) 대리인
 이석재, 장수길

전체 청구항 수 : 총 17 항

(54) 기액 분산 장치 및 기액 분산 방법

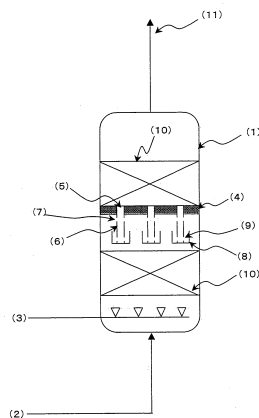
(57) 요약

본 발명은 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 기체를 액체 중에 효율적으로 분산시킬 수 있어 기체와 액체가 충분한 접촉을 실현할 수 있는 기액 분산 장치에 관한 것이다. 이 장치는

- (A) 판상물은 1개 이상의 기액 통과 구멍을 가짐
- (B) 도통관의 일단은 판상물의 하면에서 기액 통과 구멍에 접속되어 도통관이 하향으로 연장됨
- (C) 도통관의 측면에는 1개 이상의 기체 통로가 형성됨
- (D) 도통관의 하부에는 1개 이상의 액체 통로가 형성됨

을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 유체의 흐름을 차단하는 판상물 및 상기 판상물의 하면으로부터 상기 판상물의 상면으로 유체를 도통시키기 위한 도통관을 포함하며, 하기의 조건을 만족하는 기액 분산 장치.

- (A) 판상물은 1개 이상의 기액 통과 구멍을 가짐
- (B) 도통관의 일단은 판상물의 하면에서 기액 통과 구멍에 접속되어 도통관이 하향으로 연장됨
- (C) 도통관의 측면에는 1개 이상의 기체 통로가 형성됨
- (D) 도통관의 하부에는 1개 이상의 액체 통로가 형성됨
- (E) 도통관의 하부 선단의 구조가 도통관으로의 기체의 유입을 방해하는 구조임

청구항 2

제1항에 있어서, 도통관의 하부 선단이 막힌 캡형 구조인 기액 분산 장치.

청구항 3

제1항에 있어서, 도통관의 하부 선단이 J자형으로 절첩된 구조인 기액 분산 장치.

청구항 4

제1항에 있어서, 판상물의 기액 통과 구멍의 구경과 도통관의 구경이 대략 동일한 기액 분산 장치.

청구항 5

제1항에 있어서, 하기 수학식 1을 만족하는 기액 분산 장치.

$$1 \leq N/S \leq 100 \quad (1)$$

(N은 판상물에 형성된 기액 통과 구멍의 수[개]이고, S는 판상물의 하면의 면적[m²]임)

청구항 6

제1항에 있어서, 하기 수학식 2를 만족하는 기액 분산 장치.

$$0.01 \leq v \leq 10 \quad (2)$$

(v는 판상물의 기액 통과 구멍을 통과하는 기액 혼합 유체의 선속[m/s]임)

청구항 7

제1항에 있어서, 하기 수학식 3을 만족하는 기액 분산 장치.

$$100 \leq 1.5 \times L \leq H \quad (3)$$

(H는 탑의 높이[mm]이고, L은 도통관의 길이[mm]임)

청구항 8

제1항에 있어서, 하기 수학식 4를 만족하는 기액 분산 장치.

$$10 \leq g \leq 500 \quad (4)$$

(g는 도통관의 측면에 형성된 기체 통로에서의 기체의 통과 속도[m/s]임)

청구항 9

제1항에 있어서, 하기 수학식 5를 만족하는 기액 분산 장치.

$$1 \leq h \leq 10 \quad (5)$$

(h는 도통관에 형성된 액체 통로에서의 액체의 통과 속도[m/s]임)

청구항 10

제1항에 있어서, 하기 수학식 6을 만족하는 기액 분산 장치.

$$-4 \leq dP_G - dP_L \quad (6)$$

(dP_G 는 기체 통로를 기체가 통과할 때의 압력 손실[kPa]이고, dP_L 은 액체 통로를 액체가 통과할 때의 압력 손실 [kPa]임)

청구항 11

제1항에 있어서, 도통관 1개당 2개 이상의 기체 통로가 형성되고, 그 기체 통로의 위치가 2가지 이상의 서로 다른 높이로 형성되는 기액 분산 장치.

청구항 12

제1항에 있어서, 도통관 1개당 1개 이상의 슬릿상 개구부가 도통관의 측면에 세로 방향으로 형성되고, 그 개구부의 적어도 일부가 기체 통로로 기능하는 기액 분산 장치.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 기액 분산 장치의 상측 및/또는 하측에 충전물 층을 더 포함하는 기액 분산 장치.

청구항 14

제13항에 있어서, 충전물이 촉매를 포함하는 기액 분산 장치.

청구항 15

제14항에 있어서, 촉매가 수소화 반응 또는 탈수 반응을 위한 촉매인 기액 분산 장치.

청구항 16

- i) 제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 기재된 기액 분산 장치를 포함하는 탑에, 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체를 상향으로 유통시키고,
- ii) 관상물의 하측에 기체를 포함하는 공간을 형성시키고,
- iii) 도통관의 하부에 형성된 액체 통로로부터 액체를 도통관 내로 유도하고,
- iv) 도통관의 측면에 형성된 기체 통로로부터 기체를 도통관 내로 유도하고,
- v) 상기 액체와 상기 기체를 도통관 내에서 혼합시켜서 기액 혼합 유체를 형성하고,
- vi) 그 후 상기 기액 혼합 유체를 관상물에 형성된 기액 통과 구멍을 통해서 상향으로 통과시키는 단계를 포함하는, 상기 기액 혼합 유체의 기액 분산 방법.

청구항 17

제15항에 있어서, 하기의 공정을 포함하는 프로필렌옥시드의 제조 방법에 있어서의 수소화 공정에서 이용되는 기액 분산 방법.

- i) 산화 공정: 알킬벤젠을 산화함으로써 알킬벤젠히드로퍼옥시드를 얻는 공정

- ii) 에폭시화 공정: 촉매의 존재 하에서 알킬벤젠히드로퍼옥시드와 프로필렌을 반응시킴으로써 프로필렌옥시드 및 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 포함하는 반응액을 얻는 공정
- iii) 프로필렌 회수 공정: 에폭시화 공정 후의 반응액으로부터 미반응된 프로필렌을 회수하고, 회수된 프로필렌을 에폭시화 공정의 원료로서 리사이클하는 공정
- iv) 프로필렌옥시드 정제 공정: 에폭시화 공정에서 얻어진 프로필렌옥시드를 예를 들어 증류에 의해 정제 프로필렌옥시드를 얻는 공정
- v) 수소화 공정: 촉매의 존재 하에서 에폭시화 공정에서 얻은 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 수소화함으로써 알킬벤젠을 얻고, 상기 알킬벤젠을 산화 공정의 원료로서 산화 공정에 리사이클하는 공정

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 기액 분산 장치 및 기액 분산 방법에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 본 발명은 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 기체를 액체 중에 효율적으로 분산시킬 수 있어 기체와 액체가 충분한 접촉을 실현할 수 있고, 또한 제조 시의 가공이 비교적 용이하다는 특징을 갖는 기액 분산 장치에 관한 것이다. 또한, 이러한 기액 분산 장치를 이용하는 기액 분산 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 화학 공업에 있어서, 용기 내에서 기체를 액체 중에 분산시켜 기체와 액체를 효율적으로 접촉시키는 이른바 기액 접촉 장치가 다용되어 있다. 예를 들면 기체와 액체를 반응시키는 반응 장치, 기체를 액체 중에 흡수시키는 흡수 장치 등을 들 수 있다. 이러한 장치로서는, 액체로 채워진 탑의 바닥부로부터 기체를 취입하는 구조의 것이 일반적이다. 이 경우, 기체를 액체 중에 효율적으로 분산시킬 필요가 있다.

[0003] 특허문헌 1에는 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에서 액체와 기체를 접촉시키기 위한 장치가 소개되어 있다.

[0004] 그러나, 효율적 분산의 고도의 요구 수준을 생각할 때, 더욱 효율적인 분산이 요구된다. 또한, 산업적 실시 측면에서는, 기액 분산 장치의 제조 시의 가공이 용이할 필요도 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 (평)10-118473호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 이러한 상황에 있어서, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는, 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 기체를 액체 중에 효율적으로 분산시킬 수 있어 기체와 액체가 충분한 접촉을 실현할 수 있고, 또한 제조 시의 가공이 비교적 용이하다는 특징을 갖는 기액 분산 장치 및 기액 분산 장치를 이용하는 기액 분산 방법을 제공하는 점에 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 즉, 본 발명 중 제1 발명은 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 유체의 흐름을 차단하는 판상물 및 상기 판상물의 하면으로부터 상면으로 유체를 도통시키기 위한 도통관을 포함하며, 하기의 조건을 만족하는 기액 분산 장치에 관한 것이다.

[0008] (A) 판상물은 1개 이상의 기액 통과 구멍을 가짐

- [0009] (B) 도통관의 일단은 관상물의 하면에서 기액 통과 구멍에 접속되어 하향으로 연장됨
- [0010] (C) 도통관의 측면에는 1개 이상의 기체 통로가 형성됨
- [0011] (D) 도통관의 하부에는 1개 이상의 액체 통로가 형성됨
- [0012] (E) 도통관의 하부 선단의 구조가 도통관으로의 기체의 유입을 방해하는 구조임
- [0013] (다만, 기액 통과 구멍에 접속되어 있지 않은 도통관의 일단을 "하부"라고 칭함)
- [0014] 또한, 본 발명 중 제2 발명은
- [0015] i) 상기한 기액 분산 장치를 포함하는 탑에, 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체를 상향으로 유통시키고,
- [0016] ii) 관상물의 하측에 기체를 포함하는 공간(축기실(gas-cumulatng chamber)이라고 부르는 경우가 있음)을 형성시키고,
- [0017] iii) 도통관의 하부에 형성된 액체 통로로부터 액체를 도통관 내로 유도하고,
- [0018] iv) 도통관의 측면에 형성된 기체 통로로부터 기체를 도통관 내로 유도하고,
- [0019] v) 상기 액체와 상기 기체를 도통관 내에서 혼합시켜서 기액 혼합 유체를 형성하고,
- [0020] vi) 그 후 상기 기액 혼합 유체를 관상물에 형성된 기액 통과 구멍을 통해서 상향으로 통과시키는 단계를 포함하는, 상기 기액 혼합 유체의 기액 분산 방법에 관한 것이다.
- [0021] 또한, 본 발명 중 제3 발명은 상기한 기액 분산 방법이 하기의 공정을 포함하는 프로필렌옥시드의 제조 방법에 있어서의 수소화 공정에서 이용되는 기액 분산 방법에 관한 것이다.
- [0022] i) 산화 공정: 알킬벤젠을 산화함으로써 알킬벤젠히드로퍼옥시드를 얻는 공정
- [0023] ii) 에폭시화 공정: 촉매의 존재 하에서 알킬벤젠히드로퍼옥시드와 프로필렌을 반응시킴으로써 프로필렌옥시드 및 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 포함하는 반응액을 얻는 공정
- [0024] iii) 프로필렌 회수 공정: 에폭시화 공정 후의 반응액으로부터 미반응된 프로필렌을 회수하고, 회수된 프로필렌을 에폭시화 공정의 원료로서 리사이클하는 공정
- [0025] iv) 프로필렌옥시드 정제 공정: 에폭시화 공정에서 얻어진 프로필렌옥시드를 예를 들어 증류에 의해 정제 프로필렌옥시드를 얻는 공정
- [0026] v) 수소화 공정: 촉매의 존재 하에서 에폭시화 공정에서 얻은 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 수소화함으로써 알킬벤젠을 얻고, 상기 알킬벤젠을 산화 공정의 원료로서 산화 공정에 리사이클하는 공정

도면의 간단한 설명

- [0027] 도 1은 실시예 1의 장치의 개략을 도시한 도면으로서, 본 발명에 따른 기액 분산 장치를 포함한다.
- 도 2는 실시예 2의 장치의 개략을 도시한 도면으로서, 본 발명에 따른 기액 분산 장치를 포함한다.
- 도 3은 실시예 3의 플로우 차트의 개략을 도시한 도면이다.
- 도 4는 본 발명에 따른 장치의 도통관의 하부 선단 구조가 선단이 막힌 캡형 구조의 것을 도시한 도면이다.
- 도 5는 본 발명에 따른 장치의 도통관의 하부 선단 구조가 J자형으로 절첩된 구조의 것을 도시한 도면이다.
- 도 6은 본 발명에 따른 장치의 도통관이 도통관 1개당 2개 이상의 기체 통로를 갖고, 그 기체 통로의 위치가 2가지 이상의 서로 다른 높이로 형성된 구조의 것을 도시한 도면이다.
- 도 7은 본 발명에 따른 장치의 도통관이 슬릿상의 기체 통로를 갖는 구조의 것을 도시한 도면이다.

[부호의 설명]

- 1: 탑
- 2: 액체

- 3: 기체
- 4: 관상물
- 5: 기액 통과 구멍
- 6: 도통관
- 7: 기체 통로
- 8: 도통관의 하부 선단
- 9: 액체 통로
- 10: 촉매의 충전층
- 11: 기액 출구
- 12: 기액 통과 구멍
- 13: 도통관
- 14: 기체 통로
- 15: 도통관의 하부의 선단
- 16: 액체 통로
- 17: 물
- 18: 공기
- 19: 공기층
- 20: 통
- 21: 관상물
- 22: 기액 출구
- 101: 산화 반응액
- 102: 에폭시화 반응액
- 103: 미반응된 프로필렌
- 104: 프로필렌 회수 후의 반응액
- 105: 쿠밀알코올 및 쿠멘을 주로 함유하는 액
- 106: 리사이클 쿠멘

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0028] 본 발명에 있어서는, 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑이 이용된다. 즉, 탑의 바닥부 부근으로부터 액체와 기체가 공급되고, 연속상인 액체 중에 분산상인 기체가 존재한 기액 혼합 유체를 형성하고, 상기 기액 혼합 유체는 탑 내를 상승하고, 탑 정상 부근으로부터 탑 밖으로 추출된다. 그리고, 탑 내에서 기체는 액체 중에 분산되어 기체와 액체의 충분한 접촉이 실현된다.
- [0029] 본 발명은 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 유체의 흐름을 차단하는 관상물 및 상기 관상물의 하면으로부터 상면으로 유체를 도통시키기 위한 도통관을 포함하며, 하기의 조건을 만족하는 기액 분산 장치이다.
- [0030] (A) 관상물은 1개 이상의 기액 통과 구멍을 가짐
- [0031] (B) 도통관의 일단은 관상물의 하면에서 기액 통과 구멍에 접속되어 도통관이 하향으로 연장됨
- [0032] (C) 도통관의 측면에는 1개 이상의 기체 통로가 형성됨

- [0033] (D) 도통관의 하부에는 1개 이상의 액체 통로가 형성됨
- [0034] (E) 도통관의 하부 선단의 구조가 도통관으로의 기체의 유입을 방해하는 구조임
- [0035] 본 발명에 따르면, (A) 관상물은 1개 이상의 기액 통과 구멍을 갖고, (B) 도통관의 일단은 관상물의 하면에서 기액 통과 구멍에 접속되어 도통관이 하향으로 연장되고, (C) 도통관의 측면에는 1개 이상의 기체 통로가 형성되어 있고, (D) 도통관의 하부에는 1개 이상의 액체 통로가 형성되어 있고, (E) 도통관의 하부 선단의 구조가 도통관으로의 기체의 유입을 방해하는 구조이다.
- [0036] 도통관의 하부 선단의 구조는 도통관으로의 기체의 유입을 방해하는 구조이기 때문에, 도통관의 하부 선단으로부터는 액체만을 도통관 내로 유도할 수 있다. 여기서 말하는 "도통관의 하부 선단"이란 도통관의 양단 중 관상물의 기액 통과 구멍에 접속되지 않는 반대측의 선단으로서, 선단 부근의 측면부도 포함한다. 도통관의 하부 선단의 바람직한 구체예로서, 선단이 막힌 캡형이나 J자형을 들 수 있다. 또한 액체의 도입 방법은 도통관의 측면에 소직경의 구멍을 형성할 수도 있고, 캡과 도통관 접속부 주위의 도통관 측면에 슬릿 등의 개구부를 설치할 수도 있고, J자형으로 절첩한 도통관 선단의 관 개구부를 액체 통로로 할 수도 있다.
- [0037] 기액 통과 구멍의 구경과 도통관의 구경이 대략 동일한 것이 바람직하다. 이렇게 함에 따라, 장치의 설계나 제작을 용이하게 할 수 있다.
- [0038] 본 발명에 있어서는, 하기 수학적 1이 만족되는 것이 바람직하다.
- [0039] $1 \leq N/S \leq 100$ (1)
- [0040] (N은 관상물에 형성된 기액 통과 구멍의 수[개]이고, S는 관상물의 상면(또는 하면)의 면적[m²]임)
- [0041] N/S가 과소하면 재분산이 불충분해지는 경우가 있고, 한편 N/S가 과대하면 장치의 부품 갯수가 많아져서, 설비의 제작 비용이 상승하고 설비 중량이 무거워져 설치상의 문제가 생기거나 하는 경우가 있다.
- [0042] 관상물의 상면 및 하면의 면적은 통상 동일하다.
- [0043] 본 발명에 있어서는, 하기 수학적 2가 만족되는 것이 바람직하다.
- [0044] $0.01 \leq v \leq 10$ (2)
- [0045] (v는 기액 통과 구멍을 통과하는 기액 혼합 유체의 선속[m/s]임)
- [0046] v가 과소하면 기액 통과 구멍에서의 압력 손실이 작고, 복수 형성된 구멍에 있어서의 액체 및 기체의 통과 유량이 불균일해지기 쉬워, 편류(channeling)를 발생시키는 경우가 있고, 한편 v가 과대하면 기액 통과 구멍에서의 압력 손실이 커져, 설비의 강도를 높이기 위해서 설비비가 높아지고, 설비에 기체나 액체를 공급하는 펌프나 압축기의 토출 압력을 높게 해야만 하여 비경제적이 되는 경우가 있다.
- [0047] 본 발명에 있어서는, 하기 수학적 3이 만족되는 것이 바람직하다.
- [0048] $100 \leq 1.5 \times L \leq H$ (3)
- [0049] (H는 탑의 높이[mm]이고, L은 도통관의 길이[mm]임)
- [0050] L이 과소하면 기체를 재분산시키기 위해서 필요한 관상물 하측의 기체를 포함하는 공간의 높이가 불충분하여, 도통관이 운전 조건 및 부하의 변경에 수반하는 공간 높이의 변화에 대응할 수 없는 경우가 있고, 한편 L이 과대하면 도통관의 진동에 대한 우려가 커지기 때문에 충분한 진동 억제를 위한 수단이 필요해지고, 또한 도통관의 설치되는 공간에는 일반적으로 촉매 등의 충전물을 충전하지 않기 때문에 충전량이 감소하게 되어 불리하다.
- [0051] 본 발명에 있어서는, 하기 수학적 4가 만족되는 것이 바람직하다.
- [0052] $10 \leq g \leq 500$ (4)
- [0053] (g는 도통관의 측면에 형성된 기체 통로에서의 기체의 통과 속도[m/s]이되, 단 기체의 부피는 기체 통로의 입구에서의 부피를 기준으로 함)

[0054] g가 과소하면 기체를 재분산시키기 위해서 필요한 관상물 하측의 기체를 포함하는 공간이 충분히 형성되지 않아, 도통관의 측면에 설치한 기체 통로로부터 액체가 도통관 내로 침입하는 경우가 있고, 한편 g가 과대하면 관상물 하측의 기체를 포함하는 공간의 높이가 도통관의 길이를 초과하여, 도통관의 하부에 설치한 액체 통로로부터 액체와 함께 기체가 침입하여, 본 발명의 목적인 기체의 효율적 분산이 달성되지 않는 경우가 있다.

[0055] 본 발명에 있어서는, 하기 수학적 식 5가 만족되는 것이 바람직하다.

[0056] $1 \leq h \leq 10$ (5)

[0057] (h는 도통관에 형성된 액체 통로에서의 액체의 통과 속도[m/s]이되, 단 액체의 부피는 실제 부피를 기준으로 함)

[0058] h가 과소하면, 기체를 포함하는 공간의 높이가 도통관의 길이를 초과하여, 도통관의 하부에 설치한 액체 통로로부터 액체와 함께 기체가 침입하여, 본 발명의 목적인 기체의 효율적 분산이 달성되지 않는 경우가 있고, 한편 h가 과대하면, 반대로 기체를 포함하는 공간이 충분히 형성되지 않아, 도통관의 측면에 설치한 기체 통로로부터 액체가 도통관 내로 침입하는 경우가 있다.

[0059] 본 발명에 있어서는, 하기 수학적 식 6이 만족시켜지는 것이 바람직하다.

[0060] $-4 \leq dP_G - dP_L$ (6)

[0061] (dP_G 는 기체 통로를 기체가 통과할 때의 압력 손실[kPa]이고, dP_L 은 액체 통로를 액체가 통과할 때의 압력 손실[kPa]이며, 바람직하게는 $dP_G - dP_L$ 은 0 이상이거나, 더 바람직하게는 $dP_G - dP_L$ 은 1 이상임)

[0062] 여기서, dP_G 는 기체의 제한 오리피스에 의한 계산식으로부터 유도되는 수치이고, 하기의 절차로 구할 수 있다.

[0063] 1) $P_a > P_c$ 가 되는 조건 하에 있어서, 임계 압력 P_c 를 하기 식 (a)로부터 구한다.

[0064] $P_c = P_a \times (2 / (\kappa + 1))^{(\kappa / (\kappa - 1))}$ (a)

[0065] 2) 가스의 유량 계수 C_G 를 하기 식 (b)로부터 구한다.

[0066] $C_G = 2.80 \times (\kappa \times (2 / (\kappa + 1))^{(\kappa + 1) / (\kappa - 1)})^{0.5}$ (b)

[0067] 3) 임계 오리피스 직경 d_c 를 하기 식 (c)에 의해 구한다.

[0068] $d_c = (W_G / (C_G \times P_a \times (M/T)^{0.5}))^{0.5}$ (c)

[0069] 4) 제한 오리피스 식 (d)을 만족시키는 이차압 P_b 를 구한다.

[0070] $d_G = d_c \times ((2 / (\kappa + 1))^{(2 / (\kappa - 1))} \times ((\kappa - 1) / (\kappa - 1)) / ((P_b / P_a)^{(2 / \kappa)} - (P_b / P_a)^{((\kappa + 1) / \kappa)})^{0.25}$ (d)

[0071] 5) 기체 통로를 기체가 통과할 때의 압력 손실 dP_G 을 식 (e)로 구한다.

[0072] $dP_G = (P_b - P_a) \times 98.07$ (e)

[0073] (d_c 는 오리피스 직경(기체 통로의 직경)[mm]이고, κ 는 비열비[-]이고, P_a 는 일차압[kg/cm²A]이고, P_b 는 이차압[kg/cm²A]이고, P_c 는 임계 압력[kg/cm²A]이고, W_G 는 중량 유량[kg/hr]이고, C_G 는 유량 계수이고, T 는 온도[K]이고, d_c 는 임계 오리피스 직경[mm]이며, M 은 가스의 평균 분자량[g/mol]임)

[0074] 한편, dP_L 은 하기의 식 (f)로 구할 수 있다.

[0075] $dP_L = (W_L / (39.6 \times C_L \times d_L^2))^2 / \rho_L \times 98.07$ (f)

[0076] (W_L 은 중량 유량[kg/hr]이고, C_L 은 유량 계수이고, d_L 은 오리피스 직경(액체 통로의 직경)[mm]이며, ρ_L 은 액체

의 비중(4 ℃, 1 atm의 물 기준)[-]임)

[0077] 다만, 기체 통로, 액체 통로가 원형 구멍의 오리피스가 아닌 경우, 하기 수학식 (g)에 의해 상당 직경 d_e 를 산출하여, d_g , d_L 로서 이용한다.

[0078]
$$d_e = 4 \times s_e / L_e \quad (g)$$

[0079] (d_e 는 상당 직경[mm]이고, s_e 는 기체 통로 또는 액체 통로의 단면적[mm²]이며, L_e 는 기체 통로 또는 액체 통로의 침변(wetted perimeter) 길이[mm]임)

[0080] ($dP_g - dP_L$)가 과소하면 기체를 재분산시키기 위해서 필요한 판상물 하측의 기체를 포함하는 공간이 충분히 형성되지 않아, 도통관의 측면에 설치한 기체 통로로부터 액체가 도통관 내로 침입하는 경우가 있고, 한편 ($dP_g - dP_L$)이 과대하면 판상물 하측의 기체를 포함하는 공간의 높이가 도통관의 길이를 초과하여, 도통관의 하부에 설치한 액체 통로로부터 액체와 함께 기체가 침입하여, 본 발명의 목적인 기체의 효율적 분산이 달성되지 않는 경우가 있다.

[0081] 본 발명에 있어서는, 도통관 1개당 2개 이상의 기체 통로가 형성되고, 또한 그 기체 통로의 위치가 2가지 이상의 서로 다른 높이로 형성되는 것이 바람직하다. 기체 통로의 형식은 1 내지 20 mm의 원형 구멍일 수도 있지만, 이것에 한정되는 것은 아니다. 1개의 기체 통로의 개구 면적이 너무 작으면 필요한 수가 많아져 제작 비용이 상승하고, 반대로 너무 크면 조작 범위가 좁게 되기 때문에, 실시자가 경제적인 구멍 직경을 결정할 수 있다. 이렇게 함으로써 운전 조건이나 부하의 변경에 수반하는, 기체를 포함하는 공간 높이의 변화에 유연하게 대응할 수 있다. 구체적으로는, 액체의 유량에 대하여 기체의 유량이 적고, 기체 통로에서의 기체의 통과 속도가 느릴 때는, 상기 공간 높이가 낮아져서, 판상물에 가까운 통로만 기체 통로로서 기능한다. 그리고, 기체의 유량이 많고, 기체의 공간 높이가 높으면, 판상물로부터 떨어진 위치의 통로도 기체 통로로서 기능하도록 할 수 있는 것이다. 이렇게 해서, 기체의 유량이 적은 경우에도 필요한 기체의 공간 높이를 유지할 수 있고, 또한 기체의 유량이 많은 경우에도 기체의 공간 높이가 도통관의 하부 선단을 넘는 일이 없어, 본 발명을 실시할 수 있는 범위를 넓게 할 수 있다.

[0082] 본 발명에 있어서는, 도통관 1개당 1개 이상의 슬릿상 개구부가 도통관의 측면에 세로 방향으로 형성되고, 그 개구부의 적어도 일부가 기체 통로인 경우도 바람직한 장치로서 들 수 있다. 도통관의 측면에 세로 방향으로 슬릿을 형성한 경우, 기체의 공간 높이가 낮은 경우에는 상기 슬릿 중 판상물에 가까운 범위만 기체 통로로서 기능하는 반면, 기체의 유량이 많고, 기체의 공간 높이가 높으면, 높이에 따른 범위가 기체 통로의 통과 면적이 된다. 슬릿의 개구폭이 너무 넓으면 충분한 기체의 공간이 형성되지 않지 않는 경우가 있기 때문에, 슬릿폭은 1 내지 10 mm인 것이 바람직하다.

[0083] 본 발명에 있어서는, 기액 분산 장치의 상측 및/또는 하측에 충전물 층을 설치할 수 있다.

[0084] 본 발명의 기액 분산 장치는 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에서 기체를 액체 중에 효율적으로 분산시킬 수 있어, 기체와 액체가 충분한 접촉을 실현할 수 있다는 특징을 갖는 것이고, 따라서 넓은 적용 범위를 갖는다.

[0085] 본 발명의 기액 분산 장치를 이용하는 방법은 상기한 설명에 의해 분명해졌으며, 요컨대

[0086] i) 기액 분산 장치를 포함하는 탑에, 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체를 상향으로 유통시키고,

[0087] ii) 판상물의 하측에 기체를 포함하는 공간을 형성시키고,

[0088] iii) 도통관의 하부에 설치한 액체 통로로부터 액체를 도통관 내로 유도하고,

[0089] iv) 도통관의 측면에 형성된 기체 통로로부터 기체를 도통관 내로 유도하고,

[0090] v) 상기 액체와 상기 기체를 도통관 내에서 혼합시켜서 기액 혼합 유체를 형성하고,

[0091] vi) 그 후 상기 기액 혼합 유체를 판상물에 형성된 기액 통과 구멍을 통해서 상향으로 통과시키는 단계를 포함하는, 기액 분산 방법을 제공한다.

[0092] 본 발명의 적용예로서는, 충전탑에서의 기액 접촉, 기포탑에서의 기액 접촉 등을 들 수 있다. 보다 구체적인

적용예로서는, 충전물이 촉매인 예, 또한 촉매가 수소화 반응 또는 탈수 반응을 위한 촉매인 예를 들 수 있다.

- [0093] 본 발명에 따르면, 액체와 기체가 도통관 내에서 혼합되고, 혼합된 상태에서 관상물의 기액 통과 구멍으로부터 상향으로 분출되어, 기액의 접촉이 효율적으로 행해진다. 그리고, 하기의 실시예 1과 비교예 1로부터도 알 수 있는 바와 같이, 기체와 액체가 충분한 접촉을 실현할 수 있기 때문에, 촉매에 의한 기액 반응을 매우 좋은 성적 하에 실시할 수 있다. 또한, 본 발명의 기액 분산 장치는 관상물에 한 종류의 기액 통과 구멍을 형성하면 되므로, 제조 시의 가공이 비교적 용이하다는 장점을 갖는다.
- [0094] 본 발명을 공업적 실시 측면에서 최적으로 실시할 수 있는 방법으로서는, 하기의 공정을 포함하는 프로필렌옥시드의 제조 방법에 있어서의 수소화 공정에서 이용되는 기액 분산 방법을 들 수 있다.
- [0095] i) 산화 공정: 알킬벤젠을 산화함으로써 알킬벤젠히드로퍼옥시드를 얻는 공정
- [0096] ii) 에폭시화 공정: 촉매의 존재 하에서 알킬벤젠히드로퍼옥시드와 프로필렌을 반응시킴으로써 프로필렌옥시드 및 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 포함하는 반응액을 얻는 공정
- [0097] iii) 프로필렌 회수 공정: 에폭시화 공정 후의 반응액으로부터 미반응된 프로필렌을 회수하고, 회수된 프로필렌을 에폭시화 공정의 원료로서 리사이클하는 공정
- [0098] iv) 프로필렌옥시드 조 분리 공정: 에폭시화 공정에서 얻어진 프로필렌옥시드와 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 조 분리하는 공정
- [0099] v) 프로필렌옥시드 정제 공정: 프로필렌옥시드 조 분리 공정 후, 프로필렌옥시드를 예를 들어 증류에 의해 정제 프로필렌옥시드를 얻는 공정
- [0100] vi) 수소화 공정: 촉매의 존재 하에서 프로필렌옥시드 조 분리 공정에서 프로필렌옥시드로부터 분리된 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 수소화함으로써 알킬벤젠을 얻고, 상기 알킬벤젠을 산화 공정의 원료로서 리사이클하는 공정
- [0101] 본 발명의 산화 공정은 알킬벤젠을 산화함으로써 알킬벤젠히드로퍼옥시드를 얻는 공정이다. 알킬벤젠의 산화는 통상적으로 공기나 산소 농축 공기 등의 산소 함유 가스에 의한 자동 산화로 행해진다. 이 산화 반응은 첨가제를 이용하지 않고서 실시할 수도 있고, 알칼리와 같은 첨가제를 이용할 수도 있다. 통상의 반응 온도는 50 내지 200 ℃이고, 반응 압력은 대기압부터 5 MPa의 사이이다. 첨가제를 이용한 산화법의 경우, 알칼리성 시약으로서, NaOH, KOH와 같은 알칼리 금속 화합물이나, 알칼리 토금속 화합물 또는 Na₂CO₃, NaHCO₃과 같은 알칼리 금속 탄산염 또는 암모니아 및 (NH₄)₂CO₃, 알칼리 금속 탄산암모늄염 등이 이용된다.
- [0102] 본 발명의 에폭시화 공정은 촉매의 존재 하에서, 알킬벤젠히드로퍼옥시드와 프로필렌을 반응시킴으로써 프로필렌옥시드 및 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 얻는 공정이다.
- [0103] 에폭시화 공정은 목적물을 고수율 및 고선택률 하에서 얻는다는 관점에서, 티탄 함유 규소 산화물로 이루어지는 촉매의 존재 하에 실시하는 것이 바람직하다. 이들 촉매는 통상 고체 촉매이고, 규소 산화물과 화학적으로 결합한 Ti를 함유하는, 이른바 Ti-실리카 촉매가 바람직하다. 예를 들면 Ti 화합물을 실리카 담체에 담지한 것, 공침법이나 졸겔법으로 규소 산화물과 복합한 것, 또는 Ti를 포함하는 제올라이트 화합물 등을 들 수 있다.
- [0104] 본 발명에 있어서, 에폭시화 공정의 원료 물질로서 사용되는 알킬벤젠히드로퍼옥시드는 희박 또는 농후한 정제 화합물 또는 비정제 화합물일 수도 있다.
- [0105] 에폭시화 반응은 프로필렌과 알킬벤젠히드로퍼옥시드를 촉매에 접촉시킴으로써 행해진다. 반응은 용매를 이용하여 액상 중에서 실시된다. 용매는 반응 시의 온도 및 압력을 기초로 액체이고, 또한 반응체 및 생성물에 대하여 실질적으로 불활성인 것이어야만 한다. 용매는 사용되는 알킬벤젠히드로퍼옥시드 용액 내에 존재하는 물질로 이루어지는 것일 수도 있다. 예를 들면 에틸벤젠히드로퍼옥시드나 쿠멘히드로퍼옥시드가 그 원료인 에틸벤젠이나 쿠멘으로 이루어지는 혼합물인 경우에는, 용매를 첨가하지 않고, 이것을 용매의 대응으로 하는 것도 가능하다. 기타, 유용한 용매로서는, 방향족의 단환식 화합물(예를 들면 벤젠, 톨루엔, 클로로벤젠, 오르토디클로로벤젠) 및 알칸(예를 들면 옥탄, 데칸, 도데칸) 등을 들 수 있다.
- [0106] 에폭시화 반응 온도는 일반적으로 0 내지 200 ℃인데, 반응 속도와 촉매의 경제적 이용 측면에서 25 내지 200 ℃의 온도가 바람직하고, 반응 선택률 측면에서 25 내지 140 ℃의 온도가 더욱 바람직하다. 상기 온도가 너무

낮으면 반응 속도가 느리기 때문에, 원하는 반응량을 얻기 위한 촉매 필요량이 많아지고, 상기 온도가 너무 높으면 선택률이 저하되고, 특히 탄소수 4의 화합물의 생성량이 증가하면, 이것을 제거할 때의 유효 성분의 손실이나 필요 에너지가 증가하기 때문에 부적합하다. 압력은 반응 혼합물을 액체의 상태로 유지하는 데 충분한 압력이면 된다. 일반적으로 압력은 100 내지 10000 kPa인 것이 유리하다.

- [0107] 고체 촉매는 슬러리상 또는 고정상의 형태로 유리하게 실시할 수 있다. 대규모인 공업적 조작의 경우에는, 고정상을 이용하는 것이 바람직하다. 또한, 회 분법, 반연속법, 연속법 등에 의해서 실시할 수 있다. 반응 원료를 함유하는 액을 고정상으로 통과시킨 경우에는, 반응 대역으로부터 나온 액상 혼합물에는 촉매가 전혀 포함되어 있지 않거나 또는 실질적으로 포함되어 있지 않다.
- [0108] 에폭시화 공정에 공급되는 프로필렌/알킬벤젠히드로퍼옥시드의 몰비는 2/1 내지 50/1인 것이 바람직하다. 상기 비가 과소하면 반응 속도가 저하되어 효율이 나쁘고, 한편 상기 비가 과대하면 리사이클되는 프로필렌의 양이 과대해져서, 회수 공정에서 많은 에너지를 필요로 한다.
- [0109] 본 발명의 프로필렌 회수 공정은 에폭시화 공정 후의 반응액 내에 포함되는 미반응된 프로필렌을 분리하여 회수하고, 상기 회수한 프로필렌을 에폭시화 공정의 원료로서 에폭시화 공정에 리사이클하는 공정이다. 상기한 바와 같이, 프로필렌은 과량 이용되기 때문에, 에폭시화 공정에서 나오는 반응액 내에는 미반응된 프로필렌이 포함된다. 상기 미반응된 프로필렌을 반응액으로부터 분리하여 회수하는 방법으로는 반응액을 증류하는 방법을 들 수 있다. 증류는 통상 반응액의 중으로부터 프로필렌이 기화하기 쉬운 조건을 이용한다. 증류의 조건으로는, 증류 공정에 공급되는 반응액의 온도나 조성에 따라라도 변화하는데, 통상 압력은 100 내지 5000 kPa, 바람직하게는 100 내지 3000 kPa, 탑 정상 온도 -50 내지 150 °C를 들 수 있다. 또한, 복수의 증류탑을 이용하여 단계적으로 프로필렌을 증류하는 방법을 이용할 수도 있다.
- [0110] 본 발명의 프로필렌옥시드 정제 공정은 에폭시화 공정에서 얻어진 프로필렌옥시드를 예를 들어 증류에 의해 정제 프로필렌옥시드를 얻는 공정이다.
- [0111] 정제되는 프로필렌옥시드는 에폭시화 공정의 반응액으로부터, 상술한 바와 같이 미반응된 프로필렌을 회수한 후의 액이다.
- [0112] 통상, 처음에 에폭시화 공정에서 생성한 알코올 및 용매가 증류에 의해 제거되어, 조 프로필렌옥시드가 얻어진다.
- [0113] 이 조 프로필렌옥시드는 불순물로서, 물, 탄화수소, 산소 함유 화합물이 포함되어 있는 것이 일반적이고, 탄화수소로서는 탄소수 3 내지 7의 탄화수소를 예시할 수 있다. 산소 함유 화합물로서는 메탄올, 아세트알데히드, 아세톤, 프로피온알데히드, 포름산메틸 등의 화합물을 예시할 수 있다.
- [0114] 이들 불순물을 제거하는 방법으로서, 증류, 추출, 흡착, 정석 등의 공지된 분리 기술을 적절하게 조합할 수도 있는데, 물, 탄화수소, 산소 함유 화합물을 효율적으로 제거하는 관점에서, 조 프로필렌옥시드를 탄소수 7 내지 10의 탄화수소를 추출용 용제로 하는 추출 증류와 그 밖의 증류를 조합하여 정제에 처하는 것이 바람직하다.
- [0115] 추출용 용제인 탄소수 7 내지 10의 탄화수소로서는, n-헵탄, n-옥탄, n-노난, n-데칸 등의 직쇄상 포화 탄화수소, 2,2-디메틸펜탄, 2,3-디메틸펜탄, 2,2-디메틸헥산, 2,3-디메틸헥산 등의 분지상 포화 탄화수소, 및 이들 불포화 탄화수소 등을 예시할 수 있다. 또한, 이들 추출용 용제는 단품이거나 이들 화합물의 혼합물이거나 어느 쪽이나 사용할 수 있다.
- [0116] 추출 증류탑 및 그의 밖의 증류탑의 형식과 운전 조건, 추출용 용제의 사용량 등은 요구되는 제품의 품질에 따라 적절하게 결정할 수 있다.
- [0117] 이리 하여 얻어진 정제 프로필렌옥시드는 원하는 제품 품질을 만족시키고 있다.
- [0118] 본 발명의 수소화 공정은 고체 촉매의 존재 하에서 에폭시화 공정에서 얻은 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 수소화 분해 또는 탈수/수소 첨가에 의해 알킬벤젠으로 하고, 얻어진 알킬벤젠을 산화 공정의 원료로서 산화 공정에 리사이클하는 공정인데, 알킬벤젠을 효율적으로 리사이클한다는 관점에서 탈수/수소 첨가에 의해 행하는 것이 보다 바람직하다.
- [0119] 탈수 공정은 에폭시화 공정에서 얻은 알킬벤젠히드로퍼옥시드 유래의 알코올을 탈수 촉매에 제공하여, 분자 내 탈수하는 공정이다. 사용되는 촉매로서는 황산, 인산, p-톨루엔술폰산 등의 산이나, 활성 알루미늄, 티타니아, 지르코니아, 실리카 알루미늄, 제올라이트 등의 금속 산화물을 들 수 있는데, 반응액과의 분리, 촉매 수명, 선

택성 등 측면에서 활성 알루미늄이 바람직하다.

- [0120] 탈수 촉매의 양은 알코올이 충분히 탈수 전화하는 양이면 되고, 전화율은 90% 이상인 것이 바람직하고, 98% 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0121] 탈수 반응은 알코올을 포함하는 용액을 촉매에 접촉시킴으로써 행해지는데, 탈수/수소 첨가법에 있어서는 탈수 반응에 이어 수소 첨가 반응을 행하기 때문에, 수소를 촉매에 공급할 수도 있다. 탈수 반응 온도는 일반적으로 50 내지 450 °C인데, 150 내지 300 °C의 온도가 바람직하다. 일반적으로 압력은 10 내지 10000 kPa인 것이 유리하다.
- [0122] 수소 첨가 공정은 탈수 공정에서 얻은 분자 내 탈수 생성물을 수소 첨가 촉매에 제공하고, 수소 첨가하여 알킬벤젠으로 변환하여, 산화 공정의 원료로서 산화 공정에 리사이클하는 공정이다.
- [0123] 수소 첨가 촉매로서는, 주기율표 10족 또는 11족의 금속을 포함하는 촉매를 들 수 있고, 구체적으로는 니켈, 팔라듐, 백금, 구리를 들 수 있는데, 방향환의 핵수소 첨가 반응의 억제, 고수율 측면에서 팔라듐 또는 구리가 바람직하다. 구리계 촉매로서는 구리, 라니 구리, 구리·크롬, 구리·아연, 구리·크롬·아연, 구리·실리카, 구리·알루미나 등을 들 수 있다. 팔라듐 촉매로서는, 팔라듐·알루미나, 팔라듐·실리카, 팔라듐·카본 등을 들 수 있다. 이들 촉매는 단일로 사용할 수 있고, 복수의 것을 이용할 수도 있다. 수소 첨가 촉매에 동시에 탈수 능이 있는 경우에는, 탈수/수소 첨가 촉매로서 단독으로 이용할 수도 있다.
- [0124] 수소 첨가 촉매의 양은 분자 내 탈수 생성물이 충분히 전화하는 양이면 되고, 전화율은 98% 이상이 바람직하다.
- [0125] 수소 첨가 반응은 분자 내 탈수 생성물을 포함하는 용액과 수소를 촉매에 접촉시킴으로써 행해지는데, 탈수/수소 첨가법에 있어서는 탈수 반응에 이어 수소 첨가 반응을 행하기 때문에, 탈수 반응에서 발생한 물을 유수(oil-water) 분리 등에 의해서 분리한 후 행할 수도 있고, 물을 분리하지 않고서 수소 첨가 촉매에 제공하게 하여 행할 수도 있다.
- [0126] 반응에 필요한 수소량은 분자 내 탈수 생성물과 등물이면 좋지만, 통상 원료 중에는 수소를 소비하는 다른 성분도 포함되어 있어, 과잉의 수소가 필요로 된다. 또한 수소의 분압을 높일수록 반응은 빠르게 진행하기 때문에, 통상 수소/분자 내 탈수 생성물의 몰비로서 1로부터 10이 사용된다. 더욱 바람직하게는 1 내지 5이다. 반응 후에 잔존한 과잉분의 수소는 반응액과 분리한 후에 리사이클하여 사용할 수도 있다.
- [0127] 수소 첨가 반응 온도는 일반적으로 0 내지 500 °C인데, 30 내지 300 °C의 온도가 바람직하다. 일반적으로 압력은 100 내지 10000 kPa인 것이 유리하다.
- [0128] 탈수/수소 첨가 반응의 반응 형태는 고정상에 의해서 유리하게 실시할 수 있다. 탈수 반응과 수소 첨가 반응은 별개의 반응기를 이용할 수도 있고, 단일의 반응기를 이용할 수도 있는데, 비용 측면에서 생각하면, 탈수 촉매와 수소 첨가 촉매는 다단의 반응기로 하지 않고, 단일의 고정상 반응기에 충전되어 있는 것이 바람직하다.
- [0129] 따라서, 본 발명을 상기 프로필렌옥사이드의 제조 방법의 수소화 공정에 적용하는 경우에는, 에폭시화 공정에서 얻은 알킬벤젠히드록시드 유래의 알코올을 포함하는 액을 연속상, 수소 가스를 분산상으로서 하는 기액 혼합 유체를 상향으로 유통하는 고정상 반응기에 있어서 본 발명의 기액 분산 방법을 채용하면 좋다.
- [0130] [실시예]
- [0131] 본 발명은 하기 실시예를 참고로 설명한다.
- [0132] 실시예 1
- [0133] 도 1에 나타난 장치를 이용하여 실시예 1을 수행하였다. 탑 (1)의 바닥부 부근부터 액체 (2)(약 25 중량%의 쿠밀알코올을 함유하는 쿠멘 용액)와 기체 (3)(수소)을 공급하고, 액체와 기체로 이루어지는 유체를 탑 내에서 상향으로 유통시켰다. 탑 내에는, 유체의 유통 방향에 대하여 수직 방향으로 설치되고 유체의 흐름을 차단하는 관상물 (4)를 포함하는 본 발명에 따른 기액 분산 장치가 설치되어 있다. 관상물은 기액 통과 구멍 (5)를 갖고, 기액 통과 구멍에 접속되고 관상물의 아래 방향으로 신장하는 도통관 (6)이 설치되고 있고, 도통관의 측면에는 도통관 1개당 3개의 기체 통로 (7)가 설치되어 있었다. 도통관에 형성된 복수의 기체 통로의 높이 위치 관계는 상술한 바와 같이 운전 조건이나 부하의 변경에 수반하는, 기체를 포함하는 공간의 높이 변화에 유연하게 대응하기 위해서, 도통관 측면에 관상물로부터 아래 방향으로 75 mm의 지점에 제1 기체 통로, 또한 제1 기체 통로로부터 아래 방향 40 mm의 지점에 제2 기체 통로, 또한 제2 기체 통로로부터 아래 방향 40 mm의 지점에 제3

기체 통로를 형성하였다. 탑 (1)의 높이 H와 도통관 (6)의 길이 L의 비 H/L은 약 12.7이었다.

[0134] 도통관의 하부 선단 (8)의 구조는 선단이 막힌 캡형 구조로 하고, 액체 통로로서 소구멍을 동일 평면 상에 도통관 하단보다 상 방향 45 mm의 지점에 도통관 1개당 2개 설치하였다.

[0135] 관상물에 형성된 기액 통과 구멍의 구경과 도통관의 구경이 대략 동일하였다.

[0136] 관상물에 형성된 기액 통과 구멍의 수(N)와 관상물의 하면의 면적(S)의 비 N/S는 15개/m²였다.

[0137] 관상물에 형성된 기액 통과 구멍을 통과하는 기액 혼합 유체의 선속(v)은 약 2 m/s(다만, 유체의 부피는 기액 통과 구멍의 입구(하부)를 기준으로 함)였다.

[0138] 도통관 측면에 형성된 기체 통로에서의 기체의 통과 속도(g)는 약 54 m/s(다만, 기체의 부피는 기체 통로의 입구에서의 부피를 기준으로 함)였다.

[0139] 도통관에 형성된 액체 통로에 있어서의 액체의 통과 속도(h)는 약 6 m/s였다.

[0140] 액체 및 기체를 소정의 비율로 관상물의 하측으로부터 상측으로 통과시킴으로써, 관상물의 하측에 기체를 포함하는 공간(두께 380 mm)이 형성되어 있는 것을 확인하였다. 이 때의 dP_G-dP_L은 8.7 kPa였다.

[0141] 기액 분산 장치의 상측에는 구형의 알루미늄 촉매(일부 귀금속을 담지)의 충전층(10)이 설치되어 있었다. 촉매층의 온도를 약 200 내지 230 °C로 하고, 탑 정상 압력을 약 1.5 내지 2 MPaG로서, 쿠밀알코올을 분자 내 탈수하여 α-메틸스티렌으로 하고, 또한 수소를 반응시켜 쿠멘으로 변환하였다. 기액 분산의 상태가 불충분한 경우, 반응기에서 편류를 발생시켜, 불충분한 수소 첨가 영역 및 과량의 수소 첨가 영역이 부분적으로 형성된다. 이러한 영역의 형성은 수소 첨가 공정에서 쿠멘의 손실을 악화시키는 한 요인이다. 이후, 분산 상태를 하기 지표로 평가하였다. 수소 첨가 불충분 지표는 α-메틸스티렌의 탑 출구의 농도(α-메틸스티렌 누설 농도라고 부름)였다. 그 결과, α-메틸스티렌 누설 농도(수소 첨가 불충분 지표) 323 중량ppm을 포함하는 반응 생성물을 얻었다. 실시예 1은 표 1 「분산판 있음」에 결과를 나타낸다.

[0142] 비교예 1

[0143] 본 발명에 따른 기액 분산 장치를 이용하는 일없이 반응을 행한 것 이외에는 실시예 1과 동일하게 행하였다. 그 결과, 반응 성적은 α-메틸스티렌 누설 농도가 1400 중량ppm이 되었다. 비교예 1의 결과를 실시예 1의 결과와 비교하여 표 1에 나타낸다. 표 1 「분산판 없음」에 비교예 1의 결과를 나타낸다. 표 1에서, 실시예 1과 비교하여, 비교예 1은 쿠밀알코올로부터 쿠멘으로 변환될 때, 수소 첨가되지 않고서 남은 α-메틸스티렌 누설 농도가 4.3배 높았다.

[0144] 실시예 1 및 비교예 1로부터 본 발명의 기액 분산판을 이용하면, 수소 첨가 반응이 촉진되는 것을 알 수 있었다.

표 1

	α-메틸스티렌 누설 농도 [중량ppm]
분산판 있음 (실시예 1)	323
분산판 없음 (비교예 1)	1400

[0145]

[0146] 실시예 2

[0147] 이하 실험은 도 2에 도시한 장치를 이용하여 수행하였다. 투명아크릴 중합체로 이루어지는 통(20)(직경 280 mm, 길이 1980 mm)을 수직으로 세우고, 그 내부에 본 발명에 따른 기액 분산 장치를 설치하였다. 관상물 (21)에는 1개의 기액 통과 구멍 (12)(직경 50 mm)과 1개의 도통관 (13)(직경 50 mm, 길이 1000 mm)이 설치되고 있고, 도통관의 상단에서 아래로 45 mm의 위치에 기체 통로 (14)(직경 6 mm)이 1개 설치되는 것을 이용하였다. 통(20)의 높이 H와 도통관 (13)의 길이 L의 비 H/L은 약 1.98이었다.

[0148] 도통관의 하부의 선단은 선단이 막힌 캡형 구조로 하고, 캡 구조의 내측에는 도통관 측면에 액체 통로 (16)(직

경 10 mm)의 소구멍 1개를 형성하였다. 통에 물을 채운 후, 통의 하부로부터 물과 공기를 표 2의 실험 1, 실험 2의 조건으로 공급하고, $dP_G - dP_L$ 을 -4 kPa 초과의 범위로 하였다. 육안 관찰의 결과, 판상물의 하측에 표 2에 기재된 기체를 포함하는 공간이 형성되고, 기액 통과 구멍으로부터 기액 혼합 유체가 상향으로 분출되어, 매우 양호한 분산 상태인 것이 확인되었다.

[0149] 비교예 2

[0150] 조건을 실시예 2와 상이하게 한 것을 제외하고는 실시예 2와 동일한 실험을 행하였다. $dP_G - dP_L$ 값은 -4 kPa 미만이었다(표 2, 비교).

표 2

	N/S	v	g	h	$dP_G - dP_L$	판상물 하측의 기체를 포함하는 공간의 두께	분산 상태
	-/m ²	m/s	m/s	m/s	kPa	mm	
실험 1	16	1.2	75	2.1	1.0	230	양호
실험 2	16	1.5	99	2.1	4.4	608	양호
비교	16	1.2	73	3.4	-4.7	Non	불량

[0151]

[0152] 실시예 3

[0153] 도 3에 개략적으로 도시한 바와 같이 명세서에 기재된 방법에 따라서, 알킬벤젠으로서 쿠멘을 이용하고, 산화 공정에서 공기로 쿠멘을 산화하여 25 내지 30 중량%의 쿠멘히드로퍼옥시드를 포함하는 산화 반응액 (101)을 얻었다. 상기 산화 반응액 (102)과 프로필렌을 에폭시화 공정에서 티탄 함유 규소 산화물 촉매를 충전한 반응기에 통액하고 에폭시화 반응을 행하여 프로필렌옥시드와 쿠밀알코올, 미반응 프로필렌 및 쿠멘을 주로 함유하는 에폭시화 반응액 (102)을 얻었다. 쿠밀알코올은 쿠멘히드로퍼옥시드 유래의 알코올이다. 얻어진 반응액 (102)로부터 미반응된 프로필렌 (103)을 분리 제거하여, 프로필렌 회수 후의 반응액 (104)를 얻었다. 프로필렌 회수 후의 반응액 (104)는 프로필렌옥시드 정제 공정에서, 우선 쿠밀알코올 및 쿠멘을 주로 함유하는 액 (105)의 분획물과, 프로필렌옥시드를 주로 함유하는 분획물로 분리하고, 이어서 제품 품질을 만족시키도록 추출 증류를 포함하는 복수의 증류탑에서 프로필렌옥시드를 주로 함유하는 분획물을 정류하여 제품 프로필렌옥시드를 얻었다. 쿠밀알코올 및 쿠멘을 주로 함유하는 액 (105)의 분획물을 연속상, 수소 가스를 분산상으로 하고, i) 활성 알루미나 촉매 및 팔라듐 함유 촉매를 포함하는 촉매층, 및 ii) 반응기 중단에 본 발명의 기액 분산 장치가 설치된 반응기를 업플로우로 이용하여 쿠밀알코올을 쿠멘으로 환원하였다. 쿠밀알코올의 쿠멘으로의 전환율은 98% 초과이었다. 얻어진 쿠멘은 산화 공정에 리사이클하였다. 도 3은 명세서에 기재된 실시예 3의 플로우 차트의 개략을 도시한 도면이다.

[0154] 비교예 3

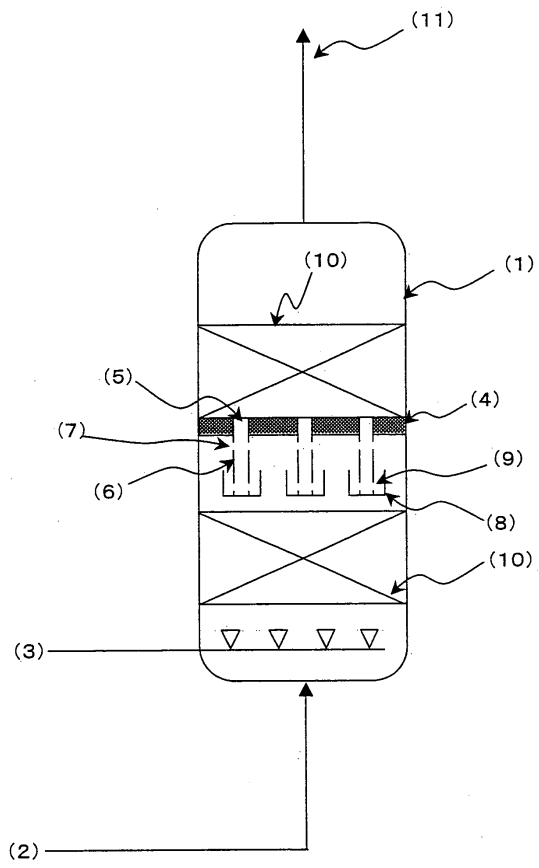
[0155] 본 발명에 따른 기액 분산 장치를 이용하지 않는 것 이외에는, 실시예 3과 동등한 조건으로 프로필렌옥시드 제조 방법을 실시한 바, 편류의 징후가 보여, 반응 성적이 불안정하였다.

산업상 이용가능성

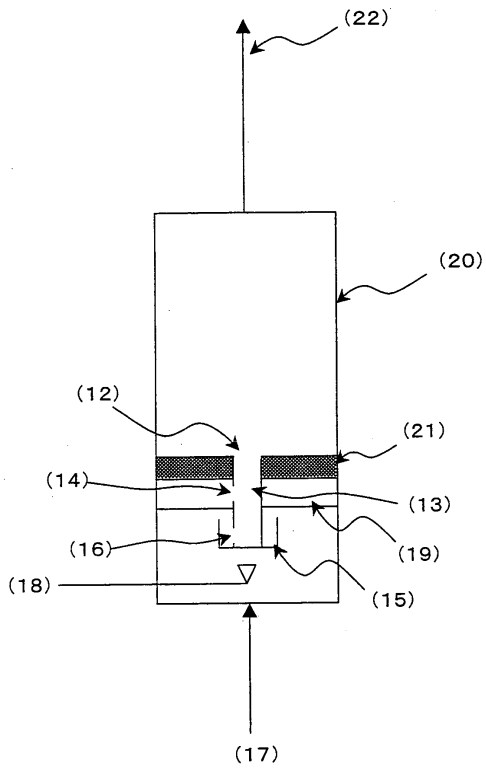
[0156] 본 발명은 액체가 연속상을 형성하고 기체가 분산상을 형성하는 기액 혼합 유체가 상향으로 유통하는 탑 내에, 기체를 액체 중에 효율적으로 분산시킬 수 있어 기체와 액체가 충분하게 접촉하는 것을 실현할 수 있고, 또한 제조 시의 가공이 비교적 용이하다는 특징을 갖는 기액 분산 장치 및 기액 분산 장치를 이용하는 기액 분산 방법에 이용할 수 있다. 또한 본 발명은 프로필렌 산화 제조 공정에서 수소 첨가 공정에서의 매우 효율적인 기액 분산 방법을 제공한다.

도면

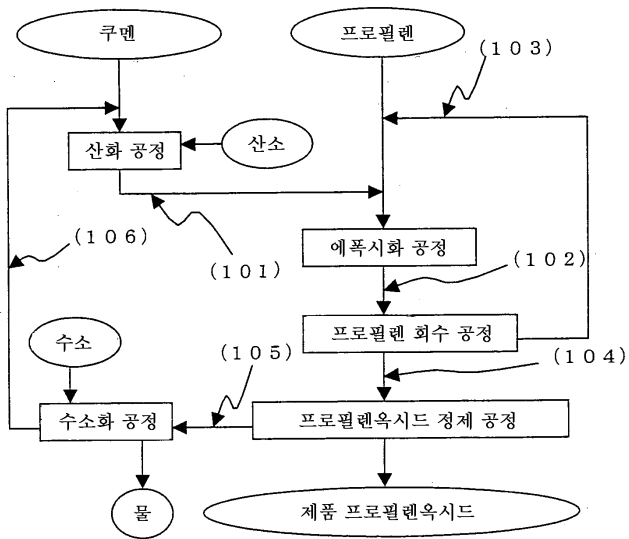
도면1



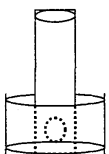
도면2



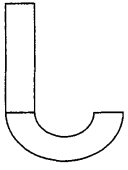
도면3



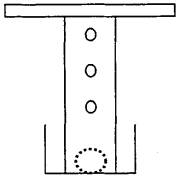
도면4



도면5



도면6



도면7

