

Title	ヒドロキシルアミン製造に関する工学的研究
Author(s)	二宮, 康平
Citation	大阪大学, 1984, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/33656
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉 大阪大学の博士論文について 〈/a〉 をご参照ください。

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名・(本籍)	にの 二	みや 宮	こう 康	へい 平
学位の種類	工	学	博	士
学位記番号	第	6310	号	
学位授与の日付	昭和59年2月15日			
学位授与の要件	学位規則第5条第2項該当			
学位論文題目	ヒドロキシルアミン製造に関する工学的研究			
論文審査委員	(主査)			
	教授 大竹 伝雄			
	(副査)			
	教授 寺西士一郎 教授 片山 俊 教授 伊藤 龍象			
	教授 樺田 栄一			

論 文 内 容 の 要 旨

ヒドロキシルアミン硫酸塩は、 ϵ -カプロラクタムの中間原料として、多量に製造されており、重要な工業薬品である。 ϵ -カプロラクタムを重合すると、6-ナイロンになる。従来の製法では、炭酸アンモニウム水溶液に NO_x ガスを吸収させ、さらに SO_2 ガスを吸収させ、加水分解して製品とするが、収率が低く、その上、反応熱除去のために多量の冷媒を必要とする。本研究では、これらの欠点を除き、省資源・省エネルギー型のプロセスに改良することを目的とした。

まず最初に、 NO_x 吸収塔だけを対象とし、 NO_x ガスを苛性ソーダあるいは炭酸アンモニウム水溶液に吸収させ、その基礎的な反応吸収過程を理論的および実験的に明らかにした。被吸収ガス成分ばかりでなく、アルカリ成分の移動速度が重要なことを見出し、これらを考慮した吸収速度式を提案した。得られた知見に基づき、工業装置の形状を変えたところ、目的成分の収率を上げることができた。

つぎに、プロセス全体を対象とし、反応に必要な SO_2 ガスをあらかじめアンモニア水に吸収させ、亜硫酸アンモニウムあるいは亜硫酸水素アンモニウム水溶液とし、この液に NO_x ガスを吸収させる新プロセスについて検討した。本吸収系では、各種の窒素-硫黄化合物が生成するので、これらの成分の分別定量法を確立し、各種操作条件(液 pH、温度、亜硫酸塩濃度、原料ガス組成など)を変化させ、最適条件を実験的に明らかにした。pH 4 で NO_x ガスを吸収させる場合には、吸収塔を一塔省略できることを明らかにした。しかし、pH 6~7 で NO_x ガスを吸収させた後、必要な SO_2 ガスを追加して吸収させるプロセスの方が、収率的には優れていた。以上の知見に基づき、上記プロセスの工業化試験を実施し、収率アップがはかれるばかりでなく、冷媒使用量も大きく節減できることを確認した。

論文の審査結果の要旨

カプロラクタムの中間原料であるヒドロキシルアミン硫酸塩は、炭酸アンモニウム水溶液に NO_x ガスを吸収させ、さらに SO_2 ガスを吸収させたのち加水分解してつくられているが、収率が低く、かつ 0°C の低温で操作するため多量の冷媒を必要とする。この製造工程の改良を試みたのが本論文である。

まず NO_x をカセイソーダ、炭酸アンモニウム水溶液に吸収させる場合、 NO_x ばかりでなくアルカリ成分の移動速度が重要な効果を示すことを反応吸収理論から明かにし、硝酸塩となって損失となる NO_x を減少させるにはアルカリの移動速度を増加させるべきことを示している。

ついで反応に必要な SO_2 の一部または全部を 40°C でアンモニア水に吸収させ、亜硫酸アンモニウムあるいは亜硫酸水素アンモニウム水溶液とし、これに NO_x を吸収させれば 0°C の操作が省略でき、かつ NH_3 の放散を押えることができることを明かにしている。反応に必要な SO_2 の一部を吸収させ、 NO_x の吸収後、残りの SO_2 を吸収させると、従来法に比べて収率がよく、かつ硝酸塩の生成がすくないことを示している。反応に必要な全 SO_2 を最初に吸収させる場合、各種の操作条件（pH、温度、亜硫酸塩濃度、原料ガス組成）を変化させ、最適条件を実験的に明かにしている。しかし NO_x の吸収率の点から、一部の SO_2 を吸収させ、 NO_x 吸収ののち残りの SO_2 を吸収させる方が優れていることを明かにしている。

以上の知見に基づき、工業化試験を実施し、従来法に比べて収率の増加、冷媒量も大きく節減できることを実証している。

これらの研究成果は工学的にも、実用的にも優れたものであり工学博士の学位論文として価値あるものと認める。