

泡鐘塔の段効率

Tray Efficiency of the Bubble Cap Column

飯島 徳治* 葛岡 常雄**
Tokuji Iijima Tsuneo Kuzuoka

内 容 梗 概

精留塔の性能は塔内の柵(たな)段構造の良否に左右されるといっても過言でなく、柵段の精留性能を表わすのに段効率がある。従来、段効率に関する検討は主として塔内を流れる気液流量との関係が研究されていたが、今回さらに詳細な検討を行なった結果、段効率は塔の上下の位置により著しく異なっていることがわかり、また精留作用は蒸気と液とが接触した瞬間にかなり完了していることが明確となった。また、広範囲のデータを集積して得られたアメリカ化学工学協会の段効率推算法にも適用限界があることを知った。

1. 緒 言

精留塔は溶液の分離精製に用いられる化学装置であり、特に処理能力が重要である。一般に精留塔の処理能力および製品品質の向上は、優秀な柵段構造をもつ精留塔がなんらの支障もなく安定運転されることによって達成される。これらの技術を確立するには、精留塔の処理能力を決定する因子である精留特性と流動特性を十分究明しておかねばならない。筆者らはこれらのうち精留特性を主として段効率の観点から検討した。

2. 実験装置と実験方法

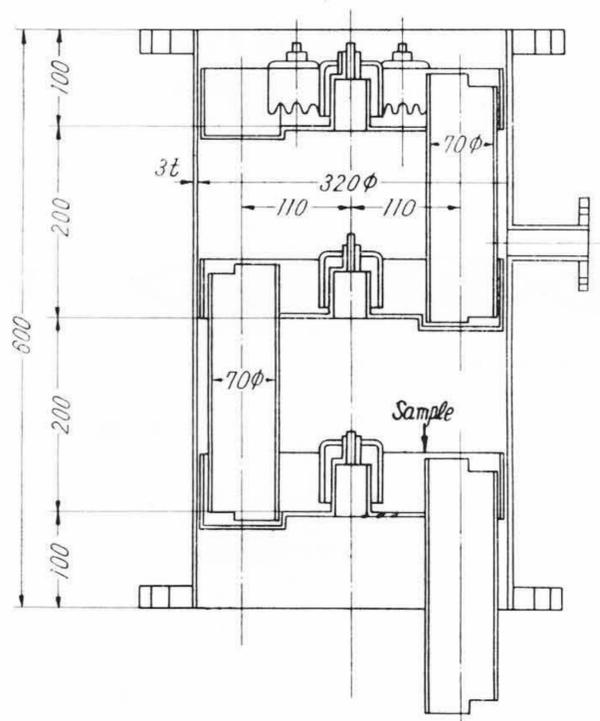
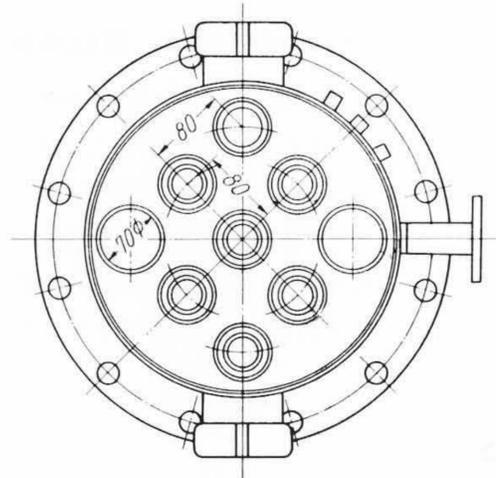
2.1 実験装置

精留塔には21段の柵段が200mmの間隔で設置されている。その各柵段には直径60mmの泡鐘(ほうしょう)7個がピッチ80mmの四角形に配置されており、その両端には直径70mmの溢流管が2本ついている。実験装置の全景を第1図に示し、塔内構造を第2図に示す。第1表は塔断面積にたいする開孔比を示す。気液の試料は各柵段で採取できるようになっている。蒸気相試料は内径5mmの導管の先端に飛まつ同伴防止のため内径8mm、長さ30mmのキャップをつけた試料抜き取り管を用い、塔の中央に設置して試料採取を

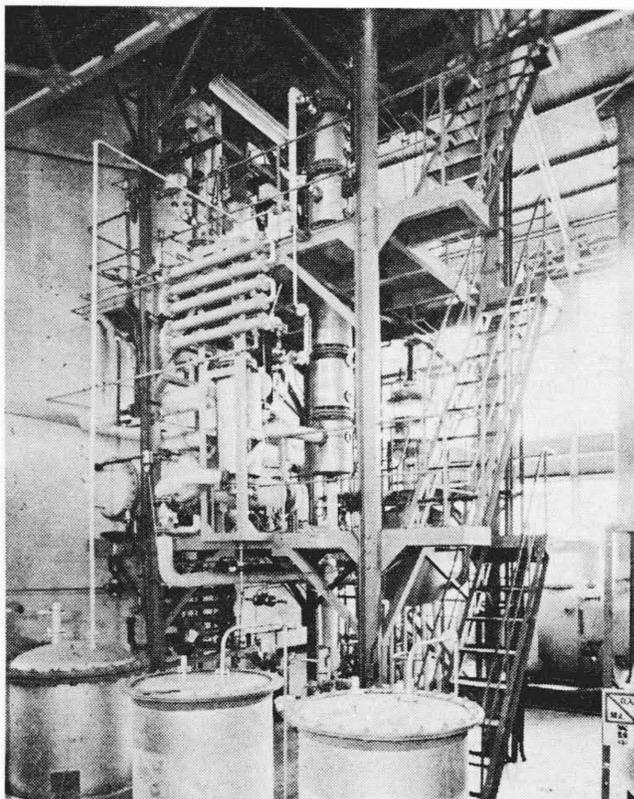
行なった。また液相試料抜き取りは第2図に示す場所で行なった。液の静封は17mm, 0mmと変えて実験し、液の静封にどの程度段効率が左右されるか検討した。出口せきの高さは45mmで一定である。

2.2 実験方法

実験はメタノール-水系を用い、塔内蒸気速度(0.2, 0.3, 0.4 m/s)および還流比(全還流, 2.0 Rm, 1.5 Rm)について実験した。供給液濃度は50 Wt%であり、供給液の温度は20°C前後の常温である。



第2図 泡鐘塔の塔内構造



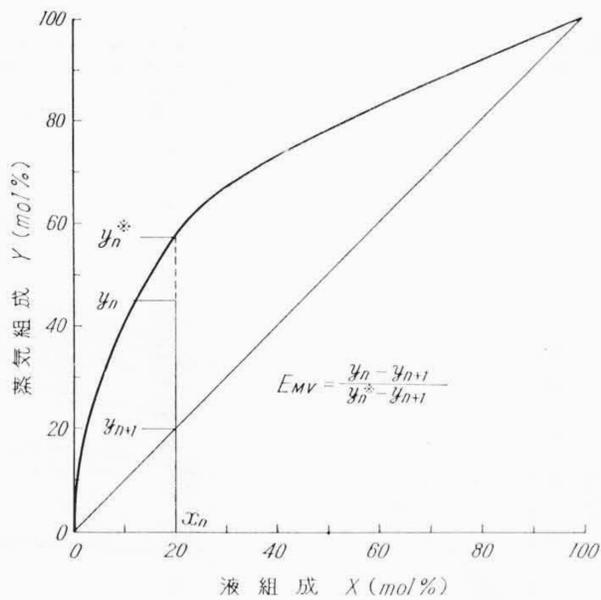
第1図 実験装置

第1表 塔断面積, ライザ, スロット, 溢流管の関係

塔内径 (cm)	塔断面積 (cm ²)	泡鐘キャップ内径 (cm)	泡鐘キャップ員数 (個)	溢流管内径 (cm)	溢流管断面積 (cm ²)	スロット開孔比 (%)	ライザ開孔比 (%)	溢流管開孔比 (%)
32	804	5.8	7	7	77	12.5	10.2	12.5

* 日立製作所日立研究所

** 日立製作所日立研究所 工博



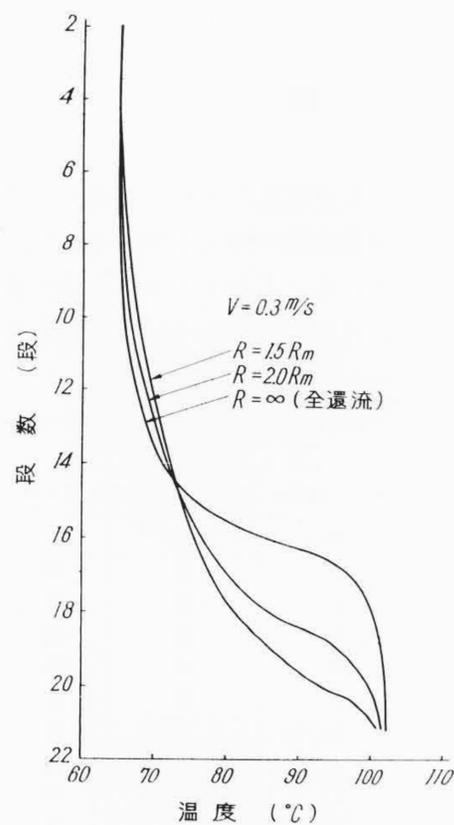
第3図 X-Y 線 図

まず再沸器を加熱してメタノール水溶液を沸騰させる。発生した蒸気は精留塔の底部より順々に棚段を通過して塔頂に達する。このときあらかじめ用意されている液を塔頂に還流すると、上昇蒸気との間に気液接触が行なわれる。塔内蒸気速度は定常状態のときの還流液の流量を測定し、この液流量を換算して求めた。温度分布は各棚段の気相温度を測定して定めた。測定法は棚段の中央部にそう入したガラス温度計で読み、特定要所はサーミスタ温度記録計を用いて記録した。蒸気相および液相の試料は各棚段同時に採取したが、急激にしかも多量に抜き採ると塔内の定常状態が破れるおそれがあるので、できるだけ少量の試料を短時間に採取した。この試料は10cc 比重びんに入れて恒温とし、液重量を測定して試料濃度を決定した。濃度は小数点以下2けたまで測定できる。段効率はマーフリー気相段効率 E_{MV} で整理した。第3図に段効率 E_{MV} の計算法を示す。

3. 実 験 結 果

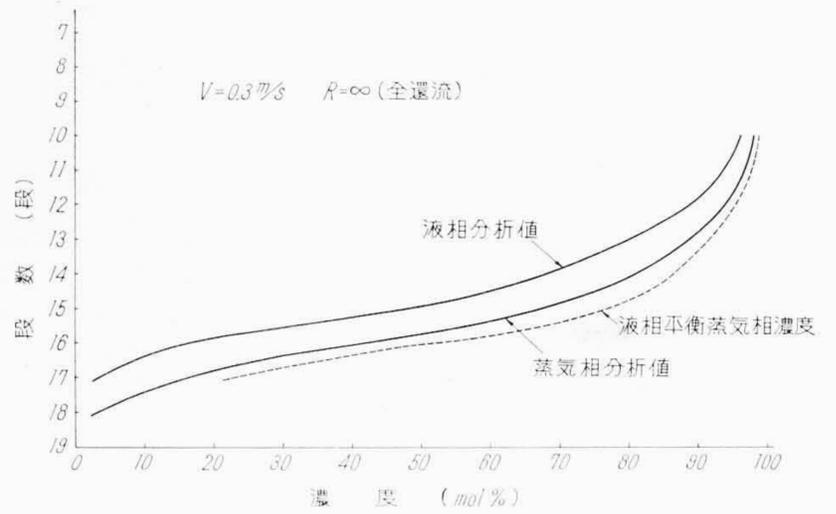
3.1 温度分布および濃度分布

各実験条件について塔内の温度分布および濃度分布を測定した。温度分布の代表例として、蒸気速度が0.3m/sで液の静封が17mmの場合の温度分布を第4図に示す。第4図の中、全還流では1~8段目までは約65°Cの一定温度を示している。この温度は完全に精留された組成温度で、メタノールの沸騰温度に相当する。8段目から19段までの棚段範囲が精留作用の行なわれている範囲である。10段はメタノールが99Wt%であり、19段は1Wt%である。したがって、この場合の所要実段数は10段であり、理論段数が7段であるので塔効率は70%である。還流比を全還流より2.0, 1.5Rmと小さくすると精留度は悪くなり、それだけ精留棚段を多く必要とする。したがって、温度変化範囲が広がる。



第4図 塔内温度分布

また濃度分布の代表例として第4図中の全還流の場合を第5図に示す。

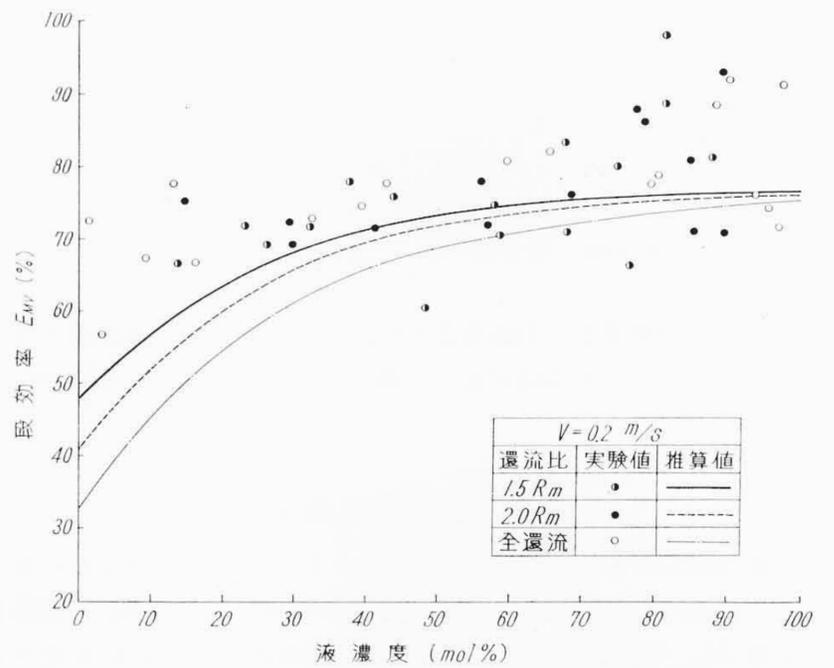


第5図 塔内濃度分布

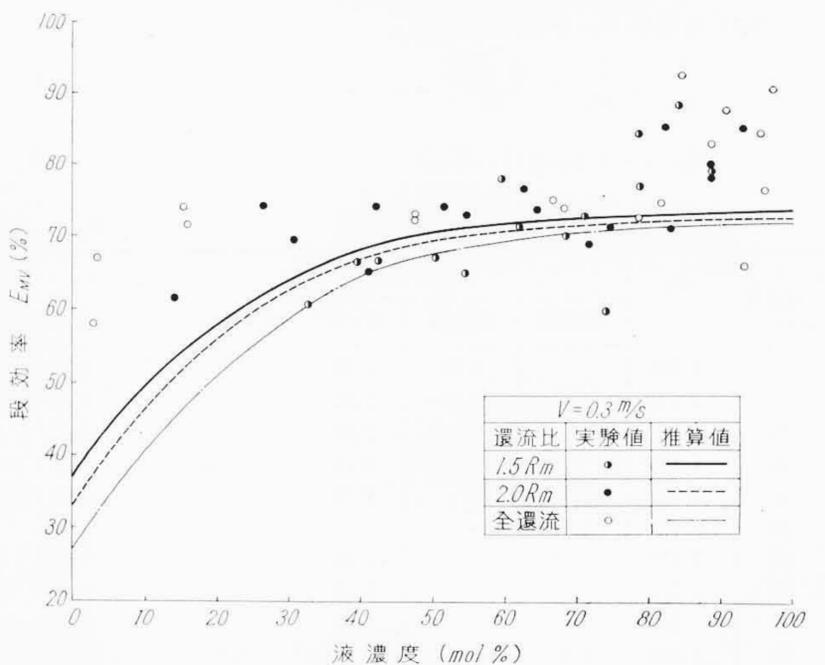
3.2 段 効 率

液の静封17mmおよび0mmの場合について測定した段効率の代表例を第6~9図に示す。まず液の静封17mmの場合の段効率であるが、蒸気速度0.2m/sの場合(第6図)の段効率は67~80%で平均75%である。また蒸気速度0.3m/sの場合(第7図)は65~78%の範囲にあり、平均72%である。次に液の静封0mmの場合の段効率は蒸気速度0.2, 0.3m/sのいずれの場合にも平均60%の段効率を示し、液の静封17mmの場合に比較して約10%低下している。

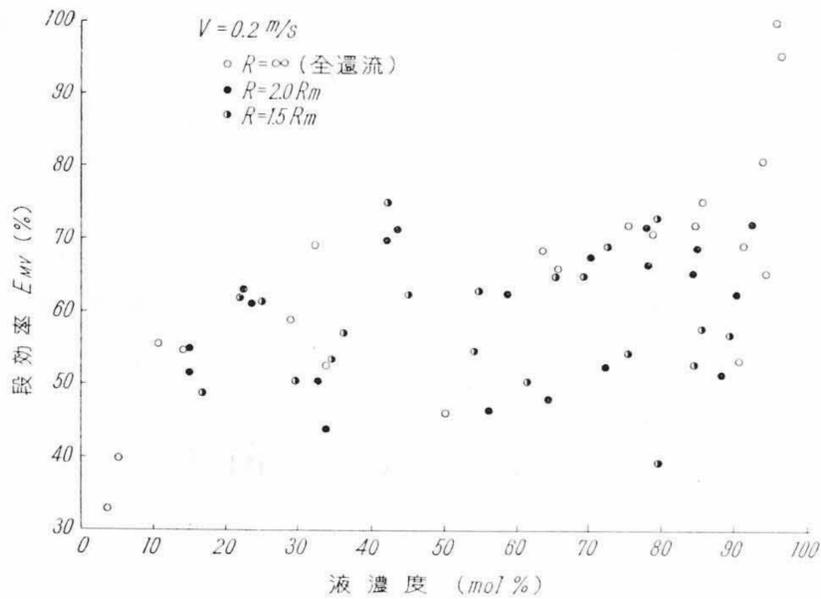
また還流比を変えた場合、すなわち還流を全還流および最小還流比の2.0, 1.5倍にした場合の段効率の差異を検討したが、ほとんど同じ段効率を示した。



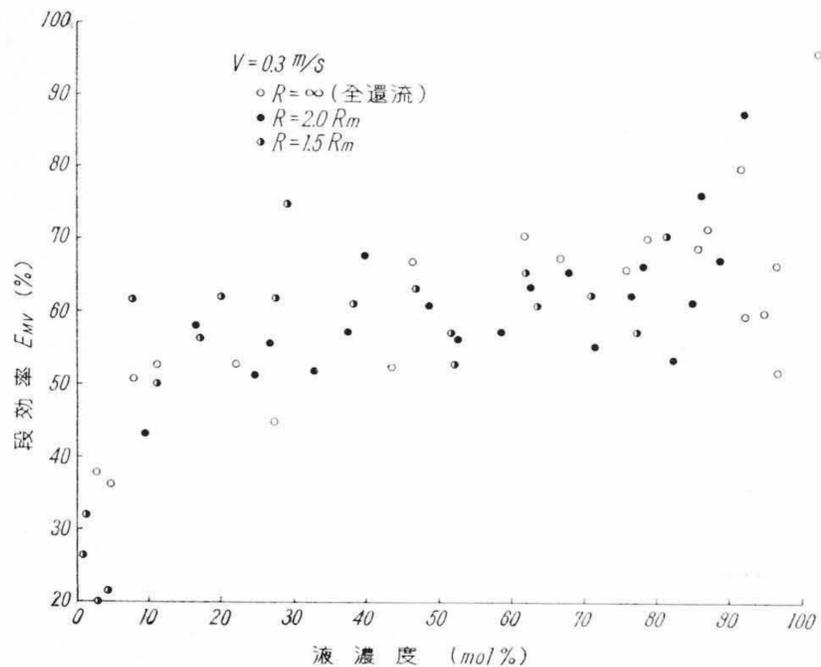
第6図 段効率の実験値と推算値 (液の静封17mmの場合)



第7図 段効率の実験値と推算値 (液の静封17mmの場合)



第 8 図 段 効 率 (液の静封 0 mm の場合)



第 9 図 段 効 率 (液の静封 0 mm の場合)

以上の実験結果からわかるように、塔底付近で段効率が悪くなり塔頂付近でよくなる傾向がある。静封と段効率の関係を第 2 表に示す。

4. 段 効 率 の 推 算

詳細な推算法の説明は文献^{(1)~(4)}にゆずり、ここでは骨子のみを述べる。段効率の推算はまず(1)式にガス側移動単位数 N_G 、液側移動単位数 N_L 、平衡曲線のこう配 m および操作線のこう配 L/G を与えればガス側総括物質移動係数 N_{0G} が求まる。この N_{0G} を(2)式に代入すれば段効率 E_{0G} が求められる。

$$\frac{1}{N_{0G}} = \frac{1}{N_G} + \frac{m G/L}{N_L} \dots \dots \dots (1)$$

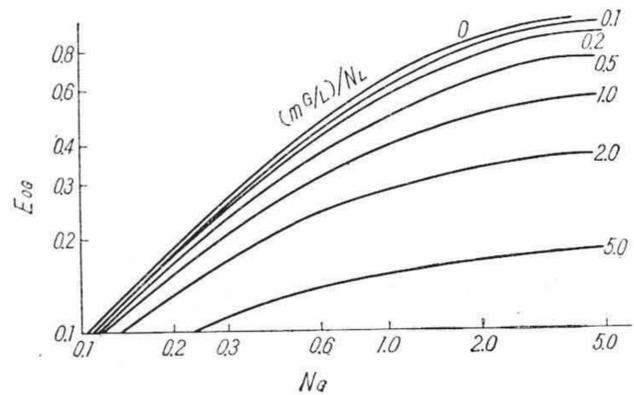
$$N_{0G} = -2.3 \log(1 - E_{0G}) \dots \dots \dots (2)$$

第 3 表 段 効 率 の 推 算

ガスおよび液濃度 (mol%)	N_G (一)	N_L			L/G			m			E_{0G}		
		濃縮部	回収部	$R = \infty$	$R = 1.5Rm$	$R = 2.0Rm$	$R = \infty$	$R = 1.5Rm$	$R = 2.0Rm$	$R = \infty$	$R = 1.5Rm$	$R = 2.0Rm$	$R = \infty$
0	1.085		2.92	3.26	1.75	1.61	1	7.77	7.7	7.7	38	33	27
10	1.128		2.55	2.83	1.75	1.61	1	2.65	2.75	3.7	50	46	42
20	1.166		2.44	2.71	1.75	1.61	1	1.33	1.4	1.8	58	56	51
30	1.208		2.46	2.72	1.75	1.61	1	0.8	0.8	1.2	64	63	58
40	1.255	4.40		2.75	0.57	0.63	1	0.6	0.6	0.6	67	66	65
50	1.277	4.51		2.82	0.57	0.63	1	0.44	0.44	0.44	71	69	67
60	1.312	4.93		3.08	0.57	0.63	1	0.44	0.44	0.44	72	70	70
70	1.352	5.17		3.23	0.57	0.63	1	0.44	0.44	0.44	72	71	70
80	1.388	6.12		3.82	0.57	0.63	1	0.44	0.44	0.44	73	71	70
90	1.422	6.58		4.11	0.57	0.63	1	0.44	0.44	0.44	73	72	71
100	1.456	7.06		4.41	0.57	0.63	1	0.44	0.44	0.44	73	72	71

第 2 表 段 効 率 と 液 の 静 封

還 流 比	静 封	$R = \text{全還流}$		$R = 2.0Rm$		$R = 1.5Rm$	
		17mm	0mm	17mm	0mm	17mm	0mm
蒸気速度 (m/s)	0.2	75	62	75	60	72	60
	0.3	72	60	72	60	70	60
	0.4	70	—	71	—	70	—



第 10 図 N_G および N_L と E_{0G} の 関 係

(1) 式および(2)式の関係を Gerster⁽⁵⁾ が第 10 図に示しており、 N_G 、 N_L および $m G/L$ を与えれば簡単に E_{0G} が求められる。ここで $m G/L$ は使用する系により定まるものであり、 N_G 、 N_L にはアメリカ化学工学協会が提唱する推算式がある。

まずガス側移動単位数 N_G の推算には実験式法⁽²⁾と類推式法⁽³⁾とがある。(3.1)式は実験式であり(3.2)式は類推式である。

$$N_G = (0.776 + 0.116 W - 0.290 F + 0.0217 L) / (N_{Sc})^{1/2} \dots \dots \dots (3.1)$$

$$[N_G (N_{Sc})^{1/2}]_1 = [N_G (N_{Sc})^{1/2}]_2 \dots \dots \dots (3.2)$$

ここで W はせき高 (in)、 F は $u \sqrt{\rho}$ (ft/s) (lb/ft³)^{0.5}、 N_{Sc} はシュミット数である。また添字は物質の系を意味する。

次に液側移動単位数 N_L の推算にもやはり実験式法⁽²⁾と類推式法⁽⁴⁾とがある。(4.1)式は実験式で(4.2)式は類推式である。

$$N_L = (1.065 \times 10^4 D_L)^{1/2} (0.26 F + 0.15) t_L \dots \dots \dots (4.1)$$

$$[N_L / D_L^{1/2}]_1 = [N_L / D_L^{1/2}]_2 \dots \dots \dots (4.2)$$

ここで D_L は液相における物質拡散係数 (ft²/h) であり、 t_L は棚段上の液停滞時間 (s) である。

筆者らはこの段効率推算法の中、実験式法を用いて段効率を推算した。計算結果を第 6, 7 図中に示し、代表例として蒸気速度 0.3 m/s の場合を第 3 表に示す。

5. 考 察

5.1 塔の縦方向の段効率分布

実験値および推算値からわかるように全還流の場合でも部分還流の場合でも塔の縦方向にみた段効率分布曲線の傾向は同様であり、塔底付近(回収部)で著しく悪くなっている。これはメタノール-水系のもつ物性のためと考えられる。これを(1)式について検討して

みる。

まず濃度による N_G , N_L の変動はほかの因子 (L/G や m) に比較して非常に小さく、部分還流の場合に濃縮部と回収部で多少 N_L が異なる程度で、 N_G はほとんど一定である。

また操作線のこう配 L/G の段効率に影響する度合は(1)式の右辺の第2項から明らかなように、第2項中の N_L が小さくなると分子の G/L も小さくなるので、その影響は相殺される方向にあるため、段効率への影響はそれほど大きくはない。

そして平衡曲線のこう配 m は著しく変化しており、段効率分布曲線を大きく左右している。したがって塔の縦方向の段効率分布曲線に影響する大きな因子は平衡曲線のこう配 m であり、次いで操作線のこう配 L/G である。ここで第3図と第6~9図を見比べてみると、こう配 m の影響がよくわかる。そして平衡曲線のこう配 m の大きいところで段効率が悪

くなるという考え方は、メタノール-水系に限らずほかの蒸留系についてもかなりの適用性があると考えられる。このことは A. I. Ch. E.⁽¹⁾ (1959) で発表されている段効率、第11図および第12図とそれぞれの気液平衡線図とを見比べてみてもよくわかる。しかし(1)式中の分母の N_L が m に比例して大きく変わる場合には、平衡曲線のこう配 m に段効率の分布は左右されず、塔の縦方向の段効率分布はほとんど一定であると考えられる。

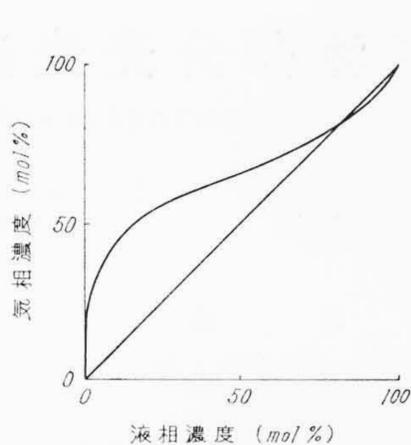
5.2 液の静封と段効率

液の静封を変えた場合の段効率、すなわち液の静封 0 mm の場合の段効率は 17 mm 静封の場合より約 10% 低くなる。しかし、液の静封 0 mm という悪い気液接触状態から想像される値よりかなりよい。ここで棚段上での精溜作用を巨視的に考えてみると、段効率は下段よりの蒸気が棚段上で凝縮する度合を示す凝縮効率と、棚段上で新しい蒸気が発生する度合を示す蒸発効率との両者を乗じたもので解析することができると考える。そして液の静封は前者の凝縮効率に大きく関係すると考えられるので、凝縮現象が物性および温度差によって、どの程度異なるかを検討するため簡単な実験を行なった。

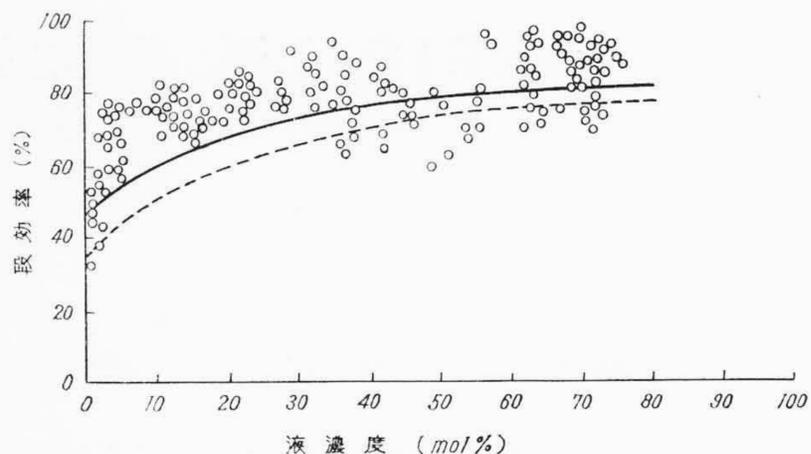
まずノズルより水蒸気を噴出させこれを水中で凝縮させた。水蒸気の沸点と凝縮用液体(水)との温度差が 10°C (すなわち 90°C の温水中) まではほとんど完全に凝縮し、ノズルの先端より水蒸気の気ほうは離れて浮上することはない。完全な凝縮が行なわれなくなるのは温度差が 0~5°C (95~100°C 温水中) である。このときのノズルの内径は 1.32 mm であり水蒸気噴出速度は 77 m/s である。

次に同一条件でメタノール-水系について実験してみると、メタノールの沸点である 65°C の温水中でも完全に凝縮し、完全に凝縮しなくなるのは温水の温度が 90°C のときである。このように 25°C も高い温水中でも完全に凝縮が起こるのは、メタノールが水に溶けやすいため物質移動が容易に行なわれるためと考えられる。この現象は液の静封が 17 mm と 0 mm の場合の段効率が予想されるほど異なっていない事実を裏付けていると考えられる。

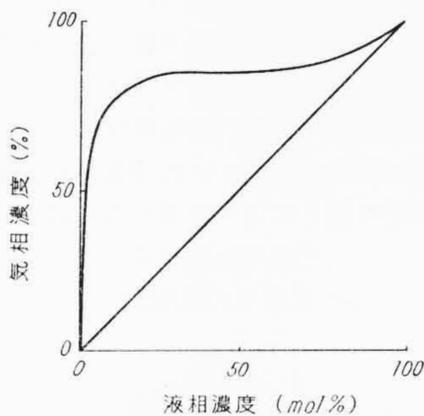
また、液の静封がどのように段効率の推算値に関係してくるかを検討すると、(1)式中の m , L/G は液の静封に無関係な因子であ



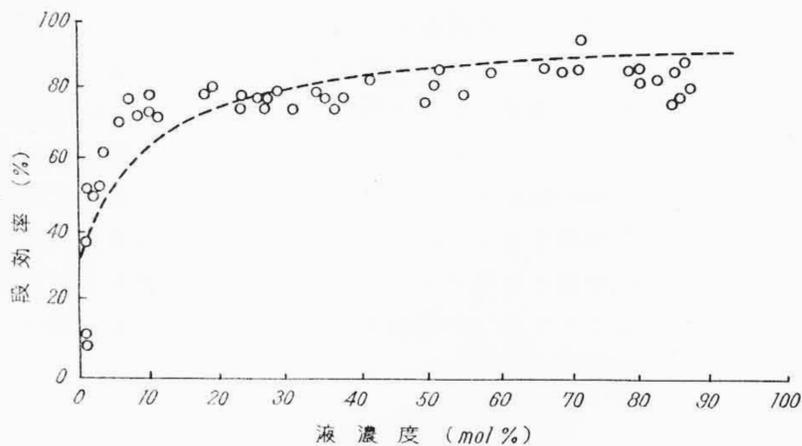
第11図



エタノール-水系の段効率分布とX-Y線図



第12図



アセトン-水系の段効率分布とX-Y線図

り、液の静封が関係する因子は N_L , N_G である。ここで実験式法による段効率推算法では、運転条件により N_G および N_L の値はきまってしまう、液の静封は全く段効率(推算値)に関係せずその影響度合を知ることはできない。次に類推式法による段効率推算では、液の静封が 0 mm の場合にガス接触時間 t_G が零になるので、 N_G は零となり段効率は求められなくなる。こんなところにこれら段効率推算法の問題点があり、適用限界があるのではないかと考える。

6. 結 言

直径 320 mm の泡鐘塔を用いて塔内気液流量を変えた場合および液の静封を変えた場合について、段効率の測定実験を行ない次のことを知った。

段効率は塔内蒸気量および還流液量の変化に対してあまり変化は認められず、液の静封 0 mm の段効率は液の静封 17 mm の場合より約 10% 低い値であった。しかし、液の静封 0 mm の場合の悪い Bubbling 状態から想像される値よりはかなりよかった。この結果よりランヒリング充てん物や濡壁塔のような液中を貫通させない形の精溜塔で、かなりの精溜効果をあげている理由がわかる。

また段効率は塔の縦方向に分布があり、塔の上下の位置でかなり異なっている。この縦方向の段効率分布は X-Y 線図のこう配 m より容易に推定でき、 m の次に段効率を左右する因子は操作線のこう配 L/G である。

終わりにのぞみ、本研究の遂行にあたり終始ご指導を賜った日立製作所日立研究所西堀部長ならびに東京都立大学工学部平田教授に厚くお礼申しあげる。また実験を担当された多くの方々のご労苦に対し深謝する。

参 考 文 献

- (1) A. I. Ch. E.: Tray Efficiency in Distillation Column (1958), (1959), (1960)
- (2) A. I. Ch. E.: Bubble-Tray Design Manual (1958)
- (3) 平田: ケミカルエンジニアリング 5, 10, 1 (1960)
- (4) 小林: 化学装置 4, 3~6 (1962)
- (5) Gerster: Chem. Eng. Prog., 45, 716 (1949)