I. プロセスの選択

アセタートの乾式紡糸において、アセトンの回収技術は、この工業の経済的成否を支配するほど重要な問題である。溶剤回収法としては一般に次の3法が考えられる。

- (1) 凝 縮 法
(2) 吸 収 法
(3) 吸 着 法

乾式紡糸機からの排気は、アセトンの含有率が低いから凝縮法は採用できない。吸収法の吸収剤にはいろいろ考えられるが、水以外は実用価値が乏しい。排気中のアセトン水を水で吸収すると、回収効率が不十分である。その上吸収液のアセトン濃度が低く、2%を越すことはむずかしいから精留の熱消費が大きい。一方、活性炭の優れた溶剤吸着能と、容易に脱着される特性は、排気中のアセトン回収にはまことに好適な条件である。活性炭の性能向上に伴ない、吸着法は益々効果を挙げ、アセテートのコスト低下に大きな貢献をした。新しいアセテート工場では、活性炭でアセトンを回収することが常道になっている。

しかし、活性炭による吸着法 (Fig. 1) にも欠点がないわけではない。脱着のために吹込まれるスチームは、アセトンとともに凝縮してアセトン水溶液となる。その濃度を 20% とすれば、回収アセトンの 4 倍のスチームが消費されるわけである。その他に精留用と紡糸用空気、加熱にスチームが要る。吸着工程には発熱を伴ない、相当の高温に達することがあるから、空気中のアセトン濃度が爆発範囲に入ることはきわめて危険である。排気のアセトンは、爆発限界から十分ゆとりのある稀薄度を保たねばならない。さらに吸着法の本質として、吸着と脱着の工程が反覆される。その操作は自動的に切替できるけれど

も、完全な連続作業とはいえない。

一方、多段式の遠心圧縮機、遠心ポンプの進歩に着目し、動力を利用して熱経済をはかることが考えられる。すなわち、圧縮機またはポンプの駆動に使用された動力は、駆動機におけるエネルギーの損失、および圧縮機またはポンプよりの放熱を除く外は、すべて被輸送体に熱となって伝わる。この伝わった熱量は圧縮熱の外に駆動動力の 15~30% 程度考えられる。この熱を有効に利用して熱経済をはかる。この思想を吸収法 (Fig. 2) に応用してみよう。空気や水の圧力を高めることが容易になれば、流速を大にして熱交換器の性能を著しく向上させる。すなわち、高温の紡糸機と低温の吸収塔を空氣が循環する場合、または精留塔の補給液を温排水で加熱する場合に効果が期待できる。多量の空氣の圧縮には大きな動力を要する。しかし、圧縮熱を有効に利用すれば、電力は動力と熱源と二重の効果を發揮する***。紡糸機と吸収装置の空氣循環は切替のない完全な連続作業であり、かつ紡糸機の糸出口以外は全系統が大氣と絶縁された閉回路になっている。したがって紡糸筒をほぼ大氣圧とし、その他の部分は任意の圧力で操業することができる。吸収装置は温度が低く、爆発を誘発する恐れがないから、排氣中のアセトン濃度上昇に対して安全度が高い****。

動力の活用によってスチームの節減をはかり、ユーティリティの総合的経済性の立場から、吸収法によるアセ

Fig. 1 Schematic flow diagram of recovery plant (by adsorption)

* 昭和36年4月8日受理

昭和36年4月6日受理
日産アセテート株式会社

*** 家用新案 386144

特許出願中 32-3117 および
35-668

Fig. 2 Schematic flow diagram of recovery plant (by absorption)

Fig. 3 Operating line of rectifying acetone-water system

Fig. 4 Schematic diagram of cooling method

* 一つの熱交換器について考えると一般にその伝熱面が小さくなる程設備費の経済性は有利になって来る。伝熱面の小さい場合に相当する部分を先と考え、大きくなった場合、追加する部分を後と考えて、最も経済性の不利な部分を最後の伝熱面と称した。

トン回収を再検討してみたい。

II. 吸収法改良の着想

吸収排気の中に約 1/30 のアセトンが残るが、空気を循環することによりこの損失を無くすることができる。以下専ら熱経済の立場から吸収法を吟味する。

2・1 稀薄なアセトン水溶液の精溜

熱経済の立場から検討すべき事項は、第1に排水の熱回収である。2% 前後のアセトン水溶液では、補給液量と排水量とはほぼ等し

く、熱に関する特性も水とみなして大差ない。したがって、低温の水と 100°C に近い熱水との間で、経済的に熱を回収しうる限度の問題となる (HE 1)。一段のタービンポンプを用いる場合には、圧力に制約されて十分に流速を高めることができない。多段タービンポンプ (P_1 , P_2) で昇圧すると、1500 kcal/m²・h・°C 以上の熱貫流係数が得られ温度差 5°C 以下が期待される。その場合でも熱交換器は尨大なものとはならず、「最後の伝熱面*」について設備費は1年半で回収される。補給液と排水の温度差 5°C まで熱回収すると、アセトン濃度が低くても感熱の損失は大幅に減少する。

第2は稀薄アセトン溶液の精溜における還流比の問題である。アセトン、水混合液の平衡組成図は、Fig. 3 の形をしている。P 点を留出組成 99.8% とすると、濃縮線は B 点で制約されて、平衡曲線との交点を C より右に移すことはできない。C 点は液濃度約 2.5%、すなわち、補給液の濃度が 2.5% より高くなっても濃縮線の位置は変わらず、したがって還流比は減少しない。仮りに 20% 液を補給しても、濃縮線における利点はトレーが 1~2 段減しうるだけである。還流コンデンサー (PC) で消費される熱量は等しい。これに反して、補給液の濃度が 2.5% より下ると、還流比が急に大きくなり、精溜の熱消費が増加する。吸収液のアセトン濃度を 2.5% 以上に保つためには、5°C くらいの冷水を用いることが必要である。

第3には 5°C の冷却水を得る方法である。アンモニア冷凍機を用いブラインを媒体として水を冷すことは、容易であるが、熱の移動が間接的になる。そのため水とアンモニア蒸発器との間の温度差が大きくなる。液体アンモニアで直接に水を冷しうれば、冷凍動力が節減できるはずである (Fig. 4)。

ブライン法；

$$\frac{1}{U_i} = \left(\frac{1}{h_a} + \frac{L}{\lambda} + \frac{1}{h_b} \right) + \left(\frac{1}{h_b} + \frac{L}{\lambda} + \frac{1}{h_w} \right)$$

直接法: $\frac{1}{U_d} = \left(\frac{1}{h_a} + \frac{L}{\lambda} + \frac{1}{h_w} \right)$

いま、たとえば次のように数値を与えると、

$$h_a = 4000 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$\frac{\lambda}{L} = 8000 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$h_b = 2000 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$h_w = 4000 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

U_a, U_b は

$$U_b = 570 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

$$U_d = 1600 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$$

伝熱面 A をいずれも等しいと

仮定すれば、

同一伝達熱量に対して

$$U_a A \Delta t_a = U_d A \Delta t_d$$

$$\therefore \frac{\Delta t_b}{\Delta t_d} = \frac{U_d}{U_b} = \frac{1600}{570} = 2.8$$

したがって、同量の熱量を移動するのに要する液体アンモニアと冷水との温度差は、ブライン法では直接法の2.8倍を要することとなる。ブライン法では、冷水 5°C 、ブライン -10°C 、液体アンモニアの沸点 -25°C (約 1.5 kg/cm^2) 程度で、温度差 30°C となるのに比し、直接法では、 $30 \times \frac{1}{2.8} \approx 11^\circ\text{C}$ 、したがって液体アンモニアの沸点は、 -6°C (約 3.5 kg/cm^2) となる。ガス体アンモニアを 10 kg/cm^2 まで圧縮して液化する場合、ガス体アンモニアのサクション圧が 1.5 kg/cm^2 の場合には、 3.5 kg/cm^2 の場合に比べて所要動力が約 50% になる。アンモニア以外の適当な冷媒を選んでさらに動力の節減をはかる余地もある。すなわち、直接冷却法を利用できれば冷凍動力は約半減する。問題は水を氷結させずに 0°C 近くまで冷却する処置だけである。液体アンモニアによる水の直接冷却は、二重管式冷却器により行なう。液体アンモニアはヘッドタンクに受け入れられた後、ヘッドに

より冷却器との間を循環し、一部蒸発する。この際、水の凍結による冷却器の破損を防ぐため温度制御を厳重に行なう。停電時に対しては、冷却器中の残存アンモニアに相応せる量の非常用水タンクを設け、停電と同時に非常水を通して、冷却器中のアンモニアを蒸発させ凍結を防ぐ。

2・2 空気の循環

空気の循環回路において補給すべき熱は次の3種類である。

- 紡糸においてアセトンの蒸発に要する熱
- 空気の熱交換器の性能により決る紡糸塔往復ガスの熱量の差
- 循環回路中の熱損失

Fig. 5 Material and heat balance of absorption recovery (Cald)

この中で a は空気の温度を約 20℃ 低下する程度の量である。b は熱交換器 (HE 2) の性能によって大きく異なる。空気の流速を大きくすれば、温度差を 20℃ くらいにとっても設備費の経済性は高い。最後の伝熱面についても 2 年で回収可能である。c は算出はむずかしいが現実には小さい。したがって循環回路において 40℃

以上加熱する必要がある。

空気をブローで圧縮するとき、圧縮比を 1.3 すると 25℃ くらい温度が上がる計算になる。実際はブローの効率の関係でそれよりも高温に達する。40℃ くらい温度が上がってもガス冷却器は用いない。その熱は回路の何処かで加熱すべきスチームの節約に役立つ。循環ブロー

ワー (B) の圧縮比を 1.3 程度として、その圧力を熱交換器の性能向上に活用し、圧縮熱は熱源として有効に使う。動力費は電力費とスチーム費との差額で考えればよい。大体半額程度になる。

上述のような見解から吸収法を改良すると、そのマテリアルバランスとヒートバランスは Fig. 5 のようになる。吸着法とのユーティリティ、建設費の比較は Table 1 および Table 2 のとおりである。

III. 運転実績

前述の原則的吟味に対し、現実の運転には次の点が修正されている。

- 空気が循環回路において、紡糸筒の糸出口を微減圧にするため、全系統から少量の抽気を行なう。全循環量の 5% 程度をスクラパーの抽気から抽出する。アセトン含量は紡糸機排気の約 1/30 である。

Fig. 6 Material and heat balance of industrial plant data

Table 1 Comparison of utilities and plant cost (per ton of recovered acetone)

	Steam			Total		Refrigeration		Power			Plant construction cost [1000 yen]
	Reboiler [kcal]	Adsorber [kcal]	Heating of air [kcal]	[kcal]	[ton]	[kcal]		Blower [kWh]	Pump [kWh]	Total [kWh]	
Improved method of absorption	1,420,000	0	0	1,420,000	2.8	500,000		410	30	440	80,000
method of adsorption	990,000	900,000	750,000	2,640,000	5.2	0		180	10	190	120,000
difference	430,000	-900,000	-750,000	-1,220,000	-2.4	500,000		230	20	250	-40,000

したがってこの抽気中に含まれるアセトン量は回収量に比し、 $5\% \times (1/30) = 0.17\%$ 程度の少量である。これを回収せんとすれば、補助的に小さい吸着装置を設ければよい。

- b. 冷凍用アンモニアは本装置に専属でないため、 $3.5\text{kg}/\text{cm}^2$ で運転することはできなかった。
- c. ブローアの圧縮熱は温度を精密に規定することが難しいから、ブローア発熱をやや低く抑えて空気が紡糸機に入る前に温度調節用の加熱器を置く。運転実績は Fig. 6 および Table 3 に示す。

IV. 結 論

アセテート乾式紡糸のアセトン回収法について、吸着法を種々改良することにより、熱経済の向上をはかり、吸着法よりも有利になることを運転実績とともに示した。

Nomenclature

- x : concentration of acetone in liquid
 y : concentration of acetone in vapor
 L : thickness of wall
 λ : thermal conductivity

Table 2 Economical evaluation of improved absorption method

	Difference	Unit price [yen]	Total [yen]
Steam	-2.4 ton	1,000	-2,400
Refrigeration	+500 tcal	2	+1,000
Power	+250 kwh	3	+750
Total			-650

Table 3 Data on industrial plant (per ton of recovered acetone)

Steam consumption	1,470,900 kcal
Refrigeration consumption	499,700 kcal
Power consumption by blower	440 kWh
Power consumption by pump	27 kWh

- h_o : film coefficient of heat transfer for cooling water
 h_b : film coefficient of heat transfer for brine
 h_a : film coefficient of heat transfer for ammonia
 U_b : overall coefficient of heat transfer for brine method
 U_d : overall coefficient of heat transfer for direct method

Acetone Recovery Process

— Review of absorption method —

T. Kamiya* and K. Ogawa*

Two methods are prevalent for the recovery of acetone in an acetate dry-spinning plant. One of them is the absorption process and the other, the adsorption one. The latter, having higher recovery efficiency and less steam consumption when employed in rectifying acetone, has come to be more widely used than the former, especially with the improvement in the properties of activated charcoal. But the absorption process has such merits as safety from explosion and possibility of perfectly continuous operation. The lower recovery efficiency, which is one of its drawbacks, can be improved by the circulation of the air laden with vapour. The circulation of the air, together with the use of the multi-stage turboblower and turbine pump helps to increase the thermal efficiency of this process. From this view point, the economical evaluation has been made of the absorption process into which several improvements are put by the authors.

By the application of a multistage turbine pump, higher coefficient of heat transfer is obtainable between the feed and the waste of the rectifying column.

Furthermore, judging from the characteristics of the equilibrium curve of rectification, there is little difference between the two methods with regard to their construction costs of equipment and their consumption amount of calorific power, when the density of the feed is kept over 2.5% in weight, although, in this case, cool water at the temperature of 5°C or so is required for absorption use.

The construction cost of the equipment can be much more reduced and the power required in the operation, much more saved, when the said cool water is supplied directly refrigerated with liquid ammonia.

As to the circulating air, the power of the blower will be used effectively both for promoting the efficiency of the heat exchanger and for heating the air by increasing the compression ratio.

Table 1 shows the comparison between the old and the new absorption processes with respect to the utility and the construction cost, and Table 3, the results of the actual operation carried out in the authors' plant.

* Nicchitsu Acetate Co, Ltd.