設計ノート

小型蒸留塔の熱損失の影響*

善 積 茂**・飯 塚 幸 男**

緒 言

化学会社において実際に蒸留関係の設計や実プラントのトラブルの対策を担当していると、計算のみでは解決できず、連続蒸留実験の必要なことも多い。実験においては、取り扱い上小型の方が便利である。しかし、小型の実験装置でスケールアップする場合、いくつかの問題点がある。そのうち熱損失の影響は大きい。そこで今回、ガラス製の Oldershaw 型連続蒸留設備の熱損失の検討結果を報告する。

1. 実験装置および方法

図1に示すような装置で塔底フラスコに純物質を仕込み、全還流運転を行ない、塔本体の温度が一定になるまで続ける。定常状態に達したら、下部の蒸気量測定器でたき上げ量を測定する。つぎにコンデンサーで凝縮した液を全て留出させながら、定常状態時の L' および D を測定するが、測定

図1 実験装置図

はたき上げ量の変化しない範囲で行なう。

塔は市販の真空断熱式の Oldershaw 型で、内径 50 mm、段間隔 45 mm、外塔 100 mm であり、内外塔共に銀メッキを施し、輻射熱をさえぎっている。内部観察用には、銀メッキに約 10 mm 幅のスリットを設けている。段数は 50 段 (10 段ユニット 5 本) である。実験はさらに塔の外側にマントルヒーターを取り付け、塔本体の外側の温度を一定に保った。

2. 実験結果

熱損失は物質収支、熱収支より次のように計算した。

$$Q_L = (V_b - D)\lambda \quad (1)$$

or

$$Q_L = L'\lambda \quad (2)$$

(1), (2) 式のいずれでもよいが、(1) 式では V_b , D が

Heat Loss

(Oldershaw ; 50 plates)

図2 実験結果

* 昭和46年10月18日受理

** Shigeru Yoshizumi (正会員), Yukio Iizuka 昭和電工株式会社

Heat Loss of Column

図3 塔の熱損失

図4 計算モデル

大きくなると誤差を生じやすい。一方(2)式では降下液量 L' が、熱損失のみによる量なので、量的に少なく、定常状態になるのに時間を要する。またトレイの構造、物質の種類によっては、ホールドアップの関係から L' が一定にならず変動することがある。本実験においては、*n*-Heptane、および *n*-Hexane は(1)、(2)式ともに一致するが、Benzene では、(2)式の方法は適用できなかった。

実験結果を図2に示す。熱損失は、物質にはよらないということを確認した。同様に蒸気量によらずに一定であり、このことは Collins¹⁾ の結果と同じであった。

図5 計算結果

また、塔本体の外側を内部の温度と同じにしても熱損失はなくならなかった。これは末端効果によると考える。

図6 計算結果

図7 計算モデル

3. 考察

3.1 既往の研究との比較

熱損失に関する報告は少ないが、図3に示す。図から本実験で使用している装置は断熱効果が高いことがわかる。また製法により断熱効果が異なることが知れる。この点についてはCollinsらは、同じ仕様で製作した6本の塔を比較しており、断熱効果は製作上のばらつきにより大きく異なると報告している。

3.2 熱損失の影響

いま図4のようなモデルを仮定する。 L' は熱損失による凝縮液量で、 n 段の降下液量を熱損失のある場合を L_n' とし、熱損失のない場合を L_n とする。

$$\frac{L_n'}{L_n} = 1 + \frac{R \cdot R + 1}{R \cdot R} \cdot \frac{L'}{V_i} \quad (3)$$

塔の径を D_i 、段間隔を H とすると次式が成立する。

$$V_i = \frac{\pi \cdot D_i^2 \cdot G}{4} \quad (4)$$

$$L' = \frac{U \cdot \Delta t \cdot \pi \cdot D_i \cdot H \cdot N}{\lambda} \quad (5)$$

$$\therefore \frac{L_n'}{L_n} = 1 + \frac{R \cdot R + 1}{R \cdot R} \cdot (U \cdot \Delta t) \cdot \frac{H}{D_i} \cdot \frac{N \left(\frac{4}{\lambda} \right)}{G} \quad (6)$$

(6)式における L_n' と L_n の比は熱損失を示す数値である。(3)式から本実験の装置を還流比、蒸気量を変数として計算したものが図5、図6である。図より明らかなように、温度

Influence of Heat Loss

図8 計算結果

差50°Cではかなりの影響がみられ、とくに還流比の小さい場合に影響が大きい。図6に示すのは、マントルヒーターで保温した場合であるが、実験はなるべく大きな蒸気量で運転する必要がある。また(6)式から明らかに蒸発潜熱の小さい場合や、減圧運転の場合には著しく熱損失の影響が大きい。

熱損失の点からは大型の蒸留塔の方が有利だということになっているが、(6)式より熱損失は、 H/D_i で影響してくる。したがって市販の Oldershaw 型蒸留塔は、径が大きくなるほど、段間隔が大となるため、筆者らの調べたところ大型がとくに有利とはいきれない。

熱損失の組成に対する影響をみるために図7のようなモデルを考える。Feed 段は、熱損失の影響が缶出物におよばないように缶のすぐ上の段とし、留出物への影響のみを考慮した。計算方法は八田²⁾の方法もあるが、ここでは Wang の方法³⁾によるプログラムで計算した結果を図8に示す。図に示すとおり、たとえば、 C_6-C_7 系において、還流比を1とした場合、熱損失が40%の装置で得られる塔頂製品は、 C_6 が98.2%であるが、熱損失のない塔では、91.0%のものしか得られないことがわかる。気液平衡データは文献6)より求めた。

結 論

小型の蒸留装置で定量データーを得る場合には熱損失の影響が大きい。全還流においては、熱損失の影響はないが、工業的範囲での還流比(1~5)では、影響を受けやすい。市販の Oldershaw 型蒸留塔は、分析用に開発されたもので、真空断熱のみでは定量データーが得にく

く、マントルヒーターも併用することが必要である。

使 用 記 号

D	= 留出量	[g/hr]
D_i	= 塔内径	[cm]
G	= 質量速度	[g/cm ² ·hr]
H	= 段間隔	[cm]
L	= 降下液量	[g/hr]
L'	= 熱損失による凝縮液量	[g/hr]
L_n	= n 段目の降下液量	[g/hr]
L_n'	= 熱損失があるときの n 段からのその降下液量	[g/hr]
N	= 段数	
Q_L	= 熱損失	[cal/hr]
Q_{RS}	= リボイラーの熱量	[cal/hr]
R, R	= 還流比	
Δt	= 塔内温度と壁温との差	[°C]
U	= 伝熱係数	[cal/cm ² ·hr·°C]
V_b	= 蒸気量 (Bottom)	[g/hr]
V_t	= 蒸気量 (Top)	[g/hr]
λ	= 蒸発潜熱	[cal/g]
n	= 段番号	

参 考 文 献

- 1) Collins, F.C.: *Ind. Eng. Chem.*, **18**, 673 (1946)
- 2) 八田四郎次: 化学工学, **18**, 98 (1954)
- 3) Wang: *Petrol. Refiner.*, **45**, 155 (1966)
- 4) Rose, A.E.: "Distillation", Interscience Publishers, New York, 1951
- 5) Junge, C.: *Chem. Tech.*(Berlin), **8**, 37 (1954)
- 6) Robinson and Gilliland: "Elements of Fractional Distillation", 4th ed. (1950), p.41-42, Table 3-2