分離工学の各単位操作における 理論と計算・装置設計法

-各種分離技術の特徴と選択-



目 次

| はじめに – 各種分離技術の特徴と選択 – | 15 |
|--------------------------------------|----|
| 1 分離プロセスと相平衡 | 15 |
| 2 気液、液液平衡のK-valueによる取り扱い | 18 |
| 3 K-value による汎用平衡計算(Rachford-Rice 法) | 22 |
| 第1章 蒸留 | 25 |
| はじめに | 25 |
| 1 序説 ―蒸留塔の計画から運転まで- | 26 |
| 1.1 蒸留塔の設計に必要な物性値の調査 | 26 |
| 1.2 蒸留プロセス決定 | 26 |
| 1.3 蒸留塔の設計 | 27 |
| 1.3.1 塔高 | 27 |
| 1.3.2 塔径 | 27 |
| 1.4 設計図の作成 | 27 |
| 1.5 重量計算 | 28 |
| 1.6 価格積算 | 28 |
| 1.7 原単位 | 28 |
| 1.8 製品検査 | 28 |
| 1.9 据付・配管・電気配線・計測機器・検査 | 29 |
| 1.10 試運転 | 29 |
| 1.11 検収 | 29 |
| 1.12 定期保守 | 29 |
| 2 蒸留塔の設計に必要な物性値 | 30 |
| 2.1 蒸気圧 | 30 |
| 2.2 蒸気圧の推算法 | 30 |
| 2.3 気液平衡 | 32 |
| 2.3.1 理想溶液 | 32 |
| 2.3.2 非理想溶液 | 35 |
| 2.3.2.1 活量係数式 | 36 |
| 2.3.2.2 ウィルソン 定数の温度依存性 | 37 |
| 2.3.2.3 気液平衡における多成分系への拡張 | 39 |
| 3 蒸留塔の理論段数 | 40 |

| | 3.1 マッケーブ・シールの階段作図法(2成分系) | 40 |
|---|---|----|
| | 3.1.1 最適還流比 | 44 |
| | 3.2 多成分系の理論段数 | 45 |
| | 3.2.1 トリダイアゴナル・マトリックス法 | 45 |
| | 3.2.2 多成分蒸留計算による抽出蒸留プロセスの設計 | 47 |
| | 3.2.3 抽出蒸留プロセスの原理 | 47 |
| | 3.2.4 抽出蒸留プロセスの決定法 | 49 |
| | 3.2.4.1 アセトン(1) - メタノール(2) - 水(3)系の気液平衡 | 49 |
| | 3.2.4.2 抽出蒸留プロセスの全還流計算 | 49 |
| | 3.2.4.3 抽出蒸留塔の仕様の決定 | 50 |
| 4 | 蒸留塔の設計 | 52 |
| | 4.1 蒸留塔のフラッディング | 52 |
| | 4.1.1 棚段塔のフラッディング点 | 52 |
| | 4.1.2 充填塔のフラッディング点 | 54 |
| | 4.2 蒸留塔の効率 | 55 |
| | 4.2.1 塔効率 | 55 |
| | 4.2.2 HETP | 55 |
| 5 | 最新の蒸留技術 | 56 |
| | 5.1 蒸気の向きを変えて効率を上げる「高性能トレイ」 | 56 |
| | 5.2 渦生成による処理量増大のトレイ | 56 |
| 6 | 蒸留塔の故障と診断技術 | 57 |
| | 6.1 トラブル対処法――トラブル・シューティング―― | 57 |
| | 6.2 ダウンカマ・バックアップ・フラッディング | 58 |
| | 6.3 ガンマスキャン診断技術 | 58 |
| | 6.3.1 ガンマスキャンの原理 | 58 |
| | 6.3.2 ガンマスキャンによるフラッディングの診断 | 59 |
| | 6.4 CAT スキャン | 61 |
| | 6.5 振動による蒸留塔の破損 | 61 |
| | 6.6 サーモグラフィによる診断 | 62 |
| | | |
| 섬 | 第2章 抽出 | 67 |
| 4 | 54早 加山 | 07 |
| 1 | 抽出の現状 | 67 |
| 2 | 抽出方法 | 67 |
| | 2.1 回分式 | 69 |
| | 2.2 多重段抽出方式 | 69 |
| | 2.3 多回抽出方式 | 69 |

| | 2.4 向流 | 多段抽出方式 | 69 |
|---|----------|-------------------------------|----|
| 3 | 抽出装置 | <u> </u> | 70 |
| | 3.1 実験 | 室規模 | 70 |
| | 3.1.1 | 固液抽出装置 | 70 |
| | 3.1.2 | 水蒸気蒸留装置(水蒸気抽出) | 71 |
| | 3.1.3 | 液液抽出装置 | 74 |
| | 3.1.4 | エマルジョンフロー抽出装置 | 75 |
| | 3.1.5 | 気液抽出装置 | 76 |
| | 3.2 工業 | 規模 | 76 |
| | 3.2.1 | 回分式装置 | 76 |
| | 3.2.2 | 連続液液抽出装置 | 77 |
| 4 | 抽出応用 | 月例 | 82 |
| | 4.1 実験 | 室規模 | 82 |
| | 4.1.1 | ソックスレー抽出装置によるオレンジオイルの抽出(筆者実験) | 82 |
| | 4.1.2 | ディーンスターク装置による水蒸気抽出(筆者実験) | 82 |
| | | SAFEによるコーヒーの処理(筆者実験) | 83 |
| | 4.2 工業 | | 84 |
| | | オレンジ精油製造 | 84 |
| | | 香料精油の製造 | 84 |
| | | カロチン | 85 |
| | | アスタキサンチン | 86 |
| | | EPA (エイコサペンタエン酸) | 87 |
| | | エマルジョンフロー装置によるレアメタルの回収 | 87 |
| | | ウラン等原子力分野 | 87 |
| | | 芳香族と非芳香族の分離 | 88 |
| 5 | | 算・装置設計 | 89 |
| | 5.1 三角 | | 89 |
| | | ・基本データの作成法 ・14.33.33 | 89 |
| | | 抽出法 | 89 |
| | 5.4 回流 | 多段抽出法 | 91 |
| 第 | 3章 カ | ブス吸収 | 95 |
| 1 | はじめに | | 95 |
| 2 | 溶解平衡 | | 95 |
| | | · E性ガスの溶解度 | 95 |
| | | 性ガスの溶解度 | 96 |

| 3 | 物 | 理吸収 | 又速度 | 96 |
|---|-----|-----|-----------|-----------------------------------|
| | 3.1 | 境膜 | 物質移動速度 | 96 |
| | 3.2 | ガス | 側総括物質移動速度 | 97 |
| | 3. | 2.1 | 分圧基準 | 97 |
| | 3. | 2.2 | モル分率基準 | 97 |
| | 3.3 | 液側 | 総括物質移動速度 | 98 |
| | 3. | 3.1 | 濃度基準 | 98 |
| | 3. | 3.2 | モル分率基準 | 98 |
| 4 | ガ | ス吸収 | 双塔の設計 | 99 |
| | 4.1 | 物質 | 収支 | 99 |
| | 4.2 | 操作 | 線 | 100 |
| | 4.3 | | | 100 |
| | 4.4 | | | 102 |
| | | | | 102 |
| | | 4.2 | | 102 |
| | | 4.3 | | 102 |
| | 4.5 | | | 103 |
| | | | | 103 |
| | | | | 104 |
| | | | | 104 |
| | | | | 105 |
| | 4.7 | 塔径 | | 106 |
| | 4.8 | | | 106 |
| | 4.9 | 塔高 | | 107 |
| | | | | 107 |
| | | 9.2 | | 108109 |
| | | | | 110 |
| | | | | 110 |
| | | | | 110 |
| | | | | 110 |
| | | | | 112 |
| | | | | 114 |
| | | | | 114 |
| | | , | | 116 |
| 5 | | | | 117 |
| _ | 5.1 | | | 117 |

| 5.2 無通気時撹拌所要動力 | 117 |
|-------------------------------|-----|
| 5.3 完全分散通気撹拌速度 | 118 |
| 5.4 ガスホールドアップ | 119 |
| 5.5 気泡径 | 119 |
| 5.6 容量係数 | 119 |
| 6 ガス吸収塔の設計計算例 | 120 |
| 7 通気撹拌槽の設計計算例 | 126 |
| 第4章 晶析 | 131 |
| 1 晶析操作 | 131 |
| 1.1 はじめに | 131 |
| 1.2 晶析操作の目的とその応用 | 131 |
| 1.3 晶析操作の概念 | 132 |
| 1.3.1 晶析装置内現象 | 132 |
| 1.3.2 結晶化現象を制御する操作変数 | 132 |
| 1.3.3 溶解度 | 135 |
| 2 結晶化現象 | 136 |
| 2.1 核化成長速度論 | 136 |
| 2.1.1 核発生速度論 | 136 |
| 2.1.2 成長速度論 | 137 |
| 2.2 結晶粒子群特性 | 137 |
| 2.2.1 結晶純度 | 137 |
| 2.2.2 結晶多形 (Polymorph) | 138 |
| 2.2.3 結晶形態 (Morphology) | 141 |
| 2.2.4 粒径·粒径分布 | 141 |
| 3 晶析操作設計 | 142 |
| 3.1 回分冷却晶析 | 142 |
| 3.2 Anti-solvent (非(貧)溶媒)添加晶析 | 142 |
| 3.3 結晶粒子群の連続製造 | 148 |
| 3.3.1 槽型晶析装置 (MSMPR) | 148 |
| 3.3.2 連続フロー製造 | 149 |
| 3.4 多成分結晶の製造 | 150 |
| 3.5 スケールアップ | 152 |

| 第5章 | 乾燥 | 155 |
|------|-----------------------|-----|
| 1 乾燥 | は熱と物質の同時現象 | 155 |
| 1.1 | 乾燥に必要な熱の移動 | 156 |
| 1.1 | .1 伝導伝熱 | 156 |
| 1.1 | .2 対流伝熱 | 156 |
| 1.1 | .3 放射伝熱(輻射伝熱) | 157 |
| 1.2 | 蒸発熱 | 158 |
| 1.3 | 湿度と物質移動 | 159 |
| 1.3 | .1 湿り空気と乾き空気 | 159 |
| 1.3 | .2 飽和蒸気圧 | 160 |
| 1.3 | .3 相対湿度と絶対湿度 | 160 |
| 1.3 | .4 絶対湿度・相対湿度と温度の関係 | 162 |
| 1.3 | .5 相対湿度(関係湿度)と絶対湿度の変換 | 162 |
| 1.3 | .6 乾湿球温度計と湿度 | 163 |
| 1.3 | .7 湿球温度の推定 | 165 |
| 2 乾燥 | やの進行 | 166 |
| 2.1 | 乾燥による温度の変化 | 166 |
| 2.2 | 乾燥による含水量の変化 | 166 |
| 2.3 | 乾燥速度の変化 | 167 |
| 2.4 | 含水率 | 168 |
| 2.4 | .1 乾き基準含水率 | 169 |
| 2.4 | .2 湿り基準含水率 | 170 |
| 2.4 | .3 含水率の変換 | 170 |
| 2.5 | 乾燥特性曲線 | 171 |
| 2.5 | .1 限界含水率 | 171 |
| 2.5 | .2 平衡界含水率 | 171 |
| 2.5 | .3 乾燥速度の表わし方 | 172 |
| 2.5 | .4 材料による乾燥特性曲線の違い | 172 |
| | 定率乾燥期間 | 174 |
| 2.6 | , | 174 |
| 2.6 | .2 定率乾燥速度は異なる材料で等しい | 175 |
| 2.6 | .3 限界含水率は材料によって異なる | 175 |
| 2.6 | | 175 |
| 2.6 | .5 水分移動速度の表し方 | 177 |
| 2.6 | 76 16/1/16/20 | 177 |
| 2.6 | .7 定率乾燥速度を速くする対策 | 179 |

| | 2.6.8 | 乾燥速度を速くすると限界含水率が大きくなる | 181 |
|----|--------|--------------------------|-----|
| | 2.7 減率 | 医乾燥期間 | 182 |
| | 2.7.1 | 减率乾燥速度 | 182 |
| | 2.7.2 | 減率乾燥速度は材料によって異なる | 182 |
| | 2.7.3 | 平衡含水率は材料によって異なる | 182 |
| | 2.7.4 | 湿り材料内の温度・含水率の変化 | 183 |
| | 2.7.5 | 湿り材料内の水蒸気移動の割合 | 183 |
| | 2.7.6 | 熱風温度の影響 | 184 |
| 3 | 乾燥機の | の分類と選定 | 185 |
| | 3.1 乾燥 | 操の種類 | 185 |
| | 3.1.1 | 材料の加熱方式による分類 | 185 |
| | 3.1.2 | 材料の供給方式による分類 | 187 |
| | 3.2 材料 | lの形状と対応する乾燥機 | 187 |
| | 3.3 乾燉 | 機の設計 | 193 |
| | 3.3.1 | 乾燥に必要な熱量 | 193 |
| | 3.3.2 | 乾燥機内の材料への伝熱量 | 195 |
| | 3.3.3 | 熱風と材料の接触面積と伝熱容量係数 | 197 |
| | 3.3.4 | 総括伝導伝熱係数 | 198 |
| | 3.3.5 | 乾燥機の伝熱面積・体積の算出 | 198 |
| | 3.3.6 | 計算例一連続式熱風乾燥機の場合 | 199 |
| 4 | 湿度図表 | Ę. | 201 |
| | 4.1 湿动 | 混選度の推定 | 201 |
| | 4.1.1 | 等湿球温度線 | 201 |
| | 4.1.2 | 湿温図表を使って湿球温度を求める | 201 |
| | 4.1.3 | Excelを使って湿球温度を求める | 203 |
| | 4.2 露点 | 点と結露水量の推定 | 204 |
| なら | 第6章 呀 | 対着・クロマトグラフィー | 207 |
| 1 | 使われて | ている吸着 | 207 |
| 2 | 吸着の差 | 基礎:吸着平衡 | 209 |
| 3 | 回分吸剂 | | 212 |
| | 3.1 回分 | ト吸着の物質収支 | 212 |
| | 3.2 吸着 | 膏の進行−吸着材内部の拡散− | 213 |
| | 3.3 吸着 | 盲材内拡散の線形推進力近似モデル(LDFモデル) | 214 |
| | 3.4 回分 | →W着 – 溶液濃度変化 – | 217 |
| 4 | 固定層。 | 及着 | 218 |

| 4.1 固定層吸着の吸着帯モデル | 218 |
|---|---------------------|
| 4.2 固定層吸着の混合拡散・LDFモデルと | Klinkenbergの近似解 222 |
| 5 クロマトグラフィー | 225 |
| 5.1 クロマトグラフィー成分分離のしくみ | 225 |
| 5.2 クロマトグラフィーの混合拡散・LDF | モデル 226 |
| 5.3 クロマトグラフィーの理論段モデル | 228 |
| 第7章 濾過 | 233 |
| 1 濾過の概要 | 233 |
| 1.1 濾過操作の種類と原理 | 233 |
| 1.2 濾過装置の種類と原理 | 233 |
| 1.2.1 ケーク濾過装置 | 234 |
| 1.2.2 ケークレス濾過装置 | 234 |
| 1.2.3 清澄濾過裝置 | 234 |
| 1.3 濾材の種類と特徴 | 234 |
| 1.3.1 濾紙 | 234 |
| 1.3.2 濾布 | 234 |
| 1.3.3 膜 | 235 |
| 1.3.4 その他 | 236 |
| 1.4 濾過技術の適用例 | 236 |
| 2 濾過モデル | 237 |
| 2.1 濾過モデルの基本要素 | 237 |
| 2.1.1 濾過速度 | 237 |
| 2.1.2 濾過圧力 2.1.3 濾過抵抗 | 237 237 |
| 2.1.3 2.1.3 amazzn Bazzn | 239 |
| 2.2.1 ケーク濾過と閉塞濾過の概要 | 239 |
| 2.2.2 ケーク濾過モデル | 240 |
| 2.2.3 閉塞濾過モデル | 241 |
| 2.2.4 ケーク濾過と閉塞濾過の見極め方 | 243 |
| 2.2.5 その他の閉塞濾過モデル | 243 |
| 3 ケーク構造の解析と評価 | 245 |
| 3.1 ケークの圧縮性と構造 | 245 |
| 3.2 平均濾過比抵抗の評価方法 | 245 |
| 3.3 平均空隙率の評価方法 | 246 |
| 331 直接的測完注 | 246 |

| | 3.3.2 | 間接的測定法 | 247 |
|---|-------|---------------|-----|
| 3 | .4 圧縮 | 性指数の評価方法 | 247 |
| | 3.4.1 | 圧縮性指数の定義と意味 | 247 |
| | 3.4.2 | 定圧濾過による測定法 | 249 |
| | 3.4.3 | 定速濾過による測定法 | 249 |
| 4 | さまざま | をな濾過操作 | 250 |
| 4 | 1 濾過 | 助剤を利用した濾過 | 250 |
| 4 | .2 ケー | クレス濾過 | 251 |
| | 4.2.1 | ケークレス濾過の挙動 | 251 |
| | 4.2.2 | クロスフロー濾過 | 252 |
| | 4.2.3 | 回転や振動を利用した濾過 | 253 |
| 4 | .3 周期 | 逆 洗型濾過 | 254 |
| 4 | .4 外場 | を利用した濾過 | 255 |
| | 4.4.1 | 電場を利用した濾過 | 255 |
| 7 | 4.4.2 | 超音波を利用した濾過 | 256 |
| 4 | 5 遠心 | | 257 |



分離工学の各単位操作における理論と計算・装置設計法 - 各種分離技術の特徴と選択 -



はじめに-各種分離技術の特徴と選択-

東京工業大学 名誉教授 伊東 章

1 分離プロセスと相平衡

分離工学では蒸留、吸収、抽出などの分離プロセスを単位操作(Unit operation)として分類し、単位操作ごとに特有の解析モデルや設計法が確立している。各操作の解析・設計法が異なるのは各分離プロセスの原理となる相平衡が異なっているからであり、基礎の相平衡に対応して特有の解析および設計法がある。図1にこの分離プロセスと相平衡の関係を示した。

もっとも基礎的な相平衡は分離目的成分(A)の純液体と気相間の蒸気圧である。蒸気圧を利用するのが分離プロセス:蒸発である。蒸発は液→気の成分移動であるが、逆に気→液の成分移動が凝縮である。次に固体結晶Aの液体への溶解を表わすのが溶解平衡である。溶解は固→液の成分(A)の移動であるが、液側が過飽和であると液→固の成分(A)移動となる。これが晶析現象であり、分離プロセス:晶析の基礎となる。これら蒸発と晶析は、蒸発の気液相を晶析の液固相に対応させると成分(A)移動が類似している。実際、これらの物質移動の基礎モデル(濃度推進力と物質移動係数による)は同じである。

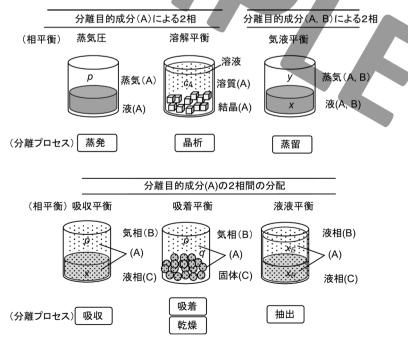


図1 各種相平衡と分離プロセスの対応

はじめに-各種分離技術の特徴と選択-

分離目的成分が(A,B)の2成分混合物の場合、その気相 - 液相間の濃度の違いを表わすのが気液平衡である。混合液から蒸気を発生させると、各成分の蒸気圧(揮発度)の差により気液間に(A,B)成分濃度差が生じる。この気液平衡を利用するのが分離プロセス:蒸留である。

以上の相平衡は分離目的成分(A)自身が一相を形成していたが、それ以外の分離プロセスでは、分離目的成分(A)とは異なる成分による2相(B,C)を利用する。この場合、分離目的成分(A)は希薄成分であり、(A)が2相間に異なる濃度で分配されることで濃度差が生じ、(A)成分移動の推進力となる。分離プロセスでは、この濃度差を生じさせる相成分(B,C)(吸収液や固体吸着剤)のことを分離材(Separation agent)と呼んでいる。

吸収平衡は気(B)-液(C)間のガス・蒸気(A)の分配である。気液相間の(A)の分配の濃度差を利用して、気相中の成分を吸収液中に移動させる操作が分離プロセス:吸収である。

吸着平衡は気(B)-固(C)および液(B)-固(C)間の成分(A)の分配である。吸着平衡を利用して、固体吸着剤で気・液相から成分(A)を分離するのが分離プロセス:吸着である。なお、同じ吸着・収着平衡を利用して、逆に固体または液体中の成分(A)を気相に移動させる操作が分離プロセス:乾燥である。

図の最後に示すのが液液平衡で、これは異なる2液相間での分離目的成分(A)の分配である。液-液平衡を利用するのは分離プロセス:抽出である。

分離プロセスでは以上のように、基礎となる相平衡の種類ごとに実際の分離装置とその解析法が成立している。**表1**に分離プロセスごとに装置モデルと解析法をを整理した。それは①分離対象、②基礎としての物理化学(自然現象)、③その原理を使って目的を果たすための実際の装置、④その装置性能を表わし、装置を設計するための数学的モデルおよびその解法で成り立っている。また、図2は各分離プロセスの特徴的な装置形状を例示したものである。

分離プロセス:蒸発では蒸気圧を推進力として、純液体を気相へ移動する。装置は 液を加熱する缶型の形状である。モデル解析は熱・物質収支式を解くことでなされる。

分離プロセス: 晶析では溶解度をもとに溶液中の成分を固体表面へ移動する。装置は缶型で、結晶が懸濁する過飽和溶液を蒸発・加熱する形式である。その解析モデルにはポピュレーションバランスモデルがある。

分離プロセス:蒸留では液体混合物を気相に移動することで、特定成分を濃縮・分離する。分離の基礎は気液平衡であり、濃縮を実現するために多段の平衡段による蒸留塔が装置となる。その解析法として平衡段モデルのマッケーブ・シール法が用いられる。

分離プロセス:吸収では気液平衡(ガスの溶解平衡)を原理として、気相中の成分を液相に移動する。気液接触を効率的に行うため充填塔が用いられる。その解析・設計法として二重境膜説をもとに、HTUや移動単位数によるモデルが適用される。

分離プロセス:吸着では吸着剤の充填層が分離装置となる。解析・設計法は物質移

動に関する微分方程式によるモデル解析が適用される。

分離プロセス:乾燥では噴霧乾燥,流動乾燥など種々の乾燥装置があるが、乾燥速度の解析法は湿球温度を中心とする熱と物質の同時移動が基礎となる。

分離プロセス:抽出では液液平衡をもとに、液液2相を効率よく接触させるためのミキサーや塔型の向流接触装置が用いられる。解析・設計法は三角図上の図式解法で所用段数を求める手法が適用される。

| | · · · · · · · · · · · · · · · · · · · | | | |
|------------------|---------------------------------------|--------------------|------------------|---------------------|
| 分離プロセス (単位操作) | ①プロセスの目的 | ②物理化学的原理 (自然現象) | ③装置形状 | ④モデル・解析法 |
| 蒸発 | 純液体の気相への移動 | 蒸気圧 | 缶型 | 熱・物質収支, 湿球温度 |
| 晶析 | 溶液から純固体への移動 | 溶解平衡 | 缶型 | ポピュレーションバランス |
| 蒸留 | 液体混合物を気相に濃縮 | 気液平衡 | 蒸留塔 (段塔, 充填塔) | 理論段 マッケーブ・シール法 |
| 吸収 | 気相中の特定成分を液相 に分離する | 気液平衡 ヘンリー法則 | 吸収塔(充填塔) | 二重境膜説 HTU., NTU |
| 吸着 | 混合ガスを分離する | 吸着平衡 | 吸着装置 | 微分方程式など |
| 乾燥 | 乾燥 | 蒸気圧 | 乾燥機 | 熱と物質の同時移動 |
| 抽出 | 液体混合物を分離する | 3成分系液液平衡 (溶解平衡) | ミキサ - セトラー 装置 | 連立方程式 三角図による図式解法 |

表1 分離プロセスのなりたち

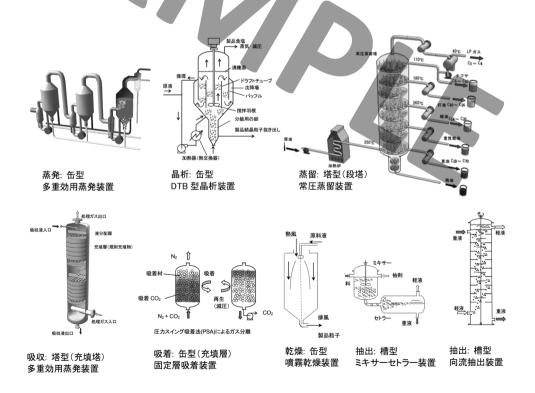


図2 分離法と分離装置の形状