

実用的蒸留プロセス設計法

A Practical Design Procedure for Distillation Processes

宮原 昶中¹⁾・善積 茂²⁾

Koreatsu MIYAHARA and Shigeru YOSHIZUMI

¹⁾ 千葉工業大学大学院工学研究科経営工学専攻 教授 博士(工学) (275-0016 習志野市津田沼2-17-1
e-mail: miyahara@pf.it-chiba.ac.jp)

²⁾ 善積技術士事務所 (249-0008 逗子市小坪1-26-4 e-mail: yoshizum@pop21.odn.ne.jp)

分離プロセスを設計しようとする場合(事実上、蒸留分離が中心になるが)明示的な指針が無いことが多い。蒸留工学の研究は進んでいるが、実用設計の面から見ると、既往の研究はネットワークをなしておらず、部品に止まっていると思わざるを得ない。本研究においてはこれらの既往の研究をつなぎ、欠けている部品を補いながら、設計の手順を明示するものである。実際の分離プロセスでは製品は2ないし3成分に限られ、製品数の何倍以上もの不純物が存在している系を対象とする。これらの反応生成物を製品と不純物に別けて考え、前者が2、3の成分に対して後者が多数ある点を考慮して、塔構成などに反映させる点に特徴がある。蒸留分離の対象として適・不適からはじまり、設計に必要な成分の選別と同定及びその気液平衡、そして、分離の順序と塔の構成、回分蒸留または連続蒸留の選定、操作圧力の選定、還流比、塔径などを含めた塔の設計、塔形式及びインターナルの選定、制御方式などを含めて実用的な蒸留塔設計手順ないしチェックリストを示した。

Key words : practical design, design procedure, distillation column sequence

1999年11月8日受理

緒 言

従来から蒸留計算法など蒸留工学の研究はなされているが、これらを全体としてどのように設計に使っていけばよいかについての実用的設計指針の研究は十分とは言いがたい。換言すれば、触媒などを利用して反応生成物を得た場合に、一般に多数の不純物を含んでいるために分離精製が必要になるが、どのような分離法を選定すれば良いか、蒸留を使うのはどのような場合なのか、どのような点に注目して設計を進めればよいかなどの指針が整備されていないのが現状である。既往の研究には N 成分を分離するシーケンスは $[(2N-2)!]/[N!(N-1)!]$ だけあり、どのようなシーケンスがよいかの目安になるヒューリスティックな方法も与えられるなど、個々の部品に相当する主要な部分の研究はほぼ全体をカバーしている (Muraki *et al.*, 1986; Naka *et al.*, 1982; Nath and Motard, 1981; Nishimura and Hiraizumi, 1969; Rathore *et al.*, 1974a, 1974b; Rodrigo

and Seader, 1975)。全体の組み立て図にあたる研究、ことに目地に相当する部分は大学では余り研究の対象にされなかったが、実際の工業化にあたってはきわめて重要な項目が多い。そこで本研究ではどのような点を考慮しながら蒸留システムを組みあげていけばよいかを総合的に研究しようと試みるものである。なお、今後の研究に待たなければならない点についても指摘していきたい。

1. 蒸留プロセスに適否の判断

1.1 不純物の予想と同定

最初に混合物の組成を明らかにする必要がある。現在ではガスクロマトグラフィー質量分析法により存在する成分は容易に同定できるが、ガスクロマトグラフィーのピークは単一成分であることを保証している訳ではないので、異なる特性のカラムでも同定を試みるのが望ましい。原料の成分は微量成分まで入れると一般には数十成分が存在するので、単蒸留ないしは数段の簡単な小型蒸留塔を用い、留出液を分析して蒸留計算上考慮すべ

Table 1 Potential Impurities

Oligomers of reactants	dimer, trimer, tetramer.....oligomer
Hydration products	methanol, ethanol, 1-propanol, 2-propanol, higher alcohols
Oxidation products	aldehydes and their oligomers, acids
Ammoxidation products	HCN, CH ₃ CN, propionitrile
Isomers of main products	CH ₃ CHO in oxirane
Ethers	CH ₃ OCH ₃ , C ₂ H ₅ OC ₂ H ₅ ,
Esters	CH ₃ COOCH ₃

き成分を選択することが有効である。物質によっては分析検出限界以下の濃度の成分でも蒸留塔や蒸留プロセス中に蓄積してくることがあるので、可能性のある成分(同族体など)の予想をしておくことが必要である(Table 1)。反応生成物の分析は反応直後に実施することが望ましいが、空気中の酸素や水分または光により変質する場合もあり、保存しておく場合には空気による酸化、重合などが進まないよう、不活性ガスによるシールなどに十分留意することが必須である。

1. 2 分離すべき製品の数

一般に、反応生成物には微量不純物まで含めると最少でも 10 成分程度は存在し(過酷な反応条件下では相対的に成分数は多い)、アルコール醗酵などでは数百にも及んでいる。しかし、純粋成分として分離をしようとする成分は多くのプロセスでは未反応物質の回収を含めても 2, 高々 3, 希に 4 成分であり、石油精製とか、ナフサ分解生成物の場合のように 6 成分以上に分離するケースは例外である(Table 2)。蒸留において分離すべき物質の中には未反応物質や溶剤など品質を調整して回収、リサイクルする物質も含まれている。従って、製品、未反応物質、有価副製品など分離・精製すべき成分と不純物として混合物のままでもよい成分を明確にすることが重要である。回収すべき成分は経済的検討により決定される。そして、分離すべき成分の純度を製品のスペックなどを勘案してどの位にすべきかを決定する(製品の場合 99%位の場合が多い)。こうすると純粋に分離する成分(A)の数 N が決まる。

しかし、蒸留分離は N 成分系にはならない。不純物(X)や製品や回収物質など分離・精製すべきもの(A)を低沸点の順に

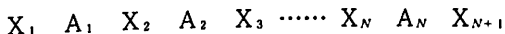


Table 2 Number of Products

Main product(s)	Number of products
Methanol	1
Ethanol	1
2-propanol	2
Acrylonitrile	3
Methyl metacrylate	2
Phenol and acetone	3
Typical naphtha cracking products	6
Petroleum refinery products	8 (not pure products)

のように並べると $2N+1$ 成分に分離することになる。ここに X は無い場合もあれば、2 つ以上の不純物を表わす場合もある。

1. 3 蒸留に適しているための必要条件

原料組成や要求品質から最も経済的な分離手段を選定することが最大の課題である。まず、多くの分離手段の中で最も技術的に確立している蒸留で分離が可能かどうかを見極めることが現実的である。分離が不可能、あるいは可能ではあるがより経済的な方法はないかを次に検討する。過去の例からは晶析、吸着、抽出、膜分離などが候補として挙ってくる。

第一の着眼点は成分の沸点である。常温付近で液体ならばまず可能である。しかし、常温、常圧下で液体である必要ない。常温では気体であっても、空気分離のように低温、加圧下で液化し、蒸留が実施されているものもあれば、金属のように固体であっても、塩化物などの沸点の低い液体の化合物に変えて、百数十℃から数百℃で蒸留する例がある(Table 3)。

Table 3 Melting points and boiling points of metal chlorides

Metal	compound	mp K	bp K
Si	SiHCl ₃	146	305
Ti	TiCl ₄	248	409.5

蒸留に適する条件の中には相対揮発度 α が大きい(1.5 以上), または小さい(1/1.5 以下)ことが望ましいが, 1 に近くても抽出蒸留, 共沸蒸留などで蒸留が可能になることもある。

また, 蒸留温度で製品が化学的に安定であり, その他の成分も蒸留中に熱分解などの反応が生じて, 不純物が発生しないことが必要である。省エネルギー的であるかどうかは別として蒸留の適用範囲は広く, 石油及び化学工業で実施されている分離技術のうち 75% は蒸留という調査がある (Nagahama, 1998)。

1. 4 反応し易い物質の処理

主製品以外で反応し易い物質を含む場合は, 反応し易い物質は前もって他の物質に変換しておくことと蒸留操作が楽にできる例が多い。例えば, エチレンと水からエタノールを合成する場合, アセトアルデヒドが生成するが, これはアルドール縮合により種々の化合物に変わる。これをあらかじめ水素により還元しておくこと, 後の蒸留分離が格段に容易になる。ナフサ分解により生成するアセチレン類は水添により除去され, 不純物の数を減らすと共に爆発の危険回避も兼ねて分離を容易にしている。ソハイオ法ではアルデヒド類とシアン化水素の両者が生成し, シアンヒドリンを生成して分離を困難にするが, 抜本的解決法はないものもある。シアンヒドリン, エステルの生成など予期しない反応により分離が困難になることはしばしば経験するところである。熱分解や重合で品質が悪化する場合はプロセスの組み立てで解決する工夫も実施されている。

2. 蒸留プロセスを採用するための条件

2. 1 蒸気圧

多数の物質について蒸気圧のデータが提供されている (Ohe, 1976)。データの無い時には標準沸点 (Yukigoseikagaku kyokai, 1985) からおおよそ見当はつくし, 蒸発潜熱をトルトンの規則等で予測できれば使えるデータとなる。蒸気圧そのものの推算は現状では困難で, 信頼できる予測法は今後の研究に期待したい。蒸気圧が分かれば, 理想溶液とした場合の揮発度が求まり, 分離の目的が立つことが多い。

2. 2 気液平衡

官能基を持った物質では同族体の系を除いて理想溶液から偏倚するものが多く, 気液平衡が重要な役割を果たす。3 成分以上の系についてのデータは少ないが, 無い場合でも構成する 2 成分系のデータが全てそろえば, N 成分系のデータは組み立て可能とされているので, 2 成分系の文献値を探す (Gmehling and Onken, 1977-)。データが見つかったとしても, 1. 2 項の X, A 間の分離の key 成分の系のような重要なデータは熱力学的健全性のチェックをしなければならない (Kojima *et al.* 1990)。共沸データ (Horsley, 1973; Gmehling *et al.*, 1995) は気液平衡データとしては精度が低い場合があるが, 利用できる。

データが見つからなければ, 推算法を用いる (Fredenslund *et al.*, 1977; Kojima and Tochigi, 1979)。しかし, 重要な系については実測値を利用すべきである。実測値が無い時には実験により測定することになるが, 構成する 2 成分系のデータを全て実測することは必ずしも必要としない。重要な 2 成分系の実測データは必須であるが, 単蒸留, 回分蒸留, オルダークショウ (Oldershaw) 装置 (小型多孔板蒸留実験装置) による蒸留実験により見通しをつけることができる (この方法についての技術はまだ確立途上にあると見るほうがよいであろう)。

データの要求精度は相対揮発度 α によって異なる。抽出蒸留や共沸蒸留にするか, スーパー・フラクシオネーションにするかの境界とされている $\alpha = 1.2 \sim 1.5$ の付近は精度が高いことが要求される。また, 希薄溶液や超高純度製品の分離にも従来の測定データでは精度不足のことが多く, 適用できるか否かを十分検討しなければならない。

2. 3 分離しにくい成分

相対揮発度 α が 1.5 以下で, 1 に近づくに従い分離しにくくなる。これは分離に利用しようとしている濃度範囲の α についてであり, したがって, アセトン-水系のごとくタンジェンシャル・アゼオトロップ (tangential azeotrope) も対象になることは勿論である。Table 4 より見て, α が 1 に近い場合は抽出蒸留, 共沸蒸留が考えられるが, 有効な溶剤がなく, 必ずしも適当なプロセス

Table 4 Relative volatility

system	α
$^{12}\text{CH}_4 - ^{13}\text{CH}_4$	1.003
$^{10}\text{BF}_3 - ^{11}\text{BF}_3$	1.0075
$\text{H}_2\text{O} - \text{HDO}$	1.074(303K)~1.042(343K)
2-Methylpropane-2-Methylpropylene	1.10
Acrylonitrile-acetonitrile	(1.1)
Propylene-propane	1.20~1.25
Ethylbenzene-styrene	1.40

が組めない場合もある。また、キシレンの異性体分離の場合のように適切な吸着法があるとは限らない。同位体分離のように他に方法が無いとか、プロペン-プロパン系のように異物の混入を嫌う場合にはスーパー・フラクショネーション(super-fractionation)が用いられていることもある。 α が1.5より小さくなったら別の方法(抽出蒸留、共沸蒸留などの特殊蒸留か、蒸留以外の方法)も検討すべきである。

2. 4 反応生成物に対する考慮

触媒を用いて高温で反応させて得られた生成物は、さらに反応が進行することを阻止するために水を直接導入してクエンチされることが多い。このように水で希釈された状態の生成物(蒸留の原料)はまず、疎水性の成分を水による抽出蒸留により除くことが通常である。アルコールの水酸基は水との親和力が強く、それ以外の部分の疎水性によっては相対揮発度 α が決まる。従って、メタノールよりエタノールの方が α が大きくなる。エタノールプロセスでは水によってメタノールを除くほとんどの成分は分離されるし、アクリロニトリルプロセスでは副生するアセトニトリルと分離される。ただし、シアン化水素との分離はかえって困難になる。もともと水が十分に入っていない時にもわざわざ水を抽剤として加えて抽出蒸留することもある(メタノールプロセス、2-プロパノールプロセス)。こうすることによって原料に由来するオリゴマーなどを除去できる。この項で述べた操作は他の研究ではあまり指摘されていないが、必ず検討すべきである。特に不純物の数が多い場合に一度に分離できる可能性があり、抽出蒸留の特徴であって有効な方法である。

2. 5 共沸混合物

どれかの系が共沸系を形成する時は次のいずれかの方法によりこれらを回避しなければならない(Doherty and Knapp, 1998)。(a)抽出蒸留または均一相共沸蒸留、(b)不均一相共沸蒸留、(c)塩効果蒸留、(d)変圧蒸留(presure swing distillation)、(e)反応蒸留、(f)他の分離法を併用する。例えば抽出との組み合わせ、膜の併用(pervaporation)などの可能性を探る。

3. 蒸留プロセスの形式選定に関する項目

3. 1 操作圧力

蒸留では一般的に低温、すなわち、低圧ほど相対揮発度が大きくなるので有利である。しかし、塔頂のコンデンサーでは冷却水を用いることが経済的であり、320 K程度以上にしたい。一方、塔底の加熱源はそのプラントのある立地で利用できるものの中から選びたい。これらの条件以外に危険物質や加圧する場合には各種法規に制限を受けることを念頭においておかなければならない。また、高融点の物質を蒸留する場合には、その融点における蒸気圧より高い圧力を選ばねばならない。

3. 2 処理量

処理量の少ない方から、回分式、半回分式、連続式が使われ、おおよその目安として千トン/年以上なら連続式が使われるが、需要が年間のある時期に集中しているなどの需要量の変動などによっても変わってくる。原料中の濃度が低い(1%以下)とか、相対揮発度が1に近く、還流比を大きくして運転するなど定常状態に達するのに長時間を要する場合(例えば同位体分離)などでは10トン/年以下でも連続式が採用される場合もある。

3.3 回分蒸留

連続蒸留においては理論的には滞留時間は相当程度短くする工夫はできるが、回分蒸留では原料を塔底に仕込むために滞留時間が長い。高沸点物は長時間高温に晒されていると、熱劣化を受け易い。こんな場合には液溜めを塔底から移動することも考えられる。純度と回収率は還流比と塔内の液ホールドアップより決まるので、規則充填物などを用いて塔内の液ホールドアップを小さくして改善を試みる。回分式では通常は液溜めが塔の下部にあるが、場合によっては、中部、上部、あるいは複数ある場合(Hasebe *et al.*, 1996)も検討の対象になる。場合によっては Columneg 方式(Tsuruta, 1996)のような工夫を考えることも必要であろう。

3.4 連続蒸留(塔の数)

共沸点のない場合には通常の蒸留塔(conventional column)を用いると、塔毎に1成分ずつ分離していくことになる。沸点の低い成分から分離する方法(direct sequence)から、高い成分から分離していく方法(indirect sequence)までの間には Catalan 数($(2N-2)!/(N!(N-1)!)$)通りの方法が考えられる。これら全てをシミュレーションしてその経済性を比較すればよいが、労力を削減するためにヒューリスティックな方法が提案されている(Doherty and Knapp, 1998)。

さらに複合塔を用いれば、Petlyuk 型(Petlyuk *et al.*, 1965)では2つの(純粋)成分を、また Kaibel 型(Kaibel, 1987)では理論的には3つの成分を分離できる(4成分系の場合には理論的に全ての成分を分離できる)。

以上の議論は N 成分全てを純粋成分に分離することを前提にしているが、現実にはこのようなケースには殆ど遭遇しない。1, 2の項でも述べたが、不純物(一般には数%以下の低濃度の場合が多い)が関与してくること、運転条件の不可避的変動を吸収するためである。

例えば2成分系について考えることにしよう。不純物がない場合(真の2成分系)には1本の塔で両成分を純粋(例えば99.99%)に分離することは可能であるが(Fig. 1-(a)), 供給流量や濃度などの変動の大きさによっては1本の塔では製品A、

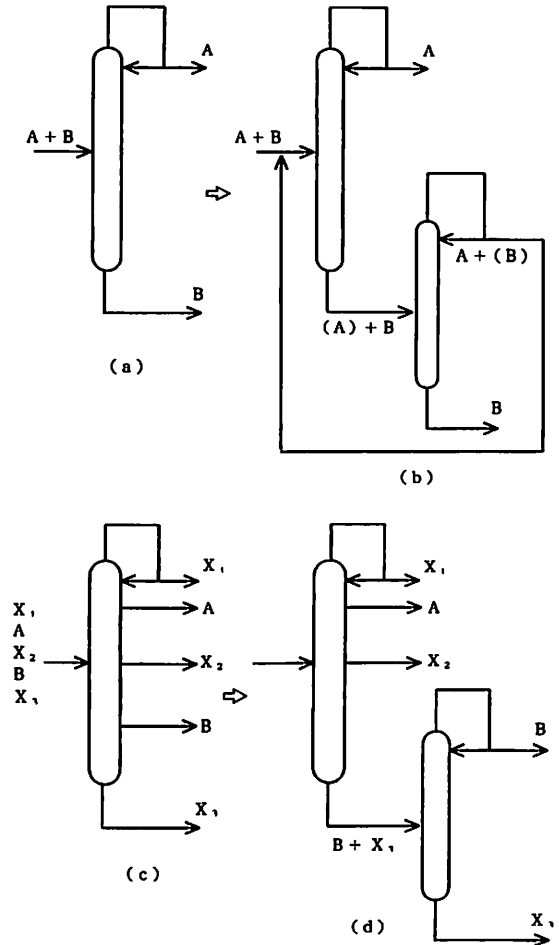


Fig. 1 Separation of a binary system

Bを安定的に製品規格内に納めることが困難で、2本の塔で運転する方法が現実に行われている(Fig. 1-(b))。しかし、蒸留塔と制御系を適切に設計すれば1本でも運転は可能である。不純物の含まれている2成分系(2製品の場合)では、低沸点側から X_1, A, X_2, B, X_3 とするとこれも1本の塔で(不純物が低濃度であり、各成分間の比揮発度が大、製品純度がゆるいと言う条件つきで)分離できるはずであるが(Fig. 1-(c)), 回収率と塔底での高沸点物の熱分解などのかね合いから2本の塔で設計されることも多い(Fig. 1-(d))。

N 成分系の分離には通常いわれている $N-1$ 本の塔でというより N 本の塔で分離するほうが実用的であろう。設計により、塔の数が減る要因として Petlyuk 型, Kaibel 型を用いることがあるし、増える要因としては、制御特性や

熱分解のある場合には回収率とのかねあい関係が挙げられる (Fig. 1 (b)).

3. 5 特殊な蒸留

沸点の高い物質については、熱劣化を避ける意味で減圧で蒸留する必要がある。1理論段当たりの圧力損失の小さい規則充填物の利用も有効である。極限まで減圧にすると分子蒸留になる。

機械的な手段即ち、高真空下で高速回転体を用いて蒸留を行う方法もある。また、温度を下げるために水蒸気蒸留が香料の分野では頻繁に使われている。

3. 6 反応蒸留の利用

反応した後で蒸留ということではなく、両者を同一の装置で実施すると効率化できることがある (Seader *et al.*, 1997)。反応蒸留で威力を発揮するのは反応が平衡関係にある場合、製品が化学的に不安定な場合などである。

4. 蒸留塔設計に関する項目

4. 1 理論段計算

2成分系連続蒸留の場合には低沸点限界成分 lk 、高沸点限界成分 hk とその濃度を指定して、必要理論段を直接求めることができる (McCabe-Thiele, Lewis-Matheson)。あるいは必要理論段 (回収部、濃縮部) を指定して操作条件を求める (Thiele-Geddes)。前者を設計型と呼び、図式計算法により計算できる。後者を操作型と呼び、コンピュータ・ソフトを利用できるが (ほとんどのタイプになっている)、簡便な図式計算法はない。だがどの位の段数が必要かは簡単には予測できないであろうから、目安を付ける必要がある。同じように最小還流比も判らないと十分な分離はできない。したがって、Fenske (1932) による最小理論段、Underwood (1948) の式による最小還流比、Gilliland の相関 (1940) により、おおよその段数の目安を付けることは蒸留計算の重要なステップといえる。

非理想性が強くなると、この方法にも限界がある。その場合は後述のように各セクションをどの2成分系の分離かを考えながら、おおよその目安をつける。

3成分をこえると図式計算法も適用が困難であり、また、設計型のソフトもないので全て操作型として計算し、試行錯誤することを余儀なくされる。その上、非理想性の強い溶液の分離にはアプリアリオリに lk , hk を指定できないケースに遭遇することすらある。一般に限界成分という時には供給液中の不純物の濃度と製品中の同物質の不純物の濃度とがほぼ同じオーダーであるという前提を暗黙の了解として、相対揮発度だけの大小で論じているが、供給液の特定の不純物の濃度が大きい場合は比揮発度だけでは論じられない。

3成分系でも各々のセクション (塔底、塔頂、供給段、抜き出し段により区分される塔の部分) (Fig. 2) は各々どの2成分を分離する機能を果たしているかを明確にすることによって、段数の目安をつける。

多数のソフトウェアが利用できるが、それらの計算結果は時には大幅に異なると指摘されている。この原因はソフトウェアが内蔵している気液平衡のデータベースの違いによると考えられる。とくに稀薄溶液や超高純度の領域を利用する際は気液平衡関係を別途検証する必要がある。

4. 2 段効率

特殊な条件でもない限り塔効率として 60~70% としておけば無難であろう。2液相になる場合とか、希薄溶液の領域では塔効率はもっと低くな

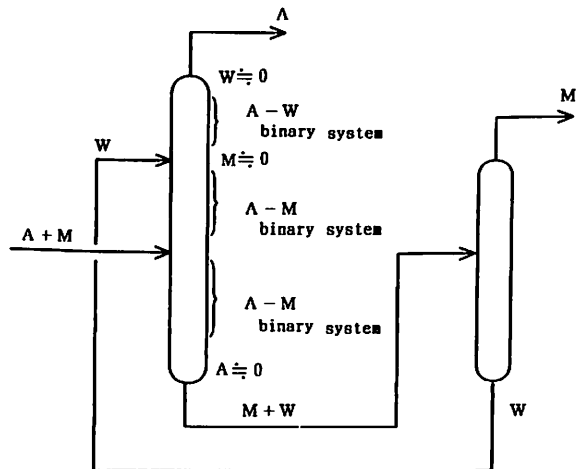


Fig. 2 Extractive Distillation of Acetone (A) - Methanol (M) system with Solvent Water (W)

る。Murphree の段効率(Murphree, 1925)で議論されることが多いが、中間成分の段効率が $-\infty$ から $+\infty$ まで算出され、分かりにくい。4.1で述べたように各セクションを2成分系と考えるのが妥当だろう(Fig. 2)。

段効率の使用を避けるために、物質移動速度論に基づく計算方法も提案されているが(Krishnamurthy and Taylor, 1985)、どれだけ精度の高い計算ができるかは目下のところ不明である。

4.3 塔の形式

棚段塔(泡鐘トレイ, 多孔板トレイ, バルブトレイなど), 充填塔(不規則充填物, 高性能不規則充填物, 規則充填物), 濡れ壁塔, 回転式塔などがあるが, 処理する液体の粘度などの性状, 含まれる固形物などを考慮して塔の形式を決めることが肝要である。一般に固形物を含む液体に対しては多孔板トレイ(特に無堰多孔板)が適している。固形物に対しての処理が困難な場合には回分蒸留の利用を考えるべきである。また, 泡立ち易い液体には充填塔が気液の激しい混合が少ないので適していると考えられる。塔径はF-factorなどのような上昇蒸気量を指標とする量から概略の塔径が決められる。F-factorは次の式で与えられ, 蒸留塔の内部構造により実験的に決まってくる。

$$F \cdot f = u \sqrt{\rho_g}$$

u : 空塔蒸気速度 [m/sec], ρ_g : 蒸気密度 [kg/m³] その後, 蒸留塔の詳細設計の段階で最終的に塔径が決められる。それぞれの塔形式で最少流量などのインターナルの特性もあるので, この面からも塔形式は制約を受けることになる。

4.4 制御

蒸留塔の性能は組成に基づいた厳密な物質収支を要求されており, 吸収などの他の操作より制御設計が重要である。制御方式はいわゆる古典制御(PID制御)といわれる1検出, 1操作, あるいは2検出, 1操作のカスケード制御が行われている。おおよそ90%はこの方法で制御設計がされている。残りは組成変動や量の変動などが大きく, 経済的運転を狙う目的などでアドバンスド制御(多変数制御, 予測制御など)が実施されている(Nagahama, 1998)。

5. その他の注意事項

5.1 微量不純物の蓄積

長時間運転していると当初は検出できなかった微量不純物が蓄積してきて, 製品の品質確保ができなくなることがしばしば起きる。製品中に1ppm程度の低濃度でも含まれると不合格になることもあるので“逃げ”を考へておくことも大切である。塔の中段からのサイドカット(Fig. 1-(c)の X_2)するか塔頂から抜き出し(Fig. 1-(c)の X_1)製品をその数段下から抜き出すなどの対策を立てておく。

微量成分が腐食性物質である場合, 塔の中間段に蓄積して腐食を生じたり, また, 最悪な事態では塔の中間段に微量の化学的不安定成分が蓄積して異常反応で爆発災害を生じた例がある(Yoshida *et al.* 1996)。

5.2 省エネルギー

プロセスの組み方, すなわちどういう順序で塔を組むかが省エネルギーには最も重要である。次の段階がプロセス内での熱の有効利用である。最近ではピンチテクノロジーを用いた検討がされている。そして具体的には空気分離装置に見られる2塔式, ヒートポンプなど種々の方法が利用されている。最近ではPetlyukの発展型のDWC(divided wall column)などと呼ばれる蒸留塔内部に垂直な仕切り壁を設けた新しい省エネルギー型の蒸留塔が建設されている。

省エネルギーについては最初から考慮してもよいが, まず, 実現可能なプロセスを組み立ててから, そのプロセスをシミュレーターを用いて最適化するのが実務的である。

結 言

本論文で以下の事実を指摘した。

①蒸留の対象になるか否かの判定, ②不純物の数は通常10成分以上あるが, 純粋成分(製品)に分離したい成分数は少ないこと, ③相対揮発度から見て N 成分の各々の間には0ないし複数成分の不純物が存在すること, ④したがって, $2N+1$ 成分系になること, ⑤しかし, これを分離するには $[2N+1]-1$ 本の塔が必要になるわけで

はなく、(共沸がなければ)ほとんど N 本で済むこと、⑥ Petlyuk 型、Kaibel 型では塔本数は減少させることも可能であること、⑦蒸留に先立ち簡単に反応で蒸留除去できる成分に変換しておくこと、⑧反応後の冷却に用いた溶媒(水が頻繁に使われる)が存在することを生かして、抽出蒸留をすることを考えること、⑨必要な気液平衡関係と精度の重要性、⑩処理量と蒸留型式、塔型式(棚段塔、充填塔)の関係、⑪連続、回分蒸留に関する留意点、⑫操作圧力の選定、⑬段数計算の留意点、⑭制御方式、⑮省エネルギーなど

設計には試行錯誤がつきものである。現状ではここで挙げた項目をチェックリストとして蒸留プロセスを設計する方法論を試みていくのが実務的である。

Nomenclature

A_N, B_N = product
 F, f = F-factor
 hk = heavy key component
 lk = light key component
 N = number of products
 X_N = impurities
 α = relative volatility
 ρ_v = vapor density

Literature Cited

- Barnicki, S.D. and J.J. Sirola ; "Separations Process Synthesis", Kirk Othmer's Encyclopedia of Chemical Technology 5th ed., 21, 923-962, John Wiley & Sons, New York, USA (1997)
- Doherty, M.F. and J.P. Knapp ; "Distillation, azeotropic and extractive", Kirk Othmer's Encyclopedia of Chemical Technology 5th ed., 8, 358-398, John Wiley & Sons, New York, USA (1998)
- Fenske, M.R. ; "Fractionation of Straight-Run Pennsylvania Gasoline", *Ind. Eng. Chem.*, 24, 482-485 (1932)
- Fredenslund, A., J. Gmehling and P. Rasmussen ; Vapor-Liquid Equilibria using UNIFAC, Elsevier Amsterdam, Netherlands (1977)
- Gilliland, E.R. ; "Multicomponent Rectification, Estimation of Number of theoretical Plates as a Function of the Reflux Ratio", *Ind. Eng. Chem.*, 32, 1220-1223 (1940)
- Gmehling, J., J. Menke, K. Fischer and J. Krafczyk ; Azeotropic Data, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, Germany (1995)
- Gmehling, J. and U. Onken ; Vapor-Liquid Equilibrium Data Collection, DECHEMA Chemistry Data Series vol.1- Frankfurt, Germany (1977-)
- Hasebe, S., T. Kurooka, K. Higashimae and I. Hashimoto ; "Selection of Optimal Structure of Batch Distillation System", *Kagaku kogaku Rombunshu*, 22, 1351-1358 (1996)
- Horsley, L. ; Azeotropic Data III Advances in Chemistry Series, ACS (1973)
- Kaibel, G. ; "Distillation Column with Vertical Partitions", *Chem. Eng. Technol.*, 10, 92-98 (1987)
- Kojima, K., H.M. Moon and K. Ochi ; "Thermodynamic Consistency test of Vapor-Liquid Equilibrium Data", *Fluid Phase Equilibria*, 56, 269-284 (1990)
- Kojima, K. and K. Tochigi ; ASOG niyuru Kieki Heiko Suisanhou, Kodansha Scientific, Tokyo, Japan (1979)
- Krishnamurthy, R. and R. Taylor ; "A. Nonequilibrium Stage Model of Multicomponent Separation Processes", "Part 1 ; Model Description and Method of Solution", *AIChE J.*, 31, 449-456 (1985), "Part 2 : Comparison with Experiment", *AIChE J.*, 31, 456-465 (1985), "Part 3 : The Influence of Unequal Component-Efficiencies in Process Design Problems", *AIChE J.*, 31, 1973-1985 (1985)
- Muraki, M., K. Kataoka and T. Hayakawa ; "Evolutionary Synthesis of A Multicomponent Multiproduct Separation Process", *Chem. Eng. Sci.*, 41, 1843-1851 (1986)
- Murphree, E.V. ; "Rectifying Column Calculations", *Ind. Eng. Chem.*, 17, 747-750 (1925)
- Nagahama, K. "Investigation of Distillation Towers Operating in Japan", *Kagaku Kogaku*, 62, 452-455 (1998)
- Naka, Y., M. Terashita and T. Takamatsu ; "A Thermodynamic Approach to Multicomponent Distillation System Synthesis", *AIChE J.*, 28, 812-820 (1982)
- Nath, R. and R.L. Motard ; "Evolutionary Synthesis of Separation Processes", *AIChE J.*, 27, 578-587 (1981)
- Nishimura, H., Y. Hiraizumi ; "Optimal System Pattern of Multicomponent Distillation", *Kagaku kogaku*, 33, 459-464 (1969)
- Ohe, S. ; Denshikeisanki niyuru Jokiata Data, Data Bukku Shuppansha, Tokyo, Japan (1976)
- Petlyuk, F.B., V.M. Platonov and D.M. Slavinskii ; "Thermodynamically optimal method for separating multicomponent mixtures", *Inter. Chem. Eng.*, 5, 555-561 (1965)
- Rathore, R.N.S., K.A. van Wormer and G.J. Powers ; "Synthesis Strategies for Multicomponent Separation Systems with Energy Integration," *AIChE J.*, 20, 491-502 (1974a)
- Rathore, R.N.S., K.A. van Wormer and G.J. Powers ; "Synthesis of Distillation Systems with Energy Integration", *AIChE J.*, 20, 940-950 (1974b)
- Rodrigo, B.F.R. and J.D. Seader ; "Synthesis of Separation Sequences by Ordered Branch Search", *AIChE J.*, 21, 885-894 (1975)
- Seader, J.D., J.J. Sirola and S.D. Barnicki ; "Distillation", Perry's Chemical Engineers' Handbook 7th ed. Cap.13, 1-108, McGraw-Hill, New York, USA (1997)
- Tsuruta, H. ; "Taseibun Kongobutsu no Bunryu Houhou", Japanese Laid-open Patent Publication No.266801 (1996)
- Underwood, A.J.V. "Fractional Distillation of Multicomponent mixtures", *Chem. Eng. Prog.*, 44, 603-614 (1948)
- Yoshida, T., M. Nakamura and K. Hasegawa ; "Yuukikasankabutu niyuru Metano-ru Seiryuutou Bakuhatu-jiko", *Anzen Kogaku*, 35, 370-378 (1996)
- Yukigoseikagaku kyokai ; Dictionary of Organic Compounds, Kodansha, Tokyo Japan (1985)

¹ Koreatsu MIYAHARA and ² Shigeru YOSHIKUMI

¹ Chiba Institute of Technology Chiba

² Yoshizumi Consultant Engineer's Office

Although there are a number of studies, simple or sophisticated, on almost every field of distillation, one confronts a fact that very few practical design manuals or guidances are provided. Most of studies on distillation, from the practitioners point of view, have no interconnection each other, so they are poor guidances to a practical design for distillation systems. This study is to clarify relations among the past studies and to supply designers a good or practical guide.

In general, reaction products consist of two or three products which should meet product specifications and quite many impurities. In this study, we categorize them as two groups, one is products, and the other is impurities. Therefore separation systems should be designed to separate products from impurity groups. Items of design manuals considered in the present paper are advantages and drawbacks of separation by distillation, identification of products and impurities, vapor-liquid equilibria of products and impurities, distillation column sequences and/or configurations, batch or continuous distillation, operating pressure, reflux ratio and single column design.

This work provides a checklist for distillation design.