

⑤ Int. Cl. ⁵
B 01 J 8/22

識別記号 庁内整理番号
7821-4G

⑬ 公開 平成4年(1992)5月29日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 三相流動反応装置における気液分散器

⑮ 特 願 平2-281935

⑯ 出 願 平2(1990)10月22日

⑰ 発 明 者 藤 田 晴 義 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑱ 出 願 人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号

⑲ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

三相流動反応装置における気液分散器

2. 特許請求の範囲

三相流動反応器の下部に多数の分散筒を植設した分散器取付け板を設け、該取付け板の下層の気液混合層から上層の固体粒子層に前記分散筒を介して気液混相流体を誘導して該固体粒子層を流動化する三相流動層反応器の分散器において、該分散筒の内部にフロート台座を設け、当該フロート台座軸芯と軸芯を等しくする中央部外周に斜縦穴を複数個有するリング板を設けた円錐状フロートを当該フロート台座上に設置し、同時に該分散筒上部に単数もしくは複数個の開口部を設けると共に、当該分散筒の頂部に該分散筒と軸芯を同じにし、かつ該分散筒外径より大きい内径を有する上端を封じた固体粒子落下防止用円筒を設置し、上記気液混相流体の上昇流によって該フロートが押し上げられ、該フロートと該フロート台座の間隙及び該フロ

ート中央部周囲のリング板に有する多数の斜縦穴より該流体が当該分散筒上部へ流入し、引続き該開口部より該分散筒と固体粒子落下防止用円筒間の間隙を経た後、該固体粒子落下防止用円筒下端と分散器取付け板の間隙より該流体を固体粒子層内に分散させるようにしてなることを特徴とする三相流動反応装置における気液分散器。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は気体、液体、固体の三相流動反応装置に関し、さらに詳しくは固体層を一定レベルに膨張するように気体、液体も上方に流通させる流動反応器の下部に設置する気体、液体の分散器に関する。

[従来の技術]

気体、液体、固体の三相流動反応装置は三相の接触効率が良好であり、かつ反応器内部の混合が良好であることから反応装置、特に触媒を用い多量の反応熱も発生する発熱反応系に対し

有効であることが知られている。その例としては、原油から分留された重、中質留分を触媒の存在下で水素ガスを供給しながら行なう水素化脱硫反応装置又は水素化分解反応装置である。また、一酸化炭素と水素を主成分とする混合ガスを溶媒と触媒の混合物の中に供給し、メチールアルコールを合成させるため合成反応装置である。

三相流動反応装置の一般的流動状態は、田中英一：化学工学、第34巻、第12号、1265頁（1970年）等に詳しく述べられている通りであり、整形円筒状容器内の1/2～2/3程度に充填された触媒等の固体粒子を流動化させるに十分で、かつ固体粒子が同伴上昇しない速度で液体および気体を容器の下部から上方に流通させることにより安定した固体粒子の流動層を形成させるものである。この流動状態を実現させるためには、ポンプを用いて円筒状容器下部に供給する液の循環が不可欠となる。これは触媒の流動化に必要な液流速を循環により維持

触媒層を通過する間に反応する。触媒層を通過した後、ガス及び液は触媒を分離するための清澄層8を通り、反応ガス9及び反応液の一部である反応生成液6aは反応器本体1の上部の抜き出し管9から抜き出される。反応液6の大部は吸引部10及び吸引管11を経て循環液7として図示省略のポンプを介して反応器本体1に循環される。なお図中12は循環液7の衝突板、13は反応器本体1のプレナムチャンバーである。

以上は従来方式による典型的な三相流動反応装置であるが、ここに示した分散器の構造のような場合、供給されたガスの分散が充分でなく、ガス-液の接触効率が悪いため、反応に必要な量のガスを液中に溶解させるためには極度に過剰なガスを供給し、ガス-液の接触界面積を確保することとなる。そうなれば、高圧の反応系に供給するためのガスの圧縮機の動力は大きくなり、又、ガス供給系の機器も大型化することとなる。

するために行なう。

また、この三相流動反応器を用いた具体例を挙げれば、石油系重、中質留分の水素化脱硫を行なう場合は100～150 kg/cm²G、350～400℃の条件下で、0.5～2 mmφの円筒状もしくは球状のニッケル-モリブデン系、コバルト-モリブデン系又はタングステン-モリブデン系の触媒と、供給油とガス状水素を接触させることにより水素化反応が達成される。

以下、従来の三相流動反応装置における気液分散器を第3図によって説明する。

反応器本体1内部に触媒が充填されており、この触媒層の上面2は液、ガスの上昇流により流動化し、膨張触媒層上面3まで膨張する。触媒層の下部には分散板4が設けられており、下部から供給されるガス、液の分散を良好にすると共に触媒が容器下部に堆積しないようになっている。供給ガス5は反応液6の大部である循環液7と別々に反応器本体1の下部より供給され、分散板4に設けられた分散器14を通過し、

また、ガス分散が不均一であると反応の生起する個所が不均一となり反応温度分布の不均一化や異常反応といった問題が発生する恐れがあり、ガス及び液の分散をできる限り均一とすることが不可欠である。

この点を改良するため、従来第4図に示すようなガス分散器が提案されている。第4図においては第3図と同一のものに同一符号を付してある。循環液7は給液管17を経て衝突板12に衝突後反応器本体1下部のプレナムチャンバー13内を上昇し、分散器14の下部に1乃至複数個設けられたスリット15より供給ガス5と一緒に供給され、触媒層に流入し、触媒層を一定高さに膨張させる。この時、液の分散及び供給ガスの分散を助けるために、分散板4には例えば蒸留塔に多用されるバブルキャップ16と類似の形状を有する分散器14が設けられている。

しかしながら、この形状の分散器14は供給ガス及び液の流通時の流動圧力損失が小さいた

め、プレナムチャンパー 13 内に形成される気液界面 18 の微少な変動が個々の分散器 14 への供給ガスの供給量に大きく影響する。

この現象を第 5 図によって説明する。すなわち、第 5 図の気液界面 18 が分散器 14 一つの分散器 14 a のスリット 15 a の付近で下方に変動すると供給ガス 5 はスリット 15 a より流入するが他方の分散器 14 b のスリット 15 b ではまったく流入しないこととなり、気液界面 18 の変動が供給ガスの分散に大きく影響を与えることとなる。さらに触媒層の触媒がプレナムチャンパー 13 に落下することを防止するために設けられた触媒落下防止キャップ 16 が分散器 14 に設けられているとはいうものの反応器の停止時に触媒の落下を完全に防止できるとはいいがたい。この触媒粒子がプレナムチャンパー 13 を経て、ポンプに入るとポンプ故障の原因となり、三相流動層の運転に多大な支障をきたす。

また、このバルブキャップ類似の分散器の欠

ズル 20 の弁座部と密着し、流動層内の主として触媒粒子の分散器 14 内への侵入を防止する役目を果たす。

分散状態はいわゆる流体噴出時に分散プレート 19 が振動状態を呈することにより小さきみふるえ、ガス-液を細かく切ることになり、特にガスは細泡化され良好な分散状態を現出するとされているが、この技術では分散プレートの強度の均一性が非常に厳しく要求され、また分散器は 1 個ばかりか複数個、実際の商業機では数百個にも及ぶため、この分散プレートの品質管理が實際上不可能に近く、かつこの分散プレートが高温下で振動するための疲労破壊の問題が指摘されている。万一、この分散プレートが疲労破壊すると前述した通り、この疲労破壊した個所からガスが多量に触媒層に流れ込むことにより、これによりガスの流入部での異常反応が生起し、非常に危険な状態となるため、この疲労破壊は絶対防止する必要がある。そのためには、この分散プレートの耐久信頼性をいかに

点である低圧損及び触媒の落下を改良するもとして、第 6 図に示す技術が提案されている。この第 6 図(a), (b) (a: 平面図, (b): 正面図) に示す技術では、分散板 4 に設けられた分散器 14 のスリット 15 より気液混相流体が第 4 図の分散キャップ 16 のかわりに取り付けられた分散プレート 19 を押しのけながら噴出ノズル 20 より触媒層へ分散されるようにされている。

噴出ノズル 20 は分散器 14 の周囲、例えば八方向に同形状で貫通しており、外面端部はシールを目的とする弁座構造を呈している。また分散プレート 19 は柔軟な一体構造で、前述の噴出ノズル 20 の八面をそれぞれふさぎ、外部よりの逆流を防止する弁構造である。分散プレート 19 は分散器 14 の上部に固定ボルト 21 により固定されている。

混相流体の流入により分散プレート 19 は押しのけられ噴出ノズル 20 より流動層内 2 へ分散する。分散プレート 19 は一種のパネ構造を有しており、流体の流入停止により再び噴出ノ

ズル 20 の弁座部と密着し、流動層内の主として触媒粒子の分散器 14 内への侵入を防止する役目を果たす。コントロールし、向上させうるかにかかっており、定期点検時の点検は勿論のこと、不測の事態にそなえて分散プレートを全数交換する等の必要が生じ、工事施工等の観点より実際的でない。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は上述した従来の三相流動反応装置における気液分散器の有する欠点を解消し得て、気液分散が合目的に実施することができる三相流動反応装置における気液分散器を提供しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は三相流動反応器の下部に多数の分散筒を植設した分散器取付け板を設け、該取付け板の下層の気液混合層から上層の固体粒子層に前記分散筒を介して気液混相流体を誘導して該固体粒子層を流動化する三相流動層反応器の分散器において、該分散筒の内部にフロート台座を設け、当該 ~~フロート~~ ^{フロート} 台座軸芯と軸芯を等しくする中央部外周に斜縦穴を複数個有するリ

ング板を設けた円錐状フロートを当該フロート台座上に設置し、同時に該分散筒上部に単数もしくは複数の開口部を設けると共に、当該分散筒の頂部に該分散筒と軸芯を同じにし、かつ該分散筒外径より大きい内径を有する上端を封じた固体粒子落下防止用円筒を設置し、上記気液混相流体の上昇流によって該フロートが押し上げられ、該フロートと該フロート台座の間隙及び該フロート中央部周囲のリング板に有する多数の斜縦穴より該流体が当該分散筒上部へ流入し、引続き該開口部より該分散筒と固体粒子落下防止用円筒間の間隙を経た後、該固体粒子落下防止用円筒下端と分散器取付け板の間隙より該流体を固体粒子層内に分散させるようにしてなることを特徴とする三相流動反応器の分散器である。

以下、本発明の分散器の一実施例を第 1 図及び第 2 図(a), (b)によって説明し、その作用を併せて説明する。

第 1 図は分散器の構成の説明図、第 2 図(a)は

フロート 22 のリング板に円周上均等に複数個設けた斜縦穴 30 を通り、分散器 14 上方側面に複数個設けられた噴出ノズル 20 より横方向に噴出し、触媒落下防止円筒 16 により、その流れを下方にまげられた後、再度触媒落下防止円筒 16 と分散板 4 の狭いすき間より横方向に噴出される。このすき間は三相流動層で使用される触媒粒子径よりわずかに小さい方が、触媒粒子のプレナムチャンバー内への逆流防止も計る上で好ましい。

また、本発明で採用するリング板付円錐状フロート 22 はその自重により気液混相流体の流入時に圧力損失が発生するため、気体の分散を均一化させることが可能であると共に、運転停止時は円錐状フロート 22 が同台座 23 にセットされるため、流体の逆流に伴って触媒粒子がプレナムチャンバー 13 に入ることを防止することが可能である。

また円錐状フロートの中央部外周のリング板には斜縦穴 30 が複数個設けられており、該斜

同分散器のリング板付円錐状フロートの平面図、第 2 図(b)はその正面図を示し、第 4 図と同一符号は第 4 図において説明した部材と同一部を示し、20 は気液噴出ノズル、21 は固定ボルト、22 はリング板付円錐状フロート、23 は円錐状フロートの台座であり、台 2 図の 30 は円錐状フロート中央部外周に設けた斜縦穴である。

この実施例の気液分散器はバブルキャップタイプの分散器 14 内に円錐状フロート台座 23 と該円錐状フロート台座 23 に内挿されたリング付き円錐状フロート 22 を設け、該リング付き円錐状フロート 22 のリングには斜縦穴 30 を複数個配した構造となっている点が特徴である。リング付円錐状フロート 22 は両円錐型の金属より製作されており、その中心軸が円錐状フロート台座 23 の中心軸の軸芯上に設置され、分散器 14 内を流れる気液混相流体により上方にもち上げられ、気液混相流体はリング板付円錐状フロート 22 と円錐状フロート台座 23 間の狭いすき間を通った後、リング板付円錐状フ

縦穴 30 内を気液混相流体が通ることにより旋回力が発生しリング板付き円錐状フロート 22 自体が回転することによりリング板付き円錐状フロート 22 の垂直性が保たれるため分散器 14 壁との接触による円錐状フロートの作動不良が生じにくいという効果も奏し得る。

またリング板付き円錐状フロート 22 の斜縦穴 30 を気液が流通するとき円錐状フロート 22 が自然回転するためガスが細く切断される効果も奏し得る。

本発明の分散器は通常蒸留塔で使用されるバブルキャップに類似し、かつリング板付円錐状フロートや同台座も容易に機械加工が可能であり製作が簡単であることもこの分散器の有利性である。

本発明により、気液の分散性は著しく向上すると共に固体粒子のプレナムチャンバーへの落下防止が達成可能となった。

以下、本発明分散器の具体例と従来の分散器の具体例とを比較して本発明分散器の効果を立

証する実験例をあげる。

〔実験例1〕

第4図に示す形状のプラスチック製コールドフローモデルを用い、従来方式の性能を確認した。

反応器本体の内径は300mmであり、高さは3000mmである。分散器は混相流路14の径が20mm、流出口が5mmで周囲に等分に4ヶ所設け、キャップ16径は30mmであり、キャップ16と分散板4との隙間は2mmである。このような分散器を4個取り付けた。

供給液はJIS規定の白灯油を用いガスは窒素を、触媒は見掛け比重1.35で直径1.5mm、長さ約5mmの押し出し成型品を用いた。操作温度は常温、操作圧力は常圧である。ガスは空塔速度が4cm/secとなるよう供給した。

また、触媒は静止時の充填層高が1700mmとなるよう充填した。液は空塔速度1~10cm/secの範囲で供給した。

このような条件下で試験し、ガス滞留量(ガ

スホールドアップ)を測定したところ12~15Vol%であり、直径数mmを越える大きな気泡が多数認められた。

また触媒の分散器への侵入も見られ、特に液、ガスを止めた時など多数の触媒が侵入し、再流通時に偏流を生じた。

〔実験例2〕

実験例1に記載した試験装置の分散器を第6図に示す分散器に変更し、同様の試験を実施した。分散プレートの厚さは0.2mmのステンレス板を用いた。

この条件下においてガスの滞留量は、実験例1の第4図、実験例2の第6図に示した分散器とも23%に達し、直径数mmを越える気泡はほとんどなくなり全体的に微細気泡で占められ、明らかに分散効果がよくなり、気液接触効率の向上が認められた。また、触媒の逆流、侵入も完全に防止されたが、1000時間の運転終了後分散プレートの固定ボルト周辺に4枚うち3枚にヘアークラックが発見され、その耐久性に

問題があることが判った。

〔実験例3〕

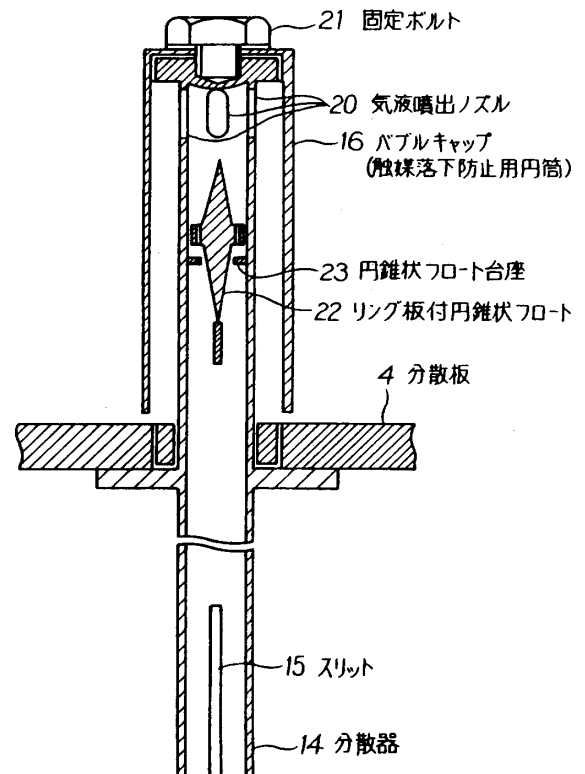
上記二例に示した分散器を第1図及び第2図に示す分散器に変更し、同様の試験を実施した。この条件下におけるガスの滞留量は23%であり、ガスの直径も非常に微細であった。

また、気体の分散も非常に均一化した。1000時間、2000時間の運転終了後の解放点検結果でも何ら異常は認められず、本発明分散器の優秀性が確認された。

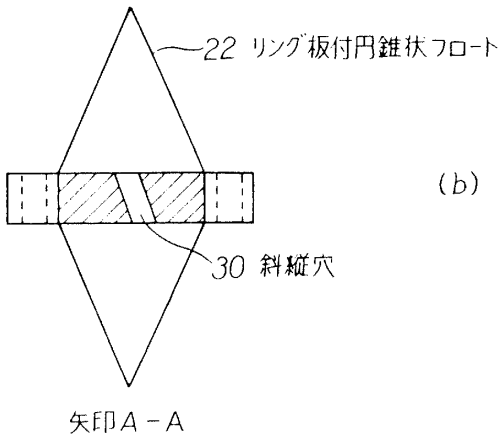
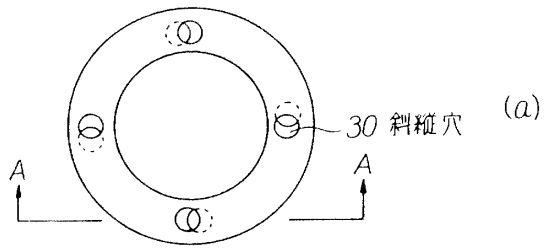
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の三相流動反応器の分散器の一実施例の説明図、第2図(a)、(b)は本発明の分散器のリング付円錐状フロートの詳細図、第3図、第4図は従来型の分散器の態様の説明図、第5図は第4図の分散器の欠点の説明図、第6図(a)、(b)は別な従来型の分散器の態様の説明図である。

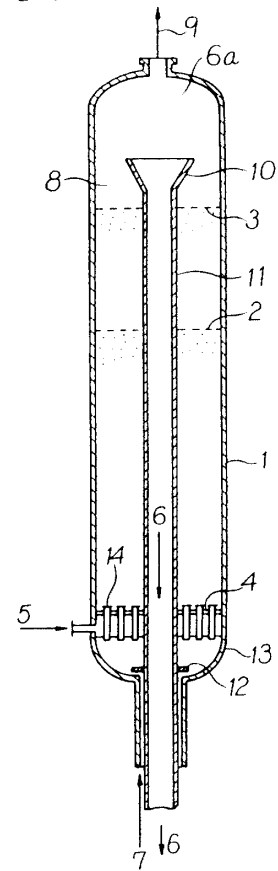
第1図



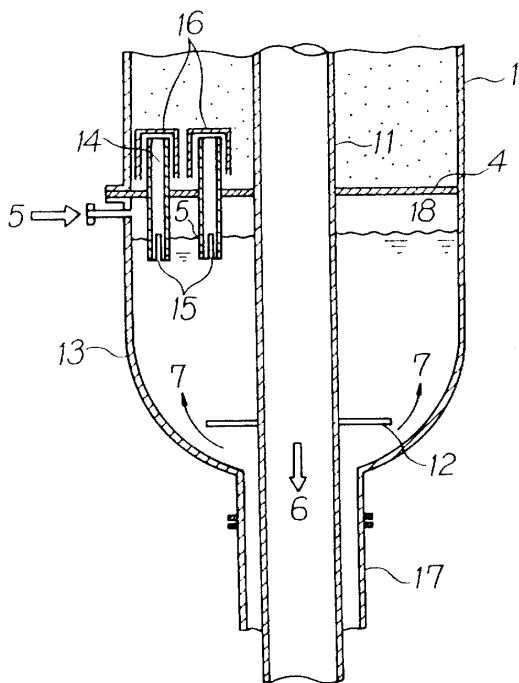
第2図



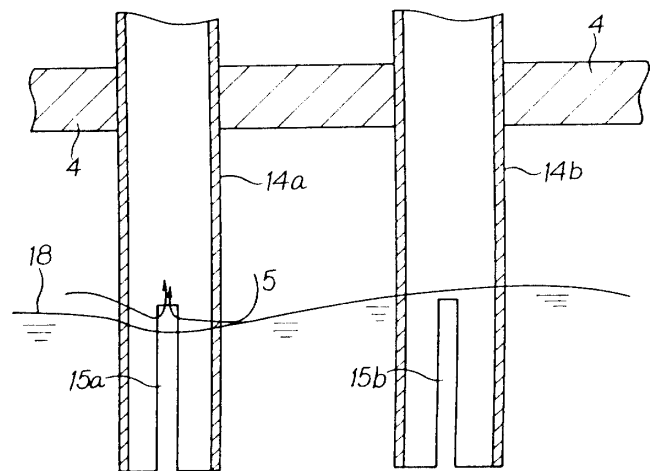
第3図



第4図



第5図



第 6 図

