

## ⑫ 公開特許公報 (A) 平1-258736

⑤ Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成1年(1989)10月16日

B 01 J 8/22

8618-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 三相流動反応装置

⑰ 特 願 昭63-85185

⑱ 出 願 昭63(1988)4月8日

⑲ 発 明 者 金 子 雅 人 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

⑲ 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

⑲ 発 明 者 林 雅 博 神奈川県鎌倉市七里が浜東4-7-3

⑲ 発 明 者 河 野 文 広 神奈川県横浜市鶴見区上末吉4-15-5

⑲ 発 明 者 増 田 敏 彦 神奈川県相模原市共和1-14-8

⑳ 出 願 人 新燃料油開発技術研究組合 東京都千代田区内神田1丁目4番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外3名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

三相流動反応装置

## 2. 特許請求の範囲

固体粒子層に層底部より分散器を介しガスと液を供給し三相流動層を形成させ、液を流動層を通過後該層の中央を上下に貫通して設けた吸引管より抜き出し、再び装置内へ循環させる形式の三相流動層反応装置において、該吸引管入口部は逆錐状の接続部と向接続部の上部に設けられた筒状の吸引部及び該吸引管接続部直下の吸引管の外周に錐状の気泡合体器を複数個形成してなることを特徴とする三相流動反応装置。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は気体と液体の分離を効率よく行うようにした気体、液体、固体の三相流動反応装置に関するものである。

〔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を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わせる水素化脱硫反応装置、又は水素化分解反応装置等がある。また、他の例としては、一酸化炭素と水素とを主成分とする混合ガスを浴媒と触媒との混合物中に供給し、メチルアルコールを合成させるための合成反応装置等がある。

三相流動反応装置の一般的流動状態は、田中栄一、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、堅形円筒状容器内の $1/2 \sim 2/3$ 程度に充填された触媒等の固体粒子を流動させるに充分であり、かつ、固体粒子が同伴、上昇しない速度で液体及び気体を容器の下部から上方に流動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てなるものである。この流動状態

を實現させるためには、膨張した触媒層の上部から液を抜き出し、ポンプを用いて円筒状容器下部に供給する液の循環が行われるが、これは触媒の流動化に必要な液流速を液の循環により維持するために不可欠な手段である。

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わせる場合は $100 \sim 150 \text{ kg/cm}^2\text{G}$ 、 $350 \sim 400 \text{ C}$ の条件下で $0.5 \sim 2 \text{ m}\phi$ の円柱状もしくは球状のニッケル-モリブデン系の触媒を供給油とガス状水素とに接触させることにより行われる。

第5図を用いて従来の典型的な三相流動反応装置の構造を説明する。

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。触媒層の下部には多孔板等の分散板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、触媒が容器下部に落下して

本発明は上述した従来技術の不具合を解消した三相流動反応装置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、固体粒子層に層底部より分散器を介しガスと液を供給し三相流動層を形成させ、液を流動層を通過後該層の中央を上下に貫通して設けた吸引管より抜き出し、再び装置内へ循環させる形式の三相流動層反応装置において、該吸引管入口部は逆錐状の接続部と同接続部の上部に設けられた筒状の吸引部及び該吸引管接続部直下の吸引管の外周に錐状の気泡合体器を複数個形成してなる三相流動反応装置である。

〔作用〕

本発明装置においては、液と共に上昇したガスが吸引管入口部の下を通過するとき該吸引管の外周に設けた錐状の気泡合体器に衝突する。この際、気泡合体器は錐状で内側は空間部となつているためガスが滞留し易くなる。滞留したガスは大きな泡となり、下面の円周上より溢流

堆積しないようになつている。供給ガス5及び供給液6は循環液7と一緒に又は別々に反応器本体1の下部より供給され分散板4を通過し、触媒層を上昇する間に反応する。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は反応器本体1の外部に抜き出される。反応液の一部は反応生成液12として系外に排出されるが、大部分は循環液7として反応器本体1の内部又は外部に置かれたポンプ13により吸引管入口10、吸引管11を介して反応器本体1に循環される。

〔発明が解決しようとする課題〕

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、このような構造である場合、供給されたガスのうち未反応のガスは液と共に膨張触媒層上面3から流出し、清澄層8を上昇し、吸引管入口部10に充分気液分離されないうまま流入していた。このため、ポンプ13の吐出性能を極度に低下させるという不具合があつた。

し吸引管入口部の逆錐状部及び筒状部の外周を上昇する。

この際液が吸引管内へ吸入されるため吸引管上端より下方に向い液流れも存在するが、ガスの気泡径が大きいので浮力が大きいので、ガスはこの液流れに伴伴せずに上昇する。このため気液分離が容易に行なわれる。

〔実施例〕

本発明の一実施例を第1図及び第2図によつて説明する。

第1図はこの実施例に係る液吸引部入口部付近の拡大図、第2図は第1図のA-A断面図である。

この実施例は、以下説明する点以外は第5図に示される従来の三相流動反応装置と同様の構造を有している。この実施例においては、吸引管11の上部に逆円錐状の接続部19、同接続部19の上端より上方に伸びる円筒状の吸引部16が設けられていて、吸引管入口部10を形成している。同吸引管入口部10直下の吸引管

11の外周には支持棒18で固定された円錐型の気泡合体器17が上下、円周方向にわたつて複数個設けられている。

この気泡合体器17は、第2図に示すように支持棒18の長さ及び吸引管11への取付け位置をそれぞれ変え、反応器内の円周方向のほぼ全域に設置している。

この実施例において、三相流動反応装置の定常運転時には、触媒層14は数10%程度膨張する。触媒層14から流出した液は清澄層8を上昇し吸引管入口部10より吸引され、吸引管11より抜出される。ガスは気泡となつて上昇する。液に同伴されているガスは気泡状態であるため、自らの浮力によつて、液の上昇速度より速く上昇する。

ガスは液に同伴して清澄層8を上昇し、吸引管11の外周に支持棒18で固定された気泡合体器17に衝突する。気泡合体器17は陣笠状の円錐型であり、上端の中心部が閉じられており空間部20が形成されており、一部のガスと

体器17は上記実施例と同じ構造とし、吸引管入口部上部の内径を700mmとし、気泡合体器17は底面の内径150mm、高さ100mm、8個設置とした。

触媒粒子としては直径1.2mm、長さ約2mmの押出し成型品を用いた。ガスは空気を用い、液はエタノール20重量%の水溶液を用いた。

吸引管入口部10の気液分離性能を確認するため、循環液7をポンプ13で循環し循環液7中のガス量と供給ガス5の空塔速度との関係を求めた。この際液流速は約5cm/sとした。

第5図に示す従来技術に係る吸引管入口部構造のものと上記実施例に係る構造のものによつて得られた結果を第4図に示す。

第4図から明らかなように従来例bではポンプの操作域がガス空塔速度で約1.5cm/s以下であつたものが、本発明の実施例aにおいては約4.5cm/s以上となり、ポンプの操作範囲が広がつたことが判明した。

本発明に係る三相流動反応装置の吸引管入口

液はこの空間部20に滞留する。滞留したガスが空間部20に満杯となると、気泡合体器17よりあふれ出し、大きな気泡21となつて円筒状の吸引部16の外側を上昇し、吸引管入口部10上端より上昇する。この気泡21は液中の気泡より径が大きく、従つて浮力も大きいため、吸引部16に吸引される液に同伴することは少なく反応器本体1の上方に設けられた反応器出口22へ向う。このため、ガスと液の分離効果が大きく、吸引液中へのガスの同伴が少なくなる。

以上の効果をコールドモデルによつて検討した例を以下に示す。

第3図に示すように透明プラスチック製のコールドモデル装置を用いて循環液7中に含まれるガス量を比較した。用いた装置の反応器本体1の内径は1000mmであり、高さは6000mmである。分散器4としてはバブルキャップを用いた。吸引管11は内径が230mmであり、吸引管入口部10及びその直下に設けた気泡合

部10の望ましい構造は、逆円錐状の吸引管接続部19直下に設けた気泡合体器17を上下、円周方向に交互に第1図及び第2図のごとく複数個設置し、できるだけ反応器内全面のガスを衝突させることである。

なお、上記実施例においては、円錐状で同径の気泡合体器を用いているが、異径のものあるいは角錐状、円筒状等にもできる。

#### 〔発明の効果〕

以上のように本発明に係る三相流動反応装置は、装置内の液吸引管入口部にて気液を効率よく分離し、吸引液中に含まれるガス量を抑制することによつて、ポンプの操作域を拡大し安定運転を実現することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

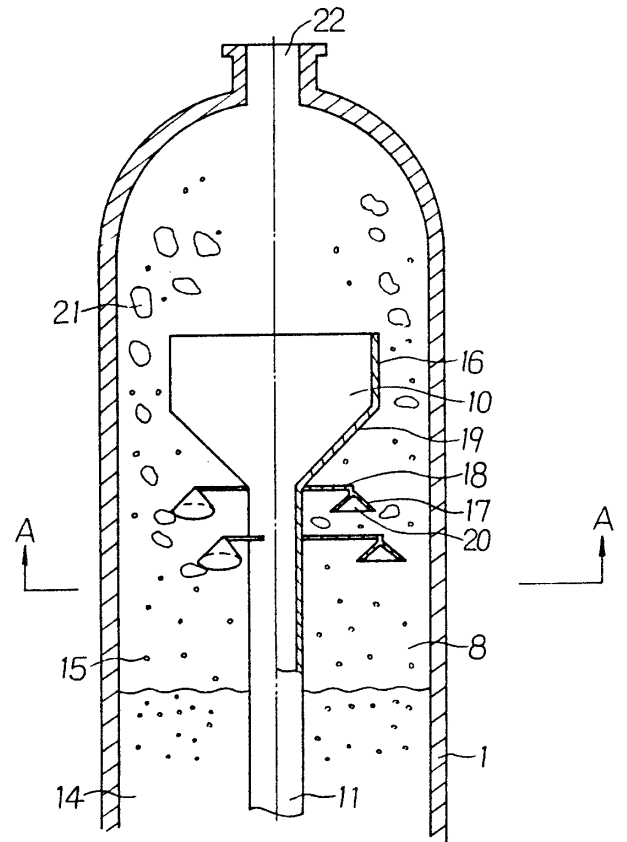
第1図は本発明の一実施例の要部の縦断面図、第2図は第1図のA-A断面図、第3図は本発明の性能を把握するためのコールドモデル装置の説明図、第4図は第3図に示すコールドモデル装置を用いた実験によるガス空塔速度、空隙

率及びポンプ運転不能域との関係を示す線図、  
第5図は従来の三相流動反応装置の説明図である。

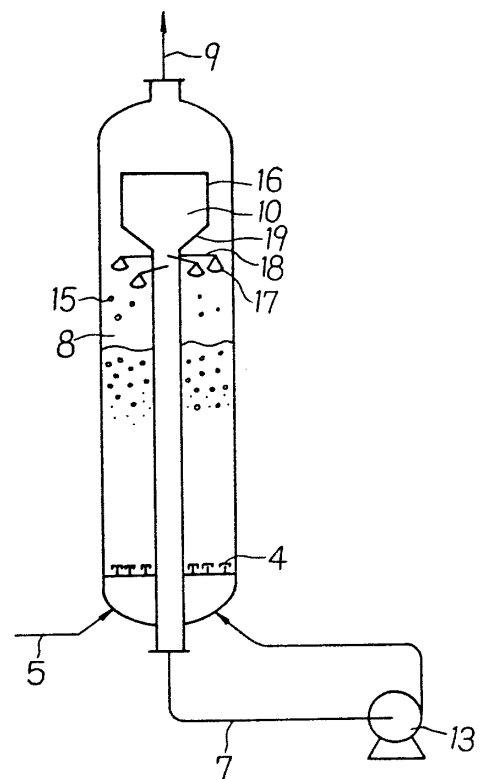
図において、1…反応器本体、2…静止時触媒層上面、3…膨張触媒層上面、4…分散板、5…供給ガス、6…供給液、7…循環液、8…清澄層、9…反応ガス、10…吸引管入口部、11…吸引管、12…反応生成液、13…ポンプ、14…触媒層、15…気泡、16…吸引管吸引部、17…気泡合体器、18…支持棒、19…吸引管接続部、20…空間部、21…大きい気泡、22…反応器出口。

代理人 内 田 明  
代理人 萩 原 亮 一  
代理人 安 西 篤 夫  
代理人 平 石 利 子

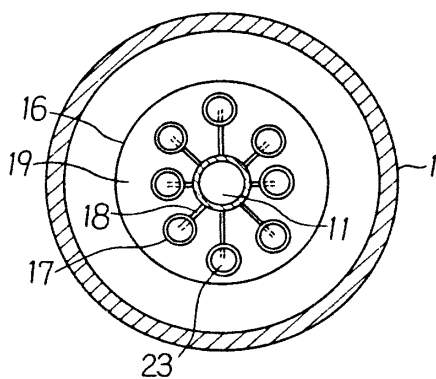
第1図



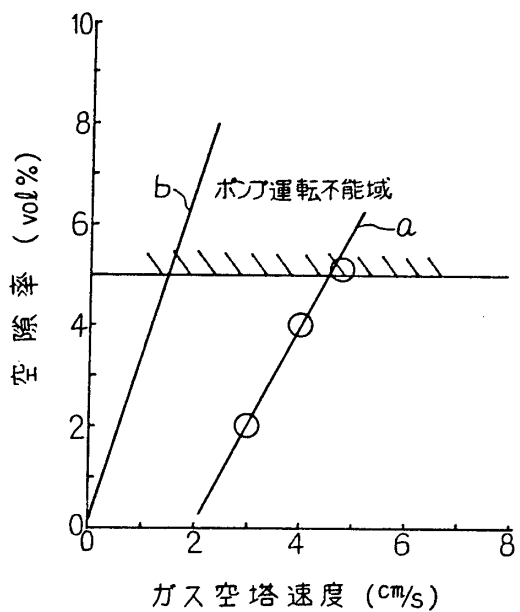
第3図



第2図



第4図



第5図

