

단 신

증류탑 성능평가에 적합한 소형 증류탑 개발

김병철 · 조태제* · 김영한†

동아대학교 화학공학과
604-714 부산시 사하구 하단동 840번지
*한국과학기술정보연구원 고경력과학기술인팀
130-741 서울시 동대문구 회기로 66번지
(2010년 4월 12일 접수, 2010년 4월 30일 채택)

Development of Small Distillation Column for Performance Evaluation of Distillation Column

Byoung Chul Kim, Tae Je Cho* and Young Han Kim†

Department of Chemical Engineering, Dong-A University, 840 Hadan-dong, Saha-gu, Busan 604-714, Korea
*RESEAT Team, Korea Institute of Science and Technology Information, 66 Hoegi-ro, Dongdaemun-gu, Seoul 130-741, Korea
(Received 12 April 2010; accepted 30 April 2010)

요 약

증류시스템 검증용 소형 다단 증류 장치에 활용할 수 있는 소형 충전물을 사용하여 실험실 규모의 증류실험을 실시하였다. 직경 6.7 mm의 실린더형 스테인레스 스틸 충전물을 이용하여 충분한 겉보기 표면적을 얻었고, 액의 체류량과 체류 속도도 양호한 결과를 얻었다. HYSYS를 이용한 이론단수의 계산치와 증류실험치를 비교하여 27 cm 충전층에 대해서는 7 cm이고, 45 cm 충전층에 대해서는 8 cm의 충전층이 이론단 1 단에 해당함을 알았다. 상업용 일정구조 배열의 충전탑에서 8 cm의 충전층이 이론단 1 단에 해당함과 비교하면 유사한 증류효율을 얻을 수 있음을 보여 주었다. 이러한 결과는 증류관의 보온이 완벽할 때 가능하였으며, 실험실에서의 증류 실험에서는 보온이 중요함을 입증하였다. 본 실험 결과로부터 실험실에서도 실제 현장에서 사용하는 증류탑과 유사한 증류 시스템의 시험이 가능함을 보여 준다.

Abstract – A lab scale distillation experiment is conducted with small size packing used in lab scale multi-tray distillation equipment for the performance evaluation of distillation system. A sufficient surface are yielded with 6.7 mm cylindrical packings made of stainless steel, and a good liquid holdup and residence time are resulted. The comparison between the theoretical tray from the HYSYS and the experimental distillation outcome indicates that a 7 cm HETP from 27 cm packing height and a 8 cm HETP from 45 cm packing height are obtained. Comparing with the 8 cm HETP of commercial structured packing shows a similar experimental results obtained here. The 7 cm HETP is available with a complete insulation, and the importance of the insulation is proved. The results of this study indicates that a practical distillation column used in field can be tested in lab.

Key words: Distillation, Small Packing, Distillation Efficiency, HETP

1. 서 론

증류공정에서의 에너지 사용량 절감을 위하여 증류탑의 구조를 변경하는 등 여러 가지 방법이 응용되고 있으나 기존공정의 설비변경에 따른 위험성 때문에 현장 기술자들이 새로운 증류 시스템을 도입하기를 어려워하고 있다. 증류 시스템의 구조를 변경하는 대신 기존 공정에서 간단히 활용할 수 있는 에너지 절감의 방법으로 증류탑의 압력을 낮게 유지하거나 압력손실을 줄이는 방법이 많이 활용되고 있다. 이렇게 하면 분리벽탑 사용 시 얻어지는 약 30%의 에너지 절감효과에 비해 낮은 에너지 절감효과를 얻을 수 있으나, 기존 공정

의 교체 없이 에너지를 절감할 수 있기 때문에 실제 현장에서는 압력을 낮추는 시도를 많이 하고 있다. 충전탑은 트레이 탑에 비해 압력강하가 적기 때문에 기존의 증류탑을 충전탑으로 교체하는 공정개선이 많이 진행되고 있다.

충전탑의 충전물은 증류나 흡수 공정의 효율에 가장 큰 영향을 미친다. 일반적으로 공극률이 크면서 표면적이 클수록 효율이 높아 단위 체적 당 면적이 500~750 m²/m³ 이거나 이보다 큰 것도 있다[1]. 또 표면의 모양을 다양한 기하학적 특징을 가지도록 하여 액의 체류 시간을 길게 유지하는 것이 중요하다. 충전탑의 주 장점은 압력강하가 적고 증류효율이 높다는 점이다. 충전탑 내에서 물질전달의 효율은 충전물에 액이 고르게 도포되는 것과 직접적으로 연계되며, 충전물의 기하학적 특징, 액체의 물리적 특성, 그리고 충전물의 재질 등이 액의 도포에 영향을 준다고 발표되었다. 그 밖에 접촉각 감소를

† To whom correspondence should be addressed.
E-mail: yhkim@mail.donga.ac.kr

*이 논문은 부경대학교 천재기 교수님의 정년을 기념하여 투고되었습니다.

통한 표면특성의 개선을 위 표면의 질감과 거친 정도를 향상시킨 방법도 제안되었다. 충전물 내부에서의 액의 분산을 충전물의 기하학적 구조와 액의 유속, 물성, 압력강하 등을 실험적으로 측정하고 충전물 표면에서 액의 흐름을 직접 관찰한 연구가 발표되었다[1]. 충전물 표면에서 액의 분산은 액의 표면적에 가장 큰 영향을 미치며 기-액간 물질전달 속도에 비례하므로 충전탑의 효율에 직접적으로 관련된다. 액의 표면장력은 충전물 표면에서의 액의 분산에 가장 큰 영향을 미치므로 이들의 관계를 실험적으로 연구하였다[2]. 최근 들어 일정배열 구조의 충전탑이 상업용으로 많이 사용됨에 따라 충전탑의 설계용 이론단의 추정을 위한 연구가 많이 진행되고 있다[3]. 이러한 이론단 계산은 충전물의 구조에 따라 서로 다른 식을 사용하여야 하므로 충전물의 표면 유동특성이나 표면적 등 일반화된 특성치로부터 직접 이론단 높이를 계산할 수 있는 방법이 요구된다[4].

실험실에서의 증류실험은 소형 증류장치를 사용하기 때문에 트레이 이탑을 사용하기 어려워 충전탑을 사용하는 경우가 많다. 그러나 보온이 완벽하지 않으면 액이 관벽을 타고 내리면서 증류효율에 크게 떨어뜨리는 문제가 있다. 소형 증류탑을 트레이 탑으로 제작하기에는 한계가 있어 충전탑을 사용할 수밖에 없으나 충전탑 내에서의 액의 분산을 제어하는 것이 실제적으로 매우 어렵다. 본 연구에서는 내경 40 mm의 유리 증류관에서 6.7 mm 직경의 스텐철망 충전물을 사용한 증류실험을 실시하여 충전탑의 증류효율을 측정하였다. 유리관의 보온이 증류효율에 큰 영향을 미치기 때문에 5 cm 두께의 유리 섬유를 사용하여 유리관을 보온하고 열손실을 보전하기 위하여 열선을 추가로 설치하여 완벽한 보온이 이루어지도록 장치를 구성하였다. 증류실험은 메탄올과 에탄올의 혼합용액을 사용하였고 회분식 증류실험을 실시하였다.

2. 실험

2-1. 실험장치

증류실험의 간단한 장치 그림이 Fig. 1에 나타나 있다. 장치는 유리관에 충전물을 채우고 냉각기와 재비기용 삼각 플라스크로 구성되어 있으며 유리관의 바깥에 두 개의 일자형 열선을 배치하였다. 실험 장치에 사용되어진 원료의 가열장치는 가열교반기를 사용하였다. 2 L 삼각플라스크에 고무마개를 사용하여 밀폐하였으며 길이 7 cm, 내경 1.5 cm의 동관으로 삼각플라스크와 충전물이 들어있는 유리관을 연결하였다. 충전물은 가로 35 mm, 세로 5.6 mm의 스텐철망을 Fig. 2(a)에서와 같이 원통형으로 말아서 직경이 6.7 mm(Fig. 2(b) 참조)로 되어진 것을 사용하였다. 철망(Fig. 3(c) 참조)의 표면적을 크게 하고 공극률을 최대로 하기 위하여, 철망의 철선은 80 미크론, 철망의 구멍은 140 미크론인 것을 사용하였다. 충전층의 높이가 각각 27, 45 cm에서 증류실험을 실시하였다. 이렇게 만들어진 충전물을 내경 40 mm인 유리관에 넣었으며 유리관의 길이는 각각 32 cm와 50 cm인 것을 사용하였다. 원료가 들어있는 삼각 플라스크와 유리관 사이로 충전물이 흘러내리지 않도록 별도의 스텐철망을 유리관과 고무마개 사이에 넣었다. 유리관 외벽에 설치한 열선은 직경 4 mm의 스프링처럼 감겨져 있고, 고정시킬 수 있도록 내경 6 mm, 외경 8 mm의 50 cm의 유리관에 넣어 충전물이 들어있는 유리관 길이와 동일한 길이로 제작하였다. 유리의 증류관 양쪽에 열선 2 개를 설치하여 고정하였으며, 50 cm 히터의 열선을 연결하였을 때 저항은 16.8 Ω 이었다. 슬라이더스를 사용하여 전압이 조절된 전기를 공급하였다. 온도

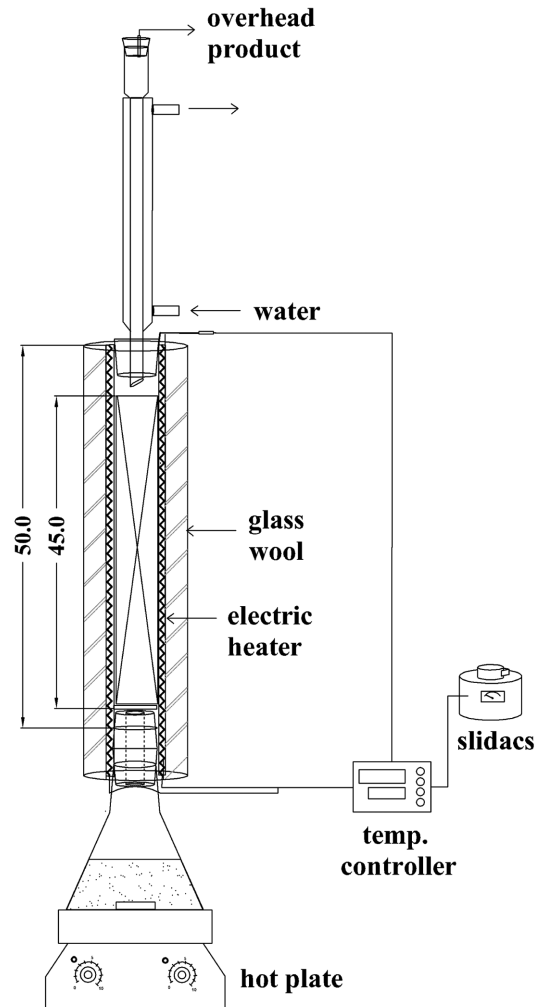


Fig. 1. A schematic diagram of experimental setup.

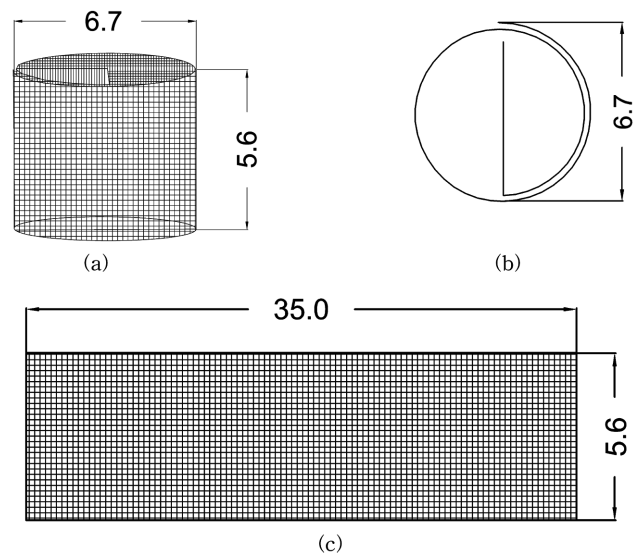


Fig. 2. Detailed description of packing. (a) conceptual view, (b) top view, (c) spread picture. Units are in millimeters.

조절기를 전기공급선 중간에 연결하여 일정온도를 유지할 수 있도록 하였으며, 유리관의 온도를 측정하기 위하여 유리관 상부에 있는 열

선 사이에 온도센서를 고정시켜 온도를 측정하였고 온도조절기와 연결하여 온도를 조절할 수 있도록 하였다. 충전물이 들어있는 유리관의 보온을 위하여 유리섬유로 되어진 5 cm 두께의 단열재를 사용하여 유리관의 외벽을 완전하게 덮었다. 냉각관은 유리로 만들어진 것으로 길이가 32 cm인 것을 사용하였으며 고무마개를 사용하여 충전물이 들어있는 유리증류관 위쪽에 고정시켰다. 유리 냉각기에 흐르는 냉각수는 수도물을 사용하였다.

2-2. 실험방법

장치를 조립하기 전에 메탄올(99.8%, SK Chemicals)과 에탄올(94%, SK Chemicals)을 적당히 혼합하여 약 1.5 L의 혼합용액을 제조하였다. 준비된 혼합용액을 2 L의 삼각플라스크에 넣고 마그네틱 바를 넣은 후, 장치를 조립하고 가열교반기를 사용하여 교반하면서 가열하였다. 충전물이 들어있는 증류관에 고정된 열선의 온도는 가열 초기에 40 °C가 될 때까지 슬라이타스를 이용하여 30 V로 조절된 전기를 공급하여 가열하였으며, 냉각관에 냉각수를 유속이 50~70 mL/min가 되도록 물을 공급하였다. 증류관의 온도가 40 °C를 유지하여 약 10분이 지난 후 열선의 온도가 약 72~74.5 °C가 될 때까지 슬라이타스를 사용하여 77 V의 전기를 공급하여 온도를 상승시켰다. 이때의 온도는 증류관 상부에 밀착한 온도계를 사용하여 온도 조절기에 지시되도록 하였으며 온도조절기의 설정온도는 100 °C로 하여 전류가 연속적으로 공급되도록 하였다. 약 10분 후부터 냉각관의 안쪽 벽에 냉각되어진 액이 흘러내리는 현상을 확인할 수 있었으며, 약 20분 후부터 냉각관 상부에 연결된 직경 6 mm의 동관에서 제품을 액상으로 소량 채취할 수 있었다. 이렇게 채취된 상부액을 가스 크로마토그래프(HP-5890 series II, Agilent)를 사용하여 농도를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

증류탑 설계를 위한 상업용 설계 프로그램이 많이 사용되고 있으나 프로그램으로 설계된 증류탑의 상용화를 위해서는 시험운전을 필요로 하고 실험실에서의 증류실험이 요구된다. 실제공정에서의 증류탑의 높이가 100 m를 초과하는 경우가 종종 있는 것을 감안하면 증류실험을 실험실 내에서 실시하는 데는 한계가 있으나 소형 충전물을 사용하여 이론 단에 해당하는 충전탑의 단위 높이를 최소로 하는 방법을 개발하기 위하여 소형 충전물의 이론단수를 실측하였다.

충전물이 증류효율에 가장 크게 영향을 미치는 단위 체적당 표면적과 액체 체류량 및 체류시간 등의 충전물 특성을 조사하여 Table 1에 나열하였다. 유리 증류관에 충전물을 채우고 물을 넣어 공극률을 측정하였다. 겉보기 표면적은 단위부피당 들어가는 충전물의 개수를 세고 양면에 모두 액이 젖는다고 가정하여 계산한 값이다. 상업용 충전물이 500~700 m²/m³의 표면적을 갖는 것에 비해 상당한

Table 1. Packing characteristic

Item	Value
Void fraction (%)	90.9
Apparent surface area (m ² /m ³)	1120
Specific weight (kg/m ³)	358.3
Static liquid holdup (kg/m ³)	71.6
Dynamic liquid holdup (kg/m ³)	43.8
Dynamic residence time (min/m)	1.79

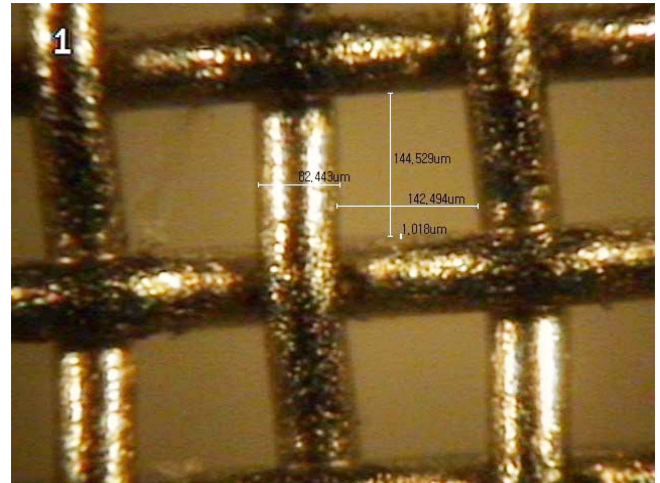


Fig. 3. A microscopic picture of packing.

표면적을 가짐을 알 수 있으며 충전물이 소형이기 때문에 판단된다. 액체 홀드업은 물을 이용하여 측정한 값이고, 동적 홀드업은 액의 유속 35 mL/min에서의 측정치이다. 동적 체류시간은 증류관 1 m를 흘러내릴 때 소요되는 시간으로 계산하였다. 충전물의 표면에 액이 적당하게 퍼지고 오랫동안 체류하기 위해서는 충전물의 표면상태가 매우 중요하다. 본 실험에 사용한 충전물의 표면 상태를 관찰하기 위하여 현미경 사진을 촬영한 결과가 Fig. 3에 나타나 있다. 스테인레스 스틸 재질이면서도 표면상태가 적절하게 거칠은 액의 접촉을 충분히 촉진시킬 수 있음을 보여준다.

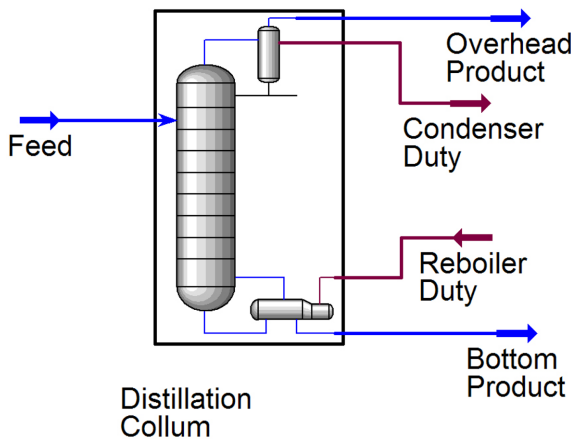
Fig. 1의 실험 장치에서 각각 27 cm와 45 cm의 충전층에 대한 증류실험의 결과가 Table 2에 정리되어 있다. 동일한 충전층에 대해 증류시간과 냉각기에 공급한 냉각수의 양에 따라 상부제품 농도에 약간의 편차가 발생하였다. 이론단수를 계산하기 위하여 Fig. 4에서와 같이 HYSYS에서 임의의 50단 증류탑을 구성하고 상부로부터 45번째 단에 소량의 원료가 공급될 때 환류비 500에 대한 증류탑 내의 조성 분포를 Table 3에 정리하였다. 환류비를 크게 한 것은 증류실험서와 같이 전환류에 상당하는 조성분포를 계산하기 위함이다. 27 cm의 경우 냉각기에서의 평형단을 고려하면 대체로 11단에서 14단에 걸친 조성분포와 비슷함을 알 수 있어 약 4 단의 이론단에 해당한다. 즉 충전층 7 cm가 이론단 1 단에 해당함을 알 수 있다. 상업용 충전탑에서 일정구조 배열의 충전탑(structured packing)이 8 cm가 이론

Table 2. Experimental results of a packed column distillation

Exp. No.	Packing height (cm)	MeOH (mole%)	
		Bottom	Overhead
1	27	28.2	63.2
2			66.1
3			65.6
4		26.9	63.8
5			67.9
6		24.5	70.0
7			67.2
8			64.7
9	45	69.5	97.2
10			98.2
11			96.9

Table 3. Computation result of methanol-ethanol distillation with pseudo-total reflux

Tray No.	MeOH	EtOH
1	0.9985	0.0015
2	0.9973	0.0027
3	0.9951	0.0049
4	0.9912	0.0088
5	0.9842	0.0158
6	0.9717	0.0283
7	0.9499	0.0501
8	0.9133	0.0867
9	0.8549	0.1451
10	0.7689	0.2311
11	0.6554	0.3446
12	0.5249	0.4751
13	0.3948	0.6052
14	0.2810	0.7190
15	0.1918	0.8082
16	0.1272	0.8728

**Fig. 4. A process diagram in HYSYS simulation.**

단 1 단에 해당함과 비교하면 비슷한 결과가 얻어졌음을 알 수 있다. 실험실용 소형의 일정구조 배열식 충전물은 구할 수 없기 때문에 본 실험에서는 랜덤식 충전물을 사용하여 유사한 증류효율을 얻었다. 45 cm 충전층의 경우, 냉각기를 고려하면 이론증류탑의 6 단에서 11 단의 조성분포와 유사하다. 즉 약 8 cm의 충전층이 이론단 1 단에 해당함을 알 수 있고 이는 앞의 27 cm 충전층 증류시험 결과와 유사하다. 낮은 충전층에 비해 증류효율이 약간 모자라는 것은 재비기와 증류관의 연결관 직경이 충분히 크지 않아 증기의 상승이 원활하지 않음에 기인한 것이다. 본 실험을 150 cm 증류관으로 실시하였으나

증류 효율이 매우 낮아지고 회수되는 액의 영향으로 증기가 충분히 상승하지 않음을 관찰하였다.

본 연구의 결과는 소형 충전물을 사용하여 3 m 높이의 실험실에서 약 40단(이론단)의 증류실험이 가능함을 보여준다. 펌프에 의한 증류관의 연결이 가능하다면 증류탑을 2 층 또는 3 층으로 배치하여 실제 공장에서의 같은 단수의 증류 실험이 가능함을 보여준다.

4. 결 론

증류시스템의 검증을 위한 소형 다단 증류 장치를 개발하기 위하여, 소형 충전물을 이용한 실험실 규모의 소규모 증류실험을 실시하였다. 직경 6.7 mm의 스테인레스 스틸 충전물을 이용하였을 때 충분한 겉보기 표면적이 얻어지고, 액체의 체류량과 체류 속도도 양호한 결과를 얻었다. HYSYS를 이용한 이론단수의 계산치와 증류실험치를 비교한 결과 27 cm 충전층에 대해서는 7 cm, 45 cm 충전층에 대해서는 8 cm의 충전층이 이론단 1 단에 해당함을 알 수 있었다. 상업용 일정구조 배열의 충전탑에서 8 cm의 충전층이 이론단 1 단에 해당함과 비교하면 유사한 결과를 얻었음을 알 수 있었다. 이러한 결과는 증류관의 보온이 완벽할 때 가능하였으며, 실험실에서의 증류 실험에서는 보온이 중요함을 입증하였다. 본 연구의 실험 결과는 실험실에서 실제 현장에서 사용하는 증류탑과 유사한 증류 시스템의 시험이 가능함을 보여 준다.

감 사

본 연구는 동아대학교 교내연구비 지원에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. Alekseenko, S. V., Markovich, D. M., Evseev, A. R., Bobylev, A. V., Tarasov, B. V. and Karsten, V. M., "Experimental Investigation of Liquid Distribution Over Structured Packing," *AIChE J.*, **54**, 1424-1430(2008).
2. Tsai, R. E., Schultheiss, P., Krttner, A., Lewis, J. C., Seibert, A. F., Eldridge, R. B. and Rochelle, G. T., "Influence of Surface Tension on Effective Packing Area," *Ind. Eng. Chem. Res.*, **47**, 1253-1260(2008).
3. Orlando, Jr., A. E., Medina, L. C., Mendes, M. F. and Nicolaiewsky, E. M. A., "HETP Evaluation of Structured Packing Distillation Column," *Brazil. J. Chem. Eng.*, **26**, 619-633(2009).
4. Olujic, Z., Seibert, A. F. and Fair, J. R., "Influence of Corrugation Geometry on the Performance of Structure Packings: An Experimental Study," *Chem. Eng. Process.*, **39**, 335-342(2000).