



低温実証試験装置

Cryogenic Air Separation Unit (ASU) Pilot Plant

木原 均*

KIHARA Hitoshi

1. はじめに

当社は深冷空気分離装置（ASU）の主要機器である充填塔および凝縮器を、基礎研究を経て開発した独自のプログラムを用いて設計している。これらはいずれも物質・熱移動現象を速度論に基づく理論的アプローチでモデル化したもので、組成や圧力など運転条件に寄らず適用することが可能である¹⁾²⁾。プログラムの検証には主にベンチスケール実験装置（京浜事業所）で得られたデータを用いてきた³⁾。

ASU は一般的な化学プラントとは異なり原料組成の変化を考慮する必要がない。そのため蒸留塔や凝縮器の設計精度向上によるプロセス最適化が装置・運転コストの低減につながりやすい。そこで当社は近年高性能化している充填物、凝縮器の開発を強化するため、2021年、つくば事業所にベンチスケール実験装置に代る新たな低温実証試験装置（パイロットスケール ASU）を建設した（図1）。



図1 低温実証試験装置（つくば事業所）

2. 装置の概要

2.1 機器の構成

本装置の主な仕様を表1、機器構成を図2に示す。装置は充填塔、凝縮器試験体を収める真空外槽、および試験体へ気液を供給、回収するための蒸化器、凝縮器等が収められた常圧外槽で構成される。検証対象となる試験体は交換可能である。原料空気圧縮はなく、実験条件に応じて予め任意の組成の N_2, Ar, O_2 を系内に仕込み、電気ヒータおよびタンク（図示略）から供給される液体窒素により循環させる仕組みである。このため任意の組成、圧力、気液負荷条件が再現可能である。

2.2 運転モード

本装置は目的に応じて、以下に示す3種類の実験が可能である。

① 充填塔蒸留実験

複式精留 ASU の下部塔、上部塔、アルゴン塔の他、

単精留窒素装置を想定して充填物の蒸留性能、圧力損失を測定する。

② 凝縮器実験

複式精留 ASU の主凝縮器、アルゴン凝縮器等を想

表1 装置の主な仕様

高压ガス処理能力	867 kNm ³ /日
常圧外槽サイズ	W3.4×D2.9×H22 m
真空外槽サイズ	φ 2.8×H18 m
蒸化器ヒータ出力	200 kW
塔径	φ 0.4 m
充填塔試験体	
充填高さ	1.5 , 6 m
運転圧力	~0.8 MPa(G)
凝縮器試験体	
外筒径×高さ	φ 0.9 × 6 m

* 技術開発ユニット つくば開発センター 深冷分離開発部

定し、伝熱・運転性能を測定する⁴⁾。

③ ミキシングカラム実験

低純酸素 (<97%) 向け ASU として運転動力を低減可能なミキシングカラムプロセスについて、充填物の性能、運転特性を検証する⁵⁾。常圧外槽に収められた補助蒸留塔は充填塔試験体 1 塔頂へ供給する LO₂ を製造するためのものである。

3. 充填塔蒸留実験

例として充填塔試験体 2 を用いた Ar-O₂ 系蒸留実験について図 2 (青線) にしたがって紹介する。

3.1 実験手順

蒸化器に予め仕込んだ Ar、O₂ 混合液体をヒータで加熱し、発生した蒸気を充填塔試験体 2 の塔底に導入する。蒸気は塔内を還流液と接触しながら上昇し、低沸点成分である Ar 濃度が高められる。塔頂から排出された蒸気は凝縮器で全量液化され、再度充填塔試験体 2 の塔頂に還流液として戻されると共に、一部は直接蒸化器に戻される (配管図示略)。液の一部を還流液としないのは、ASU のアルゴン塔を想定した部分還流運転を再現するためである。実験は 150kPa(abs) で塔底蒸気の O₂ 濃度 8vol%、0.2vol% について行い、ヒータの出力調整により異なる気液負荷で、塔頂塔底の気液の O₂ 濃度、圧力損失を測定した。

3.2 実験結果

得られた蒸留性能と圧力損失を図 3 に示す。横軸は蒸気負荷を設計基準点に対する割合で示したもの、上図と下図の縦軸は H.E.T.P. (理論段相当高さ) と圧力損失を同じく設計基準点に対する割合でそれぞれ示したものである。

図から分かるように、蒸気負荷が基準点を超えるところから蒸留性能が徐々に向上し、圧力損失が急激に増大するローディング点付近で最高 (H.E.T.P. が最小) となり、その後急激に悪化することが分かった。一方、蒸気負荷 (即ち液負荷) を小さくしても、蒸留性能の低下はみられなかった。これらの結果を設計プログラムに反映させることにより、実験に使用した充填物のパラメータが決定され、組成、圧力など運転条件が異なる条件においても最適な充填塔の設計が可能となった。

4. 最後に

2021 年の本装置建設以降、当社は様々な構造の充填物の性能評価、カスケード型凝縮器の検証を実施

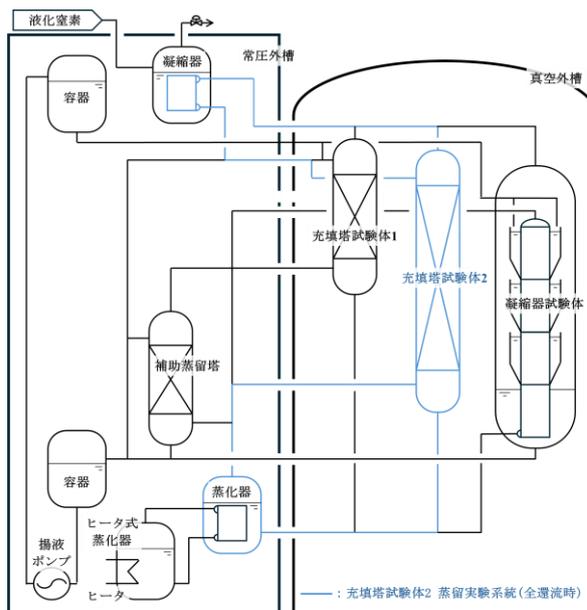


図 2 低温実証試験装置の機器構成

してきた。現在は当社独自の凝縮器の開発に取り組んでいる。近年はエレクトロニクス分野向けなど、従来とは異なる製品構成のニーズも高まっており、プロセスも多様化している⁶⁾。これらに対応するため今後も本装置を活用し、ASU の装置コスト、運転動力の低減に取り組んでいく。

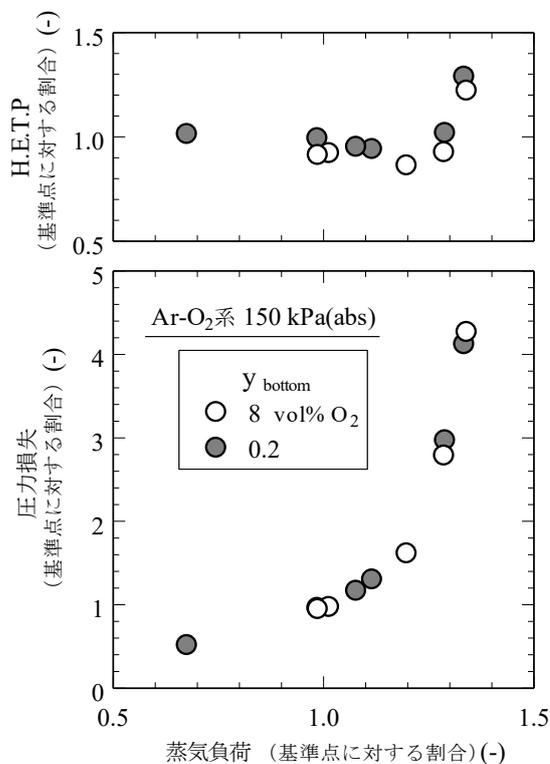


図 3 充填塔蒸留実験結果

参考文献

- 1) Egoshi, N., et. al. Heat and Mass Transfer Model Approach to Prediction of Separation Performance of Cryogenic Air Separation Plant by Packed Columns with Structured Packing. J. Chem. Eng. Japan, 2001, 34(1), p 22-29.
- 2) Sakaue, S. Boiling heat transfer of Nitrogen in a thermosyphon condenser-reboiler. AIChE J., 1997, 43(2), p 339-344.
- 3) 石崎一俊, 充填塔流れシミュレーションを用いた蒸留塔設計, 大陽日酸技報 No.38, 2019
- 4) 高柳翔太, カスケード型凝縮器における N₂O の濃縮と蓄積, 大陽日酸技報 No.41, 2022
- 5) 江越信明, ミキシングカラムのシミュレーション技術, 大陽日酸技報 No.40, 2021
- 6) 橘博志, 超高純度酸素およびアルゴンを併産する窒素製造プロセス, 大陽日酸技報 No.43, 2024