

기포탑 반응기에서 조작변수가 압력요동에 미치는 영향

심정섭, 고은미, 김상도, 강 용, 김상돈*

충남대학교 화학공학과
한국과학기술원 화학공학과*

Effects of Operating Variables on Pressure Fluctuations in a Bubble Column Reactor

Shim, J.S., Ko, U.M., Kim, S.Do, Kang, Y. and Kim, S.D.*

Department of Chemical Engineering
Chungnam National University, Taejon 305-784

* Department of Chemical Engineering
KAIST, Taejon

1. 서론

기포탑은 구조가 간단하여 투자경비나 운전, 유지경비가 적게 들면서도 기체, 액체, 고체 입자등 다상간의 접촉효과가 좋으며 열전달 효과가 좋아 다상 반응기로의 응용이 날로 증대되고 있다[1]. 그러나, 기포탑 반응기는 다상의 존재 때문에 파생되는 상체류량의 불균일분포, 불규칙적이며 무작위적인 거동 등의 해석이나, 대기압의 반응조건이 아닌 음압이거나 고압의 조건등 반응조건의 변화에 따른 반응기의 특성 및 거동의 해석 등 아직 해결되지 않은 문제들도 많이 남아있어 이에 대한 연구들이 활발히 진행되고 있으나, 기포탑반응기의 설계에 필요한 자료는 아직도 매우 부족하다 하겠다[2]. 특히, 기포탑을 특정반응을 수행하기 위한 반응기로 사용할 경우, 반응의 최적조건에 적합한 반응조건에서의 수력학적 특성은 반응전환율에 직결되기 때문에, 고온이나 저온 또는 고압이나 음압 등 일반적인 반응조건이 아닌 특정반응조건에서의 수력학적 특성과 이들이 반응전환율에 미치는 영향등은 이들 반응을 수행하기 위한 반응기의 설계 및 조작에 매우 중요하다 하겠다. 그러나, 특정 반응조건에서 기포탑 반응기의 수력학적 특성이나 조작변수가 기포탑 반응기의 수력학적 거동에 미치는 영향등에 대한 연구는 국내·외를 막론하고 매우 미흡한 실정이다.

본 연구에서는 노르말 파라핀의 액상산화반응 등에서 반응의 조절을 위한 에스테르화제로 사용이 적합한 것으로 알려진 meta 봉산의 생성반응이 진행되는 기포탑반응기에서 반응의 진행에 따른 수력학적 특성의 변화를 예측하고자 각 실험변수가 기포탑 반응기내에서 압력요동에 미치는 영향을 고찰하였다. 이와같은 연구는 기포탑 반응기의 응용 및 공업화에 필수적인 정보를 제공할 수 있을 것으로 사료된다.

2. 해석

기포탑 반응기에서 측정된 압력요동은 시간에 따른 변화 기록 자료들(historical random data)로 부터 무작위적 과정(random process)으로 나타낼 수 있는데 압력변동을 나타내는 시간응답기록 $X(t)$ 의 앙상블을 임의의 시간 t 에 대해 평균하면

$$X_M(t) = \int_{-\infty}^{\infty} X(t)P(X;t)dx \quad (1)$$

와 같이 쓸 수 있으며, 일차 확률밀도함수 $P(X;t)$ 가 시간에 무관하면 이 계는 ergodic 하며 Stationary state의 통계적 성질을 가지므로 확률밀도함수는 $P(X)$ 로 나타낼 수 있다. 이와같은 경우 이 계의 평균값, 분산, Skewness 및 Kurtosis 는 각각 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$X_M = \int_{-\infty}^{\infty} X(t)P(X)dx \quad (2)$$

$$\sigma^2 = \int_{-\infty}^{\infty} (X - X_M)^2 P(X)dx \quad (3)$$

$$S = \frac{1}{\sigma^3} \int_{-\infty}^{\infty} (X - X_M)^3 X(t)dx \quad (4)$$

$$K = \frac{1}{\sigma^4} \int_{-\infty}^{\infty} (X - X_M)^4 X(t)dx \quad (5)$$

또한 무작위적 과정의 정지 상태 응답자료인 압력 변동의 autocorrelation 함수는 식(6)과 같이 정의하며, Power Spectral Density Function(PSDF)은 data의 직접 푸리에 변환(Fourier Transformation)이나 상관함수의 Fourier Transformation등으로 구할 수 있으므로 후자에 의하여 식(7)과 같이 PSDF를 얻었다.

$$R_{xx}(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_0^T X(t)X(t+\tau)dt \quad (6)$$

$$G_{xx}(\tau) = \int_{-\infty}^{\infty} R_{xx}(\tau) e^{-2\pi f\tau} d\tau \quad (7)$$

3. 실험

본 연구에서 사용한 실험장치는 Fig.1에서 보는 바와 같이 직경 0.05m이고 길이 1.0m인 pyrex 유리관으로 만든 기포탑 반응기를 사용하였다. 기포탑의 기체 분산판은 유리분말을 하소하여 만든 하소분산판(Sintered distributor)를 사용하였으며, 분산판에서 기체가 균일하게 분포되어 기포탑내에 주입되도록 분산판 밑에 길이 0.1m의 공간(distributor box)을 두었다. 기포탑 반응기에서 증발하는 액체의 회수를 위하여 기포탑 상부에 냉각수가 유입, 유출되는 냉각기를 설치하였으며, 생성되는 물을 회수하기 위해 3목 플라스크와 2목 플라스크를 냉각기에 직력으로 연결하여 음압펌프에 연결되도록 하였다. 반응기의 압력조절은 압력조절계로 하였으며, 반응계의 압력을 조정압력으로 효과적으로 유지하기 위하여 반응기를 Fig.1과 같이 외부와 격리시켰다. 반응온도의 조절은 온도조절계와 디지털 릴레이 그리고 가열포를 사용하여 효율적으로 하였으며, 기포탑 반응기내 분산판으로부터 0.05m와 0.1m의 높이에 압력탭을 설치하고 압력센서로 연결하여 압력요동을 측정하였다. 압력센서는 압력변환기, 증폭기, 오실로스코프, 필터 그리고 A/D 변환기등에 차례로 연결되어 있으며, 이를 통해 압력 요동자료를 컴퓨터에 입력시켰다. 압력변동 신호자료의 채취는 80 sec 동안 2500개 취하였다. meta 붕산을 얻기위한 반응의 원료로는 직경이 $0.09 \sim 0.6 \times 10^{-3}$ m인 ortho 붕산과 비중이 0.82정도의 C_{15-17} 의 노르말 파라핀을 사용하였다. 반응온도는 $125 \sim 145$ °C, 반

응물의 고체입자농도는 6 ~ 34 wt%를 그리고 반응압력은 700 ~ 720mmHg를 선택하였고[2], 기체유속의 공탑속도로 0.02 ~ 0.08m/s의 범위에서 실험하였다.

반응후 생성된 meta붕산의 분석은 Du Pont제 모델 990 열분석계중 시차주사열량계(DSC)를 사용하였으며, 그 결정구조를 확인하기 위해 DIANO제 모델 XRD-800의 X-선 회절분석계를 사용하였다. 시차주사열량계의 분석조건은 N₂ 유속이 30 cc/min이고 온도상승은 10 °C/min 이었으며, X-선 회절분석계의 분석조건은 scan speed 가 5 deg/min, step/sample 이 0.008 deg 그리고 thresh 강도는 127cps 이었다. 반응전환율의 결정은 반응후 고체입자, 파라핀 그리고 생성된 물의 무게와 양을 각각 측정하여 계산하였다.

4. 결과 및 고찰

삼상 기포탑 반응기에서 반응이 진행되는 동안 얻은 압력요동 자료로부터 구한 전형적인 Autocorrelation함수의 확률밀도함수를 Fig.2 와 3에 각각 나타내었다. 이들 자기상관함수와 확률밀도함수들로부터 주어진 조건에서의 압력요동의 주진동수와 주기를 예측할 수 있었다. 주어진 온도와 압력의 조건하에서 기체유속의 증가는 압력요동의 주진동수를 증가시켰으며, 상압에 비하여 압력이 낮은 반응조건에서 얻은 압력요동의 주진동수도 상압의 경우와 비교하여 주진동수가 증가되는 경향을 나타내었다. 이와같은 현상은 기체유속이 증가할 경우와 반응압력이 낮은 경우의 기포의 상승속도가 증가하는 경향을 잘 나타낸 것이며, 이와같은 반응조건에서는 오르토 붕산의 탈수반응결과 생성된 수분이 파라핀 용액속에서 머무르는 체류시간과 분율을 감소시키는 효과를 가져와 반응전환율을 증가시킨다고 해석할 수 있다.

참고문헌

1. Shah, Y.T., kelhar, B.G., Godbole, S.P. and Deckwer, W.D. : AIChE J., 28, 353(1982).
2. Kang, Y., Shim, J.S., Cho, S.H., Choi, M.J. and Lee, K.W. : J. Chem. Technol. Biotechnol., in print (1995).

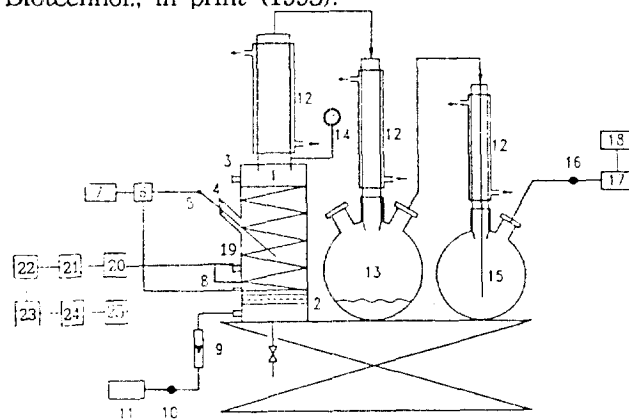


Fig.1 Schematic diagram of experimental apparatus.

- | | |
|---------------------------|-------------------------|
| 1. Reactor | 14. Pressure gauge |
| 2. Distributor | 15. 2-neck flask |
| 3. Manometer | 16. Filter & regulator |
| 4. Feed inlet | 17. Vacuum pump |
| 5. Thermocouple | 18. Controller |
| 6. Digital relay | 19. Pressure tap |
| 7. Temperature controller | 20. Pressure transducer |
| 8. Heater mantle | 21. Amplifier |
| 9. Rotameter | 22. Oscilloscope |
| 10. Filter & regulator | 23. Filter |
| 11. Compressor | 24. A/D converter |
| 12. Reflux condenser | 25. Computer |
| 13. 3-neck flask | |

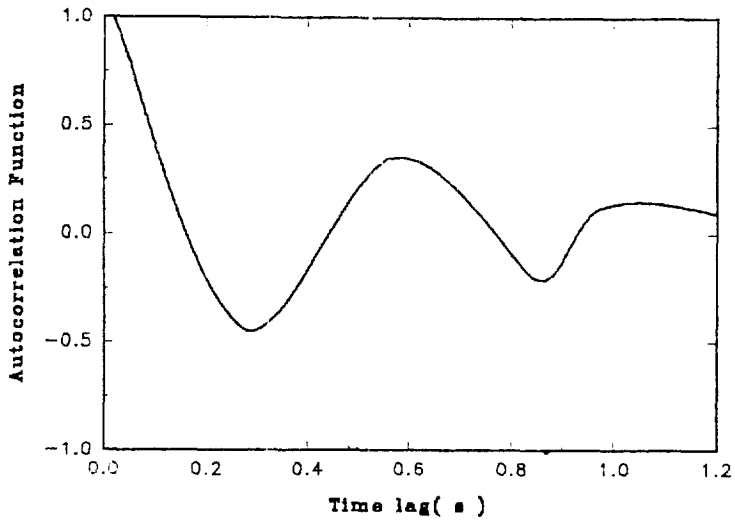


Fig.2 Typical Autocorrelation Function of pressure fluctuations
($T=140^{\circ}\text{C}$, $P=92\text{kPa}$, $U_G=7\text{cm/s}$, $t=40\text{min}$, $s=28\text{wt}\%$)

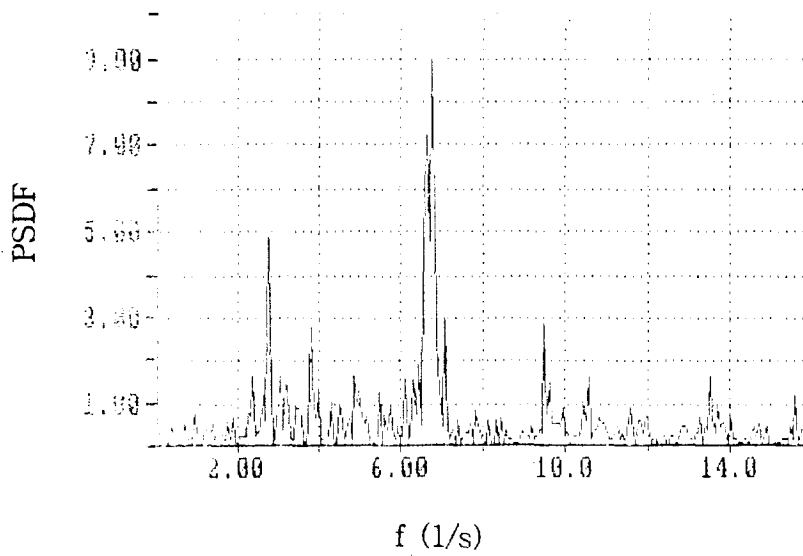


Fig.3 Typical Power Spectral Density Function of pressure fluctuations($T=140^{\circ}\text{C}$, $P=92\text{kPa}$, $U_G=7\text{cm/s}$, $t=40\text{min}$, $s=28\text{wt}\%$)