

## 분리벽형 증류탑의 최적 설계 및 시운전

윤문규, 이문용\*  
 영남대학교 공과대학 응용화학공학부  
 (mynlee@yu.ac.kr\*)

### Experience in design and startup of dividing wall distillation column

Yoon Munkyu, Lee Moonyong\*  
 School of Chem. Eng. & Tech., Yeungnam University  
 (mynlee@yu.ac.kr\*)

#### 서론

증류공정은 화학공장의 분리공정 중 약95%를 차지하고 있으며 대표적인 에너지 다소비 공정이다. 증류공정의 에너지 절감을 위한 방안으로 기존의 공정에 최신의 제어기법을 도입하거나 최적화 기법을 활용하면 에너지 절감효과를 얻을 수 있고 또 실제로 많은 공장에서 이러한 방법으로 에너지를 절감하고 있는 것이 현실이다. 그 대표적인 기술 중의 하나가 분리벽형 증류기술이다. 분리벽형 증류기술은 증류공정에서의 에너지 절감을 위한 기존의 접근방법이 가지는 한계를 획기적으로 극복하면서, 가장 실현 가능성이 높고 에너지 절감 잠재효과가 크며 그 적용범위가 매우 광범위하여 차세대형 증류기술로서 주목받고 있는 기술이다. 분리벽형 증류탑의 구조는 두 개의 증류탑을 하나의 증류탑 안으로 통합한 구조이다. 다성분계의 혼합물을 일반적인 증류방법으로 분리하는 경우 최소 2개의 단순 증류탑을 연속으로 구성하여 이용하여야 한다. 이 경우 첫 번째 증류탑에서 중간비점 성분의 재혼합 효과가 발생하게 되고 이는 분리를 위한 에너지 효율성의 저하를 필연적으로 야기하게 된다. 이를 개선하는 구조가 주 분리탑에 앞서 예비 분리탑(prefractionator)을 거치게 하는 구조이며, 여기서 보다 진화되어 예비 분리탑의 응축기와 재비기를 없애고 내부적 열통합을 구현한 방식이 Petlyuk 탑으로 알려진 구조인데 운전상의 어려움 때문에 실용화가 어려웠다. 분리벽탑 구조는 분리벽을 이용하여 이 예비분리탑을 주 분리탑 내부로 통합시킨 가장 진화된 구조이다. 분리벽형 증류기술은 에너지 절감 효과와 투자비용 감소 효과가 각각 최고 60%와 30%에 이르는 것으로 알려져 있는데 이러한 강점에도 불구하고 설계와 운전상의 기술적인 문제들로 최근에서야 상업화하기 시작했다. 그러나 국내에서는 분리벽형 증류탑의 운전에는 아직 아무런 시도나 연구결과도 보고된 바 없고 분리벽의 위치나 탑의 단수등 기본적인 구조설계조차 이루어지지 않고 있는 실정이다. 본 연구는 차세대형 증류기술인 분리벽형 증류탑을 설계하여 생산물 규격과 운전성능에 대한 주요 설계 및 운전 변수의 영향을 파악하고자 한다.

#### 실험장치

비점차이가 10℃ 이상 차이가 나고 실험실에서 취급하기 용이하며 안정적인 알코올 혼합물을 증류실험에 적합하다고 판단되어 증류실험 원료로 선정하였다. 알코올 혼합물은 메탄올, 에탄올, 1-프로판올의 3성분이며 조성은 각각 Methanol(30%), Ethanol(40%), 1-Propanol(30%)로 설정하였다. 우선 상업용 Simulation tool인 Aspen사의 AspenHYSYS를 사용하여 정적모사를 수행하여 구조설계하였다. 증류탑운전에 필요한 변수들 및 Simulation결과를 Table.1에 나타내었다.

Table. 1 Tray numbers from structural design and operating conditions for DWC

name	Prefractionator	Main
structure		
number of tray	10	24
Feed/side product	4	12
dividing wall area		8-17
Operating		
feed(kg/h)	5	
Top flow rate(kg/h)		1.602
Side flow rate(kg/h)		1.76
Bottom flow rate(kg/h)		1.637
Reflux(kg/h)	12	20.06
Vapor boilup(kg/h)	14	32.18
Heat duty(kJ/h)		2.34e4

정밀 모사기를 사용하여 모사한 결과를 바탕으로 메탄올-에탄올-프로판올 분리를 대상으로 하는 높이 3m, 직경 0.1m 의 bench 분리벽탑을 설계하였다. 생산물 규격은 Top, Side, Bottom에서 각각 mass fraction으로 methanol 0.9, ethanol 0.9, 1-propanol 0.9이며 처리용량은 원료기준 10kg/h로 설계하였다. PFD는 Fig.1에 나타내었다.

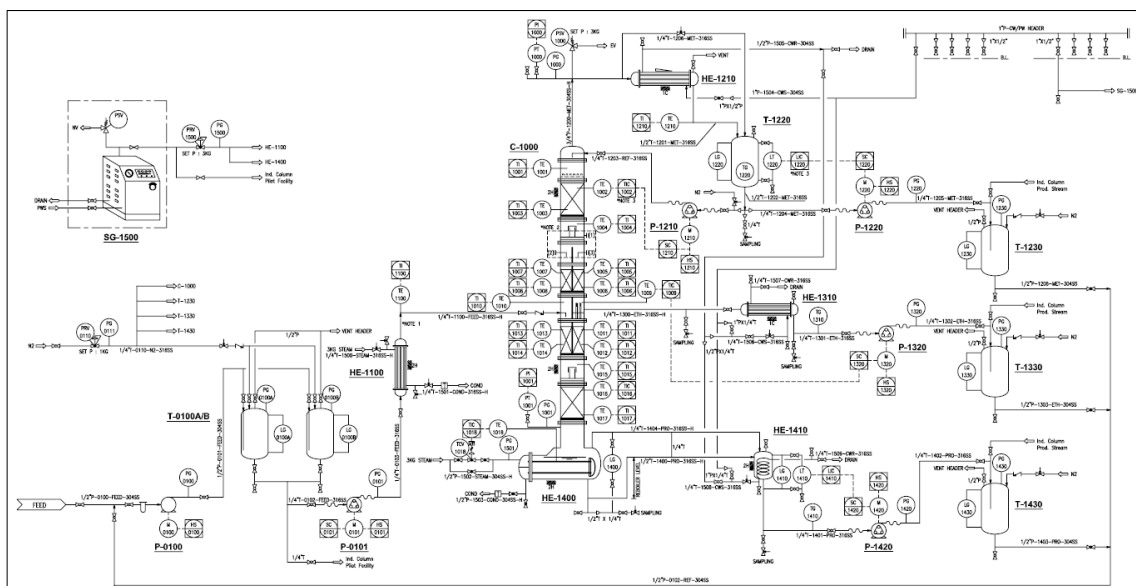


Fig. 1 Process Flow Diagram

Column의 내부를 이루는 Packing은 높은 분리 효율을 위하여 Packing의 다양한 형태 중에서도 structure packing을 사용하였다. structure packing은 low Pressure Drop과 high Efficiency를 가지고 있어 실제로 산업현장에 널리 사용되고 있다. 증류공정에서 structure packing을 사용하면 낮은 압력조건에서 조업할 수 있으며, 특히 진공이나 대기압에서 운전이 용이하다. 알코올분리 bench분리벽탑의 내부 충전재로는 HETP와 NTS가 각각 3 inch, 24인 gauze type structure packing을 사용하였다. 열원으로는 3 kgf/m<sup>2</sup>의 steam을 사용

하였으며 reboiler type은 넓은 조업 범위를 가지고 있으며 쉽게 조작되는 kettle type으로 선정하였다. 설치는 수평으로 하며 열원은 Tube Side로 통하고 액체속에 잠겨있다. Vaporizing은 Shell Side로 통하며 Shell side에서의 vapor는 바로 증류탑 내부를 통하여 제거된다. Kettle Reboiler에서는 중요한 인자인 응축액위의 제어는 tube bundle보다 높게 nozzle를 설치하여 응축액체의 level을 유지되게 제어한다. Reboiler의 온도를 제어하기 위한 장치로 공압식 제어 valve를 설치하였고 운전시 시스템 제어용 소프트웨어는 MPC 기법에 기반한 분리벽탑 전용 고급제어시스템의 적용이 용이한 NATIONAL INSTRUMENT사의 Labview를 사용하여 온라인 시스템을 구축하였다. 또한 product tank에 pump를 설치하여 생산물을 순환시켜 연속공정이 가능하도록 장치를 구성하였다.

### 실험결과

증류탑의 startup은 wet startup방법을 사용하였다. 장치의 startup 후 정상상태까지는 약 100분정도 소요되었으며 정상상태 도달 여부는 product sample을 받아 GC로 측정 후 농도의 변화가  $\pm 1\%$  범위내에 도달한 상태로 정하였으며 전체 26시간을 운전하였다. Fig.2 a)에 분리벽형증류탑의 Top과 Bottom에서 측정된 전체 Temperature profile을 나타내었다. 약 370분경에 tubing의 파열로 공정이 많이 변동함을 보이나 약 90분 후 공정의 재안정화됨을 보여준다.

실험결과 Top flow로 순도가 0.71(wt%)의 MeOH을 얻을 수 있었으며 side와 bottom flow에서 EtOH와 PrOH이 각각 0.79, 0.72의 순도로 생산물을 얻을 수 있었다. 정상상태에서의 실험 Data와 simulation Data를 Table.2에 비교하였다.

Table. 2 Simulation Data vs. Experiment Data

		Simulation			EXP. data		
Feed		5kg (105.8 ml/min) (0.3 0.35 0.35)			100 ml/min (103 ml/min) (0.3 0.35 0.35)		
spec	top flow rate	45 ml/min					
	side flow rate	15 ml/min					
	bottom flow rate	40 ml/min					
reflux rate		725.2 ml/min			500~1000 ml/min		
purity		MeOH	EtOH	PrOH	MeOH	EtOH	PrOH
	top	0.758	0.242	-	0.71	0.29	-
	side	0.04	0.95	0.01	0.11	0.79	0.08
	bottom	-	0.1	0.89	0.01	0.27	0.72

실험 data는 가장 안정되었다고 판단되는 startup 후 1100분 때의 data를 사용하였다. simulation data와 product의 순도에서 차이가 나는 것을 볼 수있는데 이것은 Fig.2 b)에 보이는 것과 같이 탑정에서의 실측치가 회귀선보다 아래에 위치한 것으로 보아 condenser에서 과도한 냉각에 기인한 것으로 판단된다. 하지만 column내부의 전체온도 profile은 잘 맞아짐을 알 수 있다. 또한 측정기 오차가  $\pm 1^\circ\text{C}$ 임을 감안하면 Fig.3에서 보여지듯이 분리벽형 증류탑 모사기가 높은 정확도를 가지는 것을 확인할 수 있었다.

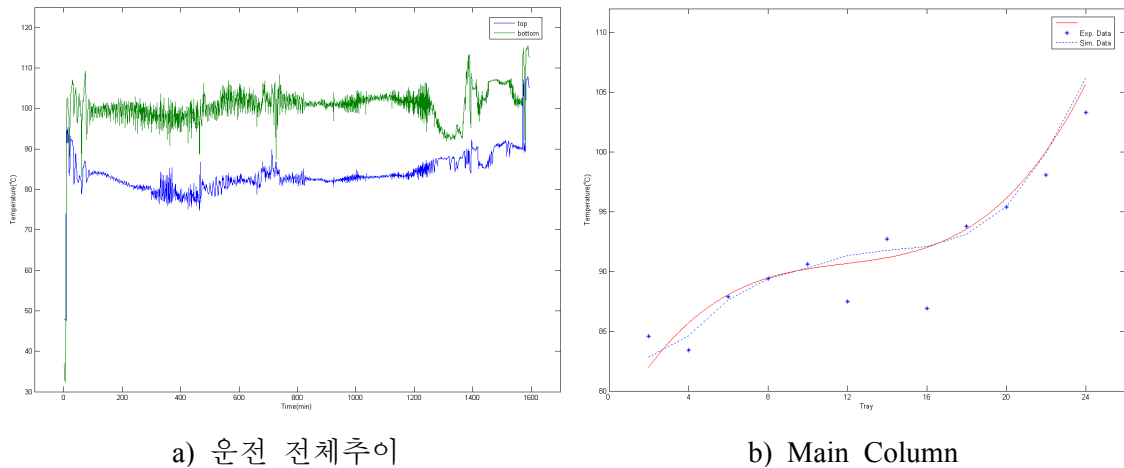


Fig.2 Temperature profile

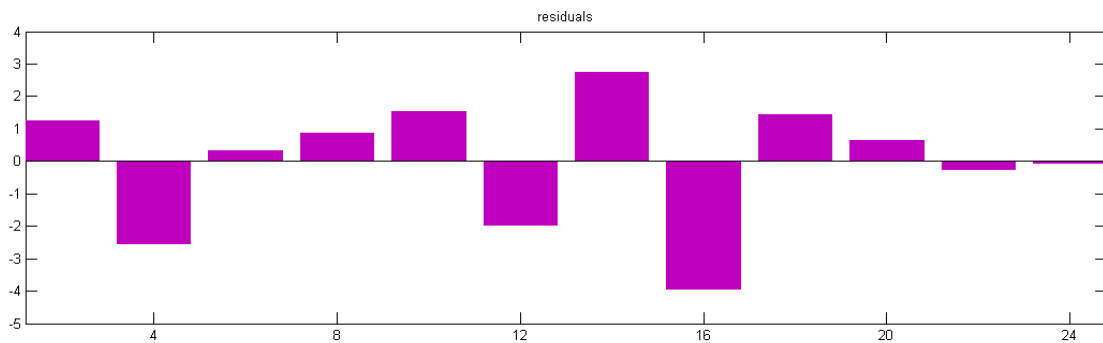


Fig.3

### 결론

본 연구를 통하여 3성분계 알콜 혼합물 분리를 위한 분리벽형 증류탑의 공정모사 및 운전기술을 실험을 통하여 수행하였으며 정밀한 공정모사기의 성능과 모사 기술을 확보하였으며 분리벽형증류기술을 적용하여 안정된 product를 생산할 수 있음을 보였다. 이는 차후 분리벽형증류기술의 상용화시 정밀공정모사기를 통한 우선대상물질의 선정이나 타당성 검토에 이용되며 안정된 분리벽형증류탑의 운전기술 확보로 실제산업현장에 적용하여 비용절감, 에너지효율 향상 등을 꾀할 수 있다.

### 감사

이 과제는 에너지 관리공단의 2006 에너지자원기술개발과제와 2단계 Bk사업에 의하여 지원되었습니다.

### 참고문헌

- [1] 이승현, 이문용, “분리벽형 증류탑의 구조 설계 및 분리 특성 연구”, KICChE, 45(1), pp. 39-45, 2007.
- [2] 이승현, 이문용, “분리벽형 증류탑을 적용한 필름공정의 폐용매 회수공정의 최적설계”, CASE, 12(12), pp. 1209-1214, 2006.
- [3] Ben-Guang, R., Andrzej, K., and Ilkka, T., "Synthesis of Heat-Integrated Thermally Coupled Distillation Systems for Multicomponent Separations", *Ind. Eng. Chem. Res.*, **42**(19), 4329-4339(2003).