

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4427572号
(P4427572)

(45) 発行日 平成22年3月10日(2010.3.10)

(24) 登録日 平成21年12月18日(2009.12.18)

(51) Int.Cl.		F I
BO1D 61/36	(2006.01)	BO1D 61/36
CO7C 31/08	(2006.01)	CO7C 31/08

請求項の数 2 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2007-305646 (P2007-305646)	(73) 特許権者	000006208 三菱重工業株式会社 東京都港区港南二丁目16番5号
(22) 出願日	平成19年11月27日(2007.11.27)	(74) 代理人	100099623 弁理士 奥山 尚一
(65) 公開番号	特開2008-253982 (P2008-253982A)	(74) 代理人	100096769 弁理士 有原 幸一
(43) 公開日	平成20年10月23日(2008.10.23)	(74) 代理人	100107319 弁理士 松島 鉄男
審査請求日	平成21年5月11日(2009.5.11)	(74) 代理人	100125380 弁理士 中村 綾子
(31) 優先権主張番号	特願2007-66285 (P2007-66285)	(72) 発明者	行本 敦弘 広島県広島市西区観音新町四丁目6番2号 三菱重工業株式会社 広島研究所内
(32) 優先日	平成19年3月15日(2007.3.15)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 脱水装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

脱水装置本体内に、
液体を通すための上下に延びる一以上の流路を有する水分離膜の下部に液体入口を、上部に液体出口を有してなる水分離膜部と、
該水分離膜部の外側面と、装置本体内壁とで規定されるシェル部とを備え、
該液体の出口付近の該シェル部に加熱手段が設けられ、
さらに、減圧手段を備え、
該液体の入口付近の該シェル部に前記減圧手段との接続口が設けられ、
前記シェル部にパツフル板が設けられ、
該液体が該水分離膜を上昇するにつれて、該液体中の水分が、該水分離膜を透過してシェル部に移動し、該液体が脱水される脱水装置。

【請求項2】

前記液体の出口付近のシェル部に不活性ガスの入口をさらに備える請求項1に記載の脱水装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、脱水装置に関する。さらに詳しくは、水との共沸組成を持つエタノールやプロパノールと水との混合物、あるいは酸と水との混合物などを効率的に脱水することがで

きる脱水装置に関する。

【背景技術】

【0002】

石油燃料を代替する燃料源として、エタノールが注目されており、その市場規模は、2010年に5500万キロリットルと予測されている。しかし、メタノールを燃料として採用するためには、トウモロコシ等のバイオ原料から得た粗製物を蒸留精製し、少なくとも99.7wt%以上に脱水しなければならない。

従来、脱水にあたっては、希薄エタノール水溶液を、蒸留塔で蒸留することにより、エタノール/水系の共沸点近くまで濃縮し、次いで脱水するといったことが行われている。

【0003】

脱水するための手法としては、エントレーナを加え、共沸蒸留で脱水する方法がある。しかし、この方法では、三成分系を共沸蒸留し、さらにエントレーナを回収するといった工程を踏む必要があり、多大の熱エネルギーを必要とするといったような幾つかの欠点があった。

【0004】

また、モレキュラーシープ槽を複数並列し、これらをバッチ切替しながら脱水する方法もある。しかし、この方法でも、モレキュラーシープ槽の再生に多大なエネルギーを消費するという難点があった。

【0005】

さらに、膜分離器を用いたパーペレーション法膜分離により、完全に相互溶解する液体混合物から水を分離する方法が知られている（特許文献1：特開平7-124444号公報）。パーペレーション法膜分離は、相互溶解する液体混合物の分離において、分離性のよさ、省エネルギーといった利点を有する。

【特許文献1】特開平7-124444号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

パーペレーション法膜分離は、エタノール燃料等の精製において有望な方法であるが、実用化に向けて、さらなる性能が求められている。特に、高純度のエタノール無水物等をさらに高い効率で得ることが求められている。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者らは、チューブラ型またはモノリス型の水分離膜反応器を用いてパーペレーション法膜分離を行った場合に、処理対象となる液体が、水分離膜反応器の入口から出口に向かうにつれて、液体の温度が低下することを見出した。図7に、水分離膜反応器の膜入口からの距離と、温度との関係を示す。液体温度の低下は、水分離膜の膜性能を表す透過フラックス（単位は kg/m^2h ）の低下につながる。すなわち、水分離膜反応器の後段である液体の出口付近で、膜性能が特に低下していることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】

上記目的を達成するために、本発明は、脱水装置であって、脱水装置本体内に、液体を通すための上下に延びる一以上の流路を有する水分離膜の下部に液体入口を、上部に液体出口を有してなる水分離膜部と、該水分離膜部の外側面と、装置本体内壁とで規定されるシェル部とを備え、該液体の出口付近の該シェル部に加熱手段が設けられ、さらに、減圧手段を備え、該液体の入口付近の該シェル部に前記減圧手段との接続口が設けられ、前記シェル部にパツフル板が設けられ、該液体が該水分離膜を上昇するにつれて、該液体中の水分が、該水分離膜を透過してシェル部に移動し、該液体が脱水されることを特徴とする。

【0009】

本発明の脱水装置は、他の形態においては、前記液体の出口付近のシェル部に不活性ガ

10

20

30

40

50

スの入口をさらに備えることを特徴とする。

【発明の効果】

【0026】

本発明によれば、水分離膜部後段における液体温度の低下を防止することにより、水分離膜部後段における膜分離性能を増大させ、全体として高い脱水性能を実現する脱水装置が提供される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0027】

以下に、本発明に係る脱水装置について、その実施の形態を参照しながらさらに詳細に説明する。

【0028】

図1に、本発明に係る脱水装置の一実施の形態を示す。

図1に示す脱水装置は、主たる構成要素として、脱水装置1本体内に、水分離膜部10と、シェル部11と、加熱手段12と、真空ダクト14とを備え、脱水装置本体には減圧装置13が接続される。

【0029】

図1Aは本発明に係る脱水装置1の概念図であり、図1Bは、図1AのA-Aにおける断面である。水分離膜部10は、水分離膜10dから構成されており、液体の入口10aが下端に、出口10bが上端にあって、その内部には液体の流路10cとして、液体を通すための上下に延びる一以上の中空部が形成されている。シェル部11は、水分離膜部10の側面の周囲に位置する。シェル部11内の上方であって、液体の出口10b付近には、加熱手段12が設けられている。いっぽう、シェル部11の下方であって、液体の入口10a付近には、真空ダクト14が設けられている。真空ダクト14は減圧装置13に接続されている。

【0030】

水分離膜部10は、液体を無水物と水とに分離する。かかる水分離膜部10としては、様々な形態のものが知られており、市販されている。本実施形態による水分離膜部としては、一例として、モノリス型のもの、チューブラ型の水分離膜部を用いることができる。

【0031】

図8Aおよび図8Bにモノリス型の水分離膜部110の例を挙げて説明する。図8Bは、図8AのC-Cにおける断面である。モノリス型の水分離膜部は、円柱状の水分離膜110dに液体を通すための上下に延びる一以上の中空部である液体の流路110cを複数設けたものである。通常、かかる形態の水分離膜においては、水分離膜内部の液体の流路110cを、膜の一次側、または供給側といい、水分離膜110dの外側を、膜の二次側、または透過側とよぶ。

【0032】

このような水分離膜部を用いたパーバレーション法膜分離においては、水分離膜部110を、好ましくは流路の方向が鉛直方向と平行になるように設置する。そして、水分離膜部110の透過側を減圧しながら、鉛直方向下側の入口110aから液体を供給し、重力と逆の向きに流して、鉛直方向上側の出口110bから液体を排出する。かかる操作により、液体中の水が、水蒸気となって、円柱状の水分離膜110dの側面から、透過側に引き抜かれる。その結果、水分離膜部出口110bから回収される液体は、脱水されたものとなっている。

【0033】

図示したモノリス型の水分離膜部110は、概略的なものであるが、一例として、直径が30mmの円柱状の水分離膜に対して、直径が3mmの穴を30個設けた水分離膜部を用いることができる。別の例として、直径が150~200mmの水分離膜部に対して、直径が2mmの穴を200個設けた水分離膜部を用いることができる。水分離膜部の長さは、所望の膜性能に応じて当業者が適宜決定することができるが、一例として、150m

10

20

30

40

50

mから1mのものを用いることができる。

【0034】

別の例として、図9Aおよび図9Bにチューブラ型の水分離膜部を挙げて説明する。図9Bは、図9AのD-Dにおける断面である。チューブラ型の水分離膜部210は、内部に液体の流路210cがひとつだけ設けられた管状の水分離膜210dである。チューブラ型の水分離膜部210も、その設置態様および作用効果は、モノリス型の水分離膜部と同様である。チューブラ型の水分離膜部の一例としては、外径が10mm、内径が7mmのものを用いることができ、別の例としては、外径が30mm、内径が22mmのものを用いることができる。長さは、一例として、150mmから1mのものを用いることができる。

10

【0035】

水分離膜部を構成する水分離膜の材質としては、無機材でナノオーダーまたはそれより小さい孔径が精密に制御された微細孔多孔膜を用いることができる。微細孔多孔膜は、小分子ガスを通し、大分子ガスを排除する分子ふるい効果を発現し、その透過係数は温度上昇とともに増加する活性化拡散の挙動を示す。微細孔多孔膜の例としては、炭素膜、シリカ膜、ゼオライト膜が挙げられる。本実施形態においては、水分離膜としては、細孔径10オングストローム以下のシリカ系又はゼオライト系の無機水分離膜が好適である。

【0036】

また、特許第2808479号記載の無機水分離膜も適用可能である。該特許第2808479号の無機水分離膜は、無機多孔体の細孔内に、エトキシ基又はメトキシ基を含むアルコキシシランの加水分解を経て得られたシリカゲルを担持することによって得られる耐酸性複合分離膜である。

20

【0037】

水分離膜部の形態、サイズ、および材質は、使用目的に応じて当業者が適宜選択することができる。

【0038】

シェル部11は、水分離膜部10の周囲にあって、水分離膜の透過側にあたり、水分離膜部10の側面から放出される水蒸気51の流路となる部分である。本実施形態において、シェル部11は、水分離膜部10の側面と、脱水装置1本体の内壁とにより規定される空間部分である。シェル部11は、水分離膜部10に供給する前の液体、または水分離膜部10から回収される液体50が流れ込むことがないように構成されている。

30

【0039】

シェル部11内部の上方であって、水分離膜部10の液体出口10b付近には、加熱手段12が設けられている。出口10b付近とは、水分離膜部10の出口10bを通過する液体を所望の温度に加熱することができる程度に近い場所をいう。加熱手段は、好ましくは出口10b付近の周囲に設置するが、一部に設置してもよい。加熱手段12は、水分離膜部10の出口付近の液体および、水分離膜部10からシェル部11に放出された水蒸気51を加熱する。加熱手段12としては、電熱ヒータやスチームなどの一般的なものを用いることができる。水分離膜部10を流れる液体50を、共沸点に達しない共沸点付近にまで、あるいは共沸点のない酢酸などと水の混合物の場合は100～150℃まで加熱することができるものであればよい。

40

【0040】

シェル部11の下方であって、水分離膜部10の入口10a付近には、真空ダクト14が設けられる。真空ダクト14は、減圧装置13に接続するための接続口となる。真空ダクト14から、シェル部11に放出された水蒸気51を回収する。真空ダクト14は、図示するように横向きに設けられてもよく、鉛直方向下向きに設けられてもよく、その向きが限定されるものではないが、シェル部11の最下面であって、加熱手段12から遠い箇所に設けられることが好ましい。シェル部11の一番下まで熱を対流させるためである。また、真空ダクト14は、複数ではなく、一つだけ設けることが好ましい。加熱手段12から真空ダクト14への一方向への、水蒸気51及び熱の対流を形成するためである。し

50

かし、実質的に一方向への水蒸気51及び熱の対流を形成することができる位置、向きであれば、複数の真空ダクト14を設けることもできる。

【0041】

減圧装置13は、シェル部11を減圧して、水分離膜部10から放出された水蒸気を吸引する手段である。圧力を、 $10 \sim 100 \text{ torr}$ ($1333.22 \sim 13332.2 \text{ Pa}$)程度にまで減圧するものであればよく、通常の減圧ポンプ等を用いることができる。

【0042】

次に、本実施の形態に係る脱水装置1により液体を脱水する方法の一形態を説明する。本実施の形態に係る脱水装置1の対象とする液体は、一般的には、水と相互溶解する液体と、水との混合物である。具体的には、エタノールと水との混合物、プロパノールと水との混合物、又は酢酸などの酸と水との混合物が挙げられる。本実施形態にかかる方法によれば、これらを、例えば燃料用途に好適な99.7%の無水物にまで脱水し、または半導体基板洗浄用途の99.99%以上にまで脱水する。液体は、原料となる混合物を、蒸留塔やアルコール選択膜で処理して、アルコールまたは酸の濃度を、80~95wt%としたものである。なお、処理対象となる液体は、加圧した液体であってもよい。加圧した液体を用いることで、本実施の形態に係る脱水装置1に供給する液体をガス化させることなく、液体の温度を上げることができる。この場合、例えば、 1.5 atm から 10 atm 、好ましくは 2 atm から 3 atm に加圧した液体を用いることができる。以下、燃料として有用なエタノールと水との混合物を液体の一例として脱水方法を説明する。本実施の形態に係る脱水装置に供給する液体におけるエタノール濃度は、好ましくは、95wt%である。

【0043】

図1に示すように、95wt%のエタノールと、5wt%の水との混合物である液体50を熱交換器で昇温した後、水分離膜部10の液体入口10aから供給する。液体50の水分離膜部10への供給流速は、 $0.5 \sim 1 \text{ m/sec}$ とすることが好ましい。しかし、供給流速は、透過フラックスとの関係で、当業者が適宜決定することができる。また、液体50の供給時の温度は、エタノールと水との共沸点に近いが共沸点(約80)未満である70から80未満とすることが好ましい。液体50の温度が高いほど、透過フラックスが大きくなり、膜性能が上がるいっぽうで、共沸点より高い温度では、液体50の一部が気化し、蒸発潜熱を奪うためである。

【0044】

水分離膜部10に50液体を供給するとき、シェル部11を減圧する。このとき、シェル部11の圧力が、 $10 \sim 100 \text{ torr}$ ($1333.22 \sim 13332.2 \text{ Pa}$)程度となるように減圧することが好ましい。水分離膜の供給側と透過側の差圧により分離を促進するためである。減圧は、シェル部11下方に設けた真空ダクト14より行う。シェル部11の上方では、加熱手段12により水分離膜部10の出口付近を加熱する。液体50が共沸点付近であって共沸点未満になるまで加熱することが好ましい。具体的には、液体が70から80未満となるように加熱することが好ましい。

【0045】

液体50は、水分離膜部10の下から上へ流路10cを流れる。このあいだに、液体50中の水が、分離膜10dを介してシェル部11へ水蒸気51として取り出される。水の気化により液体51は、随時気化熱を奪われるが、出口10b付近が加熱されているため温度が低下することなく保たれる。したがって、出口10bから回収される液体50は、温度は供給時と同程度で、含有水濃度が低下したものとなっている。

【0046】

シェル部11へ放出された水蒸気51は、シェル部11の上方から下方へと対流する。これは、シェル部11上方を加熱していると同時に、シェル部11下方から減圧吸引しているためである。水蒸気51は、図1Bに示すように、ダクト14に向かって対流しながら、分離膜10dを介して流路10c内の液体50を昇温する。そして、水蒸気51はシェル部11下方の真空ダクト14から回収される。回収された水蒸気51は、その後段で

10

20

30

40

50

、熱交換器等の冷却器で凝縮される。図1には、二つの加熱手段12が設けられている形態を示したが、ダクト14からいちばん遠い位置、すなわち図1Aのシェル部11の左上に一つの加熱手段が設置されれば、図1Aのシェル部11の右下のダクト14まで、熱が対流することとなる。

【0047】

本実施形態では、説明を簡単にするため、一つの水分離膜部10を備える脱水装置1の形態を図示したが、本発明にかかる脱水装置は、脱水装置本体内に複数の水分離膜部を並列に接続して備えるものであってもよい。この場合、複数の水分離膜部は、脱水装置本体内に平行に設置する。すなわち、複数の水分離膜部の液体入口10aが装置本体内で略同じ高さに位置し、同様に、複数の水分離膜部の液体出口10bが略同じ高さに位置することになる。そして、加熱手段は、各水分離膜部の出口付近を、いずれも同じ温度にまで加熱昇温することができるような位置、態様で設けることができる。そして、かかる形態においても、シェル部11は、脱水装置本体の内壁と、複数の水分離膜部10の外側面とで規定される一つの連続した空間となっていて、その内部を熱および水蒸気が上部から下部に向けて対流することができる。脱水装置本体内に複数の水分離膜部を並列に接続して設けることにより、一つの脱水装置にて一度に処理する液体の量を増やすことができる。

10

【0048】

図1に示す本実施の形態にかかる方法によれば、液体を水分離膜部10の出口付近で加熱することにより、膜性能を上げることができる。

膜性能は、透過フラックスで評価することができ、透過フラックスは温度に比例することが知られている。本実施形態において好ましく用いられる水分離膜は、約40 から約80 まで変化させると、透過フラックスが約3倍まで増加する。液体を、水分離膜部10の入口10aから出口10bに至るまで70 から80 未満に保持することによって、水分離膜部10の全ての箇所で、高い透過フラックスを得ることができ、膜性能を高めることができる。具体的には、従来技術と比較して、透過フラックスを約50%上げることができる。そして、液体中のエタノール濃度が、燃料に適する99.7wt%以上となるまで脱水することができる。

20

【0049】

次に、図2に本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を示す。

本実施の形態では、シェル部11の上方に不活性ガス入口15を備え、加熱手段が設けられていない。また、シェル部11の下方には不活性ガス出口となる排気ダクト14を備え、排気ダクトに減圧装置は接続されていない。他の構成要素は、図1について説明した実施の形態と同様であり、同一番号を付した構成要素は、同一の構成・作用を持つ。

30

【0050】

本実施の形態にかかる脱水装置101を用いたエタノールと水との混合物の脱水方法において、不活性ガス52を、不活性ガス入口15から供給する。不活性ガス52としては、一例として、窒素、アルゴンなどを用いることができる。供給される不活性ガス52の流速は、例えば、5~15m/secとすることが好ましい。しかし、かかる速度は、シェル部11の容積との関係で当業者が適宜決定することができる。不活性ガス52は、脱水装置101の外部に設けられた加熱手段19により加熱、昇温することができる。供給時の不活性ガス52の温度は、出口10b付近の液体温度を70から80 未満に昇温できる温度とすることができる。

40

【0051】

高温でシェル部11に供給された不活性ガス52は、水分離膜10dを介して出口10b付近を流れる液体50を昇温する。そして、不活性ガス52はシェル部11を上から下へ流れ、排気ダクト14から回収される。このとき、シェル部11において上方から下方へ向かう、不活性ガス52および熱の対流が形成される。分離膜10dから放出される水蒸気51は、この対流により、不活性ガス52といっしょに排気ダクト14から回収される。

【0052】

50

また、図 2 に示した本発明に係る脱水装置の変形形態として、不活性ガス 5 2 の加熱手段を、脱水装置 1 0 1 本体の外部ではなく、脱水装置 1 0 1 本体内部のシェル部 1 1 の上方に備えることもできる。

【 0 0 5 3 】

図 2 に示した本発明に係る脱水装置の別の変形形態として、脱水装置 1 0 1 のシェル部 1 1 の上方に加熱手段をさらに備え、ダクトに減圧装置を接続した形態の脱水装置とすることもできる。かかる脱水装置を用いた脱水方法において、不活性ガスを不活性ガス入口 1 5 からシェル部に供給する。このとき、不活性ガスの流速は、例えば、 $0.1 \sim 5 \text{ m/s}$ とすることが好ましく、 $0.1 \sim 1 \text{ m/s}$ とすることがより好ましい。同時に、減圧装置によりシェル部を減圧する。このとき、シェル部の圧力が、 $10 \sim 100 \text{ torr}$ ($1333.22 \sim 13332.2 \text{ Pa}$) 程度となるように減圧することが好ましい。

10

【 0 0 5 4 】

図 2 に示した本発明に係る脱水装置およびその変形形態によれば、シェル部 1 1 へ不活性ガス 5 2 を供給することにより、シェル部 1 1 において上方から下方へ向かう、不活性ガス 5 2 及び水蒸気 5 1 の対流および熱の対流を形成して、水分離膜部 1 0 の出口 1 0 b 付近で液体 5 0 を昇温することができ、図 1 にかかる実施の形態と同様の効果が得られる。

【 0 0 5 5 】

次に、図 3 に本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を示す。

20

本実施の形態では、複数の水分離膜部 1 0 が脱水装置 2 0 1 本体内に平行に配置され、一の水分離膜部 1 0 の出口 1 0 b と別の水分離膜部 1 0 の入口 1 0 a とが、管 1 7 によって直列に接続されている直列処理型である。複数の水分離膜部 1 0 を脱水装置 2 0 1 本体内に平行に設置することにより、全ての水分離膜部 1 0 の入口 1 0 a が脱水装置 2 0 1 の下方の略同じ高さに位置し、出口 1 0 b が脱水装置 2 0 1 の上方の略同じ高さに位置する。したがって、各水分離膜部 1 0 の入口 1 0 a 付近のシェル部 1 1 にダクト 1 4 が位置し、出口 1 0 b 付近のシェル部 1 1 に加熱手段 1 2 が位置している。直列に接続する水分離膜部 1 0 の数は、例えば、 $3 \sim 5$ とすることができる。しかし、各水分離膜部 1 0 の仕様や性能、処理対象となる液体の所望の純度によって、当業者が接続する数を適宜決定することができる。

30

【 0 0 5 6 】

各水分離膜部 1 0 の前段の管 1 7 には、好ましくは、熱交換器 1 9 を設ける。複数の水分離膜部 1 0 が図示するような位置関係で設置されているため、熱交換器 1 9 は、脱水装置 2 0 1 本体の外側に一つだけ設け、複数の管 1 7 をいっしょに加熱、昇温することができる。

【 0 0 5 7 】

本実施の形態にかかる脱水装置 2 0 1 を用いたエタノールと水の混合液体の脱水方法において、ある水分離膜部 1 0 の出口 1 0 b から回収された液体 5 0 を、別の水分離膜部 1 0 の入口 1 0 a に供給し、次いでまた別の水分離膜部 1 0 の入口 1 0 a に供給する。このとき、水分離膜部 1 0 から回収された液体 5 0 を、好ましくは熱交換器 1 9 等で冷却防止し、又は昇温してから次の水分離膜部 1 0 に供給する。各水分離膜部 1 0 は、図 1 にかかる実施の形態と同様にシェル部 1 1 の加熱手段 1 2 により、出口 1 0 b 付近が加熱される。これにより、直列に接続された各水分離膜部 1 0 を流れる液体 5 0 は、すべて、エタノールの共沸点付近であって、共沸点未満の温度に保持される。したがって、各水分離膜部 1 0 において図 1 にかかる実施の形態と同様の効果が得られる。そして、そのような水分離膜部 1 0 が直列に複数接続されていることで、全体としてより高い膜性能が得られ、液体を純度の高いエタノールにまで脱水することができる。

40

【 0 0 5 8 】

次に、図 4 A および 4 B に本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を示す。図 4 B は、図 4 A を B - B で切断した断面図である。

50

本実施の形態では、図4Aに示すように、図1に示す脱水装置のシェル部11にさらにバッフル板18が設けられている。バッフル板18は、熱交換器で用いられる通常のものを用いることができる。また、その数は、脱水装置の規模に応じて設計的に数を変更することができる。

【0059】

本実施の形態にかかる脱水装置301を用いた脱水方法において、図4Aおよび4Bに示すように、水蒸気51はバッフル板により規定された流路を流れていく。シェル部11を流れる水蒸気51は、バッフル板18を設けることで、流路が長くなり、流速が上昇することになる。これによりシェル部11の伝熱量を上げることができる。そして、水蒸気51は、水分離膜部10を流れる液体をシェル部11から昇温しながらダクト14から回収される。このように、伝熱量の上昇により、液体50を効率的に昇温し、膜性能を高めることができる。

10

【0060】

次に、図10Aおよび図10Bに本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を示す。図10Bは、図10AのE-Eにおける断面である。

本実施の形態では、図10Aおよび図10Bに示すように、水分離膜部に一以上のヒータ20が液体の流路10cと平行方向に設置される。各ヒータ20は脱水装置401本体の外部に設けられたヒータ本体21と接続される。シェル部11の上方には加熱手段は設けられていない。他の構成要素は、図1について説明した実施の形態と同様であり、同一番号を付した構成要素は、同一の構成・作用を持つ。本実施形態においては、ヒータ20が水分離膜部10に組み込まれていることを特徴とする。

20

【0061】

ヒータ20は棒状であり、ヒータ本体21はヒータ20を加熱するための装置である。ヒータ20とヒータ本体21は加熱手段を構成する。ヒータ本体21は、脱水装置401の外側またはシェル部11に設けられ、各ヒータ20と接続される。ヒータとしては、電熱ヒータやスチーム熱交換器などの一般的なものを用いることができる。ヒータの材質は、鉄、銅、ステンレス等を用いることができるがこれらに限定されない。ヒータ20の材質は水分離膜の材質に悪影響を与えないものであることが好ましい。ヒータ20のサイズは直径0.1mmから10mm、長さ10mmから2mのものを用いることができる。水分離膜部10に設置されるヒータの本数は1本から2000本とすることができるが、これに限定されない。

30

【0062】

水分離膜部10におけるヒータ20の設置位置は、流路10cを流れる液体の温度を所望の温度に加熱できるものであればよい。図10Aにおいて、ヒータは水分離膜部の下端10aまで達していないが、下端10aまで達していてもよい。ヒータは水分離膜部上端10bから全長の2分の1の位置に設置されていてもよい。好ましくは、上端10bから全長の3分の1から4分の1までの位置である。ヒータの材質、サイズ、および本数は、水分離膜部の性能および使用目的に応じて当業者が適宜変更することができる。

【0063】

図11Aおよび図11Bに本実施形態に係るモノリス型の水分離膜部310の例を挙げて説明する。図11Aは平面図であり、ヒータ本体21およびヒータ20とヒータ本体21との接続手段は図示していない。図11Bは、図11AのF-Fにおける断面である。同一番号を付した構成要素は、同一の構成・作用を持つ。本実施形態に係るモノリス型の水分離膜部は、図8に示す水分離膜部310の水分離膜310dに、ヒータ20が液体の流路310cと平行方向に設置される。これにより、流路を流れる液体が加熱、昇温され、高い膜性能が得られる。本実施形態に係るモノリス型の水分離膜部の一例としては、図8で説明したのと同様に、直径30mm、長さ150mmであり、直径3mmの穴が30個設けられており、直径が3.0mm、長さ50mmのヒータ20が水分離膜部の上端310bから50mmまでの位置に3本設置され、200に加熱されるものを用いることができるが、これに限定されない。

40

50

【0064】

水分離膜部310の製造過程において、ヒータ20を水分離膜310dに設置することにより得た水分離膜部を適用することもできる。

【0065】

本実施形態に係るモノリス型の水分離膜部の別の例としては、図12Aおよび図12Bに示すように、ヒータ20は水分離膜410dに設置されるのではなく、液体の流路410c中に挿入されたものを用いることもできる。図12Bは、図12AのG-Gにおける断面である。ヒータ20が流路410c中に設置される場合は、ヒータ20が設置された流路410cには液体50は流れ込まないように構成される。ヒータ20の直径および流路410cの直径は図示した寸法には限定されない。本実施形態による加熱の効果が達成される限り、ヒータ20と流路410cの内壁との間に空隙があってもよい。具体的には、ヒータ20と流路410cの内壁との間の隙間は0.1mmから2.0mmあってもよい。一例としては、図8で説明したのと同様に、直径30mm、長さ150mmの水分離膜部に設けられた直径3mmの30個の穴のうち9個の穴に、直径0.5mm、長さが50mmのヒータ20が水分離膜部の上端410bから50mmまでの位置に設置され、200に加熱されるものを用いることができるが、これに限定されない。

10

【0066】

別の例として、図13Aおよび図13Bに本実施形態に係るチューブラ型の水分離膜部510の例を挙げて説明する。図13Bは、図13AのH-Hにおける断面である。本実施形態に係るチューブラ型の水分離膜部510は、図9Aおよび図9Bに示す水分離膜部210の水分離膜210dに、ヒータ20が液体の流路510cと平行方向に設置される。その設置態様および作用効果は、図11のモノリス型の水分離膜部と同様である。本実施形態におけるチューブラ型の水分離膜部510の一例としては、図9で説明したのと同様に、外形10mm、内径7mm、長さ150mmの水分離膜部の水分離膜510dに、直径3.0mm、長さ50mmのヒータ20を上端510bから50mmまでの位置に1本設置し、200に加熱するものを用いることができるが、これに限定されない。

20

【0067】

本実施形態に係るチューブラ型の水分離膜部510はモノリス型の水分離膜部310と同様の方法によって製造されたものを適用することができる。

【0068】

本実施形態に係る脱水装置401を用いたエタノールと水との混合物の脱水方法において、水分離膜部に設置したヒータ20は水分離膜の内側において分離膜を介して流路10cを流れる液体50を昇温する。ヒータ20は液体50の温度を70から80未満に昇温できる温度とすることができる。膜内部から加熱することにより、効率的に液体を昇温し、水分離膜部後段においても高い膜性能を得ることができる。水分離膜10dからシェル部へ放出される水蒸気51及び熱は、シェル部11の下方において減圧吸引しているため、シェル部11の上方から下方へ対流し、真空ダクト14から回収される。シェル部の圧力は10~100torr(1333.22~13332.2Pa)程度となるように減圧することが好ましい。本実施形態に係る脱水装置401により効率的に液体50を昇温することができ、単位膜面積あたりの脱水量が増加するという利点を得られる。

30

40

【0069】

次に、図5に、本発明に係る脱水システムの一実施の形態を示す。

図5の脱水システムは、主たる構成要素として、脱水装置1と、液体中の無水物または水分の濃度分析装置2と、流量調節装置3と、熱交換器と、減圧装置13とを備えている。無水物または水分の濃度分析装置2は脱水装置1の後段に設けられている。流量調節装置3は脱水装置1の前段に設けられている。そして、無水物または水分の濃度分析装置2と流量調節装置3とが接続されている。熱交換器は、脱水装置1の前段であって、流量調節装置3の後段に設けられている。減圧装置13は脱水装置1に接続されている。

【0070】

脱水装置1は、図1から図4について説明した任意の実施の形態のものとすることがで

50

き、同一の構成・作用を持つ。なお、図5に示した脱水装置1は模式的なものであって、液体の流れの向きや、複数の水分離膜部の設置方向や入口及び出口の位置を正確に示したのではない。

無水物または水分の濃度分析装置2は、脱水装置1から回収された液体50中の、無水物または水分の濃度を測定することにより、脱水の効果を測定するものである。具体的には、ガスクロマトグラフィー分析装置、密度計などを用いることができる。オンラインで測定することができるものが好ましい。

流量調節装置3は、脱水装置1に供給する液体50の量を調節する。流量調節装置3は無水物または水分の濃度分析装置2からの濃度情報に応じて、脱水装置1に供給する液体50の量を増減させるように、バルブ4をコントロールするものを使用することができる

10

【0071】

次に、本実施の形態に係る脱水システムにより、エタノールと水の混合物である液体を脱水する方法の一形態を説明する。

図5に示すように、95wt%のエタノールは、熱交換器を経て昇温され、脱水装置1に送られる。脱水装置1では、液体50から水が分離され、エタノール濃度が高くなった液体が回収される。脱水装置1の後段の無水物または水分濃度分析装置2であるガスクロマトグラフィーでは、回収された液体50中のエタノール濃度を測定する。エタノール濃度の測定は、オンラインで随時行う。そして、ガスクロマトグラフィーは、測定結果を、ガスクロマトグラフィーに接続されている流量調節装置3に送信する。流量調節装置3では、エタノール濃度の測定結果に応じて、脱水装置1に供給する液体50量を調節する。具体的には、エタノール濃度が低いときには、脱水装置1に供給する液体50量を低減させるようにする。かかる操作により、脱水装置1出口のエタノール濃度をモニタリングし、流量調節装置3にフィードバックすることで、安定した品質のエタノールを得るシステムを実現することが可能となる。

20

【0072】

図5に示す本実施形態の変形形態として、濃度分析装置2のみを含み、流量調節装置を含まない脱水システムとすることもできる。このとき、ガスクロマトグラフィーなどの濃度分析装置は、回収されるエタノールの濃度を単にモニタリングすることができ、場合により、例えば水分離膜の取替え時期の指標を得ることができる。

30

【0073】

図5に係る実施の形態およびその変形形態によれば、濃度分析装置2を備えることにより、脱水装置1出口でのエタノールなどの無水物の濃度または水分の濃度を検出することができるため、安定した脱水システムとすることができる。

【0074】

次に、図6に、本発明に係る脱水システムの別の実施の形態を示す。

図6の脱水システムは、主たる構成要素として、第一の脱水装置1と、第二の脱水装置1と、混合機5とを備えている。隣り合う二つの脱水装置1は、管で直列に接続されている。そして、混合機5は、第一の脱水装置の後段であって、第二の脱水装置の前段に設けられる。

40

【0075】

脱水装置1は、図1から図4について説明した任意の実施の形態のものとしてすることができる。特に、図6の脱水システムにおいては、第一の脱水装置1が、装置本体内に複数の水分離膜部10を並列に備えるものである。

混合機5は、第一の脱水装置1から回収された、脱水された液体を混合するものである。混合機5としては、たとえば、管中に設けられた羽根状のものを用いることができる。

【0076】

次に、本実施の形態に係る脱水システムにより、エタノールと水の混合物を脱水する方法の一形態を説明する。

図6に示すように、95wt%のエタノールを含む液体50は、熱交換器を経て昇温さ

50

れた後、第一の脱水装置 1 に送られる。第一の脱水装置 1 では、各水分離膜部で液体 5 0 から水が水蒸気 5 1 として分離され、エタノール濃度が高くなった液体 5 0 が回収される。液体 5 0 は、各水分離膜部の個体差によりエタノール濃度が異なる場合がある。これらの液体 5 0 は、次いで、一つの管に集められて混合機 5 に供給される。そして、混合機 5 で十分に混合され、均一の濃度になって、第二の脱水装置 1 に供給される。第二の脱水装置 1 では、液体 5 0 からさらなる水が水蒸気 5 1 として分離され、さらに純度の高い無水エタノールが回収される。

【 0 0 7 7 】

本実施形態の変形形態として、三以上の脱水装置 1 が管で直列に接続されているものであってもよい。この場合も、同様に二段目以降の各脱水装置の前段に混合機が設けられる。また、本実施の形態に係る脱水システムでは、濃度測定装置 2 及び流量調節装置 3 を含まないものであってもよい。また、脱水装置 1 が減圧装置に接続される代わりに、図 2 に示すような不活性ガスを流す形態のものであってもよい。

【 0 0 7 8 】

図 6 にかかる実施の形態およびその変形形態によれば、混合機 5 を備えることにより、複数の水分離膜部を備える脱水装置 1 において生じうる、各水分離膜部から回収される液体 5 0 の無水物濃度のばらつきをなくし、均一化したうえで、次の脱水装置 1 に送ることができる。かかる操作をしないと、第一の脱水装置での脱水が無駄になってしまう場合がある。例えば、ある水分離膜部では、回収されたあとの液体の無水物濃度が目的濃度以上の 99.9% にまで脱水されており、別の水分離膜部では目的濃度に達しない 97.0% にまでしか脱水されなかった場合、混合機 5 がないと、それらは、そのままの濃度で第二の脱水装置に供給することになる。このとき、無水物濃度が 99.9% の液体を二段目の水分離膜部に供給し、脱水しても、大きな脱水効果が得られることはなく、かかる処理が無駄になってしまう一方、無水物濃度が 97.0% の液体を二段目の水分離膜部に供給し、脱水しても、目的濃度に達することができず、最終的に得られる無水物濃度が全体として目的濃度に達しない場合がある。これに対し、混合機 5 で液体 5 0 中の無水物濃度を均一化し、第二の脱水装置 1 に供給した場合、少なくとも無駄な工程は生じず、第一の脱水装置 1 での脱水効果が次の脱水装置 1 で生かされることになる。このように、混合機 5 を備えることで、一つの脱水装置 1 での脱水効果を確実に次の装置に反映させ、総合的な脱水システムとしての安定化を図ることができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 7 9 】

【 図 1 】 本発明に係る脱水装置の一実施の形態を説明する概念図である。

【 図 2 】 本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 3 】 本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 4 】 本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 5 】 本発明に係る脱水システムの一実施の形態を説明する概念図である。

【 図 6 】 本発明に係る脱水システムの他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 7 】 水分離膜の入口から出口までの液体の温度分布を示すグラフである。

【 図 8 】 本発明に係る水分離膜部の一実施の形態を説明する概念図である。

【 図 9 】 本発明に係る水分離膜部の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 10 】 本発明に係る脱水装置の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 11 】 本発明に係る水分離膜部の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 12 】 本発明に係る水分離膜部の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 図 13 】 本発明に係る水分離膜部の他の実施の形態を説明する概念図である。

【 符号の説明 】

【 0 0 8 0 】

1、101、201、301、401 脱水装置

2 濃度測定装置

3 流量調節装置

10

20

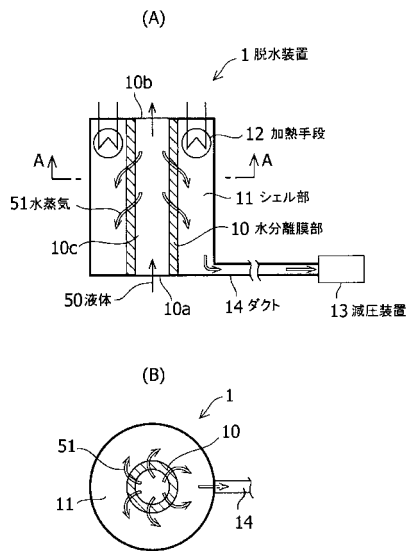
30

40

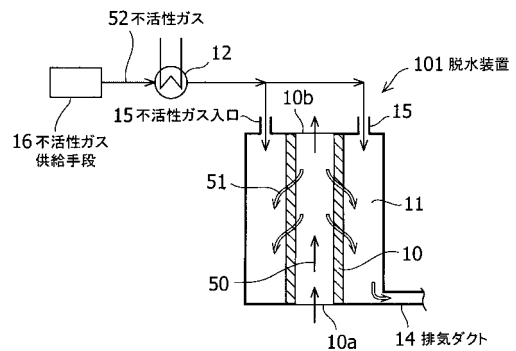
50

4	バルブ	
5	混合機	
10、110、210、310、410、510		水分離膜部
10a、110a、210a、310a、410a、510a		液体の入口
10b、110b、210b、310b、410b、510b		液体の出口
10c、110c、210c、310c、410c、510c		流路
10d、110d、210d、310d、410d、510d		水分離膜
11	シェル部	
12	加熱手段	
13	減圧装置	10
14	ダクト	
15	不活性ガス入口	
16	不活性ガス供給手段	
17	管	
18	バッフル板	
19	熱交換器	
20	ヒータ	
21	ヒータ本体	
50	液体	
51	水蒸気	20
52	不活性ガス	

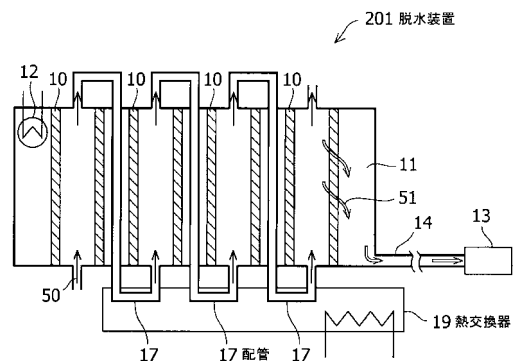
【図1】



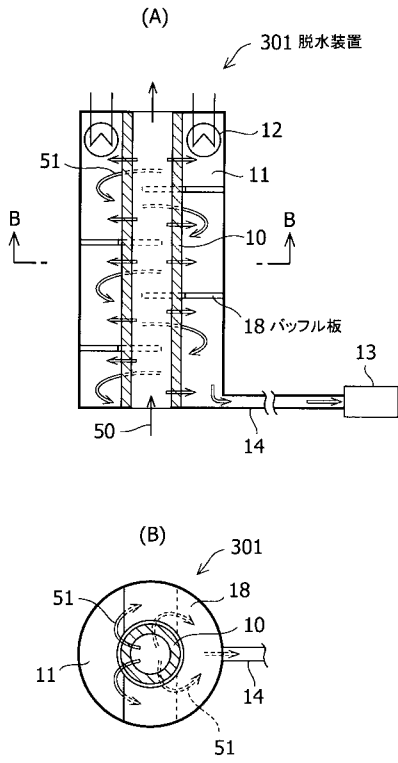
【図2】



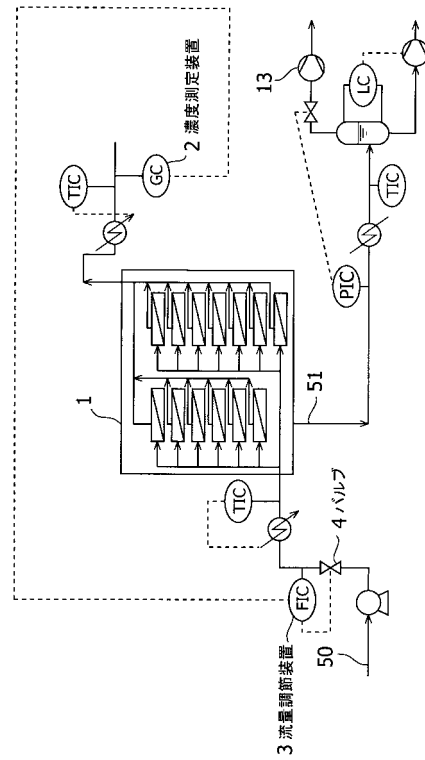
【図3】



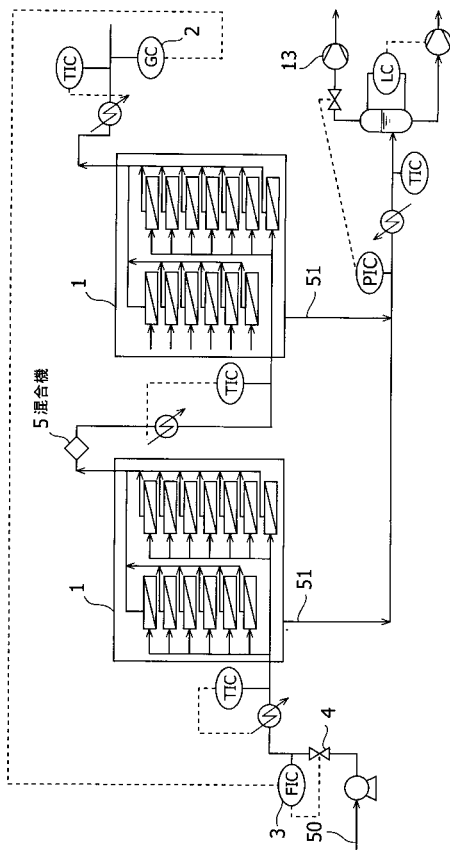
【図4】



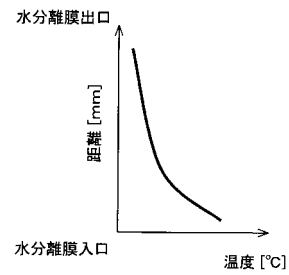
【図5】



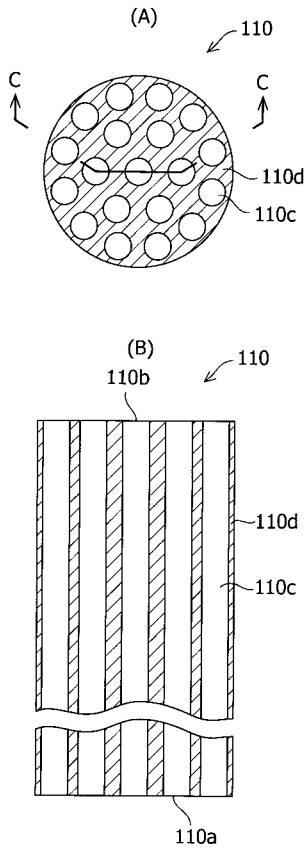
【図6】



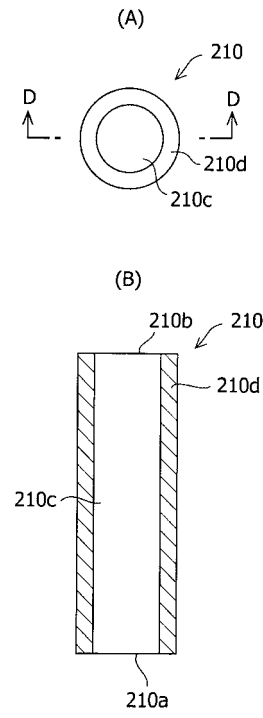
【図7】



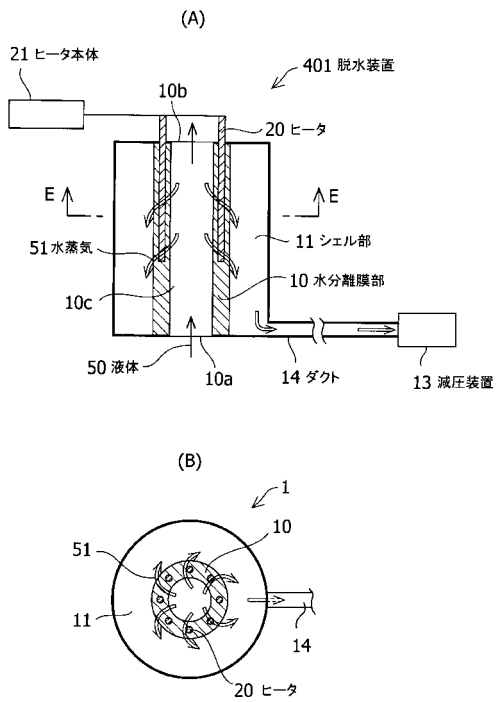
【 図 8 】



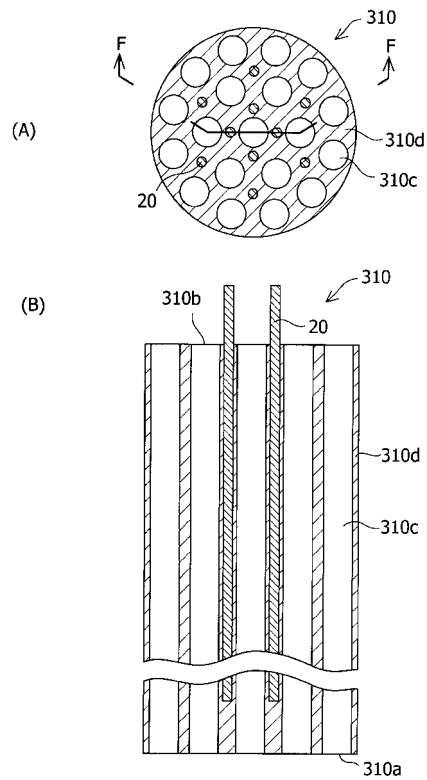
【 図 9 】



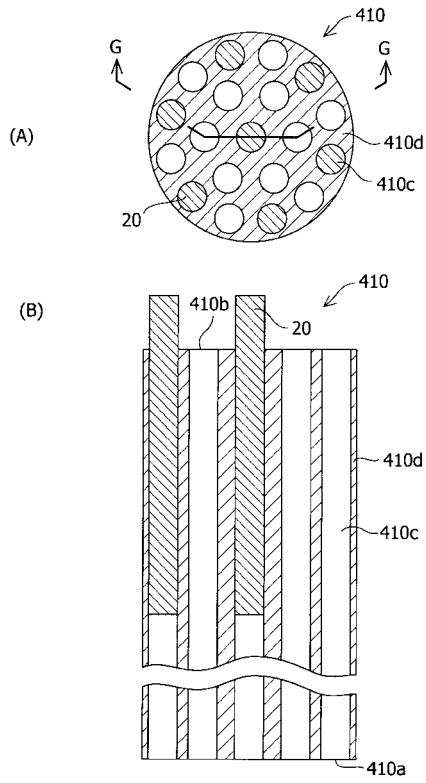
【 図 10 】



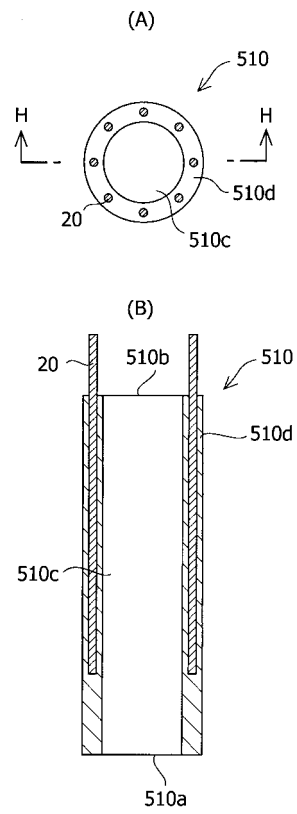
【 図 11 】



【 図 1 2 】



【 図 1 3 】



フロントページの続き

- (72)発明者 大空 弘幸
広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号 三菱重工業株式会社 広島研究所内
- (72)発明者 清木 義夫
広島県広島市西区観音新町四丁目6番22号 三菱重工業株式会社 広島研究所内
- (72)発明者 平山 晴章
広島県三原市糸崎南一丁目1番1号 三菱重工業株式会社 プラント・交通システム事業センター内

審査官 目代 博茂

- (56)参考文献 特開平02-229529(JP,A)
特開平02-071829(JP,A)
特公昭44-009443(JP,B1)
特開平10-180046(JP,A)
特開昭62-237906(JP,A)
特公平02-059394(JP,B2)
特開平01-236905(JP,A)
特開2005-066473(JP,A)
特公昭56-033962(JP,B2)
特開2008-221176(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D61/00-71/82
C02F1/44
B01D53/22