



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2014년02월05일  
 (11) 등록번호 10-1359260  
 (24) 등록일자 2014년01월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*B01J 8/38* (2006.01) *B01J 19/18* (2006.01)  
*B01F 3/12* (2006.01) *C08G 75/02* (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2012-7025660  
 (22) 출원일자(국제) 2012년02월23일  
 심사청구일자 2012년09월28일  
 (85) 번역문제출일자 2012년09월28일  
 (65) 공개번호 10-2012-0138788  
 (43) 공개일자 2012년12월26일  
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2011/053994  
 (87) 국제공개번호 WO 2011/108420  
 국제공개일자 2011년09월09일  
 (30) 우선권주장  
 JP-P-2010-044358 2010년03월01일 일본(JP)  
 (56) 선행기술조사문헌  
 US20080025143 A1  
 WO2005033058 A1  
 JP소화54012265 A  
 WO2005032736 A1

(73) 특허권자  
 가부시끼가이샤 구레하  
 일본 도쿄도 주오쿠 니혼바시 하마쵸 3쵸메 3반 2고  
 (72) 발명자  
 교이즈미 도모요시  
 일본 1038552 도쿄도 주오쿠 니혼바시 하마쵸 3쵸메 3반 2고 가부시끼가이샤 구레하 내  
 기쿠찌 기미히코  
 일본 1038552 도쿄도 주오쿠 니혼바시 하마쵸 3쵸메 3반 2고 가부시끼가이샤 구레하 내  
 (74) 대리인  
 성재동, 장수길

전체 청구항 수 : 총 16 항

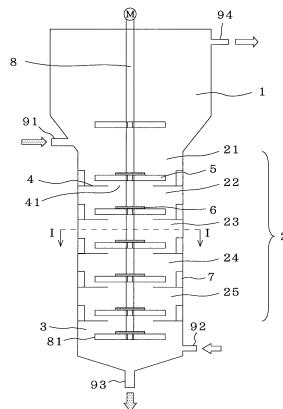
심사관 : 김은희

(54) 발명의 명칭 **탑형 고액 향류 접촉 장치, 고체 입자의 세정 장치 및 방법**

**(57) 요약**

탑정부, 탑 본체부 및 탑저부를 갖고, 탑 본체부에, 환상 구획관에 의해 서로 구획되고 수직 방향으로 연속 형성된 복수개의 교반실을 구비하고, 각 교반실 내에, 패들 날개(날개 직경/교반실의 직경 $\geq 0.65$ , 또한, 날개 폭/교반실의 직경 $\leq 0.10$ ) 및 배플이 배치되고, 상기 패들 날개의 하방에 위치하는 연통구의 적어도 일부를 덮는 크기의 원반이, 교반축 또는 상기 패들 날개에 설치되어 있는, 탑형 고액 향류 접촉 장치, 폴리알릴렌술퍼드(PAS) 입자 등의 고체 입자의 세정 장치 및 PAS의 제조 장치, 및 고액 향류 접촉 방법, PAS 입자 등 고체 입자의 세정 방법 및 PAS의 제조 방법을 제공한다.

**대표도** - 도1



**특허청구의 범위**

**청구항 1**

담정부, 담 본체부 및 담저부를 갖는 고체 입자와 액체를 향류 접촉시키는 탑형 고액 향류 접촉 장치이며, 상기 담 본체부에, 중앙에 연통구를 갖는 각 환상 구획판에 의해 서로 구획되고 수직 방향으로 연속 형성된 복수개의 교반실을 구비하고,

각 교반실 내에,

각 환상 구획판의 연통구를 관통하는 공통된 회전축에 고정된 패들 날개이며,

이하의 수학적 식 1 및 수학적 식 2

수학적 식 1: (패들 날개의 날개 직경)/(교반실의 직경) ≥ 0.65

수학적 식 2: (패들 날개의 날개 폭)/(교반실의 직경) ≤ 0.10

을 만족하는 상기 패들 날개 및

담 본체부의 내벽면을 따라 수직 방향으로 연장되는 적어도 1개의 배플이 배치된 구조를 갖고, 또한,

상기 패들 날개의 하방에 위치하는 연통구의 적어도 일부를 덮는 크기의 원반이, 상기 패들 날개에 인접하고, 상기 회전축의 외주와 원반 사이에 공극이 없도록, 상기 회전축 또는 상기 패들 날개에 설치되어 있는 것을 특징으로 하는, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 2**

제1항에 있어서, (a) 상기 담정부에, 고체 입자 또는 고체 입자를 함유하는 슬러리를 공급하기 위한 고체 입자 입구,

(b) 상기 담정부의 상기 고체 입자 입구보다도 상방에, 액체를 배출하기 위한 액체 출구,

(c) 상기 담저부에, 상기 고체 입자의 접촉용 액체를 공급하기 위한 액체 입구,

(d) 상기 담저부의 상기 액체 입구보다도 하방에, 상기 고체 입자를 상기 접촉용 액체와 접촉 처리한 후의 처리물을 취출하기 위한 처리물 출구가 배치된 구조를 갖는, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 3**

제1항에 있어서, 상기 패들 날개가 수평 패들 날개인, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 4**

제1항에 있어서, 상기 패들 날개가 각 교반실 내의 하반부의 영역 내에 배치되어 있는, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 5**

제1항에 있어서, 상기 각 교반실의 수평 방향의 단면적에 대한 각 환상 구획판의 연통구의 수평 방향의 면적의 비율이 4 내지 25%의 범위 내인, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 6**

제1항에 있어서, 상기 연통구가 원형인, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 7**

제6항에 있어서, 상기 원반이 원형이며, 그 직경이, 상기 회전축의 직경보다도 크고, 또한 각 환상 구획판의 연통구의 직경에 대하여 0.3 내지 1.2배의 범위 내의 비율을 갖는 것인, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 8**

제1항에 있어서, 각 교반실의 높이 H와 내경 D의 비 H/D가 0.2 내지 3.0의 범위 내인, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 9**

제1항에 있어서, 고체 입자가 폴리알릴렌설피드 입자인, 탑형 고액 향류 접촉 장치.

**청구항 10**

제1항에 기재된 탑형 고액 향류 접촉 장치를 구비하는, 고체 입자의 세정 장치.

**청구항 11**

제1항에 기재된 탑형 고액 향류 접촉 장치를 구비하는, 폴리알릴렌설피드의 제조 장치.

**청구항 12**

제1항에 기재된 탑형 고액 향류 접촉 장치를 사용하는, 고체 입자의 고액 향류 접촉 방법.

**청구항 13**

제10항에 기재된 세정 장치를 사용하는, 고체 입자의 세정 방법.

**청구항 14**

제1항에 기재된 탑형 고액 향류 접촉 장치를 사용하는, 폴리알릴렌설피드 입자의 고액 향류 접촉 방법.

**청구항 15**

제1항에 기재된 탑형 고액 향류 접촉 장치를 사용하는, 폴리알릴렌설피드의 제조 방법.

**청구항 16**

제10항에 기재된 세정 장치를 사용하는, 폴리알릴렌설피드 입자의 세정 방법.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은, 고체 입자와 액체를 향류 접촉시키는 탑형 고액 향류 접촉 장치에 관한 것이다. 더욱 상세하게는, 본 발명은, 복수개의 교반실이 배치된 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서, 고체 입자의 슛패스를 억제하는 동시에, 교반실의 벽 근방에서의 고체 입자의 체류를 억제하고, 나아가, 고체 입자가 상방에 연접된 교반실로 역류하는 것을 억제함으로써, 고체 입자와 액체의 접촉 효율을 향상시킬 수 있는 탑형 고액 향류 접촉 장치에 관한 것이다.

[0002] 본 발명의 탑형 고액 향류 접촉 장치는, 고체 입자의 흐름과 액체의 흐름을, 연속적으로, 또한 충분한 시간, 향류 접촉시킬 수 있기 때문에, 고체 입자의 세정, 정제, 추출, 함침, 화학 반응, 용해 등, 주로 화학공업에 있어서의 단위 조작에 사용할 수 있다. 따라서, 본 발명은, 중합에 의해 생성한 폴리알릴렌설피드(PAS) 등의 중합체 입자 등의 고체 입자를 세정액과 향류 접촉시키는 세정 장치 및 중합체의 제조 장치에 관한 것이다.

**배경기술**

[0003] 화학공업의 분야에 있어서, 고체와 액체를 접촉시켜, 고체의 세정, 정제, 추출, 함침, 화학 반응, 용해 등의 조작을 행하기 위해, 각종 고액 접촉 장치가 사용되고 있다. 고액 접촉 장치로서는, 고체 입자와 액체를, 상승류와 하강류로 하여, 연속적으로 향류 접촉시키는 탑형 고액 향류 접촉 장치(「종형 고액 향류 접촉 장치」라고도 한다)가 알려져 있다.

[0004] 탑형 고액 향류 접촉 장치는, 고체 입자와 액체의 접촉 효율과 처리 능력이 높은 점에서, 다른 고액 접촉 장치에 비하여, 대량 처리가 가능하다는 이점을 갖고 있다.

- [0005] 예를 들어, 일본 특허 공고 소54-12265호 공보(특허문헌 1)에는, 추출 장치 본체, 각 단사이의 단간 구획, 구획 교반 날개 및 구획 교반축을 갖는 다단 추출 장치를 사용하여, 원료와 용매를 향류 접촉시키는 것이 개시되어 있다. 국제 공개 제2005/33058호(특허문헌 2; 미국 특허 출원 공개 제2007/0015935호 및 유럽 특허 출원 공개 제1669343호 대응)에는, 연직 방향으로 복수개의 교반 날개를 갖는 탑을 사용하여, 향류 접촉 조작을 행하는 테레프탈산의 제조 방법이 기재되어 있다.
- [0006] 또한, 국제 공개 제2005/32736호(특허문헌3; 미국 특허 출원 공개 제2006/0254622호 및 유럽 특허 출원 공개 제1669140호 대응)에는, 종형의 세정조의 상부로부터 고체 입자를 공급하여, 세정조 내에 고체 입자의 고농도 대역을 형성하고, 복수개의 교반 날개로 교반하면서, 세정액의 상승류와 향류 접촉시키는, 고체 입자의 연속 세정 방법 및 장치가 기재되어 있다.
- [0007] 또한, 일본 특허 공표 제2008-513186호 공보(특허문헌 4; 국제 공개 제2006/030588호 대응)에는, 연통구를 갖는 구획관에 의해 서로 구획되고 수직 방향으로 연속 형성된 복수의 교반실을 구비하고, 각 교반실에는 반경 방향 토출형의 교반 날개와 내측 측벽에 고착된 1개 이상의 배플을 형성하고, 상부 및 하부에는 고체 입구와 액체 입구를 형성하여 이루어지는 종형 고액 향류 접촉 장치가 제안되어 있다.
- [0008] 이들, 종래의 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서는, 복수의 교반 날개나 복수의 구획된 방을 형성함으로써, 고체 입자가 세로 방향으로 이동하는 동안 고액의 접촉을 충분히 행하도록 하고 있다. 탑형 고액 향류 접촉 장치는, 처리 능력이 높고, 게다가 소량의 고액 접촉량으로 균일하면서 또한 고효율의 접촉을 실시할 수 있는 것이 요구되고 있다. 고액 향류 접촉 장치에 있어서, 고액의 접촉 효율을 높이기 위해서는, 고체 입자와 액체 사이의 접촉 계면을 신속히 계속하여 갱신하는 것이 필요하다.
- [0009] 그 때문에, 종래의 탑형 고액 향류 접촉 장치에서는, 교반 날개에 의해 교반을 행함으로써, 고체 입자와 액체 사이의 접촉 계면을 신속히 갱신하도록 하는 동시에, 복수의 구획된 방을, 연통구를 사이에 두고 세로 방향으로 연속 형성하고, 각 구획된 방에 교반 날개를 구비함으로써, 접촉 처리 후의 고체 입자를, 중력에 의해 연속 형성하는 다음의 구획된 방으로 침강 이동시켜, 하방으로부터 유동해 오는 새로운 액체의 접촉 처리를 행하고, 이것을 반복하도록 하고 있다.
- [0010] 그러나, 고체 입자와 액체 사이의 접촉 효율은, 아직 충분하지 않았다. 즉, 교반 날개를 구비하는 구획된 방(이하, 「교반실」이라고 한다) 내에서, 고체 입자와 액체 사이의 접촉 계면의 갱신 속도가 불균일해지거나, 교반실 내의 접촉 처리 후의 고체 입자가, 새로운 액체가 아니라, 이미 고체 입자의 접촉 처리를 행한 액체와 다시 접촉하는 역혼합이 발생하거나, 어느 한 교반실로부터 그 하방에 연속 형성되는 교반실로의 고체 입자의 이동 시간에 불균일이 발생하거나, 경우에 따라서는, 교반실 내에서 접촉 처리된 후의 고체 입자가, 액체의 상승류에 수반하여 연통구를 통과하여, 상방에 연속 형성된 교반실로 역류하기도 했다.
- [0011] 이들 현상이 발생하면, 탑형 고액 향류 접촉 장치로서의 처리 효율이 저하할 뿐만 아니라, 고체 입자마다 고액 향류 접촉을 받은 시간이 상이하게 되어, 고액 향류 접촉 처리를 받아 제품으로서 회수되는 고체 입자의 품질의 균일성이 상실되므로, 개선이 요구되고 있었다.
- [0012] 고액 향류 접촉 장치에 사용되는 교반 날개로서는, 수평 패들 날개, 경사 패들 날개, V형 패들 날개, 파우들러(Pfaudler) 날개, 폴마진 날개 등의 패들 날개, 터빈 날개, 팬 터빈 날개 등의 터빈 날개, 마린 프로펠러 날개 등의 프로펠러 날개 등이 알려져 있다. 이 중, 패들 날개나 터빈 날개는, 주로 날개 회전의 원심 작용으로 날개의 반경 방향으로 흐름을 발생시키는 경향이 강하며, 한편, 프로펠러 날개는, 회전축 방향의 추력에 의해 축 방향으로 흐름을 발생시키는 경향이 강한 것이 알려져 있고, 모두 날개의 형상이나 설치 각도의 변화 등에 따라, 발생시키는 흐름의 방향을 어느 정도 조정할 수 있는 것도 알려져 있다.
- [0013] 탑형 고액 향류 접촉 장치의 교반실 내에 설치되는 교반 날개로서는, 고체 입자를, 소정의 시간 교반실 내에 체류시켜, 고액 접촉시키는 것이 요구된다. 상기 교반 날개로서, 주로 축방향으로 흐름을 발생시키는 프로펠러 날개를 사용하면, 상방으로부터 공급된 고체 입자는, 축방향인 하방으로 보내는 흐름에 의해 비교적 단시간에 교반실로부터 배출되어 버리는 경향이 강하다. 이에 대해, 패들 날개나 터빈 날개를 사용하면, 교반실 내에서 회전하는 흐름에 의해, 고체 입자를, 비교적 장시간, 교반실에 체류시킬 수 있다.
- [0014] 교반실 내에서 고액 접촉되는 고체 입자는, 중력의 작용에 의해 서서히 침강하여, 연통구를 통과하여 하방에 연속 형성된 교반실로 배출되어 간다. 패들 날개나 터빈 날개의 날개의 형상, 설치 각도 및 회전 속도 등을 조정함으로써, 고체 입자의 교반실에서의 체류 시간을 조절할 수 있다.

- [0015] 따라서, 탑형 고액 향류 접촉 장치의 교반실 내에 설치되는 교반 날개로서는, 패들 날개나 터빈 날개가 바람직하게 사용되고 있으며, 그 중에서도 회전축에 방사상으로 대략 평판 형상의 블레이드판을 돌출 설치하여 장착되는 패들 날개가, 구조가 간단하고, 제작비나 유지 관리 비용도 저렴하기 때문에, 널리 채용되고 있다.
- [0016] 그러나, 탑형 고액 향류 접촉 장치의 교반실 내에 설치되는 교반 날개로서, 패들 날개를 채용한 경우에는, 탑형 고액 향류 접촉 장치로서의 처리 효율이 저하될 뿐만 아니라, 고체 입자마다 고액 향류 접촉을 받은 시간이 상이하게 되어, 고액 향류 접촉 처리를 받아 제품으로서 회수되는 고체 입자의 품질의 균일성이 상실된다는, 상술한 사정이 좋지 못한 현상이 비교적 현저하게 보이므로, 강하게 개선이 요구되고 있었다. 고체 입자 흐름과 액체 흐름 각각의 유량을 저감시키거나, 각 교반실 사이의 연통구의 수평 방향의 단면적을 작게 함으로써, 어느 정도의 개선을 도모할 수 있지만, 그것에 의하여 처리 능력이 크게 감소되어 버린다.
- [0017] 본 발명자들은, 패들 날개를 탑형 고액 향류 접촉 장치의 교반실 내에 설치되는 교반 날개로서 채용한 경우에 발생하는, 전술한 사정이 좋지 못한 현상의 발생 기구에 대하여 예의 연구를 진행시켰다. 그 결과, 패들 날개를 고정된 회전축 근방에 있는 고체 입자가, 교반실 내에서 충분한 시간, 고액 향류 접촉을 받지 않고, 당해 교반실로부터 배출되어 버린다는, 슛패스의 발생에 주된 원인이 있는 것을 발견했다.
- [0018] 패들 날개는, 회전축에 방사상으로, 통상 2 내지 8매의 대략 평판 형상의 블레이드판을 등간격으로 돌출 설치하여 이루어지는 교반 날개이며, 액체 중에서 회전축을 회전함으로써, 주로 반경 방향의 흐름을 액체에 발생시킨다. 특히, 평판 형상의 블레이드판을 회전축의 축방향으로 평행하게 돌출 설치하여 장착하는 수평 패들 날개에서는, 거의 모두가 반경 방향의 흐름으로 된다. 그러나, 경사 패들 날개에서는, 경사 각도에 따라, 발생하는 반경 방향의 흐름과 축방향의 흐름의 비율이 변화하고, 또한 파우더리 날개에서는, 축방향의 흐름의 비율이 많아진다. 즉, 패들 날개는, 블레이드판의 형상, 치수, 설치 각도 등을 바꿈으로써, 교반실 내에 발생하는 반경 방향의 흐름과 축방향의 흐름의 비율을 조정할 수 있다.
- [0019] 패들 날개의 회전에 의하면, 교반실 내에, 주로 반경 방향의 액체의 흐름이 발생하므로, 고체 입자가 상기 교반실로부터 단시간에 배출되는 일이 없어, 고체 입자와 액체가, 상기 교반실 내에 머무르면서 접촉 계면을 갱신하면서 접촉할 수 있다.
- [0020] 고체 입자의 밀도가 액체의 밀도보다 큰 경우, 고체 입자는, 중력의 작용에 의해 서서히 액체 내를 침강해 간다. 교반실 내에, 내벽면을 따라 수직 방향으로 연장되는 배플을, 일반적으로 반경 방향으로 등간격으로 2 내지 8매 정도, 돌출 형성시켜 두면, 액체에 대하여, 반경 방향이나 주위 방향의 흐름뿐만 아니라, 상하로도 교반되는 흐름을 발생시킬 수 있으므로, 고체 입자의 침강이 완화된다. 또한, 배플을 배치함으로써, 고체 입자와 액체가 함께 회전하여 접촉 계면의 갱신이 방해되는 것을 방지할 수도 있다.
- [0021] 이렇게 하여 일정 시간, 교반실 내에서 고액의 접촉 처리가 되면서도, 고체 입자는 서서히 침강을 계속하여, 연통구를 통과하여 하방에 연속 형성된 교반실로 배출되어 간다. 이와 같이 하여, 장치 내에서, 고체 입자가 상방으로부터 하방으로 서서히 흐르면서, 액체는 하방으로부터 상방을 향하여 서서히 흘러 가, 고액 향류 접촉이 수행된다.
- [0022] 패들 날개는, 회전축에 방사상으로, 대략 평판 형상의 블레이드판을 등간격으로 돌출 설치하여 이루어지는 것이므로, 블레이드판의 회전각 속도는, 회전축으로부터의 거리에 비례하여 커진다. 한편, 회전축의 근방에서는, 대략 평판 형상의 블레이드판의 회전각 속도가 작기 때문에, 반경 방향 및 주위 방향의 액체의 흐름도 작아져, 고체 입자의 반경 방향 및 주위 방향의 이동도 적어진다. 또한, 회전축의 근방에서는, 탑 본체부의 내벽면에 구비된 배플에 의해 발생하는, 상하로도 교반하는 흐름의 영향도 작다. 회전축의 근방에 있는 고체 입자는, 교반실 내에서, 반경 방향 및 주위 방향의 액체의 흐름이나, 상하로 교반되는 액체의 흐름의 영향을 받는 일이 적은 상태에서, 중력에 의해 서서히 침강한다. 이 결과, 회전축의 근방에 있는 고체 입자는, 교반실 내에서, 충분한 시간 고액 향류 접촉을 받을 일이 없어, 상대적으로 단시간에 회전축의 축방향을 따라, 연통구를 통과하여 하방에 연속 형성된 교반실로 배출되는 경향이 강하다. 이렇게 하여, 하방에 연속 형성된 교반실로 배출되어 온 고체 입자는, 역시 회전축 근방에 존재할 가능성이 크므로, 다시 그 교반실 내에서, 충분한 시간 고액 향류 접촉을 받지 않고, 상대적으로 단시간에 회전축의 축방향을 따라, 연통구를 통과하여 더욱 하방에 연속 형성된 교반실로 배출되는 경향이 강하다.
- [0023] 본 발명자들은, 이와 같이 하여, 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서, 고액 향류 접촉을 거의 받지 않고, 장치로부터 배출되어 버린다는 슛패스(도 3의 S)가 발생하는 것을 발견했다.
- [0024] 그리고, 슛패스가 발생함으로써, 충분한 시간 고액 향류 접촉을 받지 않는 고체 입자가 증가하므로, 탑형 고액

향류 접촉 장치의 처리 효율이 저하되는 동시에, 제품으로서 회수되는 고체 입자의 품질의 균일성이 상실된다는 문제가 발생한다.

[0025] 한편, 고액 향류 접촉의 효율을 높이기 위해서는, 교반 회전수를 증가시켜 고액 혼합을 촉진하는 것이 유효하지만, 이에 수반하여 교반 동력이 증가하는 점에서, 고체 입자의 상하 이동도 촉진되어, 상방에 연접된 교반실로 고체 입자가 역류하여 고액 향류 접촉의 균일성이 저해된다. 이로 인해, 교반 회전수를 지나치게 증가시키면, 결과적으로 접촉 효율이 저하한다. 나아가, 저속의 교반 회전수에서는, 교반실의 벽 부근에 고체 입자의 체류·침강이 발생하여, 고액 접촉의 장소가 되는 교반실 내의 유효 체적이 감소하여 고액의 접촉 시간이 저하한다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0026] (특허문헌 0001) 일본 특허 공고 소54-12265호 공보
- (특허문헌 0002) 국제 공개 제2005/33058호
- (특허문헌 0003) 국제 공개 제2005/32736호
- (특허문헌 0004) 일본 특허 공표 제2008-513186호 공보

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0027] 본 발명은, 탑정부, 탑 본체부 및 탑저부를 갖는 탑형 고액 향류 접촉 장치이며, 상기 탑 본체부에, 중앙에 연통구를 갖는 각 환상 구획판에 의해 서로 구획되고 수직 방향으로 연속 형성된 복수개의 교반실을 구비하고, 각 교반실 내에, 각 환상 구획판의 연통구를 관통하는 공통된 회전축에 고정된 패들 날개 및 탑 본체부의 내벽면을 따라 수직 방향으로 연장되는 적어도 1개의 배플이 배치된 구조를 갖는 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서, 고체 입자의 일부가, 교반실 내에서 충분한 고액 향류 접촉을 받지 않고, 당해 교반실로부터 배출되어, 탑형 고액 향류 접촉 장치로부터 단시간으로 배출되어 버리는 슛패스의 발생을 효과적으로 방지하는 동시에, 교반에 의해 고액 향류 접촉을 촉진하면서도, 고체 입자가 상방에 연접된 교반실로 역류하는 것을 억제하고, 나아가, 교반실의 벽 부근에서의 고체 입자의 체류·침강에 의해 발생하는 교반실의 유효 체적의 감소를 억제하기 위한 탑형 고액 향류 접촉 장치의 개량을 과제로 하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0028] 본 발명자들은, 상기의 과제의 해결을 예의 검토한 결과, 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서, 탑 본체부에, 중앙에 연통구를 갖는 각 환상 구획판에 의해 서로 구획되고 수직 방향으로 연속 형성된 복수개의 교반실에, 특정한 날개 직경과 날개 폭을 갖는 패들 날개를 배치하는 동시에, 상기 패들 날개에 인접하고, 상기 패들 날개의 하방에 위치하는 연통구의 적어도 일부를 덮는 크기의 원반을, 상기 회전축의 외주와 원반 사이에 공극이 없도록, 상기 회전축 또는 상기 패들 날개에 설치함으로써, 고체 입자의 슛패스를 억제하는 동시에, 교반실의 벽 근방에서의 고체 입자의 체류를 억제함으로써, 고체 입자와 액체의 접촉 효율을 향상시키는 것을 상도했다.

[0029] 이렇게 함으로써, 본 발명에 따르면, 탑정부, 탑 본체부 및 탑저부를 갖는 고체 입자와 액체를 향류 접촉시키는 탑형 고액 향류 접촉 장치이며, 상기 탑 본체부에, 중앙에 연통구를 갖는 각 환상 구획판에 의해 서로 구획되고 수직 방향으로 연속 형성된 복수개의 교반실을 구비하고, 각 교반실 내에, 각 환상 구획판의 연통구를 관통하는 공통된 회전축에 고정된 패들 날개이며, 이하의 수학적 1 및 수학적 2

[0030] <수학적 1>

[0031]  $(\text{패들 날개의 날개 직경})/(\text{교반실의 직경}) \geq 0.65$

[0032] <수학적 2>

[0033]  $(\text{패들 날개의 날개 폭})/(\text{교반실의 직경}) \leq 0.10$

[0034] 을 만족하는 상기 패들 날개 및 탑 본체부의 내벽면을 따라 수직 방향으로 연장되는 적어도 1개의 배플이 배치

된 구조를 갖고, 또한, 상기 패들 날개의 하방에 위치하는 연통구의 적어도 일부를 덮는 크기의 원반이, 상기 패들 날개에 인접하고, 상기 회전축의 외주와 원반 사이에 공극이 없도록, 상기 회전축 또는 상기 패들 날개에 설치되어 있는 것을 특징으로 하는 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.

- [0035] 또한, 본 발명에 따르면, (a) 상기 탐정부에, 고체 입자 또는 고체 입자를 함유하는 슬러리를 공급하기 위한 고체 입자 입구, (b) 상기 탐정부의 상기 고체 입자 입구보다도 상방에, 액체를 배출하기 위한 액체 출구, (c) 상기 탐저부에, 상기 고체 입자의 접촉용 액체를 공급하기 위한 액체 입구, (d) 상기 탐저부의 상기 액체 입구보다도 하방에, 상기 고체 입자를 상기 접촉용 액체와 접촉 처리한 후의 처리물을 취출하기 위한 처리물 출구가 배치된 구조를 갖는 상기의 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0036] 또한, 본 발명에 따르면, 상기 패들 날개가, 수평 패들 날개인 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0037] 또한, 본 발명에 따르면, 상기 패들 날개가, 각 교반실 내의 하반부의 영역 내에 배치되어 있는, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0038] 또한, 본 발명에 따르면, 상기 각 교반실의 수평 방향의 단면적에 대한 각 환상 구획판의 연통구의 수평 방향의 면적의 비율이 4 내지 25%의 범위 내인, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0039] 또한, 본 발명에 따르면, 상기 연통구가, 원형인, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0040] 또한, 본 발명에 따르면, 원형인 상기 원반의 직경이, 상기 회전축의 직경보다도 크고, 또한 각 환상 구획판의 연통구의 직경에 대하여 0.3 내지 1.2배의 범위 내의 비율을 갖는 것인, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0041] 또한, 본 발명에 따르면, 각 교반실의 높이 H와 내경 D의 비 H/D가 0.2 내지 3.0의 범위 내인, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0042] 또한, 본 발명에 따르면, 고체 입자가 PAS 입자인, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치가 제공된다.
- [0043] 또한, 본 발명에 따르면, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치를 구비하는 고체 입자, 특히 PAS 입자의 세정 장치가 제공된다.
- [0044] 또한, 본 발명에 따르면, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치를 구비하는 PAS의 제조 장치가 제공된다.
- [0045] 그리고, 또한, 본 발명에 따르면, 상기한 탐형 고액 향류 접촉 장치를 사용하는 고액 향류 접촉 방법, 특히 PAS 입자의 고액 향류 접촉 방법 및 PAS의 제조 방법이 제공된다.
- [0046] 또한, 본 발명에 따르면, 상기한 세정 장치를 사용하는 고체 입자, 특히 PAS 입자의 세정 방법이 제공된다.

**발명의 효과**

- [0047] 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치는, 교반축 근방에서의 주로 입경이 큰 고체 입자의 슛패스를 억제하여, 고체 입자와 액체의 접촉 시간을 증가시킬 수 있고, 아울러, 교반실의 벽 근방에서의 고체 입자의 체류를 억제하여, 교반실의 유효 용적을 확보하고, 또한, 고체 입자의 상하 방향의 혼합을 억제하여, 고체 입자의 상방의 교반실에서의 출입 빈도를 감소시킬 수 있다. 이들의 결과, 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치 및 고액 향류 접촉 방법은, 고체 입자의 액체의 접촉 효율이 향상되는 효과가 있다. 따라서, 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치 및 고액 향류 접촉 방법은, 고체 입자와 액체의 높은 접촉 효율을 갖고, 고체 입자의 세정, 정제, 추출, 합침, 화학 반응, 용해 등, 주로 화학공업에 있어서의 단위 조작에 효율적으로 사용할 수 있다는 효과가 있다. 특히, 고체 입자의 세정에 사용하면, 높은 세정 효율이 얻어지므로, PAS 입자 등의 고체 입자의 세정이나 PAS의 제조에 효과적으로 사용할 수 있다고 하는 효과가 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0048] 도 1은 개량된 패들 날개를 배치한 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치의 일례의 모식 종단면도이다.
- 도 2는 도 1의 탐형 고액 향류 접촉 장치의 I-I선 화살표 방향 단면도이다.
- 도 3은 종래의 패들 날개를 배치한 탐형 고액 향류 접촉 장치의 일례의 모식 종단면도이다.
- 도 4는 도 3의 탐형 고액 향류 접촉 장치의 II-II선 화살표 방향 단면도이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0049] 도 1을 참조하면, 본 발명의 탑형 고액 향류 접촉 장치는, 탑정부(1), 탑 본체부(2) 및 탑저부(3)로 이루어진다.
- [0050] [교반실]
- [0051] 탑정부(1)와 탑저부(3) 사이에 있는 탑 본체부(2)에는, 복수의 교반실이, 중앙에 연통구(41)를 갖는 환상 구획관(4)에 의해 서로 구획되고, 수직 방향으로 연속 형성되어 배치되어 있다. 교반실의 수는, 탑 본체부의 내경이나 높이에 따라 적절히 선정할 수 있고, 필요한 이론 고액 접촉 단수에 따라 2 내지 100의 범위에서 변경 가능하고, 바람직하게는 3 내지 50, 특히 바람직하게는 4 내지 20이며, 도 1의 예에서는 5개의 교반실(21 내지 25)로 분할되어 있다. 각 교반실은 실질적으로 원통 형상이며, 교반실의 높이 H와 내경 D의 비 H/D는, 통상 0.1 내지 4.0이며, 바람직하게는 0.2 내지 3.0, 특히 바람직하게는 0.3 내지 2.0이다. 고액 밀도비, 즉, [고체의 밀도]/[액체의 밀도]가 큰 경우는, H/D를 크게 하는 것이 바람직하고, 또한, 고액 밀도비가 작은 경우는, H/D를 작게 할 수 있으므로, 탑형 고액 향류 접촉 장치 전체의 높이를 낮게 하는 것이 가능하게 된다.
- [0052] 각 교반실(21 내지 25)에는, 패들 날개 및 탑 본체부(2)의 내벽면을 따라 수직 방향으로 연장되는 적어도 1개의 배플이 배치되어 있고, 각 패들 날개는, 각 환상 구획관(4)의 각 연통구(41)를 관통하는 공통된 회전축인 교반축(8)에 고정되어 있다.
- [0053] [연통구]
- [0054] 환상 구획관(4)의 연통구(41)는, 상하의 교반실을 연통시킬 수 있는 것이면, 그 형상이나 크기는 한정되지 않지만, 연통구에 코너부가 있으면, 상기 코너부에 고체 입자가 퇴적하거나, 고체 입자 또는 액체의 흐름이 흐트러지는 일이 있으므로, 원형인 것이 바람직하다. 교반실의 수평 방향의 단면적에 대한 연통구의 수평 방향의 면적의 비율은 1 내지 36%, 바람직하게는 4 내지 25%이다. 따라서, 연통구가 원형인 경우에는, 상기 환상 구획관의 직경(교반실의 내경 D와 동일하다)에 대한 상기 연통구의 직경의 비는, 통상 0.1 내지 0.6이며, 바람직하게는 0.2 내지 0.5이다. 연통구가 지나치게 크면, 각 교반실 내에서의 고액 향류 접촉이 충분히 행해지지 않은 상태에서, 고체 입자가 바로 아래의 교반실로 배출되어 버리므로, 이 반복에 의해, 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서의 고액 향류 접촉이 불충분해진다. 한편, 연통구가 지나치게 작으면, 각 교반실 내에서의 고액 향류 접촉이 충분히 행해진 고체 입자가, 바로 아래의 교반실로 언제까지나 배출되지 않아, 새로운 액체의 접촉이 행해지지 않은 결과, 탑형 고액 향류 접촉 장치에 있어서의 고액 향류 접촉이 불충분해지는 동시에, 처리 시간이 극단적으로 길어져 처리 효율이 저하한다. 인접하는 교반실은, 연통구(41)의 수평 방향의 면적으로부터 교반축(8)의 수평 방향의 단면적을 차감한 수평 방향의 면적의 개구부에 의해 연속 형성되므로, 연통구(41)의 수평 방향의 면적은, 교반축(8)의 수평 방향의 단면적을 고려하여 선정된다. 각 연통구(41)의 형상 및 수평 방향의 면적은, 모두 동일해도 좋지만, 상이한 것이어도 좋고, 예를 들어 연통구의 수평 방향의 면적을, 상방으로부터 하방을 향하여 점감시켜도 좋다.
- [0055] [패들 날개]
- [0056] 패들 날개로서는, 수평 패들 날개, V형 패들 날개, 파우들러 날개, 경사 패들 날개, 풀마진 날개 등을 들 수 있지만, 특히 실질적으로 반경 방향의 액의 흐름만을 발생시키는 수평 패들 날개가 바람직하므로, 이하의 설명은, 수평 패들 날개(5)를 예로 들어 행하기로 한다. 그 밖의 패들 날개를 채용하는 경우는, 주로 반경 방향의 액류를 발생시키는 것이 필요하여, 현저한 축방향의 액류를 발생시키지 않는 형상의 날개로 할 필요가 있다. 각 교반실에 배치되는 패들 날개로서는, 일부를 수평 패들 날개 이외의 패들 날개로 해도 좋지만, 모두를 수평 패들 날개(5)로 하는 것이, 교반 효율을 높일 수 있으므로 바람직하다. 패들 날개의 블레이드판의 매수는, 통상 2매 내지 6매이며, 4매가, 밸런스가 좋으므로, 특히 바람직하다.
- [0057] 패들 날개의 날개 직경 d는, (패들 날개의 날개 직경 d)/(교반실의 직경 D)≥0.65를 만족할 필요가 있고, 바람직하게는 d/D≥0.70, 보다 바람직하게는 d/D≥0.73이면 접촉 효율이 높아진다. d/D의 상한은, 특별히 없지만, 통상 0.90 이하, 바람직하게는 0.85 이하, 특히 바람직하게는 0.80 이하이다. d/D가 지나치게 작으면, 교반실의 벽 근방에 고체 입자가 체류하여, 교반실의 유효 용적이 감소하게 되어, 고액 향류 접촉의 효율이 악화된다. 본 발명에 있어서, 패들 날개의 날개 직경이란, 2매의 패들 날개의 길이와 교반축의 외경의 합계로 나타내는 것으로 한다.
- [0058] 또한, 패들 날개의 날개 폭 h는, (패들 날개의 날개 폭 h)/(교반실의 직경 D)≤0.10을 만족할 필요가 있고, 바



람직하게는  $h/D \leq 0.08$ , 보다 바람직하게는  $h/D \leq 0.06$ 이다.  $h/D$ 의 하한은, 특별히 없지만, 패들 날개의 강도를 유지하기 위하여, 통상 0.01 이상, 바람직하게는 0.012 이상, 특히 바람직하게는 0.015 이상이다.  $h/D$ 가 지나치게 크면, 고체 입자의 상하 방향의 혼합이 발생하여, 고체 입자의 교반실 사이의 출입 빈도가 높아지고, 고체 입자와 액체의 접촉 효율이 저하한다.

[0059] 또한, 일반적으로 교반실에 배치하는 교반 날개로서는, 터빈 날개나 프로펠러 날개도 알려져 있다. 그러나, 프로펠러 날개는, 축방향의 액류를 발생시키기 때문에, 또한 터빈 날개는, 높은 전단 효과가 있기 때문에, 모두 교반실 내에서 충분히 고액 향류 접촉을 행할 수 없으므로, 본 발명에 있어서는 바람직하지 않다.

[0060] 각 교반실에 배치하는 각 패들 날개(5)는, 교반실 내에서 고액 향류 접촉을 충분히 행하게 하기 위해, 각 환상 구획판의 연통구의 상방에 배치되어 있고, 고체 입자를 교반실 내에 소정 시간 체류시켜, 의도하지 않은 고체 입자의 배출을 방지하기 위해, 교반실 내의 하반부의 영역에 배치되어 있는 것이 바람직하다.

[0061] [배플]

[0062] 각 교반실에 배치되는 배플(7)은, 탑 본체부의 내벽면을 따라 수직 방향으로 연장되는 판상의 부재이며, 배플(7)의 존재에 따라, 액체에 대하여, 반경 방향이나 주위 방향의 흐름뿐만 아니라, 상하로도 교반되는 흐름을 발생시킬 수 있으므로, 고체 입자의 침강이 완화되고, 또한 배플을 배치함으로써, 고체 입자와 액체가, 패들 날개(5)의 회전에 수반하여, 함께 회전하여 접촉 계면의 갱신이 방해되는 것을 방지할 수도 있다. 각 교반실에 배치되는 배플(7)은, 원주 방향으로 균등한 간격으로 2 내지 8매 배치하면 되고, 도시한 예에서는 4매 배치되어 있다. 배플(7)의 수직 방향의 높이, 반경 방향의 돌출 높이 및 설치 위치는, 각 교반실의 높이 H 및 내경 D, 패들 날개의 형상 및 크기, 고체(슬러리)의 공급 속도 및 액체의 공급 속도 등에 따라 정할 수 있다. 각 교반실에 배치하는 배플(7)은, 각 교반실 내에서 고액 향류 접촉을 충분히 행하게 하기 위해, 각 교반실의 하측에 편재하는 형태로, 즉 각 교반실의 하반부의 영역 내에 들어가는 위치에 배치되어 있는 것이 바람직하고, 환상 구획판에 직접 장착하여, 환상 구획판과의 간격이 없어도 좋다.

[0063] [회전축]

[0064] 각 패들 날개(5)를 고정하는 회전축인 교반축(8)은, 탑정부(1) 및 탑 본체부(2)를 관통하는 동시에, 각 환상 구획판(4)의 각 연통구(41)를 관통하는 공통된 회전축이다. 상술한 바와 같이, 인접하는 교반실은, 연통구(41)의 수평 방향의 면적으로부터 교반축(8)의 수평 방향의 단면적을 차감시킨 수평 방향의 면적의 개구부에 의해 연속 형성되어 있다. 교반축(8)의 직경은, 연통구(41)보다 작은 것은 말할 필요도 없지만, 직경이 지나치게 작으면, 교반축(8) 자체의 강도가 작아지는 동시에, 상기 개구부의 수평 방향의 면적이 커지는 결과, 교반실 내에서의 충분한 고액 접촉이 행해지지 않은 상태에서, 고체 입자의 슛패스가 일어날 우려가 있다. 따라서, 교반축(8)의 직경은, 연통구(41)의 직경의 5 내지 35%, 바람직하게는 10 내지 30%, 특히 바람직하게는 12 내지 25%의 범위의 크기로 하면 된다.

[0065] 회전축인 교반축(8)에는, 탑 본체부(2)의 각 교반실 내의 위치에, 각각 패들 날개(5)가 설치되어 고정된다. 교반축(8)은, 탑 본체부(2) 내에서 끝나도 좋지만, 탑형 고액 향류 접촉 장치 전체적인 교반 효율을 높이기 위해, 탑저부(3) 내에까지 신장하는 것이 바람직하다. 교반축(8)의 선단이 탑저부(3) 내에 위치하는 경우에는, 상기 교반축(8)의 선단에 교반 날개를 설치하는 것이 바람직하다. 상기 선단에 교반 날개를 설치하면, 탑저부(3) 내에서도 각 교반실에서의 마찬가지로의 고액 접촉이 행해져, 탑형 고액 향류 접촉 장치의 향류 접촉 효율이 높아지므로 바람직하다.

[0066] 회전축인 교반축(8)은, 고액 향류 접촉 장치의 탑정부의 상방에 설치한 모터로 회전 구동된다. 교반축의 회전수는, 각 교반실 내에서, 고체 입자와 액체가 충분히 접촉할 수 있는 범위에서 적절히 정할 수 있지만, 단위 용적당 교반 동력( $P_v$ )이, 0.1 내지  $35W/m^3$ , 바람직하게는 0.3 내지  $20W/m^3$ , 보다 바람직하게는 0.5 내지  $10W/m^3$ 로 되도록 정하면 되고, 대응하는 회전수로서는, 5 내지 100rpm 정도의 소위 저속 회전 영역, 바람직하게는 8 내지 60rpm, 보다 바람직하게는 9 내지 50rpm, 특히 바람직하게는 10 내지 40rpm을 채용할 수 있다. 교반축의 회전수가 지나치게 크면, 고체 입자의 상하 운동이 촉진되어, 고체 입자가 상방에 연속 형성된 교반실로 역류하여 고액 향류 접촉의 균일성이 손상되어, 접촉 효율이 저하한다. 따라서, 화학 반응이나 세정 등의 처리가 충분히 행해지지 않은 결과, 처리 효율이 낮아진다. 교반축의 회전수가 지나치게 작으면, 고체 입자와 접촉한 액체가, 그대로 장시간에 걸쳐 함께 회전하기 때문에, 고체 입자가 새로운 액체와 접촉하지 못하는 결과, 역시 처리 효율이 낮아진다.

[0067] [원반]

- [0068] 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치는, 패들 날개(5)에 인접하고, 상기 패들 날개(5)의 하방에 위치하는 연통구(41)의 적어도 일부를 덮는 크기의 원반(6)이, 상기 회전축의 외주와 원반(6) 사이에 공극이 없도록, 상기 회전축 또는 상기 패들 날개에 설치되어 있는 것이다. 각 교반실에 배치되는 패들 날개 모두에 대해, 패들 날개(5)에 인접하여 원반(6)을 배치해도 좋고, 일부의 패들 날개에 대해, 원반(6)을 배치하지 않아도 좋지만, 적어도 패들 날개(5)의 과반에 대하여 원반(6)을 배치한다.
- [0069] 원반(6)은, 패들 날개(5)의 하방에 위치하는 연통구(41)의 적어도 일부를 덮는 크기이며, 또한 회전축인 교반축(8) 주위에, 상기 교반축(8)의 외주와 원반(6) 사이에 공극이 없도록, 상기 교반축(8) 또는 상기 패들 날개(5)에 설치하여 고정할 수 있는 형상의 것이다. 원반(6)은, 통상 원형 또는 타원형이며, 고체 입자의 퇴적을 발생시키거나, 고체 입자의 예기치 못한 흐름을 유발시키지 않기 때문에, 원형이 바람직하다. 각 원반은, 통상 전체가 중심의 판상의 것이지만, 중심으로부터 먼 부분은, 메쉬 형상으로 해도 좋다.
- [0070] 모든 원반이 중심의 판상의 원형이어도 좋지만, 일부의 원반이 타원형이어도 좋고, 일부의 원반이 중심으로부터 먼 부분은, 메쉬 형상의 것이어도 좋다.
- [0071] 원반(6)은, 패들 날개(5)에 인접하고, 교반축(8) 또는 패들 날개(5)에, 상기 교반축(8)의 외주와 원반(6) 사이에 공극이 없도록 설치 고정되어 있다. 예를 들어, 중심부에 교반축(8)과 동일한 직경의 공극을 갖는 도넛 형상의 원반을 주위 방향으로 2 내지 4개로 분할한 부채 형상의 부품을, 교반축(8) 주위에서 조립함으로써 원반을 형성하고, 상기 교반축(8)의 외주와 상기 원반(6) 사이에 공극이 없도록, 교반축(8) 또는 패들 날개(5)에 설치하여 고정해도 좋다. 각 원반(6)은, 각 패들 날개(5)의 상 또는 하의 한쪽에만 인접하여 설치해도 좋고, 상 및 하의 양쪽에 인접하여 설치해도 좋지만, 원반(6)을 패들 날개(5)의 하측에 설치하면, 고체 입자가 퇴적하는 경우가 있으므로, 패들 날개(5) 위에 인접하여 설치하는 것이 바람직하다. 각 원반(6)은, 패들 날개(5)와 인접하고 있으면 되는데, 패들 날개(5)에 직접 접촉하여 설치되어 있어도 좋고, 패들 날개(5)의 상방 또는 하방에 약간의 간격만 이격하여 설치되어 있어도 좋다. 원반(6)의 교반축(8) 또는 패들 날개(5)에의 설치는, 원반(6)을 교반축(8) 또는 패들 날개(5)에 볼트 등에 의해 직접 설치 고정하면 된다. 원반(6)의 변형을 완화시켜, 원반(6)의 교반축(8) 또는 패들 날개(5)에의 설치를 확실한 것으로 하기 위해, 다양한 형상의 설치 지그를 사용할 수도 있다.
- [0072] 원반(6)은, 스테인리스 등의 금속제 또는 경질 수지제의 것을 사용할 수 있다. 설치 지그를 사용하는 경우는, 원반(6)으로서는, 아크릴 수지나 폴리카르보네이트 수지 등 경질 수지제의 것을 사용할 수 있다.
- [0073] 원반(6)의 크기는, 교반축(8)보다도 큰 직경을 갖고, 각 패들 날개(5)의 하방에 위치하는 연통구(41)의 적어도 일부를 덮는 크기이면 된다. 원반(6)과 연통구(41)가 원형인 경우, 원반(6)의 직경은, 교반축(8)의 직경보다도 큰데, 통상 각 환상 구획판의 연통구의 직경에 대하여 0.2 내지 1.5배의 범위 내의 비율, 바람직하게는 0.3 내지 1.2배의 범위 내의 비율로 하면 된다. 원반(6)의 직경이 지나치게 작으면, 교반축(8)의 바로 근방에 있는 고체 입자가, 교반축(8)의 축 방향으로, 연통구(41)를 통하여 하방에 연결된 교반실로 배출되는 것을 방지하는 것밖에 할 수 없으므로, 고체 입자의 슛패스의 발생을 적게 억제할 수 없다. 원반(6)의 직경이 지나치게 크면, 교반실 내에서 고액 접촉이 충분히 행해진 후에도, 고체 입자가, 바로 아래의 교반실로 빠르게 배출되지 않아, 새로운 액체의 접촉이 행해지지 않은 결과, 탐형 고액 향류 접촉 장치에 있어서의 고액 향류 접촉이 불충분해지는 동시에, 처리 시간이 극단적으로 길어져 처리 효율이 저하한다. 원반(6)이 타원형인 경우에는, 원형인 경우에 준한 수평 방향의 단면적비로 되도록, 긴 직경과 짧은 직경을 선택하면 된다. 원반(6)의 두께는, 교반축(8)의 회전에 수반하여 원반(6)이 용이하게 변형되지 않는 한, 한정되지 않지만, 원반(6)이 아크릴 수지나 폴리카르보네이트 수지 등 경질 수지제인 경우에는, 통상 0.5 내지 3.0mm, 바람직하게는 1.0 내지 2.5mm이며, 금속제인 경우에는, 통상 0.2 내지 2.5mm, 바람직하게는 0.5 내지 2.2mm이다.
- [0074] [탐정부 및 탐저부]
- [0075] 탐정부(1)에는, 고체 입자 입구(91) 및 상기 고체 입자 입구(91)보다도 상방에 액체 출구(94)가, 탐저부(3)에는 액체 입구(92) 및 상기 액체 입구(92)보다도 하방에 처리물 출구(93)가 형성되어 있다.
- [0076] 탐정부(1)는, 고체 입자 입구(91)로부터 도입된 고체(슬러리)가, 액체 출구(94)로부터 배출되는 액체류에 의해 축방향의 역혼합을 받기 어렵도록, 필요에 따라, 탐 본체부(2)에 비하여 약 1 내지 4배로 확대된 수평 방향의 단면적을 갖고, 테이퍼부를 거쳐 탐 본체부(2)에 접속되어 있다. 탐정부(1)에 있어서는, 교반축(8)에 교반 날개를 배치할 필요는 없지만, 고체 입자 입구(91)로부터 도입된 고체(슬러리)가, 고체 입자 입구(91)보다 하방에 구비되어 있는 교반실(21)에 유입해 가는 것을 촉진하기 위해, 주로 축방향의 흐름을 발생시키는 프로펠러 날개

등을 배치해도 좋다.

- [0077] 탐저부(3)의 형상은, 대략 원통 형상이어도 좋지만, 상기 처리물 출구(93)를 향하여 테이퍼 형상으로 직경이 좁아지는 형상으로 해도 좋다. 상술한 바와 같이, 교반축(8)은, 탐저부(3)에 선단이 돌출되어 있어도 좋고, 돌출되어 있지 않아도 좋다. 또한, 교반축(8)의 선단이 탐저부에 있는 경우, 교반축(8)의 선단에 교반 날개를 배치하지 않아도 좋지만, 교반 날개를 배치하는 것이 바람직하다.
- [0078] [고액 향류 접촉 처리]
- [0079] 이와 같은 구성의 장치에 있어서, 고체 입자 입구(91)로부터 탐정부(1)에 도입된 고체(슬러리)는, 본질적인 역혼합을 받지 않고, 제1 교반실(21)에 도입된다. 고체(슬러리)는, 교반실(21)에 배치된 패들 날개(5)의 회전으로 발생하는 반경 방향의 액류에 수반하여 반경 방향 및 주위 방향으로 이동하는 동시에, 교반실(21)의 내벽에 고착된 배플(7)의 작용에 의해 분할되어 패들 날개(5) 설치 위치의 상측 및 하측으로 이동하고, 고체(슬러리)를 주로 하는 흐름은, 상기 패들 날개(5)의 상하측에 있어서 순환류를 형성함으로써, 교반실 내에 소정 시간 체류하므로, 교반실(21) 내에서, 고체(슬러리)와 액체 입구(92)로부터 도입된 액체의 고액 접촉이 효과적으로 달성된다.
- [0080] 중력의 작용에 의해 고체 입자가 서서히 침강하므로, 고체 입자가 많은 흐름이, 교반실(21)로부터 연통구(41)를 통과하여 교반실(22)에 도입된다. 교반실(22)에 있어서는, 교반실(21)과 마찬가지로, 교반실(22)에 설치된 패들 날개(5) 및 배플(7)에 의한 교반 작용 하에서, 액체 입구(92)로부터 도입된 액체와의 효율적인 고액 접촉 처리를 받는다.
- [0081] 또한 마찬가지로의 고액 접촉 처리는, 교반실(23 내지 25)에 있어서도 반복되고, 이러한 효율적인 고액 접촉 처리를 반복함으로써, 탐형 고액 향류 접촉 장치의 전체적인 높은 고액 접촉 효율이 달성된다.
- [0082] 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치는, 상술한 바와 같이 고체와 액체의 밀도차를 이용하고 있으므로, 교반조(실) 내에 있어서의 고체와 액체의 밀도에 차가 있는 것이 필요하다. 그런 의미에서, 고액 밀도비, 즉 [고체의 밀도]/ [액체의 밀도]는, 1.03 내지 20.0, 바람직하게는 1.05 내지 10.0, 더욱 바람직하게는 1.07 내지 5.0이다. 고액 밀도비가 1.03보다 작은 경우, 고액의 분리는 불량으로 되고, 또한 고액 밀도비가 20.0을 초과하는 경우, 고액의 접촉 효율이 저하한다.
- [0083] 탐 본체부(2)에서 고액 접촉을 받은 고체(슬러리)는, 계속해서 원하는 것에 따라, 탐저부(3)에 있어서도, 교반 날개(81)의 회전에 의해 액체 입구(92)로부터 도입된 액체와 접촉하여, 최종적으로 처리물 출구(93)로부터 고체(슬러리)로서 배출된다.
- [0084] 한편, 액체 입구(92)로부터 도입된 액체는, 고체 입자 입구(91)로부터 도입된 고체(슬러리) 사이에서, 탐저부(3)에서의 유연한 고액 접촉, 탐 본체부(2)에서의 교반을 수반하는 고액 접촉 및 탐정부(1)에서의 유연한 고액 접촉을 받은 후, 탐정부(1)의 액체 출구(94)로부터 배출된다.
- [0085] 또한, 탐 본체부(2) 전부 또는 일부분을 아크릴 수지 등 투명한 재료로 형성 함으로써, 각 교반실(21 내지 25)에 있어서의, 액체의 흐름이나 고체 입자의 흐름을, 그 외측으로부터 관찰하여 확인할 수 있도록 해도 좋다.
- [0086] 도 1의 탐형 고액 향류 접촉 장치는, 고체 입자 입구(91)로부터 고체(슬러리)가 도입되고, 액체 입구(92)로부터 액체가 도입되어 장치 내에서 고액 접촉이 행해지는 임의의 단위 조작에 적용 가능하며, 그 구체예에는 세정, 정제, 추출, 함침, 반응, 용해가 포함된다.
- [0087] 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치의 바람직한 이용예로서, PAS 슬러리로부터 분리 회수한 PAS 입자의 세정 또는 그 후의 정제를 위한 PAS 입자의 세정을 행하는 세정 장치로서의 사용이 있다.
- [0088] 예를 들어, 일본 특허 공개 소61-255933호 공보에는, 중합 공정에서 얻어진 PAS 입자를 포함하는 중합체 슬러리의 처리 방법이 개시되어 있다. 이 처리 방법에서는 (1) PAS 입자, 부생한 결정 및 용해 염화알칼리 및 아릴렌 술피드올리고머를 포함하고, 액 성분이 주로 N-메틸피롤리돈인 중합 슬러리를 체별에 따라 PAS 입자와 결정 염화알칼리 함유 슬러리로 분리하는 공정, (2) 상기 결정 염화알칼리 함유 슬러리를 고액 분리를 행하여, 결정 염화알칼리를 얻는 동시에, 액 성분을 증류시켜 N-메틸피롤리돈을 회수하는 공정, (3) PAS 입자를 아세톤 등의 유기 용매 및 물로 세정하는 공정 및 (4) 유기 용제 세정액으로부터 용매를 증류 회수하는 공정이 기재되어 있지만, 본 발명의 탐형 고액 향류 접촉 장치는, 상기 (3)의 공정의 연속 세정 장치로서도 적절하게 이용할 수 있다.

- [0089] 따라서, 본 발명의 탑형 고액 향류 접촉 장치는, PAS의 제조 장치로서 사용할 수 있다.
- [0090] 실시예
- [0091] 이하에 실시예 및 비교예를 나타내고, 본 발명을 보다 구체적으로 설명하지만, 본 발명은, 이 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0092] [실시예(개량 날개)]
- [0093] 도 1 및 도 2에 도시하는 구성의 탑형 고액 향류 접촉 장치를 사용하여, 폴리페닐렌술피드(PPS) 입자를 함유하는 수성 슬러리(PPS 슬러리)의 세정 처리를 행했다.
- [0094] 실시예 및 비교예에서 사용하는 PPS 슬러리는, 중합 반응 후의 PPS 중합체를 포함하는 반응액으로부터, PPS 입자를 분리하고, 계속해서, 아세톤으로 세정을 행하여 회수한 PPS 입자를 수성 매체에 의해 재슬러리화하여 제조한 것이다.
- [0095] 상기 탑형 고액 향류 접촉 장치는, 전체 높이 1325mm이며, 내경 700mm의 탑정부(1), 내경 310mm의 아크릴 수지 판체이고 내부가 투시 가능한 탑 본체부(2) 및 탑저부(3)로 이루어진다.
- [0096] 탑 본체부(2)는, 5개의 교반실(21 내지 25)로 구분되어 있다. 각 교반실은, 내경 D=310mm, 높이 H=116.3mm이다 (H/D=0.375). 각 교반실 사이에, 내경 140mm의 연통구(41)를 갖는 환상 구획판(4)을 설치했다. 각 교반실의 내벽의 90° 간격의 4개소에는, 가로 폭 15.5mm, 높이 39mm의 배플(7)의 총 4매를 환상 구획판(4)에, 높이 방향으로 연장하도록 고착했다. 각 교반실의 환상 구획판의 연통구를 관통하여, 외경 20mm의 교반축(8)이 설치되고, 탑정부의 상면에 둔 모터에 의해 회전된다.
- [0097] 각 교반실에는, 패들 날개로서, 교반 날개 직경(2매의 패들 날개의 길이와 교반축의 외경의 합계로서) 232.5mm, 날개 폭 15.5mm의 치수의 4매의 수평 패들 날개(5)를, 서로 90°의 간격으로 각각 환상 구획판(4)의 상방 25mm 이격된 위치로부터, 25mm 내지 41mm에 걸치는 높이로, 교반축(8)에 고착시켜 설치했다. 각 수평 패들 날개(5)의 상면에 접하도록 외경 93mm, 두께 2mm의 SUS340계의 원형의 원반(6)을, 도시하지 않은 설치 지그를 개재하여 교반축(8)에 고착했다.
- [0098] 탑정부(1)에는, 하방에 고체 입자 입구(91)가, 상방에 액체 출구(94)가 형성되어 있다. 탑정부(1)의 하부는, 탑 본체부의 상부에 접속하도록 테이퍼 형상으로 직경이 점감되고 있다. 탑정부(1)에는, 교반 날개 직경 232.5mm의 패들 날개(번호 없음)가 교반축(8)에 고착되어 있지만, 앞서 설명한 바와 같이 탑정부(1)에는 교반 날개를 구비하지 않아도 지장없다.
- [0099] 탑저부(3)에는, 액체 입구(92)와 처리물 출구(93)가 형성되어 있다. 처리물 출구(93)는, 최저부에 형성되고, 탑저부(3)의 하방부는, 상기 처리물 출구(93)를 향하여 테이퍼 형상으로 직경이 점감되고 있다.
- [0100] 따라서, 이 탑형 향류 접촉 장치는, 탑 본체부의 5개의 교반실과 탑저부의 총 6단의 향류 접촉 단수를 구비하는 장치이다.
- [0101] 상기의 탑형 향류 접촉 장치를 사용하여, 교반축(8)을 교반 회전수 15rpm로 회전시킨 결과, 교반 동력은 0.7W/m<sup>3</sup>이었다. 이 교반 상태에서 상기한 바와 같이 고체 입자 입구(91)로부터 PPS 슬러리를 550kg/h, 액체 입구(92)로부터 이온 교환수를 600kg/h의 비율로 공급했다.
- [0102] PPS 슬러리의 조성은, 평균 입경 520 $\mu$ m의 PPS 입자(건조 기준) 20질량%, 이온 교환수 64질량% 및 아세톤 16질량%이었다.
- [0103] 각 교반실에 설치한 개량 날개, 즉 원반(6)이 설치된 수평 패들 날개(5) 및 4매의 배플(7)의 작용에 의해, 각 교반실 내에서 PPS 슬러리와 물이 교반되면서 혼합하고, 슬러리 중의 PPS 입자와 물이 접촉하여, 세정 처리가 진행되면서, 물보다도 밀도가 큰 PPS 입자(밀도 1.35)가 완만하게 침강하여, 교반실을 순차 통과해 갔다. 액체 출구(94)로부터, 액체 배출을 650kg/h로 배출하고, 처리물 출구(93)로부터 세정될 슬러리를 500kg/h로 배출했다. 액체 배출 중에는, PPS 입자는 보이지 않았다. 따라서, 세정액과 슬러리 중의 PPS 입자의 비로 정해지는 세정속비는 1.91이었다. 또한, 세정을 마친 슬러리 액상 중의 아세톤 농도(출구 아세톤 농도)는 3.36질량%이며, 세정 효율은 30%이었다.
- [0104] 또한, 상기 장치에 있어서, 교반 회전수를, 각각 25rpm 및 34rpm으로 변경하여, 교반 동력 및 세정 효율을 측정했다. 또한, 세정 효율  $\varepsilon$ 은, 다음 식

$$C_1 = C_0 * (1 - \varepsilon)^{(n-1)}$$

[0105]

[0106]

로부터, 산출했다.

[0107]

(식 중  $C_0$ 은, 장치 입구에 있어서의 슬러리 중의 목적물의 농도,  $C_1$ 은 장치 출구에 있어서의 슬러리 중의 목적물의 농도,  $n$ 은 교반실의 단수이다. 본 실시예 및 비교예에 있어서는, 목적물은 아세톤이다.)

[0108]

개량 날개를 사용한 실시예의 결과를 표 1에 나타낸다.

[0109]

[비교예(종래 날개)]

[0110]

도 1 및 도 2의 탑형 향류 접촉 장치 대신에, 도 3 및 도 4에 도시하는 탑형 향류 접촉 장치를 사용하여, 실시예와 마찬가지로 세정 처리를 행했다. 도 3 및 도 4의 장치는, 각 교반실 내에 설치한 교반 날개로서, 종래 날개, 즉 원반(6)이 설치되어 있지 않은 수평 패들 날개(5)를 구비한 것을 제외하고, 도 1의 장치와 동일하다. 또한, 교반 회전수는, 실시예와 거의 동일한 교반 동력을 얻기 위해, 22rpm, 30rpm 및 40rpm으로 하여, 각각 교반 동력 및 세정 효율을 측정했다.

[0111]

종래 날개를 사용한 비교예의 결과를 표 1에 나타낸다.

**표 1**

	실시예(개량 날개)			비교예(종래 날개)		
교반 회전수 (rpm)	15	25	34	22	30	40
교반 동력 $P_v$ ( $W/m^3$ )	0.7	3.3	8.3	1.3	3.4	8.1
세정 효율 $\varepsilon$ (%)	30	33	38	26	34	35

[0112]

[0113]

본 발명의 개량 날개(원반을 설치한 수평 패들 날개)를 구비하는 탑형 고액 향류 접촉 장치를 사용한 실시예와, 종래 날개(원반을 갖지 않는 수평 패들 날개)를 구비하는 탑형 고액 향류 접촉 장치를 사용한 비교예를 대비하면, 동일 정도의 교반 동력을 얻는 데, 완만한 교반축의 회전수로 실현할 수 있는 것을 알았다. 또한, 교반 동력이  $1.5W/m^3$ 를 하회하는 작은 교반 동력의 범위(실시예에서는 교반 동력이  $0.7W/m^3$ , 비교예에서는 교반 동력이  $1.3W/m^3$ 인 경우)에서는, 실시예의 개량 날개로는, 보다 작은 교반 동력으로, 보다 높은 세정 효율을 얻을 수 있었다. 개량 날개를 사용한 실시예에 있어서는, 교반축 부근에 있는 PPS 입자가, 슛패스로서 배출되는 것이 지극히 적어, 각 교반실 내에 상대적으로 장시간 체류함으로써, 교반실 내에 있어서의 슬러리 중의 PPS 입자와 세정액의 접촉이 충분히 행해지는 결과, 세정 효율이 향상할 것으로 추정된다. 이에 반하여, 종래 날개를 사용한 비교예의 세정 처리에 있어서는, 교반축 부근에 있는 PPS 입자가, 세정액과의 충분한 접촉이 행해지지 않은 상태에서 침강함으로써, 어느 한 교반실로부터 아래의 교반실로 이행하는 것을 반복하여, 탑형 고액 향류 접촉 장치로부터 배출되어, 세정 처리가 불충분한 슛패스에 의한 PPS 입자가 발생했다.

[0114]

<산업상 이용가능성>

[0115]

본 발명의 탑형 고액 향류 접촉 장치는, 고체 입자의 슛패스의 발생, 체류 및 역류가 억제되고, 게다가 작은 교반 동력으로, 높은 처리 효율을 실현할 수 있으므로, 고체 입자의 흐름과 액체 흐름을 효율적으로 연속적으로 향류 접촉시킬 수 있기 때문에, 고체 입자의 세정, 정제, 추출, 함침, 화학 반응, 용해 등 주로 화학공업에 있어서의 단위 조작에 사용할 수 있다.

**부호의 설명**

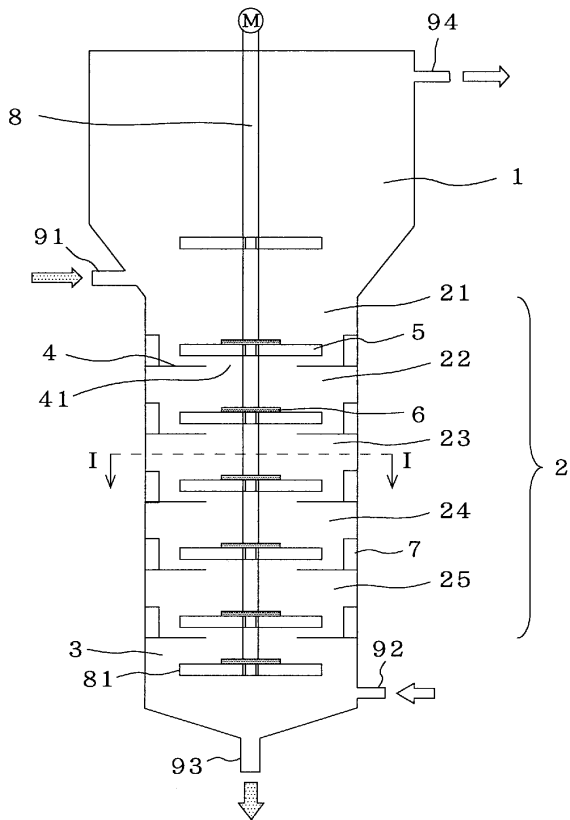
[0116]

- 1: 탑정부
- 2: 탑 본체부
- 21 내지 25: 교반실
- 3: 탑저부

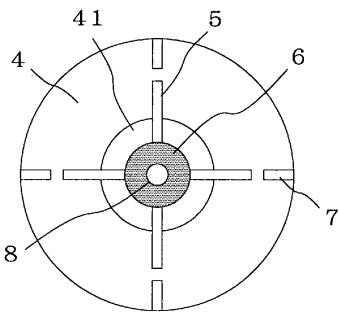
- 4: 환상 구획판
- 41: 연통구
- 5: 수평 패들 날개
- 6: 원반
- 7: 배플
- 8: 교반축
- 81: 수평 패들 날개
- 91: 고체 입자 입구
- 92: 액체 입구
- 93: 처리물 출구
- 94: 액체 출구
- S: 슛패스

**도면**

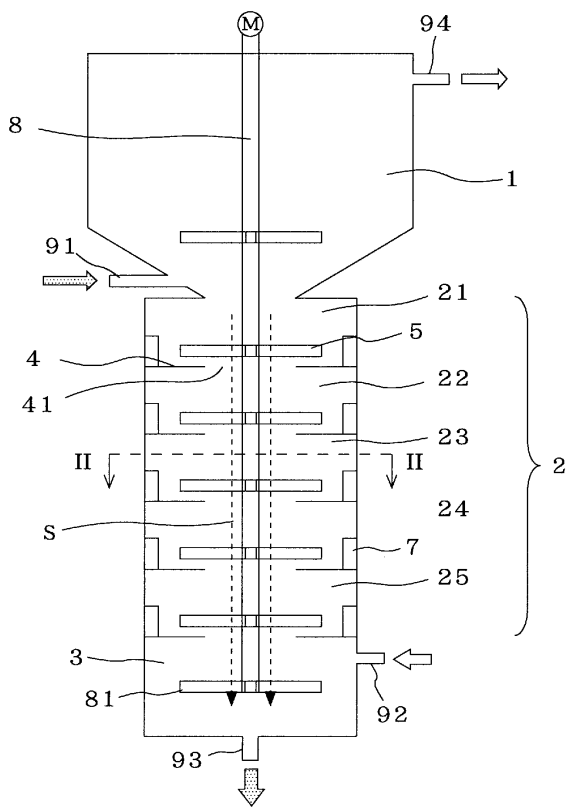
**도면1**



도면2



도면3



도면4

