

## n-헥산/p-TSA 수용액계에서 교반에 의한 유기상의 분산

김 태 옥 · 전 중 한\*

명지대학교 공과대학 화학공학과  
\*한국산업안전공단 산업안전교육원  
(1991년 5월 4일 접수)

### Dispersion of Organic Phase by Agitation in a n-Hexane/p-TSA Aqueous Solution System

Tae-Ok Kim and Jong-Han Chun \*

Department of Chemical Engineering, College of Engineering, Myong Ji University

\*Industrial Safety Training Institute, Korea Industrial Safety Corporation

(Received May 4, 1991)

#### 요 약

n-헥산과 40 wt % p-TSA 수용액으로 이루어진 비혼화성 액상계에서 교반에 의한 유기상의 분산을 해석하였다. 사용된 교반기는 blade의 형태가 flat와 금망으로 된 4가지 형태의 6-bladed turbine 교반기를 사용하였다. 실험결과, 동일한 교반속도에서 유기상의 분산정도는 blade의 형태가 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh의 순서로 감소하였고 계면활성제인 TBA의 농도가 증가할수록, 그리고 유기상의 부피비가 작을수록 유기상은 잘 분산되었다. 또한 완전분산에 필요한 최소교반속도는 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh의 순서로 증가하였으나 최소소요동력은 거의 동일하였다. 이때 Power number와 Reynolds number와의 관계는  $N_p = a N_{Re}^b$ 이었으며 교반기의 형태에 따른 상수 a와 혼합계의 종류에 따른 상수 b의 값은 각각 2200~4100, -0.69~-0.63 범위이었다.

**Abstract:** The effect of agitation on the dispersion of organic phase was investigated in an immiscible liquid system (n-hexane/40 wt % p-TSA aqueous solution). Four different types of six-bladed turbine impellers were used: a flat blade type and three screen blade types. The experimental results showed that the extent of dispersion of organic phase at the same agitation speed was decreased in the order of flat blade, 60 mesh, 40 mesh, and 20 mesh screen blades. Otherwise, it was increased with increasing the concentration of TBA as a surfactant agent and with decreasing volume fraction of organic phase. Also, the minimum agitation speed for a complete dispersion was increased in the order of flat blade, 60 mesh, 40 mesh, and 20 mesh screen blades. However, the minimum power consumption did not vary significantly. In this condition, the relationship between Power number and Reynolds number was expressed as  $N_p = a N_{Re}^b$ , where the values of constant a and constant b were ranged 2200~4100 and -0.69~-0.63 respectively.

## 1. 서 론

유기합성, 유화중합, 현탁중합, 그리고 석유세정 등과 같은 비혼화성 액상계에서는 액-액간의 물질 이동이 액상계면을 통하여 일어나며 액-액간의 접촉면적이 클수록 반응속도가 증가되기 때문에[1, 2] 분산상은 크기가 작은 액적으로 균일하게 분산될수록 좋다.

특히 액상촉매상에서 액화석유가스의 선택적 분리 공정과 같은 액상간의 물리적 성질의 차이가 큰 경우에는 층분리 경향이 증가하여 교반기의 배출유량은 감소되고 유기상의 균일한 분산은 어렵게 된다.

이와 같은 비혼화성 액상의 분산에 영향을 미치는 물리적 성질로는 계면간의 표면장력, 밀도, 점도 그리고 분산상의 부피비 등이 있으며[3, 4] 최소소요 동력에서 완전분산시킬 수 있는 교반기를 설계하기 위한 연구는 대부분 교반기의 형태와 크기에 따른 액적의 크기, 소요동력, 교반효과 등을 측정하여 반응기의 성능을 해석하였다[5~7]. 그러나 비혼화성 액상계의 분산에 관한 연구는 아직도 미흡한 실정이며 더욱이 실제 공정과 유사한 조건에서 물리적 성질변화에 따른 교반기의 성능을 비교·검토한 연구결과는 보고된 바 없다.

본 연구는 액화석유가스의 액상촉매반응이 높은

압력하에서 일어날 뿐만 아니라 가시적 관찰이 불가능하므로 이와 같은 비혼화성 액상반응계의 효과적이고 경제적인 분산장치를 해결하기 위하여 유기상은 액상촉매와 물리적 성질의 차이가 큰 n-헥산을, 그리고 액상촉매는 40 wt % para-toluene sulfonic acid (p-TSA) 수용액을 사용한 비혼화성 액상계에서 여러가지 교반기의 분산효과를 해석하였다.

## 2. 실 험

### 2. 1. 혼합계

상온에서 물리적 성질의 차이를 크게 하기 위하여 유기상은 n-헥산을, 그리고 수용액은 액화석유가스의 분리에 사용되는 40 wt % p-TSA 수용액을 각각 사용하였다.

액화석유가스는 선택적으로 분리반응되어 생성되는 tert-butyl alcohol (TBA) 과 p-TSA 수용액과의 혼화성으로 인하여 반응이 진행됨에 따라 수용액상의 부피는 증가하고 반대로 유기상의 부피는 감소되어 각상의 부피비가 변화하게 된다. 이와 같은 TBA의 영향을 관찰하기 위하여 TBA의 농도를 0%에서 43.9 wt % 까지 변화시켰다.

실제 공정은 촉매반응이어서 유기상의 부피비가 클수록 경제적이므로 본 실험계에서는 반응초기의

Table 1. Mixing Systems and Physical Properties of Immiscible Liquid Phase at 30 °C

Mixing system	Liquid phase	Volume fraction	Concentration of TBA (wt %)	Physical properties		
				$\sigma$ (dyne/cm)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\mu$ (cP)
I	Aqueous	1/3	0.	44.8	1.092	1.845
	Organic	2/3		17.4	0.650	0.285
II	Aqueous	1/3	3.21	30.5	1.068	1.858
	Organic	2/3		17.4	0.650	0.285
III	Aqueous	1/2	24.40	25.2	1.052	3.659
	Organic	1/2		17.4	0.650	0.285
IV	Aqueous	2/3	43.90	23.9	0.947	4.851
	Organic	1/3		17.4	0.650	0.285
V	Aqueous	1/2	0.	44.8	1.092	1.845
	Organic	1/2		17.4	0.650	0.285
VI	Aqueous	1/2	3.21	30.5	1.068	1.858
	Organic	1/2		17.4	0.650	0.285
VII	Aqueous	1/2	43.90	23.9	0.947	4.851
	Organic	1/2		17.4	0.650	0.285

유기상의 부피비를 1/3, 1/2, 2/3 로 변화시켰으며 사용된 7 가지의 혼합계는 Table 1 과 같다.

Table 1 에서 표면장력 ( $\sigma$ ), 밀도 ( $\rho$ ) 와 점도 ( $\mu$ ) 는 각각 표면장력계, 비중병, 그리고 점도계를 사용하여 측정하였다.

## 2. 2. 교반기

사용된 교반기는 직경이 3.17 cm 이고 blade 의 길이와 폭이 각각 0.8 cm 인 표준 형태의 6-bladed flat turbine 교반기, 그리고 같은 크기와 형태이나 blade 가 각각 60, 40, 20 mesh 의 금망으로 된 교반기로 모두 4 가지의 종류를 사용하였다.

## 2. 3. 실험방법

교반조는 폭 1 cm 의 방해판이 부착된 내경 9.5 cm 의 원통형 유리관을 사용하였고 교반기는 직류모터를 사용하여 rpm control box 로 회전속도를 조절하였다. 교반조의 외부에는 water jacket 를 부착하고 항온조로부터 원심펌프에 의해 증류수를 순환시켜 교반조 내의 온도를 30 °C 로 일정하게 유지하였다.

실험장치는 Fig. 1 과 같다.

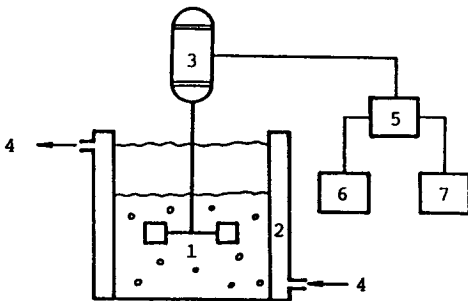


Fig. 1. Schematic diagram of experimental apparatus.

- |                        |  |
|------------------------|--|
| 1. Mixing tank         | 5. Servodyne dynamometer/<br>rpm control box |
| 2. Water jacket        | 6. Digital voltmeter                         |
| 3. DC motor            | 7. Recorder                                  |
| 4. Constant water bath |  |

## 2. 4. 실험장치

실험은 액상의 높이를 교반조의 직경과 동일하게 유지시키고 교반기의 위치 ( $H_b$ ) 를 전체 액상높이 ( $H$ )

의 1/3 또는 1/2 의 높이에 고정된 다음 7 가지 혼합계에 대한 교반기의 혼합효과와 소요동력을 200~1300 rpm 범위에서 측정하였다.

비혼화성 액상계의 혼합효과를 나타내는 분산상의 높이 ( $H_b$ ) 의 측정은 시간에 따라 액적 (droplet) 이 깨지는 현상과 높이의 변화를 관찰하고 정상상태에 도달되었을 때 반응기 하부에서부터 분산상과 깨지지 않은 유기상과의 경계면의 평균높이를 측정하였다.

교반기의 소요동력은 회전속도 조절기와 한 조로 이루어진 standard servodyne dynamometer (Cole-Parmer 사) 에 의하여 나타난 전위차를 연속기록계에 기록하고 보정하여 산출하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3. 1. 유기상의 분산

Fig. 2 는 혼합계 [V] 의 경우 4 가지의 교반기 형태에서 교반속도 변화에 따른 유기상의 무차원 분산높이 변화를 나타낸 대표적인 그림이다. 그림에서  $H_b/H$  는 교반속도에 대하여 직선관계를 나타내며 동일한 교반속도에서는 blade 의 형태가 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh 의 순으로 분산이 잘 이루어지고 있다. 이것은 turbine 형태의 교반기에서는 교반기의 배출유량이 교반속도에 정비례할 뿐만 아니라 [8] blade 의 형태에 의존하기 때문이다.

유기상의 분산에 미치는 계면활성제 농도의 영향은 Fig. 3 에서와 같이 계면활성제의 농도가 증가할수록 표면장력의 감소로 유기상의 분산은 증가하여 43.93 wt % TBA 의 농도에서는 계면활성제가 존재하지 않는 경우보다 무차원 분산높이로 10 % 이상의 증가를 나타내었다. 특히 계면활성제인 TBA 의 농도가 24.40 wt % 이하의 범위에서는 TBA 농도의 증가에 따라 분산높이가 상당히 증가하지만 24.40 wt % 와 43.90 wt % 의 TBA 농도에서는 거의 비슷한 분산정도를 나타내고 있다. 이것은 Table 1 에서와 같이 수용액상과 유기상의 표면장력 차이가 TBA 의 농도에 따라 0 wt % 에서는 27.4 dyne/cm, 3.21 wt % 에서는 13.1 dyne/cm 이나 24.4 wt % 와 43.90 wt % 에서는 각각 7.8 과 6.5 dyne/cm 로 그 값의 변화가 작기 때문이다.

Fig. 4 는 60 mesh 금망의 교반기를 사용한 혼합계 [II] 와 혼합계 [VI] 에서 유기상의 부피비 ( $\phi$ ) 와 교반기의 위치변화에 따른 유기상의 분산효과를 나

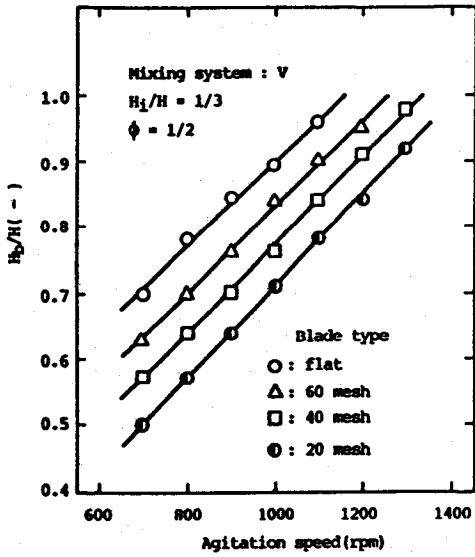


Fig. 2. Effect of agitation speed on  $H_b/H$  for various impeller blade types.

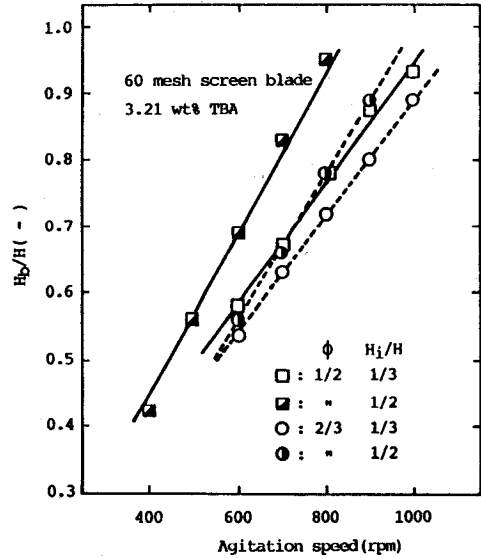


Fig. 4.  $H_b/H$  vs. agitation speed at various volume fraction of organic phases and impeller heights.

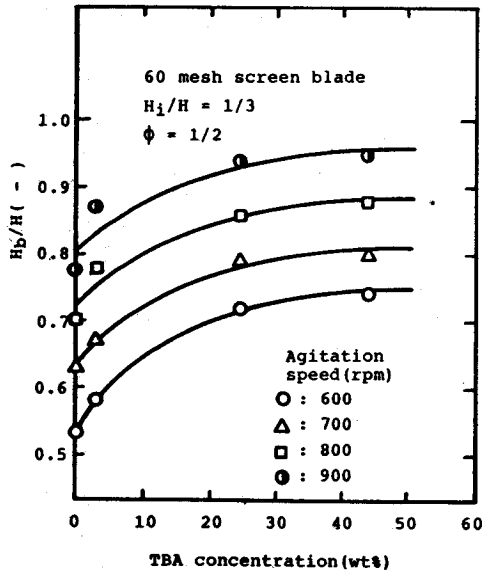


Fig. 3. Effect of TBA concentration on  $H_b/H$  at various agitation speeds.

타낸 것이다. 동일한 교반속도에서는 교반기의 배출 유량이 일정하여 유기상이 많을수록 분산이 어렵기 때문에 결과적으로 완전분산에 필요한 교반속도는

증가하게 된다. 또한 교반기의 위치가 1/3 에서보다 1/2 에서 분산이 잘 이루어 지며 이와 같은 경향은 유기상의 부피비가 2/3 에서보다 1/2 인 경우에 상당히 증가하고 있다. 이것은 turbine 형태의 교반기가 반응기 기벽으로 유체를 펌핑시켜 깨뜨리는 동시에 상, 하부로 재순환시키는 작용을 하고 [9] 이때 교반기에 도달되는 상, 하부의 재순환 흐름 속도는 동일하므로 [10] 교반기의 위치가 유기상에 가까울수록 상부의 재순환흐름에는 상대적으로 많은 유기상이 포함되어 분산되기 때문이다. 따라서 유기상의 부피비가 작을수록 유기상의 분산에 미치는 교반기 위치의 영향은 증가하게 된다.

### 3. 2. 소요동력

Fig. 5는 혼합계 [III] 에서 blade 의 형태에 따른 교반속도와 소요동력과의 관계를 나타낸 대표적인 그림이다. 이때 소요동력은 교반기의 위치에 거의 무관하였고 동일한 혼합계에서 교반속도의 영향은 blade 의 형태에 관계없이 일정하여 교반속도의 2.3~2.5 승에 비례하였다. 이 결과는 혼화성 액상계에서의 결과인 교반속도의 2~3 승과 거의 일치한다[8]. 또한 동일한 교반속도에서의 소요동력은 blade 의 형태가

flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh의 순서로 감소하였는데 이것은 Fig. 2의 설명과 같이 교반기의 배출 유량이 작을수록 소요동력이 작기 때문이다.

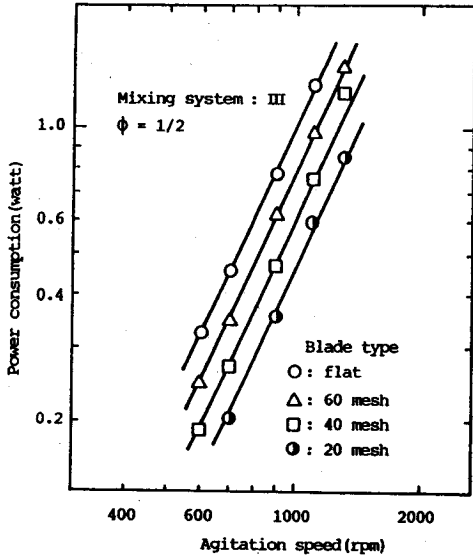


Fig. 5. Effect of agitation speed on power consumption for various impeller blade types.

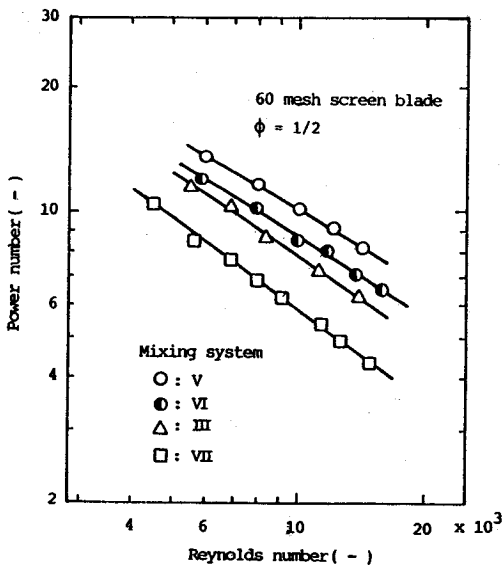


Fig. 6. Power number vs. Reynolds number for various mixing systems.

소요동력에 미치는 분산상의 부피비와 계면활성제의 농도영향은 매우 작았으나 분산상의 부피비가 클수록 액상의 밀도와 점도의 감소로 소요동력은 다소 감소하였다. 그러나 계면활성제인 TBA의 농도가 증가할수록 액상의 밀도는 감소하지만 점도는 다소 증가하여 소요동력이 혼합계의 종류와 교반속도의 크기에 따라 다양하게 변화하였다.

따라서 비혼화성 액상계의 물리적 성질의 변화와 교반기의 형태에 따른 소요동력의 상관식을 얻기 위하여 분산상의 부피비가 1/2인 혼합계 [V], [VI], [III], [VII]에서 60 mesh 금망의 교반기에 대한 Power number ( $N_p$ )를 Reynolds number ( $N_{Re}$ )에 대하여 도시한 그림은 Fig. 6과 같다. 여기서  $N_p$ 와  $N_{Re}$ 는 각각  $P/\rho_m N^3 D^5$ ,  $D^2 N \rho_m / \mu_m$ 로 정의하였고 P는 소요동력 (Watt), N은 교반속도 ( $\text{sec}^{-1}$ ), D는 교반기 직경 (m)이며 평균밀도와 점도는  $\rho_m = \rho_c (1 - \phi) + \rho_d \phi$ ,  $\mu_m = \mu_c^{1-\phi} \cdot \mu_d^\phi$ 와 같이 계산하여 사용하였다.

그림에서와 같이 계면활성제가 존재하는 비혼화성 액상계의  $N_p$ 와  $N_{Re}$ 의 관계는  $N_p = a N_{Re}^b$ 와 같이 나타낼 수 있었으며 최소자승법에 의하여 산출된 교반기의 형태에 따른 상수 a와 혼합계의 물리적 성질 변화에 따른 상수 b의 값은 각각 Table 2 및 Table 3과 같다.

Table 2. Constant a for Various Impeller Types

Blade type	flat	60 mesh	40 mesh	20 mesh
a	4100	3400	2700	2200

Table 3. Constant b for Various Mixing Systems ( $\phi=1$ )

Mixing system	V	VI	III	VII
b	-0.63	-0.65	-0.66	-0.69

Table 2에서와 같이 동일한 혼합계에서 Power number는 screen blade에서보다 flat blade에서 가장 크며 또한 Table 3에서와 같이 동일한 blade 형태에서 Power number에 미치는 Reynolds number의 영향은 계면활성제의 농도가 증가할수록 큼을 알 수 있다.

### 3. 3. 교반기의 성능

교반기의 형태와 위치변화에 따른 최소교반속도와 최소소요동력을 비교하여 교반기의 성능을 해석하였다. 이때 최소교반속도는 각 혼합계에서 완전분산에

도달되는 교반속도로 정의하고 Fig. 2 와 같은 유기 상의 분산높이와 교반속도와의 그림에서 무차원 분

산높이가 1 이 되는 교반속도를 외삽하여 산출하였으며 그 결과는 Table 4 와 같다.

Table 4. Minimum Agitation Speed (rpm) Required for a Complete Dispersion of Organic Phase

Blade type	H/H	Mixing system						
		I	II	III	IV	V	VI	VII
flat	1/3	1240	1080	940	920	1140	1020	880
	1/2	1010	960	730	620	935	800	590
60 mesh	1/3	1280	1120	990	975	1240	1060	1000
	1/2	1080	1000	760	650	1005	850	640
40 mesh	1/3	1330	1060	1050	1025	1340	1170	1050
	1/2	1140	1050	810	680	1085	900	695
20 mesh	1/3	1370	1210	1110	1060	1450	1310	1100
	1/2	1210	1100	845	700	1150	1080	740

Table 5. Minimum Power Consumption (Watt) Required for a Complete Dispersion of Organic Phase

Blade type	H/H	Mixing system						
		I	II	III	IV	V	VI	VII
flat	1/3	1.19	0.95	0.85	0.64	1.27	0.89	0.60
	1/2	0.76	0.63	0.50	0.22	0.83	0.46	0.17
60 mesh	1/3	1.15	0.84	0.77	0.63	1.27	0.81	0.58
	1/2	0.77	0.62	0.41	0.21	0.83	0.45	0.17
40 mesh	1/3	1.11	0.83	0.68	0.61	1.27	0.75	0.54
	1/2	0.76	0.62	0.38	0.21	0.82	0.44	0.16
20 mesh	1/3	1.08	0.83	0.59	0.60	1.26	0.65	0.51
	1/2	0.77	0.58	0.31	0.20	0.75	0.43	0.16

또한 3. 2 절의  $N_p$  와  $N_{Re}$  의 관계식으로부터 최소 교반속도에서 산출된 최소소요동력은 Table 5 와 같다.

Table 4 및 Table 5 에서와 같이 모든 혼합계에서 blade 의 형태가 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh 의 순서로 최소교반속도는 증가하였으나 최소소요동력은 거의 비슷하거나 다소 감소하고 있다. 따라서 금망의 교반기는 flat blade 보다 동일한 소요동력에서 교반속도가 클 뿐만 아니라 유체가 금망사이로 빠져 나가면서 깨지기 때문에 유기상을 크기가 작은 액적으로 분산시킬 수 있어서[11] 효과적인 분산장치로 볼 수 있다. 이와 같은 결과는 n-헥산과 물로 이루어진 비혼화성 액상계에서 완전분산시의 액적크기가 flat blade 에서 보다 60 mesh 금망의 교반기에서 작다는 김[12] 의 결과와 일치한다.

또한 동일한 형태의 교반기에서 교반기의 위치가 1/2 인 경우는 1/3인 경우보다 최소교반속도가 작아서 최소소요동력도 작은 값을 나타내었으며 이와 같은 경향은 Table 5 에서와 같이 유기상의 부피비가 작을 수록, 그리고 계면활성제의 농도가 증가할수록 상당히 증가하였다.

#### 4. 결 론

유기상으로 n-헥산을, 수용액상으로 40 wt % p-TSA 수용액을 사용한 비혼화성 액상계에서 교반기의 분산효과를 해석한 결과는 다음과 같다.

1. 동일한 교반속도에서 유기상의 분산정도는 blade 의 형태가 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh 의 순서로 감소하였다. 또한 계면활성제인 TBA 의

- 농도가 증가할수록, 유기상의 부피가 작을수록, 그리고 교반기의 위치가 1/3 인 경우보다 1/2 에서 분산이 잘 되었다.
- 동일한 교반속도에서 교반기의 소요동력은 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh 의 순서로 감소하였으며 비혼화성 액상계에서 Power number 와 Reynolds number 와의 관계는  $N_p = a N_{Re}^b$  와 같이 나타낼 수 있었다. 이때 유기상의 부피비가 1/2 인 경우의 상수 a 와 b 의 값은 각각  $a = 2200 \sim 4100$ ,  $b = -0.63 \sim -0.69$  이었다.
  - 완전분산에 필요한 최소교반속도의 크기는 flat, 60 mesh, 40 mesh, 20 mesh 의 순서로 증가하였으나 최소소요동력은 거의 동일하여 금망의 교반기가 flat blade 보다 우수한 분산효과를 나타내었다.

### 참 고 문 헌

- R. W. Macdonald and E. L. Priet, *Chem. Eng. Progr.*, **47**, 363(1951).
- J. H. Ruston, *Chem. Eng. Progr.*, **48**, 33(1952).
- A. H. P. Skelland and J. M. Lee, *AIChE J.*, **27**, 99(1981).
- S. Nagata, "Mixing-Principles and Applications", John Willey & Sons, New York(1975).
- F. B. Sprow, *AIChE J.*, **13**, 995(1967).
- G. Narsiham and J. P. Gupta, *Chem. Eng. Sci.*, **34**, 257(1979).
- D. S. Doh, *Hwahak Konghak*, **8**, 212(1970).
- W. L. McCabe, J. M. Smith and P. Harriott, "Unit Operations of Chemical Engineering", 4th ed., McGraw-Hill, New York(1985).
- F. S. Manning and R. H. Wilhelm, *AIChE J.*, **9**, 12(1963).
- T. O. Kim and W. K. Kang, *Int. Chem. Eng.*, **28**, 690(1988).
- Y. E. Kim, K. Y. Shin and W. K. Kang, *Hwahak Konghak*, **5**, 201(1967).
- D. U. Kim, M. S. Thesis, Korea Univ., Seoul, Korea (1986).