

明 細 書

発明の名称：塩化水素の脱湿方法

技術分野

[0001] 本発明は塩化水素ガスを脱湿する方法に関する。

背景技術

[0002] 塩化水素ガスからの水分除去の方法として、従来、吸着法、冷却凝縮法、濃硫酸法などが用いられている。これらの方法のうち、濃硫酸法について、脱湿に用いられる濃硫酸の濃度と脱湿後の塩化水素中の水分濃度とはトレードオフの関係にある。すなわち、水分濃度の多い塩化水素ガスを処理する場合、または処理量が多い場合には、濃硫酸濃度が低下すると、得られる塩化水素ガスに含まれる水分の濃度は高くなる。そのため、例えば、特許文献1には、冷却凝縮法により塩化水素ガス中の水分を凝縮させた後、水分濃度が低減された塩化水素ガスを、濃硫酸乾燥塔を用いてさらに脱湿する方法が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：中国実用新案登録公報「第202265420号（2012年6月6日登録）」

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 濃硫酸法によって脱湿を行う場合、得られる塩化水素ガスの脱湿の確実性を高めるために、高濃度の濃硫酸を大量に使用することが多い。そのため、濃硫酸の利用効率の向上は、コストおよび処理効率の観点から非常に重要な課題である。しかしながら、特許文献1には、濃硫酸の利用効率を高めるための構成は開示されていない。

[0005] 本発明の一態様は、脱湿工程の全体における濃硫酸の利用効率を高めることを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 上記の課題を解決するために、本発明の一態様に係る脱湿方法は、塩化水素ガスを多段階の工程で脱湿する塩化水素ガスの脱湿方法であって、塩化水素ガスと濃硫酸とを接触させる第1脱湿工程と、前記第1脱湿工程を経た塩化水素ガスを、濃硫酸と接触させる第2脱湿工程とを含み、前記第2脱湿工程で使用する濃硫酸の濃度は、前記第1脱湿工程で使用する濃硫酸の濃度よりも高いことを特徴とする。

発明の効果

[0007] 本発明の一態様によれば、脱湿工程の全体における濃硫酸の利用効率を高めることができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]実施形態1に係る脱湿装置の概略図である。

[図2]実施形態2に係る脱湿装置の概略図である。

[図3]最下流の乾燥塔における硫酸濃度と塩化水素ガスの出口水分濃度との関係を示すグラフである。

[図4]塩化水素ガスの水分除去率、濃硫酸濃度、およびガス供給量の関係式の導出のために用いた装置の概略図である。

発明を実施するための形態

[0009] [実施形態1]

(塩化水素ガスの脱湿装置)

以下、本発明の一実施形態について、詳細に説明する。まず、本発明の一実施形態にかかる塩化水素ガスの脱湿方法に用いられる例示的な脱湿装置100について、図1を用いて説明する。

[0010] 図1は、脱湿装置100の構造を示す概略図である。脱湿装置100は、塩化水素ガス中の水分を多段階の工程で除去する、すなわち、塩化水素ガスを脱湿する装置である。より具体的には、脱湿装置100は、複数の乾燥塔内において、塩化水素ガスを濃硫酸と接触させることにより、濃硫酸の脱水

作用を利用して塩化水素ガスの脱湿を行う装置である。

- [0011] 脱湿装置 100 は、第 1 乾燥塔 1 A と、第 2 乾燥塔 1 B とを含む。第 1 乾燥塔 1 A は、脱湿前塩化水素ガス 2 1 と第 1 脱湿工程用濃硫酸である第 1 濃硫酸 1 3 A とを接触させる第 1 脱湿工程を行うための塔である。第 2 乾燥塔 1 B は、第 1 脱湿工程を経た塩化水素ガス 2 1 A を、第 2 脱湿工程用濃硫酸である第 2 濃硫酸 1 3 B と接触させる第 2 脱湿工程を行うための塔である。第 1 脱湿工程を経た塩化水素ガス 2 1 A は、第 1 乾燥塔 1 A から配管 4 1 を通って第 2 乾燥塔 1 B に供給される。後述する実施形態とは異なり、脱湿装置 100 では、第 2 乾燥塔 1 B において使用された濃硫酸は、第 1 乾燥塔 1 A において再利用されない。
- [0012] 第 1 乾燥塔 1 A は、濃硫酸 1 1 を供給するための、濃硫酸供給タンク 3 1 A と、ポンプ 2 A と、第 1 脱湿工程で使用された濃硫酸 1 4 A を回収する濃硫酸回収タンク 3 2 A とを備える。回収された濃硫酸は、回収濃硫酸 1 2 として濃硫酸回収タンク 3 2 A に貯蔵される。ポンプ 2 A は、第 1 乾燥塔 1 A において濃硫酸を再利用するために、第 1 乾燥塔 1 A 内の濃硫酸の少なくとも一部を第 1 乾燥塔 1 A の底部の排出口（図示せず）から、第 1 乾燥塔 1 A の上部に形成された濃硫酸供給口 6 A まで送液する。
- [0013] 第 2 乾燥塔 1 B も同様に、濃硫酸供給タンク 3 1 B と、ポンプ 2 B と、第 2 脱湿工程で使用された濃硫酸 1 4 B を回収する濃硫酸回収タンク 3 2 B とを備える。回収された濃硫酸は、回収濃硫酸 1 2 として濃硫酸回収タンク 3 2 B に貯蔵される。ポンプ 2 B は、濃硫酸を第 2 乾燥塔 1 B の濃硫酸供給口 6 B を介して第 2 乾燥塔 1 B 内まで送液する。
- [0014] 第 1 乾燥塔 1 A の中段には、樹脂製の充填物が充填された充填層 3 A が設けられている。充填層 3 A が設けられていることにより、脱湿前塩化水素ガス 2 1 と第 1 濃硫酸 1 3 A との接触面積が増え、脱湿前塩化水素ガス 2 1 の脱湿が効率的に行われる。
- [0015] また、第 1 乾燥塔 1 A の底部には、第 1 脱湿工程で使用された濃硫酸 1 4 A を貯留するための貯留部 4 A が設けられている。第 1 乾燥塔 1 A の底部か

ら所定の高さの位置（貯留部 4 A の鉛直上側）には、貯留部 4 A 内に貯留された濃硫酸 1 4 A をオーバーフロー排出するためのオーバーフロー管 8 A が設けられている。オーバーフロー管 8 A は、濃硫酸回収タンク 3 2 A と通液可能に接続されている。

[0016] 塩化水素ガス供給口 5 A は、脱湿前塩化水素ガス 2 1 を供給するために、充填層 3 A の下部空間に導通するように設けられている。濃硫酸供給口 6 A は、第 1 濃硫酸 1 3 A を供給するために、充填層 3 A の上部空間に導通するように設けられている。濃硫酸供給口 6 A は、散布部 7 A と通液可能に接続されている。散布部 7 A は、濃硫酸液を充填層 3 A の充填物に対して散布するための部材である。

[0017] 第 1 乾燥塔 1 A は、第 1 脱湿工程で使用された濃硫酸 1 4 A の濃度を監視するための監視装置 6 1 A と、制御装置 6 0 A とをさらに備える。制御装置 6 0 A は、監視装置 6 1 A から濃硫酸 1 4 A の濃度の情報を受信すると、当該濃度に応じて、濃硫酸供給タンク 3 1 A から供給される濃硫酸 1 1 の供給量を制御する。

[0018] 第 2 乾燥塔 1 B についても同様に、充填層 3 B、貯留部 4 B、塩化水素ガス供給口 5 B、濃硫酸供給口 6 B、散布部 7 B、オーバーフロー管 8 B が設けられている。監視装置 6 1 B および制御装置 6 0 B の役割も同様である。

[0019] 制御装置 6 0 A および制御装置 6 0 B は、濃硫酸 1 1 の供給量を制御するときに、第 2 脱湿工程で使用する第 2 濃硫酸 1 3 B の濃度が、第 1 脱湿工程で使用する第 1 濃硫酸 1 3 A の濃度よりも高くなるように濃硫酸 1 1 の供給量を制御する。当該供給量の制御は、例えば、制御装置 6 0 A が制御弁 6 2 A を制御し、制御装置 6 0 B が、制御弁 6 2 B を制御することにより実現される。制御装置 6 0 A と制御装置 6 0 B とは通信可能に接続されており、このような濃硫酸 1 1 の供給量の制御が可能となっている。

[0020] 図 1 において、S T はスチームを意味している。L T、A T はそれぞれレベルトランスミッタ、アナライザトランスミッタを意味している。

[0021] （塩化水素ガスの流れ）

脱湿前塩化水素ガス 2 1 は、塩化水素ガス供給口 5 A から、第 1 乾燥塔 1 A 内部に供給される。その後、充填層 3 A 内において、脱湿前塩化水素ガス 2 1 は、第 1 濃硫酸 1 3 A と接触し、脱湿される（第 1 脱湿工程）。第 1 脱湿工程を経た塩化水素ガス 2 1 A は、第 1 乾燥塔 1 A の頂部から排出され、第 2 乾燥塔 1 B の塩化水素ガス供給口 5 B から、第 2 乾燥塔 1 B 内部に供給される。その後、充填層 3 B 内において塩化水素ガス 2 1 A は、第 2 濃硫酸 1 3 B と接触し、脱湿される（第 2 脱湿工程）。第 2 脱湿工程を経た塩化水素ガス 2 1 B は、第 2 乾燥塔 1 B の頂部から排出される。

[0022] （濃硫酸の流れ）

濃硫酸供給タンク 3 1 A 内に貯蔵されている濃硫酸 1 1 は、通常約 9 8 w t % の濃硫酸である。濃硫酸供給タンク 3 1 A は、制御弁 6 2 A を介して第 1 乾燥塔 1 A と接続されている。濃硫酸 1 1 は、濃硫酸供給タンク 3 1 A から、第 1 乾燥塔 1 A の濃硫酸供給口 6 A を介して、第 1 濃硫酸 1 3 A の一部として、第 1 乾燥塔 1 A に供給される。濃硫酸供給タンク 3 1 A から供給される濃硫酸 1 1 の供給量は、上述したように制御装置 6 0 A によって制御される。

[0023] 第 1 濃硫酸 1 3 A は、散布部 7 A を介して、充填層 3 A に向けて散布される。充填層 3 A において脱湿前塩化水素ガス 2 1 と接触した（第 1 脱湿工程で使用された）濃硫酸 1 4 A は、濃硫酸 1 4 A を貯留するための貯留部 4 A に貯留される。

[0024] 貯留部 4 A に貯留されている濃硫酸 1 4 A の少なくとも一部は、第 1 乾燥塔 1 A の底部より、ポンプ 2 A によって第 1 乾燥塔 1 A の濃硫酸供給口 6 A まで送液される。濃硫酸 1 4 A は、第 1 濃硫酸 1 3 A の少なくとも一部として（場合により、濃硫酸 1 1 と一緒になって）第 1 乾燥塔 1 A に供給される。

[0025] 第 2 乾燥塔 1 B についても濃硫酸の流れは同様である。濃硫酸供給口 6 B から供給される第 2 濃硫酸 1 3 B は、散布部 7 B を介して、充填層 3 B に向けて散布される。充填層 3 B において、第 1 脱湿工程を経た塩化水素ガス 2

1 Aと接触した（第2脱湿工程で使用された）濃硫酸1 4 Bは、貯留部4 Bに貯留される。

[0026] 貯留部4 Bに貯留されている濃硫酸1 4 Bの少なくとも一部は、第2乾燥塔1 Bの底部より、ポンプ2 Bによって濃硫酸供給口6 Bまで送液される。濃硫酸1 4 Bは、第2濃硫酸1 3 Bの少なくとも一部として（場合により、濃硫酸1 1と一緒に）第2乾燥塔1 Bに供給される。濃硫酸供給タンク3 1 Bから供給される濃硫酸1 1の供給量は、上述したように制御装置6 0 Bによって制御される。

[0027] 実施形態1において、第2濃硫酸1 3 B（第2脱湿工程で使用する濃硫酸）は、第1濃硫酸1 3 A（第1脱湿工程で使用する濃硫酸）よりも濃度が高い。第2濃硫酸1 3 Bとして、例えば、96 wt %以上の濃硫酸が用いられる。第1濃硫酸1 3 Aは、80 wt %以上、95 wt %未満、好ましくは、85 wt %以上、90 wt %未満の濃硫酸が用いられる。

[0028] 第1濃硫酸1 3 Aの濃度は、98 wt %よりも十分低いため、濃硫酸供給タンク3 1 A内の濃硫酸1 1は、98 wt %の濃硫酸でなくてもよい。

[0029] また、上記のように、第1脱湿工程で用いられる濃硫酸と第2脱湿工程で用いられる濃硫酸とは、濃度差がある。このため、第1濃硫酸1 3 Aとして、第2脱湿工程で使用され、回収された濃硫酸1 4 Bを用いることも可能である。

[0030] 上記では、図1を参照して乾燥塔が2つの場合について説明したが、乾燥塔は2つに限定されず、3つ以上であってもよい。

[0031] また、上記では第1脱湿工程を第1乾燥塔1 Aにおいて行い、第2脱湿工程を第2乾燥塔1 Bにおいて行う実施形態について説明した。しかしながら、第1脱湿工程および第2脱湿工程を含む複数の脱湿工程が、1つの乾燥塔内で行われるような実施形態であってもよい。

[0032] （実施形態1の効果）

以上のように、実施形態1の脱湿方法は、塩化水素ガスを多段階の工程で脱湿させる塩化水素ガスの脱湿方法であり、脱湿装置1 0 0を用いて行われ

る。また、実施形態 1 の脱湿方法は、塩化水素ガス（脱湿前塩化水素ガス 2 1）と濃硫酸（第 1 濃硫酸 1 3 A）とを接触させる第 1 脱湿工程と、前記第 1 脱湿工程を経た塩化水素ガス（塩化水素ガス 2 1 A）を、濃硫酸（第 2 濃硫酸 1 3 B）と接触させる第 2 脱湿工程とを含む。前記第 2 脱湿工程で使用する濃硫酸（第 2 濃硫酸 1 3 B）の濃度は、前記第 1 脱湿工程で使用する濃硫酸（第 1 濃硫酸 1 3 A）の濃度よりも高い。

[0033] この脱湿方法によれば、前記第 1 脱湿工程において塩化水素ガスの脱湿をした後、前記第 2 脱湿工程において、前記第 1 脱湿工程で使用した濃硫酸よりも高い濃度の濃硫酸を使用して脱湿する。前記第 1 脱湿工程において、低い濃度の濃硫酸を使用しても、比較的高い脱湿効果が得られる。そのため、上流の第 1 脱湿工程において低い濃度の濃硫酸を有効利用することにより、複数段階の脱湿工程の全体における濃硫酸の利用効率を高めることができる。

[0034] 〔実施形態 2〕
（塩化水素ガスの脱湿装置）

本発明の他の実施形態について、以下に説明する。なお、説明の便宜上、上記実施形態にて説明した部材と同じ機能を有する部材については、同じ符号を付記し、その説明を繰り返さない。

[0035] 図 2 は、脱湿装置 1 0 1 の構造を示す概略図である。脱湿装置 1 0 1 は、本発明の実施形態 2 にかかる塩化水素ガスの脱湿方法に用いられる装置の一例である。脱湿装置 1 0 1 は、第 1 乾燥塔 1 A と、第 2 乾燥塔 1 B と、第 3 乾燥塔 1 C と、ミストセパレータ 5 0 とを含む。第 3 乾燥塔 1 C は、第 2 脱湿工程を経た塩化水素ガス 2 1 B と第 3 脱湿工程用濃硫酸である第 3 濃硫酸 1 3 C とを接触させる第 3 脱湿工程を行うための塔である。第 3 乾燥塔 1 C は、濃硫酸を第 3 乾燥塔 1 C の濃硫酸供給口 6 C を介して第 3 乾燥塔 1 C 内まで送液するためのポンプ 2 C を備えている。濃硫酸供給タンク 3 1 は、制御弁 6 2 を介して、第 3 乾燥塔 1 C と通液可能に接続されている。濃硫酸回収タンク 3 2 は、第 1 乾燥塔 1 A のオーバーフロー管 8 A と通液可能に接続

されている。

[0036] ミストセパレータ 50 は、硫酸ミストを捕捉するためのガラスフィルター 51 を備えており、多段階の工程を経た塩化水素ガス 22 から硫酸ミストを除去するための装置である。

[0037] 第 1 乾燥塔 1A において、充填層 3A、貯留部 4A、塩化水素ガス供給口 5A、濃硫酸供給口 6A、散布部 7A およびオーバーフロー管 8A については、実施形態 1 と同様である。

[0038] 第 2 乾燥塔 1B についても同様に、充填層 3B、貯留部 4B、塩化水素ガス供給口 5B、濃硫酸供給口 6B、散布部 7B、およびオーバーフロー管 8B が設けられている。第 3 乾燥塔 1C についても同様に、充填層 3C、貯留部 4C、塩化水素ガス供給口 5C、濃硫酸供給口 6C、散布部 7C、およびオーバーフロー管 8C が設けられている。

[0039] (塩化水素ガスの流れ)

脱湿前塩化水素ガス 21 は、塩化水素ガス供給口 5A から、第 1 乾燥塔 1A 内部に供給される。その後、充填層 3A 内において、脱湿前塩化水素ガス 21 は、第 1 濃硫酸 13A と接触し、脱湿される (第 1 脱湿工程)。第 1 脱湿工程を経た塩化水素ガス 21A は、第 1 乾燥塔 1A の頂部から排出され、配管 41 を通って第 2 乾燥塔 1B の塩化水素ガス供給口 5B から、第 2 乾燥塔 1B 内部に供給される。その後、充填層 3B 内において、塩化水素ガス 21A は、第 2 濃硫酸 13B と接触し、脱湿される (第 2 脱湿工程)。第 2 脱湿工程を経た塩化水素ガス 21B は、第 2 乾燥塔 1B の頂部から排出され、配管 42 を通って第 3 乾燥塔 1C の塩化水素ガス供給口 5C から、第 3 乾燥塔 1C 内部に供給される。その後、充填層 3C 内において塩化水素ガス 21B は、第 3 脱湿工程用濃硫酸である第 3 濃硫酸 13C と接触し、脱湿される (第 3 脱湿工程)。第 3 脱湿工程を経た塩化水素ガス 21C は、第 3 乾燥塔 1C の頂部から排出され、配管 43 を通ってミストセパレータ 50 に供給される。

[0040] 全ての脱湿工程を経てミストセパレータ 50 に供給された塩化水素ガス 2

2が、ミストセパレータ50内のガラスフィルター51を通過することにより、塩化水素ガス22に含まれる硫酸ミストが捕捉される。ガラスフィルター51を通過した塩化水素ガスは、処理後塩化水素ガス23として、ミストセパレータ50から排出され、図示しない貯蔵用タンク等に供給される。

[0041] ミストセパレータ50によって回収された濃硫酸11Mは、乾燥塔において脱湿に利用される濃硫酸などとして再利用することができる。

[0042] (濃硫酸の流れ)

濃硫酸供給タンク31内に貯蔵されている濃硫酸11は、通常約98wt%の濃硫酸である。濃硫酸11は、濃硫酸供給タンク31から、第3乾燥塔1Cの濃硫酸供給口6Cを介して、第3濃硫酸13Cの少なくとも一部として、第3乾燥塔1Cに供給される。第3濃硫酸13Cは、散布部7Cを介して、充填層3Cに向けて散布される。充填層3Cにおいて、塩化水素ガス21Cと接触した(第3脱湿工程で使用された)濃硫酸14Cは、貯留部4Cに貯留される。濃硫酸供給タンク31Aから供給される濃硫酸11の供給量は、制御装置60によって制御される。制御装置60による濃度の制御方法の詳細については後述する。

[0043] 貯留部4Cに貯留されている第3脱湿工程で使用された濃硫酸14Cの少なくとも一部は、第3乾燥塔1Cの底部より、ポンプ2Cによって第3乾燥塔1Cの濃硫酸供給口6Cまで送液される。濃硫酸14Cは、第3濃硫酸13Cの少なくとも一部として(場合により、濃硫酸11と一緒に)第3乾燥塔1Cに供給される。

[0044] 貯留部4Cに貯留されている濃硫酸14Cが所定量を超えた場合、所定量を超えた分の濃硫酸14Cは、オーバーフロー管8Cを介して、第3乾燥塔1Cから排出され、配管44を通して第2乾燥塔1Bの貯留部4B内に供給される。すなわち、第3脱湿工程で使用された濃硫酸14Cの少なくとも一部は、第2脱湿工程で第2濃硫酸13Bとして再利用される。

[0045] 第2乾燥塔の貯留部4Bに貯留されている濃硫酸15Bの少なくとも一部は、第2乾燥塔1Bの底部より、ポンプ2Bによって第2乾燥塔1Bの濃硫

酸供給口 6 B まで送液される。濃硫酸 1 5 B は、第 2 濃硫酸 1 3 B として第 2 乾燥塔 1 B に供給される。第 2 濃硫酸 1 3 B は、散布部 7 B を介して、充填層 3 B に向けて散布される。充填層 3 B において、塩化水素ガス 2 1 A と接触した（第 2 脱湿工程で使用された）濃硫酸 1 4 B は、貯留部 4 B に貯留される。

[0046] 貯留部 4 B に貯留されている濃硫酸 1 5 B が所定量を超えた場合、所定量を超えた分の濃硫酸 1 5 B は、オーバーフロー管 8 B を介して、第 2 乾燥塔 1 B から排出され、配管 4 5 を通って第 1 乾燥塔 1 A の貯留部 4 A 内に供給される。すなわち、第 2 脱湿工程で使用された濃硫酸 1 4 B の少なくとも一部は、第 1 脱湿工程で第 1 濃硫酸 1 3 A として再利用される。

[0047] 第 1 乾燥塔 1 A の貯留部 4 A 内に貯留されている濃硫酸 1 5 A の少なくとも一部は、第 1 乾燥塔 1 A の底部より、ポンプ 2 A によって第 1 乾燥塔 1 A の濃硫酸供給口 6 A まで送液される。濃硫酸 1 5 A は、第 1 濃硫酸 1 3 A として第 1 乾燥塔 1 A に供給される。第 1 濃硫酸 1 3 A は、散布部 7 A を介して、充填層 3 A に向けて散布される。充填層 3 A において、脱湿前塩化水素ガス 2 1 と接触した（第 1 脱湿工程で使用された）濃硫酸 1 4 A は、貯留部 4 A に貯留される。

[0048] 貯留部 4 A に貯留されている濃硫酸（濃硫酸 1 5 A）が所定量を超えた場合、所定量を超えた分の濃硫酸 1 5 A は、オーバーフロー管 8 A を介して、第 1 乾燥塔 1 A から排出され、濃硫酸回収タンク 3 2 にて回収される。回収された濃硫酸は、回収濃硫酸 1 2 として濃硫酸回収タンク 3 2 に貯蔵される。

[0049] 上記のように、下流の脱湿工程で使用された濃硫酸を、上流の脱湿工程で再利用することにより、多段の脱湿工程の全体における濃硫酸の利用効率を高め、濃硫酸の廃棄量をより低減することができる。

[0050] 実施形態 2 において、最下流で実施される脱湿工程（第 3 脱湿工程）において使用される濃硫酸の濃度は、他の脱湿工程において使用される濃硫酸の濃度と比較して最も高濃度である。この構成により、最下流の脱湿工程にお

いて、塩化水素ガスの脱湿の確実性を高めることができる。

[0051] 実施形態2に係る塩化水素ガスを多段階の工程で脱湿する方法において、多段階の工程は、第1脱湿工程、前記第1脱湿工程の後に行われる第2脱湿工程、および前記第2脱湿工程の後に行われる第3脱湿工程からなる。前記第3脱湿工程で使用された後、前記第2脱湿工程で再利用される濃硫酸の濃度（濃硫酸14Cの濃度）は、96wt%以上である。また、前記第2脱湿工程で使用された後、前記第1脱湿工程で再利用される濃硫酸の濃度（濃硫酸15Bの濃度）は、85wt%以上、96wt%未満である。さらに、前記第1脱湿工程で使用された後の濃硫酸の濃度（濃硫酸15Aの濃度）は、75wt%以上、85wt%未満である。

[0052] 実施形態2において、乾燥塔が3つの場合を説明したが、乾燥塔の数は3つに限定されず2つ以上であればよい。乾燥塔が2つの場合、多段階の工程は、前記第1脱湿工程および前記第2脱湿工程からなる。前記第2脱湿工程で使用された後、前記第1脱湿工程で再利用される濃硫酸の濃度（濃硫酸15Bの濃度）は、96wt%以上である。さらに、前記第1脱湿工程で使用された後の濃硫酸の濃度（濃硫酸15Aの濃度）は、85wt%以上、90wt%未満である。

[0053] （実施形態2の効果）

図3は、水分濃度が200ppm-molの塩化水素ガスを、5000Nm³/Hで供給したときの、最下流の乾燥塔における硫酸濃度と塩化水素ガスの出口水分濃度との関係を示すグラフである。ここで、最下流の乾燥塔における硫酸濃度とは、最下流の乾燥塔の貯留部における濃硫酸濃度（wt%）である。塩化水素ガスの出口水分濃度とは、多段階の工程を経た塩化水素ガス22の水分濃度（ppm-mol）である。

[0054] 図3において、線Aは、乾燥塔が1塔（前記第1脱湿工程のみ）の場合を示している。線Bは、実施形態2の方法による、2塔運転（前記多段階の工程が、前記第1脱湿工程および前記第2脱湿工程からなる）場合を示している。線Cは、実施形態2の方法による、3塔運転（前記多段階の工程が、前

記第1脱湿工程、前記第2脱湿工程、および前記第3脱湿工程からなる)場合を示している。

[0055] 図3に示す線A～Cの結果は、それぞれ計算値である。当該計算値の算出方法の詳細については、後述する。

[0056] 図3において、例えば、出口水分濃度が15ppm-molである場合、1塔運転では乾燥塔における硫酸濃度は、約97wt%である。これに対し、2塔運転の場合は、約94wt%、3塔運転の場合は約92.5wt%であることがわかる。これは、複数の乾燥塔による脱湿(実施形態2の方法による脱湿)のほうが、濃硫酸が有効に利用されていることを意味している。

[0057] 以上のことにより、塩化水素ガスの水分濃度を、特定の水分濃度まで低減する場合、複数の塔による(多段階の工程による)脱湿では、濃硫酸をより有効に利用でき、濃硫酸の使用量を低減することができる。この効果は、2塔運転の場合よりも、3塔運転の場合の方がより顕著である。

[0058] (塩化水素ガスの水分除去率、濃硫酸濃度、およびガス供給量の関係式)
ここで、塩化水素ガスの水分除去率、濃硫酸濃度、およびガス供給量の関係式の導出について図4を用いて説明する。図4は、前記関係式の導出のために用いた装置の概略図である。一般的に、乾燥塔内を循環させる濃硫酸の流量を一定にした場合、塩化水素ガスの水分除去率は、乾燥塔内の濃硫酸濃度と、塩化水素ガスの供給量との関数で表されることが経験的に明らかであった。

[0059] そこで、発明者らは、図4に示す乾燥塔1を用いて、所定の硫酸濃度Cの濃硫酸を循環させた乾燥塔1に、所定の供給量Fで塩化水素ガスを供給した場合の水分除去率Kを測定した。ここで、硫酸濃度Cとは、乾燥塔1内を循環する濃硫酸の濃度(wt%)である。塩化水素ガス供給量Fは、乾燥塔1に供給される塩化水素ガスの供給量(Nm³/h)である。水分除去率Kは、以下の式(1)で示される。

[0060]
$$K = (\alpha - \beta) / \alpha \cdots (1)$$

前記式(1)において、 α および β は、次に示す数値を意味する。

α = (乾燥塔 1 に供給される塩化水素ガスの水分濃度 ($C_{\text{HCl-in}}$))

β = (乾燥塔 1 から排出される塩化水素ガスの水分濃度 ($C_{\text{HCl-out}}$))

表 1 は、塩化水素ガス供給量 F と、硫酸濃度 C をそれぞれ所定の値にしたときの、水分除去率 K の値の一例を示している。なお、乾燥塔 1 の単位断面積あたりの循環硫酸量は、 $5 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{hr}$ とした。

[0061] [表1]

$C(\text{wt}\%)$ $F(\text{Nm}^3/\text{hr})$	80	94.5	97.8
1300	0.835	0.918	0.926
2600	0.764	0.889	0.912
3200	0.739	0.877	0.908
3900	0.715	0.864	0.903

[0062] 上記の表 1 の結果から、水分除去率 K と、濃硫酸濃度 C と、塩化水素ガス供給量 F との関係は、以下の式 (2) で表されることが見いだされた。

[0063] $K = 0.024 \times \ln(C) \times \ln(F) \dots (2)$

(各塔の塩化水素ガス水分濃度および濃硫酸濃度の算出方法)

実施形態 2 の各塔の塩化水素ガス水分濃度および濃硫酸濃度は、上述のように導出された式 (2) を用いて算出することができる。上記の水分除去率 K と、濃硫酸濃度 C と、塩化水素ガス供給量 F との関係は、各塔についても同様に適用することができる。

[0064] この場合、硫酸濃度 C とは、各塔の貯留部 (4 A、4 B、4 C) における濃硫酸の濃度 (wt%) である。塩化水素ガス供給量 F は、各塔に供給される塩化水素ガスの供給量 (Nm^3/h) である。各乾燥塔の水分除去率 K は、前記の式 (1) を用いることで算出できる。

[0065] 上記の式 (1) および (2) は、制御装置 60 と通信可能に接続された記憶装置 64 に格納されており、測定値 (または目標値) を用いた、脱湿装置 101 の濃硫酸の濃度管理は、制御装置 60 によって行われる。制御装置 60 による濃硫酸の供給量の制御方法を以下に示す。

[0066] (制御装置による濃硫酸の供給量の制御)

脱湿装置 101 における制御装置 60 による濃硫酸の供給量の制御方法は、目標値決定工程と運転制御工程とを含む。

[0067] <目標値決定工程>

制御装置 60 による制御は、濃硫酸供給タンク 31 からの濃硫酸の供給量を調節することにより、第 1～第 3 乾燥塔硫酸濃度を所定の範囲に維持し、塩化水素ガスの目標水分濃度を実現することを目的とする。そのために、目標値決定工程では、濃硫酸の供給量を調節するために必要となる、第 3 脱湿工程で使用された濃硫酸 14C の濃度 (C_3) の目標値 C_A を決定する。

[0068] 下記の (A2)～(A9) 工程による目標値 C_A の決定において、運転開始時は、初期値を用いる。運転開始後は、実測値を用いる。後述する運転制御工程により、当該実測値が変化した場合、下記の (A1)～(A8) 工程を反復することにより、目標値 C_A を更新する。

[0069] (A1) 制御装置 60 は、塩化水素ガス供給経路 46 に設けられた塩化水素ガス監視装置 63 から、第 1 乾燥塔 1A に供給される脱湿前塩化水素ガス 21 の水分濃度 ($C_{HCl-in(1)}$) を示す情報および第 1 乾燥塔 1A への塩化水素ガス供給量 (F_{HCl}) を示す情報を受信する。

[0070] (A2) 制御装置 60 は、運転開始時には初期値として、ユーザによって入力装置 65 に入力された廃棄濃硫酸の目標濃度 ($C_{1'}$) を示す情報を入力装置 65 から受信する。運転開始後は、監視装置 61A から、第 1 乾燥塔 1A の貯留部 4A 内に貯留されている濃硫酸 15A の濃度 (C_1) を示す情報を受信する。

[0071] (A3) 制御装置 60 は、(i) F_{HCl} と、(ii) A1 工程で受信した $C_{HCl-in(1)}$ と、(iii) A2 工程で受信した $C_{1'}$ (または C_1) と、(iv) 式 (1) および (2) を用いて、第 1 乾燥塔 1A から排出される塩化水素ガス 21A の水分濃度 ($C_{HCl-out(1)}$) を算出する。ここで、 $C_{HCl-out(1)}$ は、第 2 乾燥塔 1B に供給される塩化水素ガス 21A の水分濃度 ($C_{HCl-in(2)}$) と等しい。

[0072] 具体的には、制御装置60は、次の演算を行う。

$$[0073] \quad C_{HCl-out(1)} = C_{HCl-in(1)} \{1 - 0.024 \times \ln(C_{1'}) \times \ln(F_{HCl})\}$$

(A4) 制御装置60は、第3乾燥塔1Cの貯留部4C内に貯留されている濃硫酸14Cの濃度(C_3)を示す情報の初期値として、入力装置65に入力された濃硫酸11の濃度(C_{feed})を示す情報を入力装置65から受信する。濃度(C_{feed})は、通常、98wt%である。

[0074] (A5) 制御装置60は、初期値として、入力装置65に入力された目標水分濃度($C_{HCl-out(3)'}$)を示す情報を、入力装置65から受信する。運転開始後は、塩化水素ガス監視装置66から、第3脱湿工程を経た塩化水素ガス21Cの水分濃度($C_{HCl-out(3)}$)を示す情報を受信する。

[0075] (A6) 制御装置60は、(i) F_{HCl} と、(ii) A4工程で受信した C_{feed} およびA5工程で受信した $C_{HCl-out(3)'}$ (または $C_{HCl-out(3)}$)と、(iii) 式(1)および(2)とを用いて、第3乾燥塔1Cに供給される塩化水素ガス21Bの水分濃度($C_{HCl-in(3)}$)を算出する。ここで、 $C_{HCl-in(3)}$ は、第2乾燥塔1Bにから排出される塩化水素ガス21Aの水分濃度($C_{HCl-out(2)}$)と等しい。

[0076] 具体的には、制御装置60は、次の演算を行う。

$$[0077] \quad C_{HCl-in(3)} = C_{HCl-out(3)} / \{1 - 0.024 \times \ln(C_{feed}) \times \ln(F_{HCl})\}$$

(A7) 制御装置60は、(i) F_{HCl} と、(ii) A3工程で算出した $C_{HCl-in(2)}$ と、(iii) A6工程で算出した $C_{HCl-out(2)}$ と、(iv) 式(1)および(2)とを用いて、第2乾燥塔1Bの濃硫酸15Bの濃度(C_2)を算出する。

[0078] 具体的には、制御装置60は、次の演算を行う。

$$[0079] \quad \ln(C_2) = (C_{HCl-in(2)} - C_{HCl-out(2)}) / (C_{HCl-in(2)} \times 0.024 \times \ln(F_{HCl}))$$

すなわち、 $C_2 = e^{\{(C_{HCl-in(2)} - C_{HCl-out(2)}) / (C_{HCl-in(2)} \times 0.024 \times \ln(F_{HCl}))\}}$

$$_2) \times 0.024 \times \ln(F_{\text{HCl}})) \}$$

(A8) 制御装置60は、(i) F_{HCl} と、(ii) A5工程で受信した $C_{\text{HCl-out}(3)}$ と、(iii) A5工程で算出した $C_{\text{HCl-in}(3)}$ と、(iii) 式(1)および(2)とを用いて、第3乾燥塔1Cの濃硫酸14Cの濃度の目標値 C_A を算出する。

[0080] 具体的には、制御装置60は、次の演算を行う。

$$[0081] \quad C_A = e^{\{ (C_{\text{HCl-in}(3)} - C_{\text{HCl-out}(3)}) / (C_{\text{HCl-in}(3)} \times 0.024 \times \ln(F_{\text{HCl}})) \}}$$

(A9) 制御装置60は、A8工程において算出した C_A を、目標値 C_A として設定する。

[0082] <運転制御工程>

目標値決定工程に続き、運転制御工程が実行される。運転制御工程では、制御装置60によって、以下のB1～B4工程が実行される。

[0083] (B1) 制御装置60は、監視装置61Cから、第3脱湿工程で使用された濃硫酸14Cの濃度(C_3)を示す情報を受信する。

[0084] (B2) 制御装置60は、B1工程で取得した C_3 の情報を、目標値 C_A と比較する。

[0085] (B3) C_3 が目標値 C_A よりも低い場合、制御装置60は、制御弁62の開度を上げることにより、濃硫酸供給タンク31から第3乾燥塔1Cに供給される濃硫酸11の供給量を増加させる。

[0086] (B4) C_3 が目標値 C_A よりも高い場合、制御装置60は、制御弁62の開度を下げることにより、濃硫酸供給タンク31から第3乾燥塔1Cに供給される濃硫酸11の供給量を減少させる。

[0087] (B5) C_3 が目標値 C_A と等しい場合、制御装置60は、制御弁62の開度を維持し、濃硫酸供給タンク31から第3乾燥塔1Cに供給される濃硫酸11の供給量を維持する。

[0088] (運転例)

上記のような濃度制御方法により制御された実施形態2の脱湿装置101

による脱湿処理の条件および結果を、以下の表 2 に示す。

[0089] [表2]

条件	塩化水素ガス水分濃度(入口)	ppm-mol	2000			
	廃棄硫酸目標濃度(C ₁)	wt%	80			
	第1乾燥塔硫酸濃度	wt%	80			
	塩化水素ガス目標水分濃度(出口)	ppm-mol	5			
	循環硫酸量	m ³ /m ² /hr	5			
	塩化水素ガス供給量	Nm ³ /hr	130		320	
	98wt%濃硫酸供給量	kg/hr	0.9		2.3	
			試算値	実測値	試算値	実測値
結果	第1乾燥塔硫酸濃度	wt%	80	81	80	82
	第2乾燥塔硫酸濃度	wt%	94.5	93.7	93	92
	第3乾燥塔硫酸濃度	wt%	97.8	97.8	97.4	97.8
	第1乾燥塔出口水分濃度	ppm-mol	330	280	520	470
	第2乾燥塔出口水分濃度	ppm-mol	27	30	64	75
	第3乾燥塔出口水分濃度	ppm-mol	5	4	5	2

[0090] 表 2 より、表 2 に示す条件を用いて試算された試算値と、実際に制御装置 60 による制御を行い、測定された硫酸濃度の実測値とは、ほぼ一致した。このことから、上記の制御方法により、実施形態 2 の脱湿装置における各塔の硫酸濃度は好適に制御され、出口における目標水分濃度を達成することが明らかとなった。硫酸濃度の制御について、より具体的には、以下の点を実証された：(i) 第 3 乾燥塔硫酸濃度（第 3 脱湿工程で使用された後、第 2 脱湿工程で再利用される濃硫酸の濃度）は 96 wt % 以上である。(ii) 第 2 乾燥塔硫酸濃度（第 2 脱湿工程で使用された後、第 1 脱湿工程で再利用される濃硫酸の濃度）は、85 wt % 以上、96 wt % 未満の範囲内である。(iii) 第 1 乾燥塔硫酸濃度（第 1 脱湿工程で使用された後の濃硫酸の濃度）は、75 wt % 以上、85 wt % 未満の範囲内である。

[0091] (トリクロロシラン合成における適用)

実施形態 1 または実施形態 2 の脱湿方法によって水分含量が低減された塩化水素ガスは、トリクロロシランの合成に用いることができる。すなわち、実施形態 1 または実施形態 2 に記載の脱湿方法によって水分含量が低減された塩化水素ガスと、金属珪素とを反応させることにより、トリクロロシラン

を製造する方法を提供することができる。

[0092] 塩化水素ガスおよび金属珪素を原料に含むトリクロロシラン合成は、合成塔で行われる。原料の塩化水素ガスに含まれる水分は、前記合成塔内の分散板のエロージョンを引き起こし得る。このため、反応に用いられる塩化水素ガスに含まれる水分の濃度はより低いことが好ましい。

[0093] 実施形態1または実施形態2の脱湿方法によって水分含量が低減された塩化水素ガスを用いることにより、トリクロロシラン合成塔内のエロージョンを低減することができる。これにより、分散板の耐用年数を向上させることができる。

[0094] 本発明は上述した各実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能であり、異なる実施形態にそれぞれ開示された技術的手段を適宜組み合わせて得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。

符号の説明

[0095] 1 A、1 B、1 C・・・第1乾燥塔、第2乾燥塔、第3乾燥塔
2 A、2 B、2 C・・・ポンプ
3 A、3 B、3 C・・・充填層
4 A、4 B、4 C・・・貯留部
5 A、5 B、5 C・・・塩化水素ガス供給口
6 A、6 B、6 C・・・濃硫酸供給口
7 A、7 B、7 C・・・散布部
8 A、8 B、8 C・・・オーバーフロー管
1 1、1 1 M・・・濃硫酸
1 4 A、1 4 B、1 4 C・・・第1、2、3脱湿工程で使用された濃硫酸
1 3 A、1 3 B、1 3 C・・・第1、2、3濃硫酸（第1、2、3脱湿工程で使用する濃硫酸）
2 1・・・脱湿前塩化水素ガス
2 1 A、2 1 B、2 1 C・・・第1、2、3脱湿工程を経た塩化水素ガス

31、31A、31B・・・濃硫酸供給タンク
32、32A、32B・・・濃硫酸回収タンク
50・・・ミストセパレータ
51・・・ガラスフィルター
60、60A、60B・・・制御装置
61A、61B、61C・・・監視装置
62、62A、62B・・・制御弁
63・・・塩化水素ガス監視装置
64・・・記憶装置
65・・・入力装置
100、101・・・脱湿装置