



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0010656
(43) 공개일자 2025년01월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 21/3577 (2014.01) C07C 51/12 (2006.01)
G01N 21/35 (2014.01) G01N 21/359 (2014.01)
G01N 21/65 (2006.01) G01N 21/84 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 21/3577 (2013.01)
C07C 51/12 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7041376
(22) 출원일자(국제) 2023년05월17일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년12월12일
(86) 국제출원번호 PCT/US2023/022524
(87) 국제공개번호 WO 2023/225077
국제공개일자 2023년11월23일
(30) 우선권주장
63/343,690 2022년05월19일 미국(US)

(71) 출원인
라이온델바젤 아세틸, 엘엘씨
미국 텍사스 77010, 휴스턴, 스위트 300, 1221 맥
키니 스트리트
(72) 발명자
슈트라우스너, 오스틴, 알.
미국 77010 텍사스, 휴스턴 스위트 300 맥키니 스
트리트 1221, 라이온델바젤 아이피 리갈 디파트먼
트 씨/오
웨버, 세인, 제이.
미국 77010 텍사스, 휴스턴 스위트 300 맥키니 스
트리트 1221, 라이온델바젤 아이피 리갈 디파트먼
트 씨/오
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인코리아나

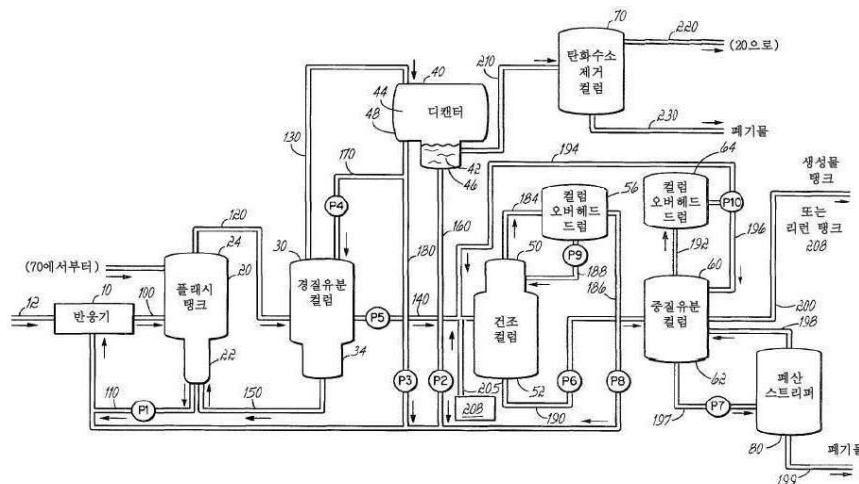
전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 빙초산 공정의 향상된 제어 방법

(57) 요약

본 발명은 성분 농도를 측정하기 위한 방법들 및 시스템들에 관한 것이다. 상기 방법들은: 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키도록 구성된 시스템을 제공하는 단계; 반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계; 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계; 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치의 온도 및 압력을 결정하는 단계; 및 (i) 반응기 내 제2 성분의 농도, (ii) 반응기 내 제3 성분의 농도, 및 (iii) 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 반응기 내 제1 성분의 제1 농도를 산출하는 단계;를 포함한다.

대표도



(52) CPC특허분류

G01N 21/359 (2013.01)

G01N 21/65 (2013.01)

G01N 2021/3595 (2013.01)

G01N 2021/8416 (2013.01)

(72) 발명자

할리난, 노엘, 씨.

미국 77010 텍사스, 휴스턴 스위트 300 맥키니 스트리트 1221, 라이온텔바젤 아이피 리갈 디파트먼트 씨/오

힙스, 데이비드, 에이.

미국 77010 텍사스, 휴스턴 스위트 300 맥키니 스트리트 1221, 라이온텔바젤 아이피 리갈 디파트먼트 씨/오

명세서

청구범위

청구항 1

성분 농도를 측정하기 위한 방법에 있어서, 상기 방법은:

제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키기 위한 시스템을 제공하는 단계;-상기 시스템은 반응기 및 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치를 포함함-;

반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계;

반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계;

제1 장치의 온도 및 압력을 결정하는 단계; 및

(i) 반응기 내 제2 성분의 농도, (ii) 반응기 내 제3 성분의 농도, 및 (iii) 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 반응기 내 제1 성분의 제1 농도를 산출하는 단계를 포함하는 것인, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 시스템은 반응기 내 제1 성분의 제2 농도를 직접 측정하도록 구성되는 분석기를 더 포함하는 것인, 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 방법은 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 상기 분석기를 사용하여 제1 성분의 제2 농도를 직접 측정하는 단계를 더 포함하는 것인, 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 방법은, 상기 제1 성분의 제1 농도와 그의 제2 농도 간의 차이가 기결정된 임계값을 초과하는 경우 경보를 생성하는 단계를 더 포함하는 것인, 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 방법은, 상기 제1 성분의 제1 농도와 그의 제2 농도 간의 차이가 기결정된 임계값을 초과하는 경우 상기 분석기를 교체하거나 수리하는 단계를 더 포함하는 것인, 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계는 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 상기 반응기 내 제2 성분의 농도를 직접적으로 결정하는 단계를 포함하는 것인, 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 반응기 내 제2 성분의 농도 및 상기 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 상기 반응기 내 제2 성분의 농도 및 제3 성분의 농도를 직접적으로 결정하는 단계를 포함하는 것인, 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 제1 성분은 아세트산 메틸이고, 상기 제2 성분은 요오드화 메틸이며, 상기 제3 성분은 물인 것인, 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 제1 장치는 플래시 탱크인 것인, 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 제1 성분은 아세트산 메틸이고,

상기 제2 성분은 요오드화 메틸이고,

상기 제3 성분은 물이고,

상기 제1 장치는 플래시 탱크이며, 그리고

상기 반응기 내 제1 성분의 제1 농도를 산출하는 단계는 하기 방정식 1을 해결하는 단계를 포함하며:

$$[MeAc]_{Reactor} = \frac{T_{FlashTank} - C_w[H_2O]_{Reactor} + C_m([MeI]_{Reactor}) + C_p P_{FlashTank}}{C_a} \quad (Eq. 1)$$

상기 방정식에서, $[MeAc]_{Reactor}$ 는 반응기 MeAc의 농도이고; $T_{FlashTank}$ 는 플래시 탱크의 온도이고; C_w 는 반응기 물의 계수이고; $[H_2O]_{Reactor}$ 는 반응기 H_2O 의 농도이고; C_m 은 반응기 MeI의 계수이고; $[MeI]_{Reactor}$ 는 반응기 MeI의 농도이고; C_p 는 플래시 탱크 작동 압력의 계수이고; $P_{FlashTank}$ 는 플래시 탱크의 압력이며; 그리고 C_a 는 플래시 탱크 온도의 계수인 것인, 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 시스템은 상기 반응기의 하류에 위치하는 제2 장치를 더 포함하는 것인, 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는:

상기 제2 장치 내, 또는 상기 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 제3 성분의 농도를 결정하는 단계; 및

(i) 상기 제2 장치 또는 (ii) 상기 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 제3 성분의 농도를 기반으로 상기 반응기 내 제3 성분의 농도를 산출하는 단계;를 포함하는 것인, 방법.

청구항 13

제12항에 있어서, 상기 제2 장치는 건조 컬럼이며, 그리고 상기 제3 성분은 물인 것인, 방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 건조 컬럼, 또는 상기 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 결정하는 단계는 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 물의 농도를 결정하는 단계를 포함하는 것인, 방법.

청구항 15

제13항에 있어서, 상기 건조 컬럼, 또는 상기 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 결정하는 단계는:

경질유분 컬럼(LEC) 환류 비율을 결정하는 단계; 및

하기 방정식 2a 및 2b에 따라 물의 상관관계를 설정하는 단계;를 포함하며:

$$[H_2O]_{DCf} = \frac{C_1 + C_2 T_{DCTy} + C_3 (P_{DCovr} + d P_{DC} (\frac{x-y}{x}))}{C_4 + C_5 (\frac{R_{DC}}{D_{DC}}) + C_6 (\frac{D_{DC}}{F_{DC}})} \quad (Eq. 2a),$$

및

$$[H_2O]_{LECT_s} = \frac{[H_2O]_{DCf}(F_{DC} + D_{HEC} + F_{rerun}) - [H_2O]_{HECd}D_{HEC} - [H_2O]_{rerun}F_{rerun}}{F_{DC}} \quad (\text{Eq. 2b})$$

상기 방정식에서, $[H_2O]_{DCf}$ 는 건조 컬럼 또는 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 질량 분획이고; C_1 , C_2 및 C_3 은 건조 컬럼 온도 구배 계수이고; T_{DCTy} 는 트레이(y)에서 건조 컬럼 반응기 물 농도 상관 온도이고; P_{DCovr} 은 건조 컬럼 작동 압력이고; dP_{DC} 는 모든 트레이에서 건조 컬럼 총압력 강하이고; C_4 , C_5 및 C_6 는 건조 컬럼 질량 전달 작동 라인 계수이고; R_{DC} 는 건조 컬럼 환류 비율이고; D_{DC} 는 건조 컬럼 증류액 비율이고; F_{DC} 는 건조 컬럼 공급물 비율이고; $[H_2O]_{LECT_s}$ 는 경질유분 컬럼 측면 인출 물 농도이고; D_{HEC} 는 중질유분 증류액 비율이고; F_{rerun} 은 리턴 탱크로부터의 건조 컬럼 공급물 비율이고; $[H_2O]_{HECd}$ 는 중질유분 증류액 물 농도이고; D_{HEC} 는 중질유분 증류액 비율이며; $[H_2O]_{rerun}$ 은 리턴 탱크 물 농도인, 방법.

청구항 16

제15항에 있어서, 상기 제2 장치 또는 상기 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 기반으로 상기 반응기 내의 물의 농도를 산출하는 단계는 하기 방정식 3을 해결하는 단계를 포함하며:

$$[H_2O]_{Reactor} \cong f \left\{ [H_2O]_{LECT_s}, \frac{R_{LEC}}{D_{LEC}} \right\} \quad (\text{Eq. 3})$$

상기 방정식에서, $[H_2O]_{Reactor}$ 는 제2 장치 또는 그로 향하는 공급물 내의 물의 농도를 기반으로 반응기 내 물의 질량 분율이고; $[H_2O]_{LECT_s}$ 는 경질유분 컬럼 측면 인출 물 농도이고; R_{LEC} 는 경질유분 컬럼 환류 비율이며; 그리고 D_{LEC} 는 경질유분 컬럼 총 증류액 비율이되, 총(total)은 결합된 디칸터 경질 및 중질상을 나타내는 것인, 방법.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 관련 출원에 대한 상호 참조:
- [0002] 본원 출원은 2022년 05월 19일에 출원되었고 그 전체 내용은 참조로서 본원에 포함되는 미국 임시 특허 출원 제 63/343,690호에 대한 우선권의 이익을 주장하는 것으로서 특허 협력 조약에 따라 출원된 것이다.
- [0003] 본원 개시는 아세트산의 생산에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본원 개시는 아세트산의 생산을 제어하기 위한 방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0004] 일부 빙초산 공정에서, 정상 상태 반응기의 아세트산 메틸 농도를 유지하는 것은 메탄올 공급물, 일산화탄소 공급물 및/또는 활성 촉매(예: 로듐), 농도와 같은 하나 이상의 변수에 따라 달라질 수 있다.
- [0005] 3wt.%를 초과하는 아세트산 메틸 반응기 농도에서 운영되는 공정의 경우, 아세트산 메틸의 종속 변수들 중 어느 하나라도 일치하지 않으면, 어떤 경우, 아세트산 메틸 농도의 급격한 증가를 야기할 수 있고, 그로 인해 다운스트림 장비 및 플랜트 트립(plant trip)에서 중대한 방해의 가능성을 증가시킨다.
- [0006] 아세트산 메틸의 직접 또는 간접 측정을 수행하기 위해, 여러 상이한 방법이 고안되었다. 반응기 아세트산 메틸은 일반적으로 디칸터 중질상 밀도(decanter heavy phase density)와 반비례의 상관관계가 있기 때문에, 한 방법은 반응기의 아세트산 메틸 농도를 계산하기 위해 온라인 중질상 밀도 측정에 의존한다. 그러나 이러한 방법은 몇 가지 단점이 있다. 예를 들어, 디칸터가 반응기의 하류에 있다는 사실로 인해 시간 지연이 발생한다. 방법은 수동적(reactive) 기술이며, 능동적(proactive) 기술은 아니다. 아세트산 메틸 농도를 제어하기 위한 다른 수동적 방법(reactive method)은 온도에 대응하여 일산화탄소 유량을 제어하는 단계를 포함한다.
- [0007] 일부 방법은 푸리에(Fourier) 변환 적외선 분광법(FTIR) 및 라만(Raman) 분광법을 통해 반응기 아세트산 메틸 및 기타 반응기 성분들을 실시간으로 직접 측정한다(예를 들어, U.S. 특허 제6,103,934호; U.S. 특허 제6,362,366호; U.S. 특허 제8,519,182호; 및 U.S. 특허 제10,227,283호 참조). 이러한 방법들은 셀을 통과하는

유동 또는 현장 프로브(in-situ probe)를 사용한다. 비록 이러한 방법들이 향상된 공정 제어에 기여할 수 있기는 하지만, 한 가지 이상의 어려움에 직면할 수 있다.

[0008] 예를 들어, 반응기 용액의 근적외선(NIR FTIR) 및 라만 스펙트럼 모두에서, 아세트산 메틸 피크는 다른 피크들과 부분적으로 중첩되며, 이는 측정의 정확도에 부정적인 영향을 줄 수 있다. 추가 예시로서, 라만 스펙트럼에서 무작위 신호 변동은, 성분 농도의 과대 예측(over-prediction) 또는 과소 예측(under-prediction)을 방지하기 위해, 정규화를 필요하게 할 수 있다(예를 들어, U.S. 특허 제9,656,939호; 및 U.S. 특허 제10,118,884호 참조).

[0009] 따라서, 아세트산 메틸 농도의 상승 및/또는 하강 추세를 빠르게 식별할 수 있도록, 실시간으로 아세트산 메틸을 측정하는 신뢰성 있는 방법들을 포함하여, 아세트산 메틸과 같은 하나 이상의 반응기 성분을 직접 또는 간접적으로 측정하기 위한 방법들에 대한 필요성이 남아 있다.

발명의 내용

[0010] 본원 개시의 일 양태는, 의사 분석기 또는 대용 분석기가 (i) FTIR 및/또는 라만 분석기 데이터의 교차 점검으로서 사용되는 방법들, 또는 (ii) 다양한 반응기 성분 농도들을 실시간으로 산출하는 독립적인 방법들을 포함하여, 하나 이상의 반응기 성분을 측정하기 위한 방법들에 관한 것이다.

[0011] 본원 개시의 일 양태는 (i) 반응기 내 제2 성분의 농도, (ii) 반응기 내 제3 성분의 농도, 및 (iii) 반응기 하류에 위치하는 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 반응기 내 제1 성분의 농도를 계산하기 위한 방법에 관한 것이다.

[0012] 본원 개시의 또 다른 양태는, 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키도록 구성된 시스템을 제공하는 단계; -시스템은 반응기와 이 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치를 포함함-; 반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계; 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계; 제1 장치의 온도 및 압력을 결정하는 단계; 및 (i) 반응기 내 제2 성분의 농도, (ii) 반응기 내 제3 성분의 농도, 및 (iii) 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 반응기 내 제1 성분의 제1 농도를 산출하는 단계;를 포함하는 방법에 관한 것이다.

[0013] 추가적인 양태들은 부분적으로 하기의 설명부에서 설명되며, 그리고 부분적으로는 하기 설명부에서 분명해지거나, 또는 본원에서 설명되는 양태들의 실시예에 의해 알게 될 수 있다. 본원에서 설명되는 장점들은 특히 첨부된 청구범위에서 언급된 요소들 및 조합들에 의해 실현되고 달성될 것이다. 전술한 일반적인 설명부와 하기의 상세한 설명부 모두는 예시적이고 설명을 위한 것일 뿐이고 제한적이지 않는 것으로 이해되어야 한다.

도면의 간단한 설명

[0014] 청구되는 주제는, 비슷한 도면부호들이 비슷한 요소들을 식별하는 첨부된 도면부와 함께 제시되는 하기 설명부에 대한 참조로서 이해될 수 있다.

도 1은 본원 기술의 실시예들에 따른 예시적인 아세트산 생산 시스템의 개략도이다.

도 2는 컴퓨팅 및 네트워킹 장비의 예시들을 도시한 도면이다.

도 3은 시스템 및 네트워킹 시스템(networked system)의 예시적인 요소들을 도시한 도면이다.

도 4는 (i) 라만 분광법에 의해 측정되고 (ii) 라만 조성 입력과의 상관관계에 의해 예측되는 아세트산 메틸 농도의 중첩된 플롯을 묘사한 그래프이다.

도 5는 (i) 라만 분광법에 의해 측정되고 (ii) 라만 분광법에 의해 측정되는 요오드화 메틸 농도를 사용하여 예측되는 아세트산 메틸 농도, 및 상관관계가 있는 물 농도의 중첩된 플롯을 묘사한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 개시되는 공정, 방법 및 시스템은 다양한 수정 및 대안의 형태로 형성될 가능성이 있기는 하지만, 도면부는 예시로서 본원에 상세하게 설명되는 특정 실시예들을 예시하고 있다. 그러나 특정 실시예들에 대한 본원의 설명부가 본 발명을 개시된 특정 형태로 제한하려는 의도가 아니라, 오히려 본 발명은 첨부된 청구범위에 의해 정의된 것과 같은 본 발명의 의도 및 범위에 속하는 모든 변경, 균등물 및 대안을 포괄하는 것으로 이해되어야 한다.

[0016] 개시되는 공정 및 방법의 실시예들의 상세한 설명은 하기와 같다. 그러나 설명되는 실시예들은 공정 및 방법의

예시일 뿐이고 공정 및 방법은 각각 설명되는 실시예들의 다양하고 대안적인 형태들로 구현될 수 있는 것으로 이해되어야 한다. 그러므로 본원에서 설명되는 실시예들에서 다루어지는 특정 절차적, 구조적 및 기능적 세부 사항들은 제한하는 것으로 해석되어서는 안 되며, 단지 청구범위에 대한 근거로서 그리고 개시되는 공정 및 방법을 다양하게 사용하도록 당업계의 통상의 기술자에게 교시하기 위한 대표적인 근거로서 해석되어야 한다.

[0017] "MeI"란 표현은 본원에서 요오드화 메틸에 대한 약어로서 사용된다. "HI"란 표현은 본원에서 요오드화 수소에 대한 약어로서 사용된다. 구체적으로 달리 지시되어 있지 않은 한, 본원에서 사용되는 것과 같은 "wt.%"란 표현은 언급되는 조성물에서 특정 성분의 중량 퍼센트를 지칭한다. 본원에서 개시되는 모든 범위와 관련하여, 이러한 범위는, 특정 조합이 구체적으로 열거되지 않더라도, 언급된 상한 및 하한의 임의의 조합을 포함하는 것으로 의도된다.

[0018] 개시되는 공정 및 시스템의 실시예들은 카르보닐화 반응에서 메탄올을 카르보닐화함으로써 아세트산을 제조하는 점을 포함한다. 카르보닐화 반응은 $\text{CH}_3\text{OH} + \text{CO} \rightarrow \text{H}_3\text{COOH}$ 로 표현될 수 있다.

[0019] 개시되는 공정의 실시예들은 일반적으로 (a) 반응기 및 이 반응기 하류에 위치하는 제1 장치를 가지는 아세트산 생산 시스템에서 복수의 성분을 접촉시키는 단계; 및 모니터링하는 단계; 및 (b) 반응기 내 제2 및 제3 성분의 각각의 농도와 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 반응기 내 제1 성분의 농도를 결정하는 단계;를 포함한다. 하기 설명부는 개시되는 공정을 상세히 설명한다.

[0020] 아세트산 반응 시스템

[0021] 도 1에 개략적으로 도시된 것처럼, 메탄올 카르보닐화 기술을 실시하는 예시적인 아세트산 제조 설비(manufacturing plant)는 편의상 반응, 경질유분 회수(light ends recovery) 및 정제의 3가지 기능 영역으로 나누어질 수 있다. 아세트산 반응 시스템은, 예를 들어 U.S. 특허 제3,772,156호, 제4,039,395호, 제5,831,120호, 제5,227,520호, 제5,416,237호 및 제5,916,422호, 그리고 PCT 공개 W098/22420호에 설명되는 것과 같이 증류 컬럼들의 유형 및 개수와 관련하여 가변될 수 있으며, 그리고 당업계 통상의 기술자의 기술에 속하는 변형들은 본원 개시의 범위에 포함된다. 일반적으로, 반응 섹션은 반응기(10)와 플래시 탱크(20)로 구성된다. 경질유분 회수 섹션은 경질유분 컬럼(30)과 위상 분리 용기(40)(디칸터)로 구성된다. 또한, 정제 섹션은 경질유분 컬럼(30)뿐만 아니라 건조 컬럼(50) 및 선택적으로 중질유분 컬럼(60)(heavy ends column)으로 구성된다. 다양한 컬럼들 및 용기들은, 일반적으로 펌프들에 의해 반응 시스템 용액이 관류하는 파이프와 같은 이송 라인들(transfer lines)에 의해 연결된다. 용이한 묘사 및 논의를 위해, 이송 라인들 및 그 안쪽의 스트림들은 본원에서 "스트림"이란 용어를 사용하여 그와 동일한 것으로 지칭된다.

[0022] 반응기(10)로 향하는 공급물은 메탄올, 디메틸에테르, 아세트산 메틸 또는 이들의 혼합물들로 구성되는 스트림(12)을 통해 제공된다. 또한, 물도 스트림(12) 내에 존재할 수 있다. 또한, 일산화탄소 또는 불활성 가스를 포함한 혼합물도 스트림(12)을 통해 공정으로 공급된다. 정상적인 반응기(10) 작동 동안, 반응기 내용물들은 지속적으로 액체로서 인출된다. 이는 증기가 액체로부터 분리되는 플래시 탱크(20)로 보내지는 증기-액체 스트림(100)을 생성하기 위해 밸브(미도시)를 가로질러 반응기 용액을 플래싱(fashing)함으로써 달성된다. 촉매를 함유하는 액체는 플래시 탱크(20)의 하단부(22)에 축적되며, 그리고 촉매 재순환 펌프(P1)에 의해 스트림(110)을 통해 반응기(10) 내로 다시 펌핑된다. 플래시 탱크(20)의 상단부(24)에서 배출되는 증기 스트림(120)은 아세트산 생성물, 물, 요오드화 메틸(MeI), 요오드화 수소(HI) 및 낮은 수준의 불순물들, 즉, 프로피온산 및 아세트알데히드를 함유한다. 이러한 증기는 경질유분 컬럼(30)으로 공급된다. 따라서, 플래시 탱크(20)의 주요 목적은 조 생성물(crude product)로부터 촉매를 분리하는 것에 있으며, 그리고 촉매는 반응기(10)로 복귀되게 한다.

[0023] 경질유분 컬럼(30)은, 조 아세트산을 정제하고 반응 섹션으로 요오드화물을 재순환시키는 이중 목적을 제공하므로, 전체 공정에 매우 중요하다. 경질유분 컬럼(30)은 플래시 탱크(20)로부터 오버헤드 증기 스트림(120)을 공급받는다. 이는, MeI 및 아세트산 메틸(MeOAc)과 같이 비등점이 낮은 성분들로부터 비등점이 높은 아세트산의 분리를 허용한다. 3개의 스트림(130, 140, 150)은 경질유분 컬럼(30)에서 제거된다. 오버헤드 스트림(130)은 주로 MeI로 구성되지만, 그러나 일부 물, MeOAc 및 아세트산을 함유하며, 그리고 하기에서 설명되는 위상 분리기 또는 디칸터(40)로 보내진다. 경질유분 컬럼(30)에서 나오는 측면 인출 스트림(140)(sidedraw stream)은 펌프(P5)에 의해 건조 컬럼(50)으로 보내지는 습윤 아세트산으로 구성된다. 경질유분 컬럼(30)의 하단부(34)에서 제거되는 경질유분 하단 스트림(150)은 물, HI 및 아세트산으로 구성되고, 이들은 반응기(10) 및 플래시 탱크(20)를 포함하는 반응 섹션으로 재순환된다.

- [0024] 경질유분 회수 섹션의 제2 부분은, 보다 일반적으로 디캔터라고도 하는 위상 분리기(40)이다. 이러한 디캔터(40)에서는, 주로 MeI로 구성되는 중질상(42)(heavy phase) 및 주로 수성 아세트산으로 구성되는 경질상(44)(light phase)이 서로 분리된다. 이러한 경질상(44) 및 중질상(42)의 분리의 일차 목적은 반응기(10)로 MeI를 재순환시키는 것에 있다. 재순환될 MeI는 디캔터(40)의 소형 부트(46)(small boot) 내에 수집되며, 소형 부트의 체적은 경질상(44)을 함유하는 디캔터(40)의 나머지 상단 부분(48)의 체적보다 훨씬 더 작다. 부트(46) 내의 MeI는 펌프(P2)에 의해 하단 스트림(160)을 통해 반응기(10)로 재순환된다. 경질상 분리의 이차 목적은 펌프(P4)로 스트림(170)을 통해 경질상(44)의 일부를 환류로서 경질유분 컬럼(30)으로 복귀시키는 것에 있으며, 경질상(44)의 나머지는 펌프(P3)에 의해 스트림(180)을 통해 반응기(10)로 재순환된다. 스트림(180)과 대조적으로 스트림(170)으로 향하는 경질상의 양은 펌프들(P3 및 P4) 중 하나 또는 2개 모두에 의해 조정될 수 있다.
- [0025] 많은 아세트산 공정은 중질상(42) 및 경질상(44)의 추가 처리 단계를 포함한다. U.S. 특허 제4,102,922호, 제5,371,286호 및 제5,599,976호에 설명되는 공정들과 같은 공정들에서, 중질상(42)은 알칸 제거를 위해 추가로 처리된다. 이러한 공정 하나는 도 1에 도시되어 있되, 여기서 탄화수소 제거 컬럼(70)에는, 스트림(210)을 통해 중질상(42)의 일부분이 공급된다. 컬럼(70)의 오버헤드는 스트림(220)을 통해 플래시 탱크(20)로 복귀된다. 알칸이 농후한 하단 스트림은 스트림(230)을 통해 폐기물로 보내진다. 다수의 아세트산 공정에서는, 아세트알데히드 및 그 축합 생성물과 같은 불순물들을 제거하기 위해, 중질상(42) 및 경질상(44)이 추가로 처리된다. 이러한 아세트알데히드 제거 시스템의 예시는 U.S. 특허 제5,599,976호, 제5,723,660호, 제5,625,095호 및 제5,783,731호, EP 특허 제487,284호, 및 PCT 공개 W09817619호에 설명되어 있다. 다양한 아세트산 공정 스트림들은, 개별 처리 단계들의 향상된 제어뿐만 아니라 전체 공정 제어를 제공하기 위해, 본원 개시의 실시예들을 사용하여 분석될 수 있다.
- [0026] 정제부는 상기에서 논의한 것과 같은 경질유분 컬럼(30)뿐만 아니라 건조 컬럼(50) 및 중질유분 컬럼(60) 역시도 포함한다. 많은 아세트산 공정은 비등점이 높은 불순물들로부터 아세트산을 제거하기 위해 추가 컬럼(80)을 포함한다. 건조 컬럼(50)은 펌프(P5)를 통해 경질유분 컬럼(30)으로부터 자체 공급물로서 습윤 아세트산 스트림(140)을 취하는 대형 종류 컬럼이다. 이름에서 알 수 있듯이, 건조 컬럼(50)의 일차 목적은 아세트산 생성물로부터 물을 제거하는 것에 있다. 물은 오버헤드에서 스트림(184)을 통해 컬럼 오버헤드 드럼(56)으로 제거되고 펌프(P8)에 의해 스트림(186)을 통해 반응 섹션으로 복귀된다. 드럼(56) 내에서 응축된 용액의 일부분은 펌프(P9)에 의해 스트림(188)을 통해 컬럼 환류로서 복귀된다. U.S. 특허 제5,599,976호 및 제5,723,660호에 설명된 것과 같은 일부 아세트산 공정에서, 드럼(56) 내에서 응축된 오버헤드 스트림(184)의 일부분은 이송 라인(미도시)을 통해 경질유분 컬럼(30) 또는 건조 컬럼 공급물 스트림(140)에 첨가된다. 본원 개시는 상기한 특허들에서 설명되는 공정들의 향상된 공정 제어를 제공한다. 건조 아세트산은 건조 컬럼(50)의 하단부(52)에서 제거되어 곧바로 생성물 탱크(미도시)로 펌핑되거나, 또는 프로피온산과 같은 불순물들의 추가 제거를 위해 펌프(P6)에 의해 스트림(190)을 통해 중질유분 컬럼(60)으로 펌핑된다. 추가 아세트산은, 펌프(P7)에 의해 폐산 스트ripper 컬럼(80)(waste acid stripper column)으로 공급되는 스트림(197)으로부터 회수될 수 있다. 회수된 아세트산은 스트림(198)을 통해 중질유분 컬럼(60)으로 복귀된다. 폐 프로피온산 및 고급 산(higher acid)은 스트림(199)을 통한 폐기처리(disposal)를 위해 보내진다. 중질유분 컬럼(60)의 오버헤드 스트림은 스트림(192)을 통해 드럼(64)으로 보내지고 응축되어 펌프(P10)에 의해 환류로서 스트림(196)을 통해 중질유분 컬럼(60)으로 복귀되거나, 또는 스트림(194)을 통해 스트림(140)과 혼합되도록 보내진다.
- [0027] 선택적인 중질유분 컬럼(60)의 목적은 아세트산으로부터 비등점이 더 높은 프로피온산 불순물을 제거하는 것에 있다. 중질유분 컬럼(60)의 하단 부분(62)은 주로 프로피온산으로 구성되는 반면, 측면 인출 스트림(200)은 생성물 탱크 내 저장기로 보내지는 순수 아세트산으로 구성된다. 측면 인출 스트림(200)이 사양을 벗어날 때, 스트림(200)은, 생성물 탱크로 보내지기보다는, 리런 탱크(208)(rerun tank)로 방향 전환될 수 있다. 측면 인출 스트림(200)은, 사양 이내일 때, 생성물 탱크로 보내진다. 리런 탱크(208)의 내용물은 스트림(205)을 건조 컬럼(52)으로 유입시킴으로써 재처리될 수 있다. 일부 실시예에서, 스트림(205)은 건조 컬럼(52) 내로의 유입 전에 스트림들(140 및 194)과 결합된다.
- [0028] 일부 양태에서, 성분 농도들을 결정하기 위한 방법들이 개시된다.
- [0029] 일부 실시예에서, 방법들은 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키도록 구성되는 시스템을 제공하는 단계를 포함하되, 시스템은 반응기 및 이 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치를 포함한다.
- [0030] 반응기는 당업계에 공지된 모든 반응기를 포함할 수 있다. 반응기는, 이 반응기가 제1 장치와 같은 시스템의 하나 이상의 다른 장치와 유체로 연통되도록 하는 하나 이상의 유입구(inlet) 및 하나 이상의 유출구(outlet)를

포함할 수 있다. 반응기는, 제1, 제2 및 제3 성분이 그 내에 배치될 수 있는 저장기(reservoir)를 포함할 수 있으며, 그리고 반응기는 혼합 장치, 히터 등을 포함하지만, 이들로 제한되지 않는 하나 이상의 다른 특징도 포함할 수 있다.

[0031] 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치는, 임의의 하나 이상의 위상의 유체를 수집하도록 구성된 수집 저장기(collection reservoir)와 같이 당업계에 공지된 임의의 저장기를 포함할 수 있다. 일부 실시예에서, 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치는 플래시 탱크를 포함한다. 그러나 다른 제1 장치들도 고려된다

[0032] 일부 실시예에서, 시스템은 반응기의 하류에 위치하는 제2 장치도 포함한다. 그러므로 일부 실시예에서, 본원에서 설명되는 방법들은 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키도록 구성되는 시스템을 제공하는 단계를 포함하되, 시스템은 반응기, 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치, 및 반응기의 하류에 위치하는 제2 장치를 포함한다. 제2 장치는 제1 장치의 하류에 위치할 수 있거나, 그 반대로 위치할 수 있다. 제2 장치는 건조 컬럼을 포함할 수 있다.

[0033] 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분은 임의의 공지된 화학 공정의 임의의 반응물 또는 비-반응물(예: 용매)로부터 독립적으로 선택될 수 있다. 일부 실시예에서, 제1 성분은 아세트산 메틸이다. 일부 실시예에서, 제2 성분은 요오드화 메틸이다. 일부 실시예에서, 제3 성분은 물이다.

[0034] 일부 실시예에서, 또한, 본원에서 설명되는 방법들은 반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계; 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계; 및 제1 장치의(예를 들어, 제1 장치 내의) 온도 및 압력을 결정하는 단계;를 포함한다. 제1 장치의 온도 및 압력은 임의의 공지된 기술 및/또는 장비에 의해 결정될 수 있다.

[0035] 본원에서 설명되는 방법들은 반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계; 및 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계;를 포함할 수 있다. 제2 및 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는 당업계에 공지되거나 본원에서 설명되는 임의의 직접 또는 간접 분석 기술(들)에 의해 달성될 수 있으며, 그리고 농도를 결정하는 데 사용되는 기술들은 동일하거나 다를 수 있다.

[0036] 일부 실시예에서, 반응기 내 제2 성분의 농도 및 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는 반응기 내 제2 성분의 농도 및 제3 성분의 농도를 직접적으로 결정하는 단계를 포함한다. 일부 실시예에서, 반응기 내 제2 성분의 농도 및 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 반응기 내 제2 성분의 농도 및 제3 성분의 농도를 직접적으로 결정하는 단계를 포함한다.

[0037] 일부 실시예에서, 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는 제2 장치 내, 또는 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 제3 성분의 농도를 결정하는 단계; 및 (i) 제2 장치 또는 (ii) 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 제3 성분의 농도를 기반으로 반응기 내 제3 성분의 농도를 산출하는 단계;를 포함한다. 일부 실시예에서, 반응기 내 제2 성분의 농도를 결정하는 단계는, 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통한 것처럼, 반응기 내 제2 성분의 농도를 직접적으로 결정하는 단계를 포함하며, 그리고 반응기 내 제3 성분의 농도를 결정하는 단계는 제2 장치 내, 또는 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 제3 성분의 농도를 결정하는 단계; 및 (i) 제2 장치 또는 (ii) 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 제3 성분의 농도를 기반으로 반응기 내 제3 성분의 농도를 산출하는 단계;를 포함한다.

[0038] 일부 실시예에서, 제2 장치는 건조 컬럼이고, 제3 성분은 물이며, 그리고 건조 컬럼, 또는 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 결정하는 단계는 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 물의 농도를 결정하는 단계를 포함한다. 건조 컬럼 또는 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 결정하는 단계는, 참조로서 본원에 포함되는 U.S. 특허 제6,552,221호에 개시되는 것과 같은 공지된 방법에 따를 수 있다. 건조 컬럼은 온도 구배 개념으로 작동될 수 있으며, 그리고 다수의 액체 적재 트레이(liquid loaded tray)를 포함한다. 건조 컬럼 공급물 및/또는 상기 트레이들 내의 물의 온라인 분석은 컬럼의 즉각적이면서 연속적으로 업데이트된 물 프로파일을 제공할 수 있다

[0039] 일부 실시예에서, 제2 장치는 건조 컬럼이고, 제3 성분은 물이며, 그리고 건조 컬럼, 또는 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 결정하는 단계는 경질유분 컬럼(LEC) 환류 비율(reflux ratio)을 결정하는 단계; 및 하기 방정식 2a 및 2b에 따라 물의 농도의 상관관계를 설정하는 단계;를 포함하며:

$$[H_2O]_{DCf} = \frac{C_1 + C_2 T_{DCf} y + C_3 (P_{DCovr} + dP_{DC} \frac{x-y}{x})}{C_4 + C_5 \left(\frac{R_{DC}}{D_{DC}} \right) + C_6 \left(\frac{D_{DC}}{F_{DC}} \right)} \quad (\text{Eq. 2a}),$$

[0040]

및

$$[H_2O]_{LECT_s} = \frac{[H_2O]_{DCf}(F_{DC}+D_{HEC}+F_{rerun})-[H_2O]_{HECd}D_{HEC}-[H_2O]_{rerun}F_{rerun}}{F_{DC}} \quad (Eq. 2b),$$

상기 방정식에서, $[H_2O]_{DCf}$ 는 건조 컬럼 또는 건조 컬럼으로 제공되는 공급물 내의 물의 질량 분획이고; C_1 , C_2 및 C_3 는 건조 컬럼 온도 구배 계수이고; T_{DCTy} 는 트레이(y)에서 건조 컬럼 반응기 물 농도 상관 온도이고; P_{DCovr} 은 건조 컬럼 작동 압력이고; dP_{DC} 는 모든 트레이에서 건조 컬럼 총압력 강하이고; C_4 , C_5 및 C_6 은 건조 컬럼 질량 전달 작동 라인 계수이고; R_{DC} 는 건조 컬럼 환류 비율이고; D_{DC} 는 건조 컬럼 증류액 비율이고; F_{DC} 는 건조 컬럼 공급물 비율이고; $[H_2O]_{LECT_s}$ 는 경질유분 컬럼 측면 인출 물 농도이고; D_{HEC} 는 중질유분 증류액 비율이고; F_{rerun} 은 리턴 탱크로부터의 건조 컬럼 공급물 비율이고; $[H_2O]_{HECd}$ 는 중질유분 증류액 물 농도이고; D_{HEC} 는 중질유분 증류액 비율이며; $[H_2O]_{rerun}$ 은 리턴 탱크 물 농도이다. 도 1에서 208로서 도시된 리턴 탱크는 규격 미달 생성물 탱크(off-spec product tank)이며, 이런 탱크에서는 규격 미달 아세트산이 재처리를 위한 건조 컬럼으로 복귀된다. x와 y는 각각 건조 컬럼 트레이 및 상관관계를 위해 선택된 트레이의 총 개수를 나타낸다.

본원에서 실시예 2에서 설명된 것처럼, 본 실시예에서 모든 방정식 및 표현에 대한 측정 단위는 질량 분율 "[H₂O]", 화씨 도 "T", psig "P,dP" 및 lbs/hr "F, D, R"이며, 모든 상수 "C"는 단위가 없다.

일부 실시예에서, 제2 장치 또는 제2 장치로 제공되는 공급물 내의 물의 농도를 기반으로 반응기 내의 물의 농도를 산출하는 단계는 하기 방정식 3을 해결하는 단계를 포함하며:

$$[H_2O]_{Reactor} \cong f \left\{ [H_2O]_{LECT_s}, \frac{R_{LEC}}{D_{LEC}} \right\} \quad (Eq. 3),$$

상기 방정식에서, $[H_2O]_{Reactor}$ 는 제2 장치 또는 그로 향하는 공급물 내의 물의 농도를 기반으로 반응기 내 물의 질량 분율이고; R_{LEC} 는 경질유분 컬럼 환류 비율이며; D_{LEC} 는 경질유분 컬럼 총 증류액 비율이되, 총(total)은 결합된 디캔터 경질 및 중질상을 나타낸다.

본원에서 사용되는 것처럼, "제1 성분의 제1 농도"란 구절은 (i) 반응기 내 제2 성분의 농도, (ii) 반응기 내 제3 성분의 농도, 및 (iii) 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 계산되는 제1 성분의 농도를 나타낸다.

일부 실시예에서, 또한, 시스템은 반응기 내 제1 성분의 제2 농도를 직접적으로 측정하도록 구성되는 분석기를 포함한다. 그러므로 일부 실시예에서, 방법들은 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키도록 구성되는 시스템을 제공하는 단계를 포함하되, 시스템은 반응기, 반응기 내 제1 성분의 제2 농도를 직접적으로 측정하도록 구성되는 분석기, 및 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치를 포함한다.

본원에서 사용되는 것처럼, "반응기 내 제1 성분의 제2 농도"란 구절은, 분석기에 의해 직접 측정되는, 반응기 내 제1 성분의 농도를 나타낸다.

일부 실시예에서, 방법들은 분석기를 사용하여 제1 성분의 제2 농도를 직접 측정하는 단계를 포함한다. 분석기는 임의의 공지된 분석 기술로 제1 성분의 제2 농도를 직접 측정할 수 있다. 일부 실시예에서, 분석기는 푸리에 변환 적외선 분광법 및/또는 라만 분광법을 통해 제1 성분의 제2 농도를 직접 측정한다.

본원에서 설명되는 방법들은 제1 성분의 제1 농도와 제1 성분의 제2 농도를 서로 비교하는 단계를 포함할 수 있다. 비교의 결과는 추가 조치에 대한 정보를 제공할 수 있다. 일부 실시예에서, 방법들은, 제1 성분의 제1 농도와 그의 제2 농도 간의 차이가 기결정된 임계값을 초과하는 경우, 분석기를 교체하거나 수리하는 단계를 포함한다. 기결정된 임계값은, 예를 들어 백분율(예: 0.01% 내지 20%, 0.01% 내지 15%, 0.01% 내지 10%, 0.01% 내지 5%, 0.01% 내지 1% 등) 또는 수치값(예: 20개 단위, 15개 단위, 10개 단위, 5개 단위, 1개 단위 등 이내)을 포함할 수 있다. 예를 들어, 기결정된 임계값이 10%인 경우, 제1 농도가 임의의 예시로서 30개 단위이고 제2 농도는 27개 단위 내지 33개 단위, 달리 말하면 30개 단위 $\pm 10\%$ 의 범위에서 벗어나면, 분석기는 교체되거나 수리될 수 있다.

일부 실시예에서, 제1 성분은 아세트산 메틸이고, 제2 성분은 요오드화 메틸이고, 제3 성분은 물이고, 제1 장치

는 플래시 탱크이며, 그리고 반응기 내 제1 성분의 제1 농도를 산출하는 단계는 하기 방정식 1을 해결하는 단계를 포함하며:

$$[MeAc]_{Reactor} = \frac{T_{FlashTank} - C_w[H_2O]_{Reactor} + C_m([MeI]_{Reactor}) + C_p P_{FlashTank}}{C_a} \quad (\text{Eq. 1}),$$

[0053]

[0054]

상기 방정식에서, $[MeAc]_{Reactor}$ 는 반응기 MeAc의 농도이고; $T_{FlashTank}$ 는 플래시 탱크의 온도이고; C_n 는 반응기의 물 계수이고; $[H_2O]_{Reactor}$ 는 반응기 H₂O의 농도이고; C_m 은 반응기 MeI의 계수이고; $[MeI]_{Reactor}$ 는 반응기 MeI의 농도이고; C_p 는 플래시 탱크 작동 압력의 계수이고; $P_{FlashTank}$ 는 플래시 탱크의 압력이며; 그리고 C_a 는 플래시 탱크 온도의 계수이다.

[0055]

실시에 1에 설명된 바와 같이, 방정식 1에서의 측정 단위들은 총 반응기 조성의 질량 분율, 화씨 도, 및 psig이며, 그리고 모든 상수 "C"는 단위가 없다. 당업계의 통상의 기술자는, 달리 상수로서 공지된 계수들의 수치값은 제조업체마다 서로 다르고 종류 트레인 설계 및 반응기 화학을 포함하지만 이들로 제한되지 않는 변수들에 대해 특이한 것이라는 점을 인식할 것이다.

[0056]

일부 실시예에서, 방법은 제1 성분, 제2 성분 및 제3 성분을 접촉시키도록 구성되는 시스템을 제공하는 단계; - 시스템은 반응기 및 반응기의 하류에 위치하는 제1 장치를 포함함; 및 (i) 반응기 내 제2 성분의 농도, (ii) 반응기 내 제3 성분의 농도, 및 (iii) 제1 장치의 온도 및 압력을 기반으로 반응기 내 제1 성분의 제1 농도를 결정하는 단계;를 포함한다.

[0057]

일부 실시예에서, 본원 개시의 방법(들)은 컴퓨팅 시스템에 의해 실행될 수 있다. 도 2에는, 유선 및/또는 무선 네트워크들을 포함할 수 있는 하나 이상의 네트워크(249)를 통해 작동 결합될 수 있는 하나 이상의 컴퓨팅 시스템(241-1, 241-2, 241-3 및 241-4)을 포함할 수 있는 시스템(240)의 예시가 도시되어 있다.

[0058]

예시로서, 시스템은 개별 컴퓨터 시스템, 또는 분산 컴퓨터 시스템들의 배열을 포함할 수 있다. 도 2의 예시에서, 컴퓨터 시스템(241-1)은 다양한 태스크들(예: 정보 수신, 정보 요청, 정보 처리, 시뮬레이션, 정보 출력 등)을 수행하도록 실행될 수 있는 프로세서 실행 가능 명령어들이거나 이들을 포함할 수 있는 하나 이상의 모듈(242)을 포함할 수 있다. 예를 들어, 상기 명령어들의 실행은 프로세서(들)로 하여금 상기에서 설명한 방법(들)의 하나 이상의 부분 및/또는 실시예를 구현하게 할 수 있다.

[0059]

예시로서, 모듈은, (예를 들어 유선, 무선 등을 통해) 하나 이상의 저장 매체(246)에 작동 결합되는 하나 이상의 프로세서(244)와 독립적으로, 또는 그와 협력하여 실행될 수 있다. 예시로서, 하나 이상의 프로세서(244) 중 하나 이상은 하나 이상의 네트워크 인터페이스(247) 중 적어도 하나에 작동 결합될 수 있다. 이러한 예시에서, 컴퓨터 시스템(241-1)은, 예를 들어 하나 이상의 네트워크(249)(예: 인터넷, 개인 네트워크, 셀룰러 네트워크, 위성 네트워크 등 중 하나 이상이 고려됨)를 통해 정보를 전송하고, 그리고/또는 수신할 수 있다.

[0060]

예시로서, 컴퓨터 시스템(241-1)은, 예를 들어 컴퓨터 시스템들(241-2), 기타 요소들 중 하나 이상이거나 이를 포함할 수 있는 하나 이상의 다른 디바이스로부터 정보를 수신하고, 그리고/또는 그로 정보를 전송할 수 있다. 디바이스는 컴퓨터 시스템(241-1)의 위치와 다른 물리적 위치에 배치될 수 있다. 예시로서, 위치는, 예를 들어 처리 설비 위치, 데이터 센터 위치(예: 서버 팜 등), 화학 설비, 반응기, 플래시 탱크, 경질유분 컬럼, 중질유분 컬럼, 건조 컬럼 등일 수 있다. 예시로서, 디바이스는, 예를 들어 온도 센서, 압력 센서, 분광계, 푸리에 변형 적외선 분광계, 라만 분광계 등일 수 있다.

[0061]

예시로서, 프로세서는 마이크로프로세서, 마이크로컨트롤러, 프로세서 모듈 또는 서브 시스템, 프로그래밍 가능한 집적회로, 프로그래밍 가능한 게이트 어레이, 또는 다른 제어 또는 컴퓨팅 장치일 수 있거나 이들을 포함할 수 있다.

[0062]

예시로서, 저장 매체들(246)은 하나 이상의 컴퓨터 판독 가능 또는 기계 판독 가능 저장 매체로서 구현될 수 있다. 예시로서, 저장부는 컴퓨팅 시스템 및/또는 추가 컴퓨팅 시스템들의 다수의 내부 및/또는 외부 외함(enclosure) 안쪽에, 그리고/또는 그에 걸쳐 분산될 수 있다.

[0063]

예시로서, 저장 매체 또는 저장 매체들은, 동적 또는 정적 랜덤액세스 메모리(DRAM 또는 SRAM), 소거 및 프로그래밍 가능한 판독 전용 메모리(EPROM), 전기 삭제 및 프로그래밍 가능한 판독 전용 메모리(EEPROM) 및 플래시 메모리와 같은 반도체 메모리 디바이스들; 고정식, 플로피 및 이동식 디스크와 같은 자기 디스크들; 테이프, 콤팩트 디스크와 같은 광 디스크들; 그리고 다른 유형의 저장 매체들일 수 있다.

팩트디스크(CD)와 같은 광학 매체 또는 디지털 비디오디스크(DVD), BLUERAY® 디스크를 포함한 기타 자기 매체들; 또는 다른 유형의 광학 저장장치; 또는 다른 유형의 저장 디바이스;를 포함하는 하나 이상의 상이한 형태의 메모리를 포함할 수 있다.

- [0064] 예시로서, 저장 매체 또는 매체들은 기계 판독 가능 명령어들을 실행하는 기계 내에 위치될 수 있거나, 또는 실행을 위해 네트워크를 통해 기계 판독 가능 명령어들이 다운로드될 수 있는 원격 사이트에 위치될 수 있다.
- [0065] 예시로서, 예를 들어 컴퓨터 시스템과 같은 시스템의 다양한 요소들은 하나 이상의 신호 처리 및/또는 응용 주문형 집적 회로를 포함하여(예를 들어, 펌웨어를 포함하여) 하드웨어, 소프트웨어, 또는 하드웨어 및 소프트웨어의 조합체로 구현될 수 있다.
- [0066] 예시로서, 시스템은 ASIC, FPGA, PLD 또는 기타 적절한 디바이스와 같은 범용 프로세서들 또는 애플리케이션 특정 칩들(또는 예를 들어 칩셋들)일 수 있거나 이들을 포함할 수 있는 처리 장치를 포함할 수 있다.
- [0067] 도 3에는, 컴퓨팅 시스템(300) 및 네트워크화 시스템(310)의 요소들이 도시되어 있다. 시스템(300)은 하나 이상의 프로세서(302), 메모리 및/또는 저장 요소들(304), 하나 이상의 입력 및/또는 출력 디바이스(306) 및 버스(308)를 포함한다. 예시의 실시예에서, 명령어들은 하나 이상의 컴퓨터 판독 가능 매체[예: 메모리/저장 요소들(304)]에 저장될 수 있다. 이러한 명령어들은 유선이거나 무선일 수 있는 통신 버스[예: 버스(308)]를 통해 하나 이상의 프로세서[예: 프로세서(들)(302)]에 의해 판독될 수 있다. 하나 이상의 프로세서는 상기 명령어들을 실행하여 (예를 들어, 방법의 일부로서) 하나 이상의 속성을 (완전히 또는 부분적으로) 구현할 수 있다. 사용자는 I/O 디바이스[예를 들어 디바이스(306)]를 통해 프로세스의 출력을 보면서 그와 상호작용할 수 있다. 예시의 실시예에서, 컴퓨터 판독 가능 매체는 물리적 메모리 저장 디바이스, 예를 들어 칩, 칩온패키지(chip on package), 메모리 카드 등과 같은 저장 요소(예: 컴퓨터 판독 가능 저장 매체)일 수 있다.
- [0068] 예시의 실시예에서, 요소들은 네트워크 시스템(310)에서처럼 분산될 수 있다. 네트워크 시스템(310)은 요소들(322-1, 322-2, 322-3, . . . 322-N)을 포함한다. 예를 들어, 요소들(322-1)은 프로세서(들)(302)를 포함할 수 있는 반면, 요소(들)(322-3)는 프로세서(들)(302)에 의해 액세스될 수 있는 메모리를 포함할 수 있다. 또한, 요소(들)(322-2)는 표시 및 방법과의 선택적인 상호작용을 위한 I/O 디바이스를 포함할 수 있다. 네트워크는 인터넷, 인트라넷, 셀룰러 네트워크, 위성 네트워크 등일 수 있거나 이들을 포함할 수 있다. 예를 들어, 또한, 요소들(322-N) 중 하나 이상은, 예를 들어 온도 센서, 압력 센서, 분광계, 푸리에 변환 적외선 분광계, 라만 분광계 등을 포함할 수 있다. 예를 들어, I/O 디바이스는, 제1 성분의 제1 농도와 그의 제2 농도 간의 차이가 기결정된 임계값을 초과한다면, 경보를 수신하여 표시할 수 있다. 경보는, 분석기가 유지보수 또는 교환을 요구한다는 점을 지시할 수 있다.
- [0069] 예시로서, I/O 디바이스는 정보의 통신을 위해 하나 이상의 네트워크 인터페이스를 포함하는 모바일 디바이스일 수 있다. 예를 들어, 모바일 디바이스는 (예를 들어 IEEE 802.11, ETSI GSM, BLUETOOTH®, 위성 등을 통해 작동 가능한) 무선 네트워크 인터페이스를 포함할 수 있다. 예시로서, 모바일 디바이스는 메인 프로세서, 메모리, 디스플레이, 표시 그래픽 회로 장치(예를 들어, 선택적으로 터치 및 제스처 회로 장치를 포함함), SIM 슬롯, 오디오/비디오 회로 장치, 모션 처리 회로 장치(예: 가속도계, 자이로스코프), 무선 LAN 회로 장치, 스마트카드 회로 장치, 전송기 회로 장치, GPS 회로 장치 및 배터리와 같은 요소들을 포함할 수 있다. 예시로서, 모바일 디바이스는 휴대폰, 태블릿 등으로서 구성될 수 있다. 예시로서, 방법은 모바일 디바이스를 사용하여 (예를 들어 완전히 또는 부분적으로) 구현될 수 있다. 예시로서, 시스템은 하나 이상의 모바일 디바이스를 포함할 수 있다.
- [0070] 예시로서, 시스템은 분산 환경일 수 있으며, 예를 들어 다양한 디바이스들, 요소들 등이 데이터 저장, 통신, 계산 등의 목적을 위해 상호작용하는 이른바 "클라우드(cloud)" 환경일 수 있다. 예시로서, 디바이스 또는 시스템은 인터넷(예를 들어, 여기서는 하나 이상의 인터넷 프로토콜을 통해 통신이 이루어짐), 셀룰러 네트워크, 위성 네트워크 등을 통한 정보의 통신을 위한 하나 이상의 요소를 포함할 수 있다. 예시로서, 방법은 분산 환경에서(예를 들어, 완전히 또는 부분적으로 클라우드 기반 서비스로서) 구현될 수 있다.
- [0071] 예시로서, 정보는 디스플레이(예를 들어, 터치스크린으로 고려됨)에서의 입력, 디스플레이로의 출력, 또는 이러한 입력 및 출력 모두일 수 있다. 예시로서, 정보는 정보가 보일 수 있도록 프로젝터, 레이저 디바이스, 프린터 등으로의 출력될 수 있다.
- [0072] 단수 명사의 용어들은 복수의 대안, 예를 들어, 적어도 하나를 포함하는 것으로 의도된다. 예를 들어, "반응기", "장치" 등의 개시는, 달리 명시되지 않는 한, 하나의 반응기, 하나의 장치, 또는 하나보다 많은 반응

기, 장치 등의 혼합체 또는 조합체를 포함하는 것을 의미한다.

- [0073] 본원에서 제공되는 설명부에서, "포함하다", "~이다", "함유하는", "가지는" 및 "구성되다"란 용어들은 개방형 종결(open-ended) 방식으로 사용되며, 그에 따라 "~를 포함하지만, 이로 제한되지 않는"을 의미하는 것으로 해석되어야 한다. 방법들 또는 시스템들이 다양한 구성요소들 또는 단계들을 "포함하는"의 용어로 청구되거나 설명될 때, 방법들 또는 시스템들은, 달리 언급되지 않는 한, 다양한 구성요소들 또는 단계들로 "실질적으로 구성되거나" 또는 "구성될" 수 있다.
- [0074] 다양한 수치 범위들이 본원에서 개시될 수 있다. 출원인이 임의의 유형의 범위를 개시하거나 청구할 때, 출원인의 의도는, 달리 명시되지 않는 한, 범위의 끝점뿐만 아니라 그 안에 포함된 임의의 하위 범위 및 하위 범위의 조합을 포함하여, 그러한 범위가 합리적으로 포함할 수 있는 각각의 가능한 수를 개별적으로 개시하거나 청구하는 것이다. 또한, 본원에서 개시되는 범위의 모든 수치적 끝점은 근사치이다.
- [0075] 본원 출원 전체에 걸쳐, "약(about)"이란 용어는, 값이 디바이스, 값을 결정하기 위해 사용되는 방법에 대한 것처럼 오류의 변동, 또는 연구 대상자들 간에 존재하는 변동을 포함한다는 점을 나타내는 데 사용된다. "약"이란 용어는 조건들의 자연적인 변동을 암시하고 값의 $\pm 5\%$ 의 변동을 나타내는 데 사용된다. 일부 실시예에서, 변동은 값의 $\pm 1\%$ 이다.
- [0076] 본원에서 설명되는 공정들은 다양한 구현예들에서 원하는 대로 임의의 순서로 실행되거나 수행될 수 있다. 추가로, 특정 구현예들에서, 공정의 적어도 일부는 병행하여 실행될 수 있다. 또한, 특정 구현예들에서, 설명되는 공정들보다 적거나 많은 공정이 수행될 수 있다.
- [0077] 개시되는 공정 및 시스템이 상세하게 설명되었기는 하지만, 첨부된 청구범위에 의해 정의된 것처럼, 본 발명의 의도 및 범위를 벗어나지 않으면서 다양한 변경, 대체 및 대안이 본원에서 이루어질 수 있는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 본원 출원의 범위는 본원 명세서에 설명되는 공정들, 기계들, 조성물들, 수단들, 방법들 및/또는 단계들의 특정한 실시예들로 제한되도록 의도되지는 않는다. 당업계의 통상의 기술자라면 누구나 본원 개시에서 쉽게 이해할 수 있는 것처럼, 본원에서 설명되는 상응하는 실시예들과 실질적으로 동일한 기능을 수행하거나, 또는 실질적으로 동일한 결과를 달성하는, 현재 존재하거나 추후 개발될 공정들, 기계들, 조성물들, 수단들, 방법들 및/또는 단계들은 본 발명에 따라 활용될 수 있다. 따라서, 첨부된 청구범위는 그 범위 이내에 상기 공정들, 기계들, 조성물들, 수단들, 방법들, 및/또는 단계들을 포함하는 것으로 의도된다.
- [0078] **실시예**
- [0079] 본원 개시는, 하기 실시예들에 의해 추가로 설명되되, 상기 실시예들은 임의의 방식으로 본 발명의 범위에 대한 제한을 가하는 것으로서 해석되어서는 안 된다. 그와 반대로, 본원의 설명을 읽은 후, 본 발명의 사상 또는 첨부된 청구범위의 범위에서 벗어나지 않으면서, 당업계의 통상의 기술자에게 제안되는 다양한 다른 양태들, 실시예들, 수정안들 및 그 등가물들에도 의지할 수 있는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 다른 양태들은 본원에서 개시되는 본 발명의 명세서 및 그 실시를 고려하는 것으로부터 당업계의 통상의 기술자에게 명백할 것이다.
- [0080] **실시예 1 - 아세트산 메틸 측정**
- [0081] 본 실시예에서, 아세트산 메틸 농도는 아세트산 메틸, 요오드화 메틸 및 물을 포함하는 반응기 내에서 결정하였다.
- [0082] 본 실시예의 아세트산 메틸 계산은 실시간 반응기 요오드화 메틸 및 물 값들을 필요로 했기 때문에, 이러한 2개의 성분의 합리적으로 정확한 값들은 분광 데이터로 얻을 수 있었지만, 그러나 다른 기술들도 사용될 수 있었다.
- [0083] 반응기 요오드화 메틸은 강력하고 완전히 분해된 라만 피크를 갖는 반면, 물은 부분적으로 중첩된 라만 피크를 가졌다.
- [0084] 이러한 실시예의 방법에서, 라만 요오드화 메틸 및 물 값들과 플래시 탱크 온도 및 압력 값들은 조합하여 공급물 비율이 감소된 기간 동안 반응기 아세트산 메틸 농도를 산출하는 데 사용하였다.
- [0085] 이러한 실시예의 계산된 값들은 도 4의 플롯에서 라만 측정값들과 중첩시켰다. FT 라만 표시 추세선에 계산된 아세트산 메틸 값이 포함되어 있는 반면, 라만 표시 추세선에는 라만 측정 아세트산 메틸 값들이 포함되어 있다.
- [0086] 도 4는 추세들 간에 강력한 상관관계가 있었음을 보여준다. 계산된 아세트산 메틸 농도는 라만 측정 추세보다 잡음이 더 많았으며(즉, 약간 덜 정확했으며), 잡음의 원인은 아세트산 메틸 계산에서 고려되는 라만 물 측정이

다.

하기 방정식 1은 본 실시예에서 사용되는 아세트산 메틸 계산을 제공하였다:

$$[MeAc]_{Reactor} = \frac{T_{FlashTank} - C_w[H_2O]_{Reactor} + C_m([MeI]_{Reactor} + C_{m2}^*) + C_p P_{FlashTank}}{C_a} \quad (Eq. 1).$$

방정식 1에서의 측정 단위들은 총 반응기 조성의 질량 분율, 화씨 도, 및 psig이었으며, 그리고 모든 상수 "C"는 단위가 없었다. 이러한 상관관계는, 단열 플래시 일차 성분 조성이 엄격하게 온도 및 압력에 의존한다는 사실을 기초로 하였다.

실시예 2 - 건조 컬럼 공급물(DCF) H₂O 데이터를 사용한 측정

본 실시예에서 설명되는 것처럼 실시예 1의 방법을 대안의 방식으로 수행할 수 있다. 라만 반응기 물 데이터를 사용하는 것 대신, 반응기 물 조성을 추론하기 위해 건조 컬럼 공급 물 데이터(feed water data)를 사용할 수 있다. 건조 컬럼 공급 물 데이터는 (i) 건조 컬럼에서의 공정 데이터를 사용한 상관관계 또는 (ii) 가용할 경우 근적외선(예를 들어, NIR FTIR) 분석기를 토대로 가용할 수 있다.

건조 컬럼 물 농도는 반응기 물 농도와 강력한 상관관계(오프셋 포함)가 있을 수 있되, 유일한 기여 변수는 핵심 설비 독립 변수일 수 있는 경질유분 컬럼 환류 비율일 수 있다.

이러한 실시예에서, 건조 컬럼 공급 물 조성에는, 하기와 같은 방정식 2a 및 2b를 사용하여 상관관계를 부여할 수 있었다:

$$[H_2O]_{DCF} = \frac{C_1 + C_2 T_{DC} + C_3 (P_{DC} + dP_{DC} \left(\frac{x-y}{x}\right))}{C_4 + C_5 \left(\frac{R_{DC}}{D_{DC}}\right) + C_6 \left(\frac{D_{DC}}{F_{DC}}\right)} \quad (Eq. 2a),$$

및

$$[H_2O]_{LECT6} = \frac{[H_2O]_{DCF} (F_{DC} + D_{HEC} + F_{rerun}) - [H_2O]_{HEC} D_{HEC} - [H_2O]_{rerun} F_{rerun}}{F_{DC}} \quad (Eq. 2b).$$

이러한 실시예의 경우, 건조 컬럼 공급 물에서부터 반응기 물까지의 개념적 상관관계는 하기 방정식 3으로 표현된다:

$$[H_2O]_{Reactor} \cong f \left\{ [H_2O]_{LECT5}, \frac{R_{LEC}}{D_{LEC}} \right\} \quad (Eq. 3).$$

본 실시예에서의 모든 방정식 및 표현에 대한 측정 단위는 질량 분율 "[H₂O]", 화씨 도 "T", psig "P, dP" 및 lbs/hr "F, D, R"이며, 모든 상수 "C"는 단위가 없다.

이러한 실시예의 물 상관관계는, 분리 유닛의 질량 균형의 변화를 기반으로 조정된 분리 장비 내부의 압력 보상 온도를 토대로 하는 물-아세트산 시스템의 증기-액체 평형을 기초로 하였다.

건조 컬럼 공급물 상관관계(feed correlation)(방정식 2a, 2b 및 3)를 토대로 수득되는 반응기 물 값들을 반응기 아세트산 메틸 계산을 위해 사용했을 때, 계산을 위해 라만 측정 반응기 물 값들을 사용한 이전에 검사한 경우에 비해, 계산된 아세트산 메틸 추세선의 잡음은 훨씬 더 적었다(도 5). 도 5에는, 라만 요오드화 메틸 및 상관관계가 있는 물을 입력으로서 사용하여 상관관계에 의해 예측되는 반응기 아세트산 메틸과 중첩되는 라만 반응기 아세트산 메틸 데이터가 묘사되어 있다.

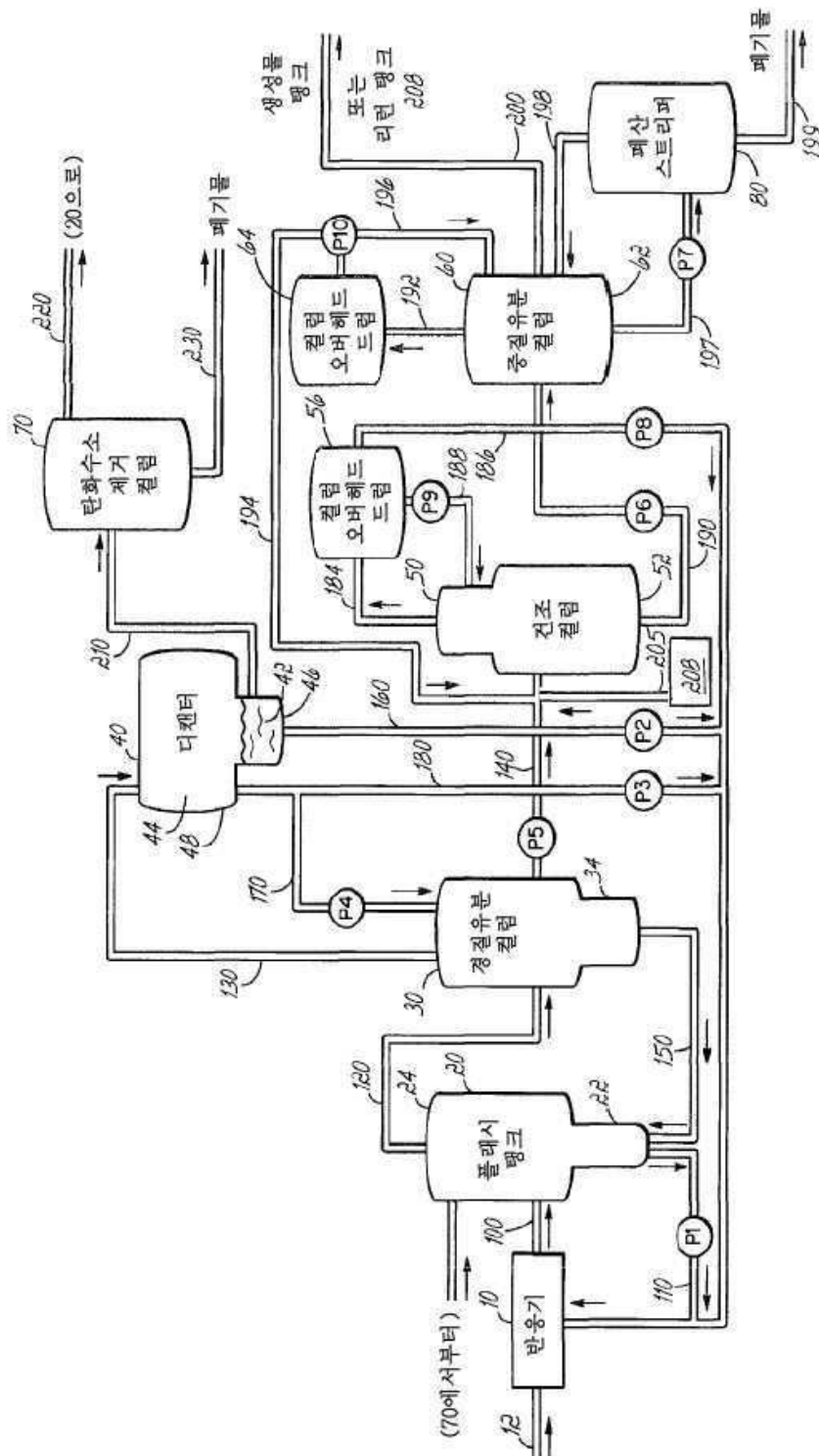
또한, NIR-FTIR 분석기를 사용하여 건조 컬럼 공급 물 데이터의 실시간 측정도 가능하다. 라만에서 부분적으로 분해된 피크와 달리, 물은 NIR에서 완전하게 분해된 여러 피크를 갖는다. 그러므로 NIR 물과 상관관계가 있는 데이터는, 완전히 분해된 FTIR 피크를 기반으로 정확도가 향상되며, 그리고 각각 온도 및 압력 계측기로 인한 잡음이 없다는 이점이 있다.

상기에서 개시된 특정 실시예들은 예시적인 것일 뿐이되, 그 이유는 공정 및 시스템이 본원 교시의 이점을 가지

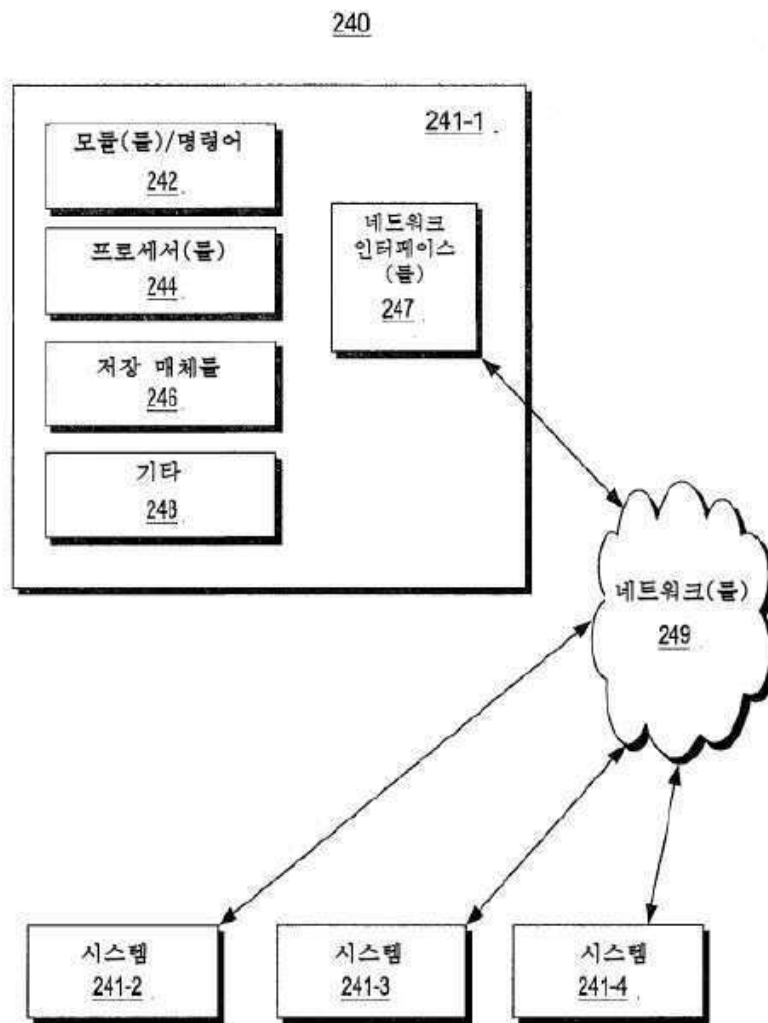
는 당업계의 통상의 기술자에게 명백한, 상이하지만 동등한 방식으로 수정되고 실시될 수 있기 때문이다. 통합된 특허들 또는 간행물들 중 하나 이상과 본원 개시 사이에 충돌이 발생하는 경우, 정의를 포함한 본원 명세서가 우선된다. 또한, 하기 청구범위에 설명된 것 외에, 본원에서 제시되는 구성 또는 설계의 세부 사항에 대한 어떠한 제한도 의도되지 않는다. 따라서, 상기에서 개시된 특정 실시예들은 변경되거나 수정될 수 있고 이러한 모든 변형은 본 발명의 범위 및 의도 이내에서 고려된다는 점은 명백하다. 따라서, 본원에서 추구되는 보호는 하기 청구범위에서 진술되는 것과 같다.

도면

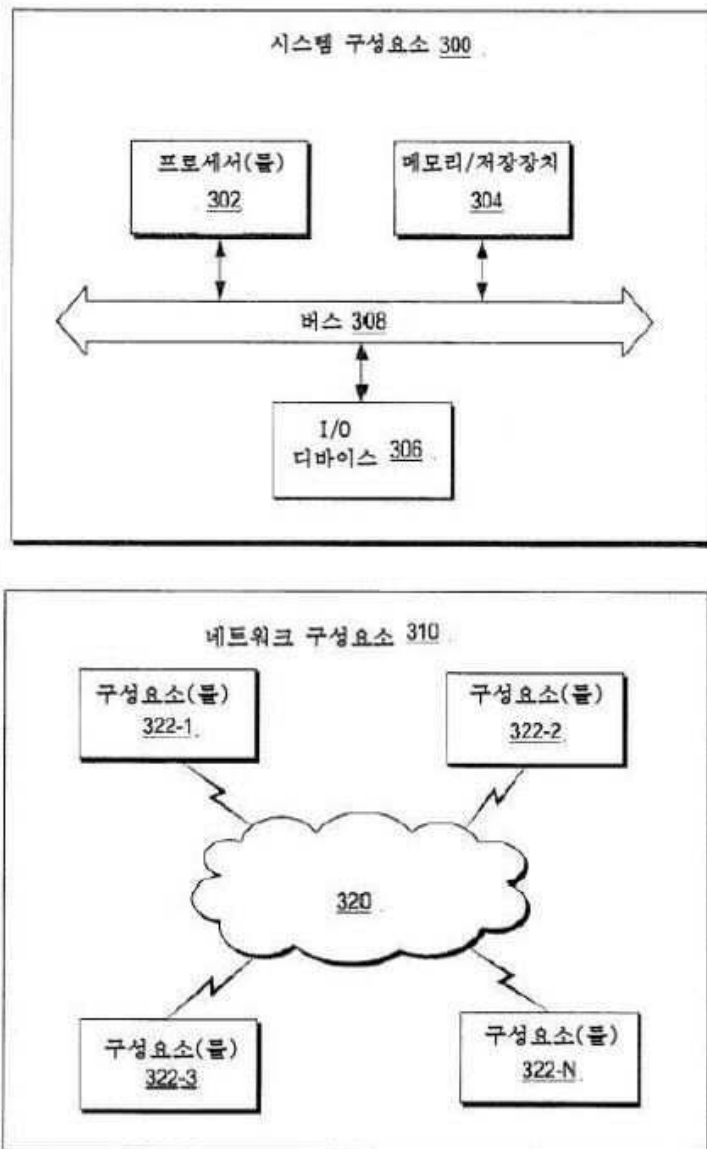
도면1



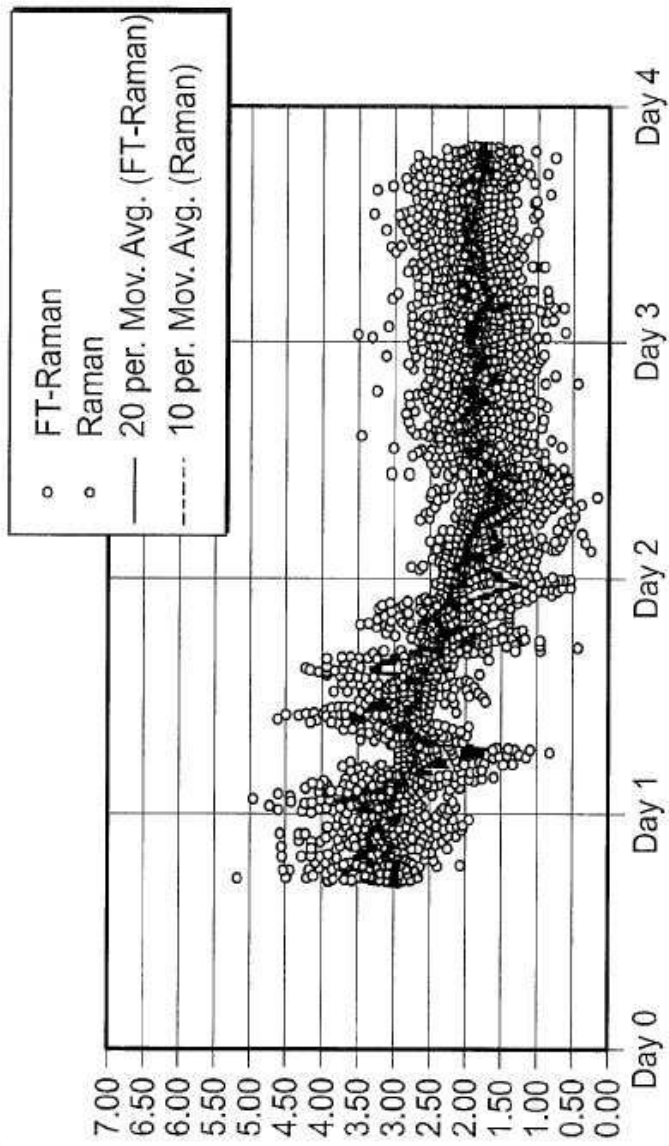
도면2



도면3



도면4



도면5

