(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년03월08일
(11) 등록번호 10-0945364
(24) 등록일자 2010년02월24일

(51) Int. Cl.
B01D 3/06 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2004-7009538
(22) 출원일자 2002년11월12일
심사청구일자 2007년11월06일
(85) 번역문제출일자 2004년06월18일
(65) 공개번호 10-2004-0075889
(43) 공개일자 2004년08월30일
(86) 국제출원번호 PCT/US2002/036231
(87) 국제공개번호 WO 2003/055268
국제공개일자 2003년07월03일
(30) 우선권주장
10/028,216 2001년12월20일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
WO2000006288 A1
US19854522743 A1
JP03035347 B
전체 청구항 수 : 총 5 항

(73) 특허권자
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
데이비드슨,로버트,에스.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427
앤더슨,대니,비.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김영, 장수길

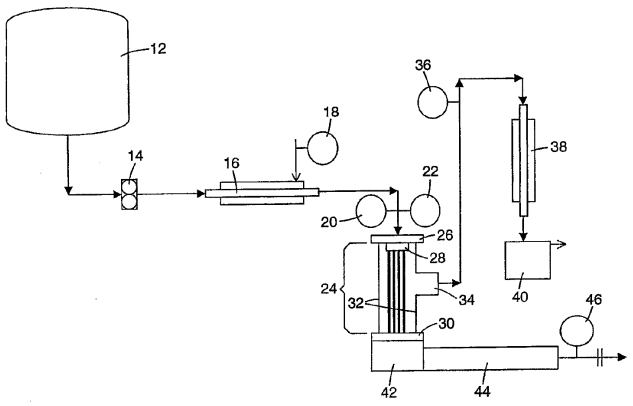
심사관 : 고재범

(54) 콜로이드 용액의 제어된 증발을 위한 연속 공정

(57) 요 약

본 발명은 a) 콜로이드 용액이 증발 구역을 통과할 때 상기 콜로이드 용액이 상기 증발 구역의 1 면 이상의 내부 표면과 실질적으로 접촉하지 않게, 적어도 일부분이 1 종 이상의 휘발성 성분을 포함하는 액체 매질 내의 입자를 포함하는 상기 콜로이드 용액을 하나 이상의 오리피스를 통해 상기 1 면 이상의 내부 표면을 갖는 상기 증발 구역으로 이동시키는 단계, b) 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분 중 일부분 이상의 순간 증발이 가능하도록, 상기 증발 구역으로 들어갈 때의 상기 콜로이드 용액의 증기압보다 낮은 압력을 상기 증발 구역에 적용하는 단계, c) 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분의 일정량을 증발시키기 위해 상기 증발 구역 내의 압력을 조절하는 단계, 및 d) 상기 증발 구역으로부터 잔여 콜로이드 용액을 수집하는 단계를 포함하는, 콜로이드 용액 중 일부를 증발시키는 방법을 기술한다.

대 표 도



(72) 발명자

거스,리차드,에이.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427

홀름,데이비드,알.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427

특허청구의 범위

청구항 1

a) 콜로이드 용액이 증발 구역을 통과할 때 상기 콜로이드 용액이 상기 증발 구역의 1 면 이상의 내부 표면과 접촉하지 않게, 1 종 이상의 휘발성 성분을 포함하는 액체 매질 내의 입자를 포함하는 상기 콜로이드 용액을 하나 이상의 오리피스를 통해 상기 1 면 이상의 내부 표면을 갖는 상기 증발 구역으로 이동시키는 단계,

b) 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분 중 일부분 이상의 순간 증발이 가능하도록, 상기 증발 구역으로 들어가는 상기 콜로이드 용액의 증기압보다 낮은 압력을 상기 증발 구역에 적용하는 단계,

c) 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분의 일정량을 증발시키기 위해 상기 증발 구역 내의 압력을 조절하는 단계, 및

d) 상기 증발 구역으로부터 잔여 콜로이드 용액을 수집하는 단계

를 포함하는, 콜로이드 용액 중 일부를 증발시키는 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 콜로이드 용액의 증가된 표면적이 상기 증발 구역에서 노출되도록 상기 하나 이상의 오리피스가 형성되는 방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 콜로이드 용액이 졸인 방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 오리피스를 통해 상기 콜로이드 용액을 통과시키기 전에 가열 구역에서 상기 콜로이드 용액이 끓는 것을 방지하기에 충분한 압력 하에서 상기 가열 구역의 상기 콜로이드 용액을 가열하는 단계, 및 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분의 일정량의 증발이 가능하도록 상기 가열 구역 내의 온도 및 상기 증발 구역 내의 압력을 조절하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 5

제 4항에 있어서, 상기 콜로이드 용액의 증가된 표면적이 상기 증발 구역에서 노출되도록 상기 하나 이상의 오리피스가 형성되는 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 콜로이드 용액의 농축에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 콜로이드 용액의 원하는 부분만큼을 증발시키는 방법이다.

배 경 기 술

[0002] 콜로이드 용액은 참용액과 현탁액의 중간이다. 이는 입자 (또는 "콜로이드")의 크기가 약 1 내지 약 1000 나노미터인, 액체 매질 내 입자들의 분산액이다. 이것은 금속 산화물 (또는 이것의 전구체)의 졸, 아쿠아졸 또는 하이드로졸을 포함하나 이에 한정되지는 않는다. 특히 졸은 약 1 내지 약 100 나노미터 크기의 입자를 함유한 콜로이드 용액이다.

[0003] 종종 콜로이드 용액이 제조되는 경우 이것은 취급하기 쉽게 비교적 묽은 농도로 존재한다. 그러나 콜로이드 용액을 결국 처리하는 후속적인 공정 기법에서는 콜로이드 용액을 농축할 필요가 있을 것이다.

[0004] 콜로이드 용액을 농축하는 현 방법은 침강, 여과, 원심분리, 및 평행판 증발기 (parallel plate evaporator), 압출기, 와이프드 필름 증발기 (wiped film evaporator), 박막 증발기 (thin film evaporator), 회전 증발기 (rotoevaporator), 린싱 필름 증발기 (rinsing film evaporator) 및 폴링 필름 증발기 (falling film

evaporator)를 이용하는 연속 증발 또는 배치 증발을 포함한 다양한 증발 방법에 의한다. 이들 알려진 증발기들의 문제점은, 콜로이드 용액에서 일반적이듯이, 작은 농도 변화로 점도가 크게 증가하는 물질을 이용하기가 특히 어렵다는 것이다.

[0005] 알려진 증발기들의 또 다른 문제점은 콜로이드 용액이 초과 증발될 수 있다는 것이다. 초과 증발 (즉, 원하는 것보다 휘발성 물질이 많이 제거되는 것)은 한 가지 이상의 이유로 발생할 수 있다. 예를 들어, 한 가지 이유는 콜로이드 용액이 농축될 때, 증발 구역에서의 가열 또는 고온 표면과 종종 접촉한다는 것이다. 초과 증발은 또한 특정양의 물질을 정확하게 증발시킬 수 있도록 충분히 제어되지 못하는 공지된 증발기 때문일 수도 있다. 초과 증발의 한 결과는 분해되는 (가령 가열되어 분해되는) 일부 콜로이드 용액이 생길 수 있다는 것이다. 콜로이드 용액의 분해 잔여물은 증발 설비 및 농축된 콜로이드 용액을 오염시킬 수 있다. 기본적으로 그러한 오염물이 없는 농축된 콜로이드 용액이 물질의 궁극적인 특정 용도에 필수적이다. 초과 증발은 또한 콜로이드 용액의 조기 겔화를 초래할 수 있다.

[0006] 공지된 증발기의 또 다른 문제점은 콜로이드 용액의 과소 증발 (원하는 것 보다 휘발성 성분이 적게 제거되는 것)이다. 과소 증발의 부정적 결과는 가령, 과소 증발된 콜로이드 용액으로부터 형성된 완제품이 그것의 바람직한 형태를 취하지 못할 수 있다는 것이다.

[0007] 본 공정은 일반적으로 콜로이드 용액 증발이 바람직한 수준에 도달하도록 증발을 제어하는 증발기 온도를 이용한다. 예를 들어, 가열되고 회전하는 용기로부터 액체를 증발시켜 냉각된 플라스크에 수집하는 회전 증발에 의해 증발을 수행할 수 있다. 증발의 양을 제어하기 위한 온도 이용의 문제점은 시스템이 온도 변화에 반응하는 것이 느리다는 것이다.

[0008] <발명의 요약>

[0009] 본 발명은 원하는 양의 콜로이드 용액을 증발시키기 위한, 제어된 방법을 제시한다. 이 방법은 또한 실질적으로 초과 증발을 감소시키거나 또는 제거한다. 본 발명은 콜로이드 용액이 실질적으로 증발 구역 ("구역"이란 챔버, 둘러싸인 부분 등이다)의 내부 표면 (들)에 접촉함 없이, 콜로이드 용액으로부터 (콜로이드 용액의 1 종 이상의 휘발성 성분의) 증기가 증발되도록 한다. 이것은 콜로이드 용액의 초과 증발, 증발 구역에서의 콜로이드 용액의 분해, 및 콜로이드 용액의 분해로 인한 설비의 오염을 예방한다.

[0010] 본 발명에서, "휘발성" 성분이란 성분이 증발 구역으로 들어가는 온도 및 증발 구역에서의 압력에서 이 성분이 휘발성이라는 것을 뜻한다.

[0011] 본 발명은 콜로이드 용액의 제어된 증발을 제시한다. 그러므로, 이것은 또한 실질적으로 콜로이드 용액의 과소 증발을 방지한다.

[0012] 본 발명은 주로 증발 구역에서의 압력 및 임의적으로 증발 구역으로 공급될 때의 콜로이드 용액의 온도를 제어함으로써 콜로이드 용액의 농도를 제어한다. 증발을 제어하기 위해 압력을 이용하는 것이, 공정을 제어하기 위해 온도를 주로 이용하는 경우보다 더 신속히 공정을 조절할 수 있도록 하기 때문에 특히 바람직하다.

[0013] 본 발명은 a) 콜로이드 용액이 증발 구역을 통과할 때 상기 콜로이드 용액이 상기 증발 구역의 1 면 이상의 내부 표면과 실질적으로 접촉하지 않게, 적어도 일부분이 1 종 이상의 휘발성 성분을 포함하는 액체 매질 내의 입자를 포함하는 상기 콜로이드 용액을 하나 이상의 오리피스를 통해 상기 1 면 이상의 내부 표면을 갖는 상기 증발 구역으로 이동시키는 단계, b) 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분 중 일부분 이상의 순간 증발이 가능하도록, 상기 증발 구역으로 들어갈 때의 상기 콜로이드 용액의 증기압보다 낮은 압력을 상기 증발 구역에 적용하는 단계, c) 상기 콜로이드 용액으로부터 상기 1 종 이상의 휘발성 성분의 일정량을 증발시키기 위해 상기 증발 구역 내의 압력을 조절하는 단계, 및 d) 상기 증발 구역으로부터 잔여 콜로이드 용액을 수집하는 단계를 포함하는, 콜로이드 용액 중 일부를 증발시키는 방법이다.

[0014] 본 발명의 하나 이상의 실시태양의 한 가지 장점은 공정이 정상 상태에 빠르게 도달하고, 원하는 양의 증발이 이루어졌는지 측정하기 위한 샘플 채취 및 그것의 분석을 위해 반복적으로 공정을 중단하지 않고서 많은 양의 균일한 물질을 만들 수 있다는 것이다. 이것은 또한 너무 많은 증발이 이루어질 경우 많은 양의 물질이 소모되는 문제점을 제거한다.

[0015] 본 발명의 하나 이상의 실시태양의 또 다른 장점은 제어 가능성이다. 증발 구역 내의 압력이 신속하게 조절될 수 있어서, 증발 속도가 매우 신속하게 조절될 수 있게 한다. 직접적으로 측정되거나 또는 점도 따위의 특성의 측정에 의해 추정되는 증발량은 증발 구역 압력 및 임의적으로 증발 구역으로 들어갈 때의 콜로이드 용액의 온

도 모두를 조작하여 통제할 수 있다.

[0016] 하나 이상의 실시태양의 또 다른 장점은 제어 기구가, 시스템 압력 및 임의적으로, 유입 액체의 온도를 조작함으로써 작은 오차로 증발 후 또는 잔여 콜로이드 용액의 증발 수준을 통제할 수 있게 한다는 것이다.

[0017] 한편 본 발명의 방법의 또 다른 장점은 콜로이드 용액의 마지막 증발 수준에 대한 제어의 정도가, 원하는 증발 수준을 달성하기 위해 2번 이상 공정을 통과시켜 콜로이드 용액을 재활용할 필요성을 제거한다는 것이다.

발명의 상세한 설명

[0019] 본 발명의 실시태양은 공정 흐름도에 의해 도 1에 예시되어 있다. 이 실시태양에서, 농축되지 않은 콜로이드 용액은 사전 농축기 (12)에 위치한다. 콜로이드 용액 중 1 종 이상의 휘발성 성분의 벌크 (물, 수성 매질 또는 용매 매질 등일 수 있다)가 이 단계에서 제거될 수 있다. 그러나, 이 사전 농축 단계는 시작 농도 또는 콜로이드 용액의 희석 수준에 따라 임의적이다.

[0020] 그리고 나서 콜로이드 용액은 펌프 (14)를 이용해서 가열되는 가열 구역 (16)으로 펌핑된다. 온도 센서 (18)가 가열 구역의 온도를 모니터하거나 감지한다. 콜로이드 용액은 가열 구역 (16)에서 끓지 않도록 이곳에서 충분한 압력 하에 유지된다. 그러나 가열 단계는 임의적이다.

[0021] 증발 구역 (24) 이전의 시스템에 증발 구역 (24)으로의 유입 이전에 콜로이드 용액의 압력 및 온도를 감지하는데 이용되는 압력 센서 (20) 및 또 다른 온도 센서 (22)가 있다. 콜로이드 용액은 그 후 유입구 (26) 및 하나 이상의 오리피스를 포함하는 다이 (28)를 통해 증발 구역 (24)으로 이동된다. 다이 (28)는 다이를 통한 압력 강하가 콜로이드 용액이 증발 구역에 거의 유입되거나 유입된 때까지 콜로이드 용액이 끓는 것을 방지하도록 제조된다. 다이는 또한 콜로이드 용액이 증발 구역 (24)을 통해 낙하하거나 또는 통과할 때 증발 구역 (24)의 내부 표면 또는 표면들 (32)에 콜로이드 용액이 실질적으로 접촉하지 않는 방식으로 콜로이드 용액을 유입시키게 제조되야 한다. 콜로이드 용액의 순간 증발을 증발 구역 (24)에서 일으키기 위해, 콜로이드 용액이 유입구 (26)에 들어갈 때의 가열된 콜로이드 용액의 증기압보다 낮도록 증발 구역 (24)에서 압력을 제어한다. 콜로이드 용액은 증발 구역 (24)을 통과할 때, 증발에 의해 냉각된 후 유출구 (30)를 통해 나온다.

[0022] 증발 구역 (24)에서의 콜로이드 용액에서 증발되는 (콜로이드 용액의 1 종 이상의 휘발성 성분의) 증기가 증발 구역 (24)으로부터 제거되는 증기 방출 포트 (34)가 증발 구역 (24)에 부착된다. 또 다른 압력 센서 (36)는 증기 방출 포트 (34)의 외부에 위치하거나 또는 증발 구역 (24) 자체의 어딘가에 연결될 수 있고, 증발 구역 (24)에서의 압력이나 또는 그것 바로 외부의 압력을 감지하기 위해 이용된다. 증기가 증발 구역 (24)에서 방출되기 위해 증발 구역 (24) 외부가 내부보다 압력이 낮아야 할 필요가 있다. 증발 구역 (24) 외부의 더 낮은 압력은 대부분의 증기가 제거를 위해 응축되는 콘덴서 (38)를 통해 시스템에 연결되는, 압력 제어 또는 진공 시스템 (40)에 의해 제공될 수 있다. 별법으로, 증기는 직접 압력 제어 또는 진공 시스템으로 보내질 수 있다.

[0023] 잔여 (또는 사후 증발) 콜로이드 용액은 수집 용기 (42)에 수집된다. 그리고 나서, 펌프 (44)에 의해 시스템 밖으로 펌핑된다. 조건 센서 (46)가 잔여 (또는 증발 후) 콜로이드 용액의 점도, 압력 및 농도 따위를 감지, 측정 또는 추정하고, 이것은 농축된 콜로이드 용액에 대한 방출구에 또는 그 근처에 있거나, 또는 수집 용기 (42)에 부착되어 있다. 원하는 수준의 증발이 일어났는지 확인하기 위해, 어떤 경우 조건 센서 (46)를 콜로이드 용액의 점도 또는 농도를 측정 또는 추정하는데 이용할 수 있다. 잔여 (또는 증발 후) 콜로이드 용액의 최종 증발 수준은 잔여 콜로이드 용액을 처리하는 공정 기법에 의존한다. 잔여 콜로이드 용액은 그 후 필요에 따라 연속해서 이용되거나 또는 처리될 수 있다.

[0024] 콜로이드 용액

[0025] 본 발명의 방법을 이용해 농축될 수 있는 콜로이드 용액은, 적어도 일부분이 1 종 이상의 휘발성 성분을 포함하는 액체 매질 내에 현탁된 입자를 포함한다. 입자의 몇몇 예는 금속, 자성 분말, 촉매, 세라믹, 광물, 기름 회수, 공업용 유리, 페인트 및 안료, 고분자, 펄프 및 종이, 가공 식품, 의약품, 섬유 및 세제 등을 포함한다. 다른 예는 금속 산화물, 질화물, 탄산염, 탄화물, 규산염, 텔루르화물 등을 포함한다. 이들 입자의 구체적 예는 실리카, 알루미나, 지르코니아, 산화 티타늄, 질화 규소, 탄산 마그네슘, 탄화 티타늄 등을 포함하나 이에 한정되지는 않는다. 액체 매질의 몇몇 예는 물, 수성 매질 또는 용매 매질, 또는 이들의 혼합물이다. 액체 매질의 적어도 일부분은 1 종 이상의 휘발성 성분을 포함한다. 역시 액체 매질의 일부일 수 있는 비휘발성 성분의 몇몇 예는 고분자, 염, 올리고머 및 분산제를 포함하나 이에 한정되지는 않는다.

[0026] 본 발명의 공정에 사용될 수 있는 예시적 (그러나 이에 한정되지는 않음) 콜로이드 용액에 대해서는 미국 특허

제 4,931,414 호 (우드 (Wood) 외)의 5 열 47 내지 58 행, 5 열 65 행 내지 6 열 21 행, 6 열 31 내지 43 행; 미국 특허 제 4,314,827 호 (리타우저 (Leithauser) 외)의 5 열 64 행 내지 6 열 43 행; 미국 특허 제 3,795,524 호 (소만 (Sowman))의 4 열 3 행 내지 5 열 30 행; 미국 특허 제 3,709,706 (소만)의 5 열 16 내지 28 행 및 46 내지 57 행; 미국 특허 제 4,047,965 호 (카르스트 (Karst) 외)의 4 열 1 행 내지 7 열 15 행을 참조한다.

[0027] 보통, 콜로이드 용액의 일반적 논의 (가능한 성분 및 용도를 포함한다)는 예를 들어, 문헌 [Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, John Wiley & Sons Publ., Vol.6, 1993, pages 814, 817 and 828]에서 주어진다.

[0028] 사전 농축

[0029] 본 발명의 방법의 사전 농축 단계는 임의적이다. 발명의 공정에 도입되기 전의 콜로이드 용액의 희석 정도에 따르는 것이 바람직하다. 그러나, 만일 콜로이드 용액이 원하는 농도에 가깝고, 단지 비교적 적은 양의 증발이 필요하다면, 콜로이드 용액을 사전 농축하는 것이 바람직하지 않을 수도 있다.

[0030] "사전 농축"은 공정의 최초 단계 이전에 용액 또는 액체 매질 중 1 종 이상의 휘발성 성분의 일부를 제거하는 것을 의미한다.

[0031] 사전 농축 단계는 사전 농축기를 이용해 수행될 수 있다. 사전 농축기로 이용될 수 있는 장치는 예를 들어 와이프드 필름 증발, 강제 순환 증발 및 평행판 증발과 같은 콜로이드 용액의 증발에 사용되는 재래식 증발 장치를 포함한다. 콜로이드 용액을 사전 농축시킬 수 있는 다른 장치 역시 가능하다. 사전 농축은 함께 콜로이드 용액을 사전 농축시키는 탱크, 펌프, 용기 등과 같은 일련의 장치를 통해 콜로이드 용액을 공급함으로써 행해질 수 있다. 예를 들어, 일련의 장치는 펌프 외에 평행판 증발기 등을 포함할 수 있다.

[0032] 콜로이드 용액의 휘발성 성분 (들)의 벌크 (물 및/또는 기타 용매)는 사전 농축 단계에서 증발될 수 있다.

[0033] 가열

[0034] 본 발명의 방법의 가열 단계 또한 임의적이다. 그러나, 콜로이드 용액이 제거해야 할 휘발성 성분을 포함하나 증기압이 증발 구역의 압력을 충분히 초과하지 않으면, 가열이 이용된다.

[0035] 가열 단계는 가열 구역 (16)에서 수행된다. 가열은 바람직하게는 열교환기를 이용해 수행한다. 그러나, 임의의 적절한 가열 수단 또는 장치를 이용해 가열 단계를 수행할 수 있다. 기타 가열 수단의 몇몇 예는 직접 스팀 분사 및 마이크로웨이브를 포함하나 이에 한정되지는 않는다.

[0036] 가열 구역의 온도는 부분적으로, 콜로이드 용액에 존재하고 증발되는 것이 바람직한 휘발성 성분의 정체에 의존한다. 콜로이드 용액은 증발 구역 내 압력에서의 콜로이드 용액의 끓는점을 초과하는 온도로 가열 구역에서 가열된다.

[0037] 가열 구역에서의 압력은 콜로이드 용액이 끓지 않게 되도록 유지된다. 압력의 범위는 이용되는 물질 (들), 및 열 교환기 및 콜로이드 용액의 온도에 의존한다. 적당한 온도 및 압력은 표준 열역학 관계를 이용해 계산될 수 있다. 이들 계산을 하는 방법은 예를 들어 문헌 [R.C. Reid et al., The Properties of Gases and Liquids, 4th Ed., McGraw-Hill, New York, NY, 1987, Chapters 7 and 8, and Appendix A] 등에서 발견할 수 있다.

[0038] 증발

[0039] 임의적인 사전 농축 단계 후 및/또는 가열 구역 (16)에서의 임의적인 가열 후에, 또는 공정에서의 최초 단계로서, 콜로이드 용액은 유입구 (26) 또는 도관을 통해서, 그리고 다이 (28) 또는 노즐 또는 어떤 종류의 오리피스 (들)를 통해서 증발 구역 (24)으로 들어간다. 다이, 노즐 또는 오리피스(들)는 바람직하게는 콜로이드 용액이 증발 구역을 통과할 때 증발 구역에 노출되는 콜로이드 용액의 표면적을 증가시킨다.

[0040] 콜로이드 용액은 바람직하게는 하나 이상의 오리피스를 포함하는 다이 (28)를 통과한다. 다이 및/또는 이것의 하나 이상의 오리피스는 콜로이드 용액이 증발 구역 (24)으로 들어가게 하고 실질적으로 증발 구역 (24)의 내부 표면 (들) (32)에 접촉함 없이 순간 증발되게 하는 임의의 적절한 형태 및 구조일 수 있다.

[0041] 예시적인 다이는 콜로이드 용액이 증발 구역 (24)을 통해 낙하 또는 통과할 때 콜로이드 용액이 스트랜드를 형성하게 하는, 다수의 오리피스 또는 구멍을 갖는다. 또 다른 가능성은 다이 (28)가 슬릿인 오리피스를 갖고 콜로이드 용액의 시트가 증발 구역 (24)을 통해 낙하하거나 통과하게 하는 것이다. 이들 예시적인 다이(28)의 디

자인은 증발 구역(24)에서 콜로이드 용액의 더 큰 표면적이 노출되게 하고, 이는 더 짧은 시간에 더 많은 콜로이드 용액이 증발되게 한다. 다이 (28) 및 그것의 오리피스 또는 오리피스들의 다른 구조 역시 본 발명을 위해 예상된다.

[0042] 증발 단계는, 임의적인 가열 단계 동안 초기에 콜로이드 용액 내에 있는 또는 콜로이드 용액에 의해 흡수된 에너지가, 유입구 내의 물, 수성 매질 또는 용매 매질의 증발을 막기 위해 콜로이드 용액 상의 배압을 유지함으로써 보존되고, 계속해서 물, 수성 매질 및/또는 용매 매질의 증발을 일으키도록 증발 구역에 방출되는 메커니즘에 의존한다. 다이 (28) 내의 오리피스 수 및 크기가 유지되는 상류인 배압에 영향을 준다.

[0043] 특히 콜로이드 용액이 증발 구역을 한번 통과하여 농축되어야 하기 때문에 다수 오리피스 다이가 바람직할 수 있다. 증발 구역에 유입되기 이전에 콜로이드 용액이 끓는 것을 방지하는 소정의 압력을 달성하기 위해 오리피스의 수 및 크기를 선정한다.

[0044] 증발 구역 (24) 내의 압력은 가열된 콜로이드 용액이 증발 구역 (24)에 들어갈 때 순간 증발하도록 제어된다. 콜로이드 용액 증발의 온도가 높을수록 증발의 속도가 빠를 것이다. 순간 증발은 가령, 미반응 모노머, 용매 또는 종 등의 휘발성 성분이 제거되는 화학 공정에서 기본적인 단계이다. 콜로이드 용액의 경우, 압력의 변화가 콜로이드 용액으로부터 물 및/또는 용매 및 다른 휘발성 성분이 순간 증발하게 하여, 콜로이드 용액이 농축되게 한다.

[0045] 순간 증발에 필수적인 압력은 콜로이드 용액의 조성 및 콜로이드 용액의 온도에 의존한다. 콜로이드 용액 내의 물질은 온도 민감성일 수 있고, 따라서 너무 높은 온도에 노출되면 분해될 수 있다. 그러므로, 콜로이드 용액의 온도를 제한하는 것이 바람직하다. 그러나, 콜로이드 용액이 증발 구역에 유입될 때 순간 증발하거나 끓도록, 증발 구역 내의 압력이 콜로이드 용액이 증발 구역에 유입될 때의 콜로이드 용액의 증기압 (콜로이드 용액의 온도에 의존함)보다 낮아야 한다. 그러나, 증발 구역 내의 바람직한 정확한 압력 수준은 다른 변수들에도 의존한다 (증기압은 예를 들어 문헌 [Reid et al., The Properties of Gases and Liquids, McGraw-Hill Book Co., 4th ed., Chapters 7 and 8, and Appendix A]에 제시된 계산을 이용해 계산될 수 있다). 많은 경우에 있어, 이 압력이 대기압 미만이고, 그래서 가열이 불필요한 것이 유리하다.

[0046] 도 1에 나타난 증발 구역 (24)은 단열되거나 또는 가열되지 않는다. 그러나, 본 발명의 증발 구역은 증발 구역의 내부 표면 또는 표면들 상에서의 응축을 방지하거나 줄이기 위해 단열 및/또는 가열될 수 있다.

[0047] 콜로이드 용액 증발의 최종 수준은 잔여 (또는 증발 후) 콜로이드 용액을 처리하는 공정 기법에 의존한다. 증발의 목표 수준을 선정하는데 상호 작용하는 많은 인자들이 있을 수 있고, 본 발명은 최종적으로 선정되는 어떤 수준의 증발이라도 달성하기 위해 도입될 수 있다.

[0048] 지속 조절

[0049] 발명 공정의 압력 및 임의적으로 온도는 주기적으로 또는 지속적으로 제어되고, 수동으로 또는 자동으로 제어된다. 이것은 상기한 대로 다수의 온도 및 압력 센서를 이용해 행한다. 게다가, 잔여 (또는 증발 후) 콜로이드 용액의 조건 또는 특성을 모니터하기 위해 조건 센서가 이용될 수 있다. 센서는 콜로이드 용액, 증발 구역 등의 압력 및 온도를 통제할 수 있는 제어 시스템 (들)의 일부일 수 있다. 예시적인 실시태양에서 본 발명의 공정에서의 하나 이상의 변수 (압력, 온도)가 설정점이 작업자에 의해 수동으로 공급되는 자동 제어 시스템에 의해 통제된다. 또 다른 예시적 실시태양에서, 온도 및 압력을 통제하는 하나 의상의 폐쇄-루프 시스템이 직접 측정 또는 추정된 증발 후 콜로이드 용액의 특성에 기초하여 또 다른 제어 시스템으로부터 설정점을 수용할 것이다. 또 다른 예시적 실시태양에서, 전체 발명의 공정은 온도, 압력 및 증발 후 콜로이드 용액의 특성의 측정에 기초해서 자동 제어 시스템에 의해 제어될 것이다. 작업자는 증발 후 콜로이드 용액의 (점도 같은) 바람직한 특성을 지정할 것이고, 제어 시스템이 바람직한 특성을 달성할 수 있는 방법으로 공정 변수를 자동적으로 통제할 것이다.

[0050] 제어 시스템은 단일의 다중변수 제어기 또는 몇 개의 독립적인 단일-루프 제어기, 또는 제어기 유형의 조합을 포함할 수 있다.

[0051] 수집

[0052] 잔여 액체 콜로이드 용액 (증발 후)은 수집 용기 (42) 또는 구역에 수집된다. 펌프가 수집 용기에, 내에 또는 다음에 장착될 수 있다. 적절한 펌프는 수집 용기로부터 높은 점도의 액체를 제거하고 이것을 높은 압력에서 최종 수집 용기로 이동시킬 수 있어야 한다. 이것은 지속적으로 행해질 수 있다. 증발 후 콜로이드 용액이 대

신 주기적으로 수집 용기로부터 펌핑될 수 있다. 별법으로 이것은 또한 펌프의 사용 없이 수집 용기로부터 수동으로 제거될 수 있다.

실 시 예

[0053] 본 발명은 발명의 범위를 제한하려는 목적이 아닌 하기의 실시예에 의해 더 예시된다. 실시예에서 모든 부, 비 및 퍼센트는 다른 지시가 없는 한 중량 기준이다. 하기 시험 방법은 하기 실시예에서의 조성물을 특징화하기 위해 이용하였다.

[0054] 건조 고체

[0055] 중량을 측정한 습윤 물질을 중량을 단 작은 알루미늄 접시에 위치시키고 75 ℃ 및 약 2.7 킬로파스칼 (kPa)의 압력 하의 진공 오븐에서 하룻밤 방치하였다. 접시 및 잔여 물질을 냉각하고 중량을 측정하여 건조 고체의 중량을 계산하였다.

[0056] 건조 고체 퍼센트 = (건조 고체의 질량)(100%)/습윤 물질의 질량

[0057] 소성 고체

[0058] 중량을 측정한 습윤 물질을 중량을 단 작은 세라믹 도가니에 위치시켰다. 이것을 다음 온도 프로파일을 갖는 프로그램 가능한 로 세트에 위치시켰다.

[0059] 120 ℃까지 분 당 1/2 ℃의 속도로 가열

[0060] 120 ℃에서 4 시간 동안 유지

[0061] 1000 ℃까지 분 당 4 ℃의 속도로 가열

[0062] 1000 ℃에서 10 분 동안 유지

[0063] 냉각

[0064] 도가니 및 잔여 물질을 냉각하고 중량을 측정하여 소성 고체의 중량을 계산하였다.

[0065] 소성 고체의 퍼센트 = (소성 고체의 중량)(100%)/습윤 물질의 중량

[0066] 하기 공정들을 사용하여 실시예를 제조하였다.

[0067] 공정 A

[0068] 증발기에 연속적으로 공급하는데 이용하는 50 mL 주입기에 농축할 물질을 위치시켰다. 약 1020 mm (40 인치)의 길이를 갖고, 가열된 물이 통과할 수 있는 더 큰 지름의 튜브 내에 장착된 외부 지름 약 6.4 mm (0.25 인치)의 스테인리스 스틸 튜브로 제조한 열교환기 (주문 제작)를 통해 공급물을 통과시킴으로써 공급물을 가열하였다. 다음에 물질을 길이 약 51 mm (2 인치) 및 외부 지름 약 3.2 mm (0.125 인치)인 스테인리스 스틸 튜브를 포함하는 다이 (주문 제작)를 통과시켰다. 증발기의 증발 구역의 한쪽 말단에 들어갈 때 약 1.09 mm (0.043 인치) 지름의, 오리피스가 형성되도록 다이의 말단을 크림핑하였다. 증발 구역은 약 180 mm (7 인치) 길이, 약 76 mm (3 인치) 지름 및 길이의 중간 아래쯤에 횡으로 뻗어있는 측면 아암을 갖는 유리 티 (tee) (주문 제작)를 포함하였다. 유리 티의 측면 아암은 물 흡인기 진공 시스템 (주문 제작)에 연결되어 있었다. 농축 물질을 증발 구역 방출구 다음의 챔버인 수집 용기에 수집하였다.

[0069] 공정 B

[0070] 농축할 물질을 240 kPa (20 psig) 및 40 ℃에서 유지되는 가압된 재킷을 갖는 공급 용기에 위치시켰다. 이 물질을 물질의 흐름을 계량하는 기어 펌프 (노스 캐롤라이나주 샌포드의 파커 해니핀의 제니스 프러덕츠 디비젼 (Zenith Products Div. of Parker Hannifin)에서 입수 가능한, 순환 당 2.92 세제곱 센티미터의 용량을 갖는 B-시리즈 기어 펌프 모델 BPB (B-Series Gear Pump Model BPB))를 이용해 증발기에 지속적으로 공급하였다. 외부 지름이 약 25 mm (1 인치)인 두개의 연속적 재킷을 갖는 튜브 부분으로 구성되는 열교환기를 통과시켜 공급물을 가열하였다. 제 1 부분은 약 510 mm (20 인치) 길이이고 제 2 부분은 약 585 mm (23 인치)길이이며 일정한 온도를 얻기 위해 고정 혼합기 (캔사스주 위치타의 코크 엔지니어링 코. 인크. (Koch Engineering Co. Inc.)에서 입수 가능한 모델 SMX)를 포함하였다. 다음에 각 구멍이 약 1.6 mm (0.0625 인치)의 지름을 갖고 약 25 mm (1 인치)의 지름을 갖는 원형 패턴으로 정렬된, 12 구멍을 포함하는 다이를 통해 증발 구역으로 물질을

이동시켰다. 증발 구역은 약 305 mm (12 인치)의 길이, 약 152 mm (6 인치)의 지름 및 길이의 중간 아래쯤에 횡으로 뻗어있는 측면 아암을 갖는 유리 티를 포함하였다. 이 유리 티의 측면 아암을 진공 시스템에 및 응축물을 수집하는 용기에 연결된 수냉 응축기에 연결하였다. 농축된 물질을 수집 용기에 수집하고, 점진적 공동 펌프 (독일 봇트롭의 시버거 게엠베하+ 코. (Seeberger GmbH+ Co.)에서 입수 가능한 시펙스 모델 BT05 (Seepex Model BT05)를 이용해 진공 하에 있는 동안 지속적으로 수집 구역에서 제거하였다.

[0071] 실시예 1 - 세라믹 콜로이드, 가열 무

[0072] 163 g의 보에마이트 (독일 함부르크 사솔 (Sasol) 게엠베하의 디스퍼살™ 20 (DISPERSAL™ 20))를 336 g의 탈이온수 내의 7.2 g의 70 % 질산 용액에 첨가한 후, 75 g의 메탄올을 첨가하여 세라믹 콜로이드를 제조하였다. 이 물질을 그 후 공정 A에 따라 처리하였다. 이 물질을 한 세트의 조건에서 열교환기 (그러나 가열하지 않음)를 지나 다이를 통해 증발 구역 내로 지속적으로 공급하였다. 그리고 나서 생성물을 수집 용기로부터 제거하였다. 그리고 증발 구역에서의 압력을 재조절하여 다른 농도의 생성물을 산출하였다. 각 조건 세트마다 생성물의 샘플을 취하고 건조 고체 퍼센트를 분석하였다. 결과가 표 1에 나타나 있다.

표 1

[0073]

샘플	유입구 농도 (건조 고체 중량%)	공급 온도 (℃)	증발 구역 압력 (kPa)	유출구 농도 (건조 고체 중량%)
1	28.23	23	2.8	29.51
2	28.23	23	2.8	29.09
3	28.23	21	5.2	28.43
4	28.23	22	5.3	28.30
5	28.23	22	8.0	28.26

[0074] 보는 바와 같이, 세라믹 콜로이드의 출력 농도는 증발 구역에서만의 작은 압력 변화에 따라 변할 수 있었다. 증발 구역의 내부 표면 상에서는 건조 물질이 실질적으로 관찰되지 않았다.

[0075] 실시예 2 - 식품 하이드로콜로이드

[0076] 25.8 g의 옥수수 전분 (뉴저지주 잉글우드 클리프스의 베스트 푸즈 (Best Foods)의 알고 콘 스타치™ (ARGO CORN STARCH™)), 42.8 g의 과립 설탕 (미네소타주 미네아폴리스의 유나이티드 슈가스 코프. (United Sugars Corp.)의 크리스탈 슈가 그레뉼레이티드 슈가™ (CRYSTAL SUGAR GRANULATED SUGAR™)) 및 435.8 g의 증류수를 혼합하여 식품 콜로이드를 제조하였다. 이 혼합물을 대기압에서 계속적으로 교반하면서 95 ℃까지 가열하여 점도가 증가하기 시작하게 하였다. 그리고 나서 이 물질을 실온으로 냉각하였다. 그리고 이 물질을 공정 A에 따라 처리하였다. 한 세트의 온도 및 압력 조건에서 이 물질을 열 교환기를 지나 다이를 통해 증발 구역 내로 지속적으로 공급하였다. 그 후 생성물을 수집 구역 또는 용기에서 제거하였다. 그리고 가열 구역의 온도 및 증발 구역의 압력을 재조절하여 다른 농도의 생성물을 산출하였다. 각 조건의 세트마다, 생성물의 샘플을 취하고 건조 고체 퍼센트를 분석하였다. 결과가 표 2에 나타나 있다.

표 2

[0077]

샘플	유입구 농도 (건조 고체 중량%)	열 교환기 온도 (℃)	증발 구역 압력 (kPa)	유출구 농도 (건조 고체 중량%)
1	14.72	50	2.7	15.61
2	14.72	50	2.7	15.87
3	14.72	50	4.8	15.30
4	14.72	50	6.7	15.10
5	14.72	50	8.0	15.08
6	14.72	51	5.2	15.32
7	14.72	60	2.7	15.83
8	14.72	60	2.7	16.02
9	14.72	60	5.1	15.52
10	14.72	60	5.9	15.42
11	14.72	60	6.9	15.35

12	14.72	60	8.7	15.29
13	14.72	68	5.3	15.72
14	14.72	68	5.3	15.63
15	14.72	68	7.3	15.45
16	14.72	68	7.9	15.48
17	14.72	69	2.7	16.06
18	14.72	69	2.7	16.05

[0078] 보는 바와 같이, 식품 하이드로콜로이드의 출력 농도는 증발 구역에서만의 작은 압력 변화에 따라, 또는 입력 물질의 작은 온도 변화와 함께 변할 수 있었다. 증발 구역의 내부 표면 상에서는 건조 물질이 실질적으로 관찰되지 않았다.

[0079] 실시예 3 - 유기-무기 하이드로콜로이드

[0080] 50.1 g의 옥수수 전분 (알고 콘 스타치™), 225.4 g의 베이킹 소다 (뉴저지주 프린스톤의 처치 & 드위트 코.의 암 앤드 햄머 디비젼 (Arm and Hammer Div. of Church & Dwight Co.)의 암 & 햄머 퓨어 베이킹 소다™ (ARM & HAMMER PURE BAKING SODA™)) 및 224.7 g의 증류수를 혼합하여 콜로이드를 제조하였다. 이 혼합물을 대기압에서 계속적으로 교반하면서 70 ℃까지 가열하여 거품이 격렬히 일기 시작하게 하였다. 그리고 나서 이 물질을 60 ℃까지 냉각하고 점도가 증가하기 시작할 때까지 교반하였다. 그리고 이 물질을 실온으로 냉각하였다. 그 후 이 물질을 공정 A에 따라 처리하였다. 한 세트의 온도 및 압력 조건에서 이 물질을 열 교환기를 지나 다이를 통해 증발 구역 내로 지속적으로 공급하였다. 그 후 생성물을 수집 구역에서 제거하였다. 그리고 가열 구역의 온도 및 증발 구역의 압력을 재조절하여 다른 농도의 생성물을 산출하였다. 각 조건의 세트마다, 생성물의 샘플을 취하고 건조 고체 퍼센트를 분석하였다. 결과가 표 3에 나타나 있다

표 3

[0081]

샘플	유입구 농도 (건조 고체 중량%)	열 교환기 온도 (℃)	증발 구역 압력 (kPa)	유출구 농도 (건조 고체 중량%)
1	49.17	57	6.9	52.63
2	49.17	60	2.7	54.41
3	49.17	60	4.9	53.83

[0082] 보는 바와 같이, 유기-무기 하이드로콜로이드의 출력 농도는 증발 구역에서만의 작은 압력 변화에 따라, 또는 입력 물질의 작은 온도 변화와 함께 변할 수 있었다. 증발 구역의 내부 표면 상에서는 건조 물질이 실질적으로 관찰되지 않았다.

[0083] 실시예 4 - 고분자 라텍스

[0084] 고분자 라텍스를 미국 특허 제 4,629,663 호 (브라운 (Brown) 외)의 실시예 1에 의해 제조하였다. 이것을 57.75% 농도의 건조 고체가 될 때까지 증발 유닛 (스위스의 뷔치 라보라토리움스-테크니크 아게 (Buechi Laboratoriums-Technik AG)에서 입수 가능한 모델 RE111 로타이베포레이터 (Model RE111 Rotaevaporator))을 이용해 사전 농축하였다. 그리고 나서 이 물질을 공정 A에 따라 처리하였다. 한 세트의 온도 및 압력 조건에서 이 물질을 열 교환기를 지나 다이를 통해 증발 구역 내로 지속적으로 공급하였다. 그 후 생성물을 수집 구역에서 제거하였다. 그리고 가열 구역의 온도 및 증발 구역의 압력을 재조절하여 다른 농도의 생성물을 산출하였다. 각 조건의 세트마다, 생성물의 샘플을 취하고 건조 고체 퍼센트를 분석하였다. 결과가 표 4에 나타나 있다

표 4

[0085]

샘플	유입구 농도 (건조 고체 중량%)	열 교환기 온도 (℃)	증발 구역 압력 (kPa)	유출구 농도 (건조 고체 중량%)
1	57.75	51	2.7	60.41
2	57.75	52	2.7	60.77
3	57.75	52	2.9	60.88

4	57.75	52	4.0	59.94
5	57.75	52	6.7	59.23
6	57.75	53	4.9	59.66
7	57.75	53	4.9	59.51
8	57.75	59	2.7	61.01
9	57.75	59	2.7	60.92
10	57.75	60	6.7	59.93
11	57.75	60	6.7	59.84
12	57.75	61	3.9	60.51
13	57.75	61	4.0	60.68
14	57.75	67	7.2	60.97
15	57.75	68	2.7	61.59
16	57.75	69	2.7	61.70
17	57.75	69	4.5	60.99
18	57.75	69	4.7	61.08
19	57.75	69	7.2	60.82

[0086] 보는 바와 같이, 고분자 라텍스의 출력 농도는 증발 구역에서만의 작은 압력 변화에 따라, 또는 입력 물질의 작은 온도 변화와 함께 변할 수 있었다. 증발 구역의 내부 표면 상에서는 건조 물질이 실질적으로 관찰되지 않았다.

[0087] 실시예 5 - 무기 졸

[0088] 미국 특허 제 3,795,524 호 (소만)에서 개시된 유형의 묽은 졸 샘플을 배치 증발 공정에 의해 사전 농축하고 공급 용기에 위치시켰다. 이 물질을 공정 B에 따라 처리하였다. 이 물질을 열 교환기를 지나 다이를 통해 증발 구역 내로 지속적으로 공급하고, 그 후 수집 구역에서 제거하였다. 그리고 가열 구역의 온도 및 증발 구역의 압력을 지속적으로 조절하여 원하는 농도의 졸을 얻었다. 초기 농도, 온도 및 압력의 서로 다른 몇몇 조건을 시험하였다. 각 조건의 세트마다, 생성물의 샘플을 취하고 소성 고체 퍼센트를 분석하였다. 결과가 표 5에 나타나 있다

표 5

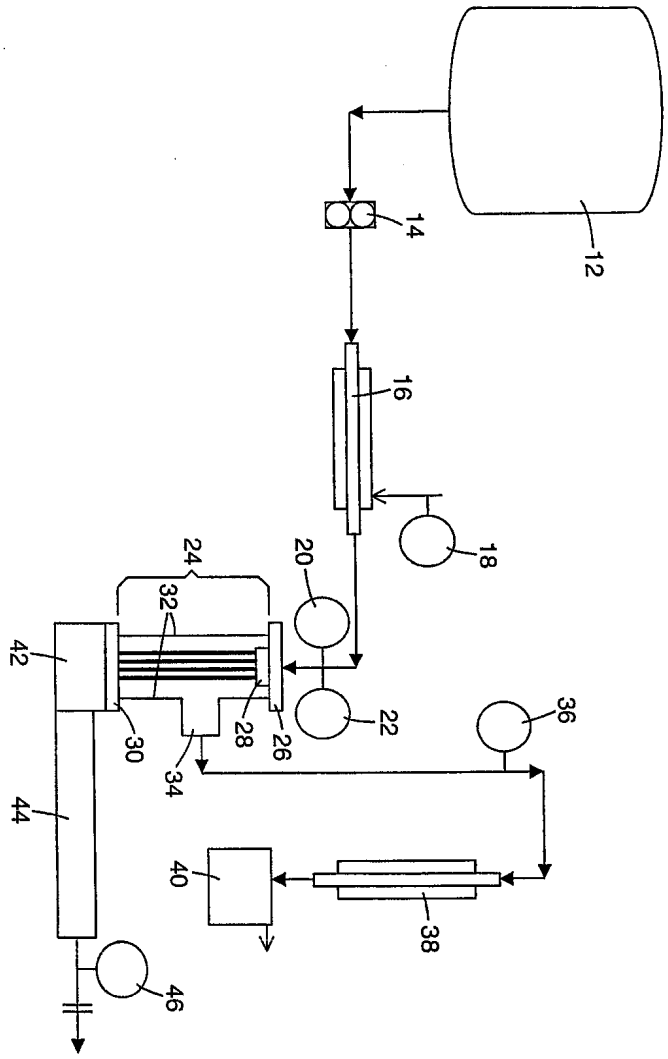
[0089]

샘플	유입구 농도 (소성 고체 중량%)	열 교환기 온도 (℃)	증발 구역 압력 (kPa)	공급 속도 (mL/min)	유출구 농도 (소성 고체 중량%)
1-1	30.74	55	3.1	100	31.82
1-2	30.74	57	2.9	300	31.68
1-3	30.74	57	5.5	198	31.48
1-4	30.74	58	2.7	275	31.79
1-5	30.74	58	4.4	198	31.64
1-6	30.74	62	4.8	293	31.62
2-1	30.79	51	4.8	147	31.71
2-2	30.79	57	6.1	147	31.67

[0090] 보는 바와 같이, 개별 무기 졸의 출력 농도는 증발 구역에서만의 작은 압력 변화에 따라, 또는 입력 물질의 작은 온도 변화와 함께 변할 수 있었다. 증발 구역의 내부 표면 상에서는 건조 물질이 실질적으로 관찰되지 않았다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 본 발명의 방법의 하나의 실시태양에 대한 공정 흐름도이다.

도면

도면1