



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년12월31일

(11) 등록번호 10-1582001

(24) 등록일자 2015년12월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C07C 29/80 (2006.01) C07C 31/10 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0074549

(22) 출원일자 2013년06월27일

심사청구일자 2014년02월28일

(65) 공개번호 10-2014-0003337

(43) 공개일자 2014년01월09일

(30) 우선권주장

1020120070062 2012년06월28일 대한민국(KR)

(56) 선행기술조사문헌

JP11506431 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

주식회사 엘지화학

서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)

(72) 발명자

이성규

대전 유성구 문지로 188, LG화학기술연구원 내 (문지동)

이종구

대전 유성구 문지로 188, LG화학기술연구원 내 (문지동)

신준호

대전 유성구 문지로 188, LG화학기술연구원 내 (문지동)

(74) 대리인

특허법인다나

전체 청구항 수 : 총 9 항

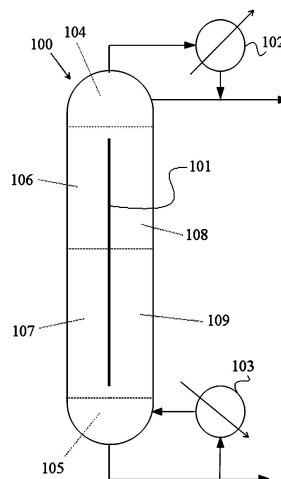
심사관 : 정다원

(54) 발명의 명칭 이소프로필 알코올의 제조 방법

(57) 요약

본 출원은 이소프로필 알코올의 제조 방법에 관한 것이다. 본 출원에서는, 물과 이소프로필 알코올을 포함하는 피드로부터 이소프로필 알코올을 고순도로 수득할 수 있다. 또한, 이소프로필 알코올의 수득 과정에서 사용되는 에너지 및 제조 설비를 위한 투자비 등도 절감할 수 있다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

이소프로필 알코올 및 물을 포함하고, 함수량이 1,000 내지 10,000 ppm인 피드를 분리벽형 증류탑으로 도입하고, 상기 증류탑의 상부 운전 온도를 40℃ 내지 140℃로 유지하며, 하부 운전 온도를 90℃ 내지 170℃로 유지하면서, 증류하는 것을 포함하고,

이소프로필 알코올을 포함하는 생성물을 증류탑의 하부 유출 영역으로부터 수득하는 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 피드 내의 함수량이 1,000 ppm 내지 2,500 ppm인 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 피드를 분리벽형 증류탑의 상부 공급 영역으로 공급하는 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 피드의 도입 유량을 5,000 Kg/hr 내지 13,000 Kg/hr로 조절하는 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 피드의 온도를 75℃ 내지 135℃로 조절하는, 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서, 분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도를 60℃ 내지 86℃로 조절하는 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 분리벽형 증류탑의 하부 운전 온도를 90℃ 내지 121℃로 조절하는 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 분리벽형 증류탑의 상부 운전 압력을 0.1 Kg/cm^2 내지 10.0 Kg/cm^2 로 조절하는 이소프로필 알코올의 제조 방법.

청구항 9

삭제

청구항 10

제 1 항에 있어서, 생성물 내의 함수량이 300 ppm 이하인 이소프로필 알코올의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

본 출원은 이소프로필 알코올의 제조 방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0002] 이소프로필 알코올(isopropyl alcohol, 이하, 「IPA」)은, 예를 들면, 반도체나 LCD(Liquid crystal display) 제조 등의 전자 산업에서 세정제 등의 용도를 포함하여 다양한 용도에 사용되고 있다.
- [0003] IPA는, 예를 들면, 프로필렌(propylene) 또는 아세톤(acetone) 등을 원료로 하여 제조할 수 있다. 대부분의 경우 IPA를 포함하는 반응물은 물을 함께 포함하는 공비 혼합물(azeotrope)이어서 이로부터 IPA를 효율적으로 분리하는 것은 용이하지 않다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0004] 본 출원은 IPA의 제조 방법을 제공한다.

과제의 해결 수단

- [0005] 본 출원은 IPA의 제조 방법에 관한 것이다. 예시적인 제조 방법은, IPA를 포함하는 피드(feed)를 분리벽형 증류탑(DWC; Divided Wall Column)에 공급하여 상기 증류탑 내에서 정제하는 것을 포함할 수 있다.
- [0006] 분리벽형 증류탑은, 소위 저비점, 중비점 및 고비점의 3성분을 포함하는 피드의 증류를 위해 고안된 장치이다. 분리벽형 증류탑은, 소위 열복합 증류 컬럼(Petlyuk column)과 열역학적인 관점에서 유사한 장치이다. 열복합 증류 컬럼의 경우는, 예비 분리기와 주분리기를 열적으로 통합된 구조로 배열하여 저비점 및 고비점 물질을 1차적으로 예비 분리기에서 분리하고, 예비 분리기의 탑정 및 탑저 부분이 주분리기의 공급단으로 각각 유입되어 주분리기에서 저비점, 중비점 및 고비점 물질을 각각 분리하도록 고안되어 있다. 이에 대하여, 분리벽형 증류탑의 경우는, 탑 내에 분리벽을 설치하여 예비 분리를 주분리기 내부에 통합시킨 형태이다.
- [0007] 분리벽형 증류탑은, 예를 들면, 도 1에 나타난 바와 같은 구조를 가질 수 있다. 도 1은, 예시적인 분리벽형 증류탑(100)을 나타낸다. 도 1에 나타난 바와 같이, 예시적인 증류탑(100)은, 내부가 분리벽(101)에 의해 분할되어 있고, 상부의 응축기(102) 및 하부의 재비기(reboiler)(103) 등을 포함하는 구조를 가질 수 있다. 또한, 분리벽형 증류탑(100)의 내부는 도면에서 점선으로 가상적으로 분할되어 있는 바와 같이, 예를 들면, 탑정 영역(104), 탑저 영역(105), 상부 공급 영역(106), 하부 공급 영역(107), 상부 유출 영역(108) 및 하부 유출 영역(109)으로 구분될 수 있다. 상기에서 용어 「상부 및 하부 공급 영역」은, 각각 분리벽형 증류탑의 구조에서 분리벽에 의해 분할되는 공간 중 피드가 공급되는 측의 공간을 상기 공간에서 분리벽(101)이 존재하는 영역을 증류탑(100)의 길이 방향으로 이등분하였을 때에 상부 및 하부 영역을 의미할 수 있다. 또한, 「상부 및 하부 유출 영역」은, 각각 분리벽형 증류탑의 내부의 분리벽에 의해 분할되는 공간 중 생성물이 유출되는 측의 공간을 상기 공간에서 분리벽(101)이 존재하는 영역을 증류탑(100)의 길이 방향으로 이등분하였을 때에 상부 및 하부 영역을 의미할 수 있다.
- [0008] IPA의 증류 과정에서 사용할 수 있는 분리벽형 증류탑의 구체적인 종류는 특별히 제한되지 않는다. 예를 들면, 도 1에 나타난 바와 같은 일반적인 구조의 증류탑을 사용하거나, 정제 효율을 고려하여 증류탑 내의 분리벽의 위치나 형태가 변경 설계된 증류탑의 사용도 가능하다. 또한, 증류탑의 단수 및 내경 등도 특별히 제한되지 않으며, 예를 들면, 피드의 조성을 고려한 증류 곡선으로부터 유추되는 이론 단수 등을 기반으로 설정할 수 있다.
- [0009] 상기 제조 방법에서 분리벽형 증류탑으로 도입되는 피드는, IPA 및 물을 포함할 수 있다. 상기 피드의 함수량, 즉 피드 내의 물의 함량이 10,000 ppm 이하, 2,500 ppm 이하 또는 2,200 ppm 이하이다. 또한, 상기 피드 내의 함수량의 하한은 예를 들면, 1,000 ppm일 수 있다. 피드 내의 함수량은, 상기 방법에서 증류 공정의 효율 등에 매우 중요한 요인으로 작용하고, 이에 따라서 상기 방법에서는 피드의 함수량이 상기 범위 내로 조절될 필요가 있다. 상기 피드는, IPA와 물을 포함하고, 함수량이 상기 범위 내로 조절되는 한 구체적인 조성은 특별히 제한되지 않는다. 통상적으로 IPA를 포함하는 피드가 어떠한 방식으로 제조된 것인지에 따라서 피드 내에는 다양한 종류의 불순물이 포함될 수 있으며, 상기 불순물들은 상기 방법에 의해서 효율적으로 제거될 수 있다.
- [0010] 피드는, 예를 들면, 분리벽형 증류탑의 상부 공급 영역으로 공급될 수 있다. 즉, 상기 분리벽형 증류탑으로 피드의 공급 시에는 상기 피드의 조성을 고려할 때에, 예를 들면 도 1에 나타난 바와 같이 피드를 상부 공급 영역(106)으로 공급하면, 효율적인 IPA의 정제가 가능할 수 있다.
- [0011] 상기와 같은 방식으로 도입되는 피드는, 예를 들면, 5,000 Kg/hr 내지 13,000 Kg/hr 정도의 유량으로 증류탑에

공급될 수 있다. 또한, 상기 공급되는 피드의 온도는, 예를 들면, 75℃ 내지 135℃, 80℃ 내지 100℃ 또는 85℃ 내지 95℃ 정도로 조절될 수 있다. 상기와 같은 유량과 온도로 피드를 공급하면 적절한 증류 효율을 달성할 수 있다.

[0012] 피드를 분리벽형 증류탑에 공급하여 진행되는 증류 시에 분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도는, 예를 들면, 40℃ 내지 140℃ 또는 60℃ 내지 86℃ 정도로 조절될 수 있다.

[0013] 또한, 상기 분리벽형 증류탑의 하부 운전 온도는, 예를 들면, 170℃ 이하 또는 121℃ 이하로 조절할 수 있다. 증류탑의 운전 조건을 상기와 같이 조절하면, 피드에 조성에 따른 효율적인 증류가 가능할 수 있다. 상기 하부 운전 온도가 낮아질 경우, 상기 분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도도 따라서 감소하며, 이에 따라, 상부를 냉각시키기 위한 냉각수의 온도가 변경될 수 있다. 이 경우, 이미 설계된 공정 조건을 모두 변경하는 문제가 발생할 수 있다. 따라서 상기 분리벽형 증류탑의 하부 운전 온도의 하한 값은, 통상적으로 IPA의 정제에 사용되는 냉각수의 온도 범위를 변경시키지 않는다면, 특별히 제한되는 것은 아니며, 예를 들면, 90℃ 이상, 또는 95℃ 이상일 수 있다.

[0014] 상기 제조 방법에서, 증류탑의 운전 조건은, 정제 효율 등을 고려하여 필요에 따라서 추가적으로 조절될 수 있다.

[0015] 예를 들면, 상기 정제 과정에서 상부 운전 압력은, 0.1 Kg/cm² 내지 10.0 Kg/cm², 또는 0.2 Kg/cm² 내지 1.2 Kg/cm² 정도로 조절될 수 있다. 이러한 운전 압력에서 피드에 조성에 따른 효율적인 증류가 가능할 수 있다.

[0016] 또한, 정상 운전 상태에서 상기 증류탑의 탑정 배출물의 상기 증류탑으로의 환류량은, 7,000 Kg/hr 내지 22,000 Kg/hr 또는 8,000 Kg/hr 내지 20,000 Kg/hr 정도로 조절될 수 있다. 또한, 정상 운전 상태에서 상기 증류탑의 탑저 배출물의 상기 증류탑으로의 환류량은 8,000 Kg/hr 내지 26,000 Kg/hr 또는 9,000 Kg/hr 내지 23,000 Kg/hr 정도로 조절될 수 있다.

[0017] 상기와 같은 방식으로 분리벽형 증류탑을 운전하여, 상기 도입된 소정의 피드로부터 고순도로 IPA를 정제할 수 있다. 하나의 예시에서 상기 증류 공정 후에 상기 IPA를 포함하는 생성물은 분리벽형 증류탑의 하부 유출 영역으로 배출시킬 수 있다. 이와 같이 생성물의 배출 영역을 조절함으로써 얻어진 생성물 내에서 보다 고순도의 IPA를 수득할 수 있다. 하나의 예시에서 상기 생성물 내에서의 함수량은 300 ppm 이하, 250 ppm 이하, 200 ppm 이하 또는 150 ppm 또는 100 ppm이하일 수 있다.

발명의 효과

[0018] 본 출원에서는, 물과 IPA를 포함하는 피드로부터 IPA를 고순도로 수득할 수 있다. 또한, IPA의 수득 과정에서 사용되는 에너지 및 제조 설비를 위한 투자비 등도 절감할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1은 예시적인 분리벽형 증류탑을 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 이하 실시예 및 비교예를 통하여 상기 방법을 설명하지만, 상기 방법의 범위가 하기 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

[0021] 실시예 1.

[0022] 도 1에 나타난 구조의 분리벽형 증류탑에 IPA를 포함하는 피드를 공급하여 정제 공정을 진행하였다. 상기에서 분리벽형 증류탑의 단수는 피드의 조성에 따른 증류 곡선에 의해 산출된 이론 단수로 적용하였다. 피드로는, IPA 97.5 wt% 내지 98.5 wt%를 포함하고, 함수량이 0.5 wt% 내지 1.0 wt%(5,000 ppm 내지 10,000 ppm)이며, 기타 에틸 알코올 등을 포함하는 불순물을 0.3 wt% 내지 1.0 wt% 포함하는 피드를 사용하였다. 도 1과 같이 상기 피드를 증류탑의 상부 공급 영역으로 도입하여 정제 공정을 진행하였다. 도입 시에 유량은 6,250 Kg/hr 정도로 유지하고, 피드의 온도는 약 90℃ 정도로 유지하였다. 정상 상태에서 증류탑의 상부 운전 압력이 1.1 Kg/cm² 정도이고, 상부 운전 온도가 약 73℃ 정도가 되며, 하부 운전 온도가 108℃ 정도가 되도록 유지하면서 정제를

진행하였다. 정제된 IPA를 포함하는 생성물은 분리벽형 증류탑의 하부 유출 영역으로 수득하였다.

[0023]

실시예 2.

[0024]

피드로서 함수량이 0.25 wt%(2,500 ppm)인 피드를 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0025]

실시예 3.

[0026]

분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도를 40℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0027]

실시예 4.

[0028]

분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도를 140℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0029]

비교예 1.

[0030]

분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도를 35℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0031]

비교예 2.

[0032]

분리벽형 증류탑의 상부 운전 온도를 150℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0033]

비교예 3.

[0034]

분리벽형 증류탑의 하부 운전 온도를 85℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다. 이 경우, 소모되는 열량 자체는 낮게 나타났으나, 응축기에 사용되는 냉각수의 온도가 매우 낮아졌으며, 따라서 공정의 설계 조건을 변경해야 하는 문제가 발생하였다.

[0035]

비교예 4.

[0036]

분리벽형 증류탑의 하부 운전 온도를 180℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0037]

비교예 5.

[0038]

피드로서 함수량이 1.1 wt%(11,000 ppm)인 피드를 사용한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방식으로 정제를 진행하였다.

[0039]

상기 실시예 및 비교예에서의 공정을 진행한 결과 얻어진 제품의 조성 및 각 공정에서 재비기 및 응축기에서 소요된 에너지량을 하기 표 1에 정리하여 기재하였다.

표 1

[0040]

		실시예1	실시예2	실시예3	실시예4	비교예1	비교예2	비교예3	비교예4	비교예5
제품 조성	IPA	99.978 중량%	99.978 중량 %	99.978 중량%	99.978 중량 %	99.978 중량%	99.975 중량%	99.978 중량%	99.978 중량 %	99.980 중량%
	물	100 ppm	100 ppm	100 ppm	100 ppm	100 ppm	100 ppm	100 ppm	100 ppm	100 ppm
	기타 성분	120 ppm	120 ppm	120 ppm	120 ppm	120 ppm	150 ppm	120 ppm	100 ppm	100 ppm
재비기 소요 열량		2.28 Gcal/hr	2.24 Gcal/hr	2.30 Gcal/hr	2.31 Gcal/hr	2.36 Gcal/hr	2.47 Gcal/hr	2.31 Gcal/hr	2.50 Gcal/hr	11.16 Gcal/hr
응축기 소요 열량		2.01 Gcal/hr	1.97 Gcal/hr	2.18 Gcal/hr	2.18 Gcal/hr	2.23 Gcal/hr	2.34 Gcal/hr	2.13 Gcal/hr	2.37 Gcal/hr	10.92 Gcal/hr

부호의 설명

[0041]

- 100: 분리벽형 증류탑
- 101: 분리벽
- 102: 응축기
- 103: 재비기
- 104: 탑정 영역
- 105: 탑저 영역
- 106: 상부 공급 영역
- 107: 하부 공급 영역
- 108: 상부 유출 영역
- 109: 하부 유출 영역

도면

도면1

