

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.⁶
B01D 3/14
C01B 21/14

(45) 공고일자 2005년04월14일
(11) 등록번호 10-0466771
(24) 등록일자 2005년01월07일

| | | | |
|-------------|-------------------|-------------|-----------------|
| (21) 출원번호 | 10-1998-0704679 | (65) 공개번호 | 10-2000-0064483 |
| (22) 출원일자 | 1998년06월19일 | (43) 공개일자 | 2000년11월06일 |
| 번역문 제출일자 | 1998년06월19일 | | |
| (86) 국제출원번호 | PCT/EP1996/005772 | (87) 국제공개번호 | |
| 국제출원일자 | 1996년12월20일 | 국제공개일자 | |

(81) 지정국

국내특허 : 아일랜드, 오스트레일리아, 브라질, 캐나다, 중국, 이스라엘, 일본, 대한민국, 멕시코, 노르웨이, 터어키,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴,

(30) 우선권주장 195 47 758.8 1995년12월20일 독일(DE)
 08/688,281 1996년07월29일 미국(US)

(73) 특허권자 바스프 악티엔게젤샤프트
 독일 데-67056 루드빅샤펜 칼-보쉬-스트라췌 38

(72) 발명자 바트젠베르거, 오토
 독일 데-67059 루드빅샤펜 단지거 플라츠 18

(74) 대리인 김영
 위혜숙

심사관 : 변상현

(54) 저, 중 및 고 비점 물질의 혼합물로부터 중 비점 물질의 분리 방법

요약

본 발명은, 저, 중 및 고 비점 물질의 혼합물로부터 저 및 중 비점 물질을 함유하는 분획을 분리하기 위한 방법으로서, 중 비점 성분을 저 비점 물질의 증기 중에 축재하고 중 비점 성분을 저 비점 성분의 온도 수준에서 얻을 수 있도록, 탑 내에서 저 비점 물질의 증기로 탑저의 혼합물을 처리하는 분리 방법에 관한 것이다.

명세서

본 발명은 저 및 중 비점 물질 함유 분획 및 저 및 고 비점 물질 함유 분획으로 분리되는, 저, 중 및 고 비점 물질의 혼합물로부터 중 비점 물질을 분리하는 방법에 관한 것이다.

화학 산업에 있어서 빈번하게 접하는 문제는 저 비점 물질 (L), 중 비점 물질 (M) 및 고 비점 물질 (H) 분획으로 구성되는 액상 다성분 혼합물로부터 순수한 형태의 또는 단지 미량의 저 비점 물질을 갖는 중 비점 물질을 분리해야 할 필요가 있다는 것이다.

그러기 위해서는, 예를 들면 올만의 문헌 [Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol. B3, 4 내지 46쪽 참조]에 기재된 공지의 증류 방법을 사용할 수 있다. 공지된 증류 방법의 일반적인 특징은 고 비점 물질을 순수한 형태로 또는 미량의 잔여 중 비점 물질과 함께 탑저에서 인출하고, 중 비점 성분은 주로 고 비점 성분의 농도 또는 그의 끓는점에 의해

결정되는 온도에서 탑정에서 인출한다. 또한, 상기 공지된 방법으로는 중 비점 물질을 함유하지 않는 저 및 고 비점 물질의 혼합물을 분리하는 동시에 저 및 중 비점 물질의 혼합물을 공동 분리하는 것은 불가능하다. 그러나, 많은 경우에 있어서, 특히 저 및 고 비점 물질이 몇몇 추가의 공동 용도 (판매, 회수, 처분)에 놓인다면, 공동 분리가 바람직할 것이다.

상기 언급한 문헌의 4 내지 48쪽에는 저, 중 및 고 비점 물질의 혼합물(L, M, H 혼합물)로부터 중 비점 물질을 분리하는 측탑(side columns)의 이용이 기재되어 있다. 이러한 경우에서도 또한, 저 및 고 비점 물질들은 항상 분리된다. 상기 문헌의 4 내지 62쪽 및 4 내지 63쪽에 기재되어 있는 직접 또는 간접적으로 결합된 탑도 마찬가지이다. 어떤 경우든 결국 고 비점 성분으로부터 증류에 의한 중 비점 성분의 분리가 필요하게 되는데, 매 경우에 최소한 중 비점 성분의 끓는점과 같은 온도 또는 그보다 높고, 극단적인 경우에는, 고 비점 성분의 끓는점에 근접하므로 매우 고온이 필요하다. 중 비점 성분을 고 비점 성분으로부터 완전히 분리해야 하는 경우에 특히 그러하다. 이러한 높은 온도는, 비교적 열 안정성 물질인 경우에도, 관여 물질의 분해, 화학적 전환 (중합 반응 등)의 발생을 초래할 수 있다. 이러한 이유로, 복합 증류 기술, 예를 들면 감압 조건하에 수행되는 온화한 증류 (박막 증발기, 분자 분사 증류 (molecular jet distillation) 등)은 흔히 이러한 증류의 분리 공정에 필수적이다. 이러한 증류 기술은 처리량이 극히 적다는 단점이 있다. 이는 고가의 투자 및 제품 비용을 야기하며, 이는 그 자체로는 유리한 증류 분리법이 실시하기에는 비경제적일 수 있다는 것을 의미한다.

또한, 분리하기 어려운 액상 혼합물을 분리하기 위한 특수한 기술도 공지되어 있다. 이 특수한 기술은, 비용면에서 더 효율적이거나, 다른 통상적인 기술이 실패했을 때에만 적절하다. 이 기술은 열 변형을 견딜 수 있는 능력이 한정된, 즉 비점이 분해 온도 이상이거나 그에 가까운 물질에 자주 사용된다. 불혼화성 성분을 포함하는 혼합물로부터 저 휘발성 성분을 분리하는 공지된 방법으로는 캐리어 가스(carrier-gas) 증류 방법이 있다. 상기 방법의 기초는, 불혼화성 물질의 혼합물 중에서, 각각의 물질이 다른 물질이 없는 것처럼 행동한다는, 다시 말하면, 주어진 온도에서, 각각의 물질이 혼합물의 조성에 무관하게, 해당 물질의 증기압과 동일한 부분압을 갖는다는 것이다. 따라서, 이러한 혼합물의 전체 압력은 개개 성분의 증기압의 합과 같다. 공지된 예로는 물/브로모벤젠 계가 있다. 순수한 물질은 100 °C(물) 및 156 °C(브로모벤젠)에서 끓는 반면, 상기 혼합물은 95 °C에서 끓는다. 캐리어 가스 증류는 비교적 고 비점의 불혼화성 성분(예를 들면, 글리세롤)의 분리, 비점에 도달하기도 전에 중합하거나 분해되는 물질(예를 들면, 지방산)의 분리, 및 다루기에 매우 어렵고 직접적인 가열이 위험한 물질(예를 들면, 테레빈)의 분리에 특히 적합하다.

가장 잘 알려진 캐리어 가스 증류의 예는 증기 증류, 즉 증기가 캐리어 가스인 증류 방법이다. 이는, 예를 들면 정유 산업에 있어서 흡수 오일로부터 경 탄화수소의 제거; 석탄 산업에 있어서 석탄 증류 공정으로부터 탄화수소 유분의 증기 증류; 고무 산업에 있어서 수지로부터 테레빈의 분리; 및 제조 유기 화학에 널리 사용한다. 상기 언급된 문헌의 4 내지 50쪽 내지 4 내지 52쪽에 기재된 바와 같이, 증기 증류는 공비 증류 또는 추출 증류의 특수한 형태이다. 상기 방법의 기술적 효과는 대체 물질(공류제)를 첨가함으로써, 공비점을 훨씬 초과하면 결과적으로, 공비점을 넘어서도 원하는 농도가 달성된다는 발견에 기초한다.

이러한 모든 기술은 증류할 계 내로 첨가제(공류제)를 도입하고 나서, 추가 공정 단계를 통해 상기 공류제를 계로부터 다시 분리해야 하는 단점을 갖는다.

소정 물질의 혼합물로부터 비교적 고비점인 물질을 제거하는 추가의 공지된 방법은 스트리핑(striping)이다. 스트리핑은 항상 스트리핑 매질 중의 고 비점 성분 또는 중 비점 성분의 매우 묽은 용액만을 생성하므로, 분리가 곤란하고 고가라는 단점이 있다. 일반적으로, 생성물을 상 분리에 의해 분리시킬 수 있을 때, 즉 물질의 혼합물이 혼화도 차이를 보일 때에만 공정이 경제적이다.

따라서, 본 발명의 목적은, 저, 중 및 고 비점 물질을 포함하는 혼합물로부터 중 비점 물질 또는 저 및 중 비점 물질을 포함하는 분획을 분리하기 위한 간단하고 온화한 방법을 제공하는 것이다.

본 발명자는, 놀랍게도, 탑 중의 상기 언급된 혼합물을 탑저에서 저 비점 물질의 증기로 처리하면 상기 목적을 달성할 수 있음을 발견하였다.

따라서 본 발명은, 저, 중 및 고 비점 물질(L, M, H 혼합물)을 포함하는 균질 혼합물로부터 저 및 중 비점 물질을 함유하는 분획(L, M 분획) 및 저 및 고 비점 물질을 함유하는 분획(L, H 분획)을 분리하기 위한 방법으로서, 탑 내에서 저 비점 물질의 증기로 L, M, H 혼합물을 처리하고, 이 혼합물을 L, M 분획 및 L, H 분획으로 분리하는 것을 포함하는 분리 방법을 제공한다. L, M 분획은 혼합물의 공급 부위 위에서 회수할 수 있고, L, H 분획은 액상으로 얻을 수 있도록, 상기 중 비점 성분을 저 비점 물질의 증기 중에 축적한다.

분리될 혼합물은 탑정까지 직접 통과하는 것이 일반적이다. 저 비점 물질의 증기로써 혼합물의 처리는 바람직하게는 역류로 수행하고, 구체적으로는, 저 비점 물질의 증기를 탑저로 통과시키거나 또는 액상 저 비점 성분을 공급하여 이를 탑저에서 비등시킴으로써 수행한다. 탑에 공급되는 저 비점 성분은 보통 혼합물 중에 존재하는 성분과 동일하다.

스트리핑 탑 내에서 저 비점 물질의 증기로 처리하는 것이 특히 유리하다는 것을 발견하였다. 이는 통상의 평판탑(plate column), 예를 들면 버블 캡(bubble-cap) 탑 또는 체판(sieve plate) 탑일 수 있고, 또는 통상의 패킹(packings), 예를 들면 라시히 링(Raschig rings), 팔 링(Pall rings), 반침대 등을 제공할 수 있고, 바람직하게는 가상 판 수가 5 내지 100개 범위이다. 사용되는 분리 공정에 따라서는 판 수는 100개를 초과할 수도 있다.

저 비점 물질의 증기를 탑저에 통과시킨 결과, 중 비점 성분이 저 비점 물질의 증기 중에 축적된다. L, M 분획은 공급 판의 수직 높이 보다 위에서 얻어지는 것이 유리하다. 바람직하게는, L, M 분획은 탑정으로부터 인출된다.

일반적으로 L, M 분획은 저 비점 성분을 다량 내지 초과다량으로 포함한다. 따라서, L, M 분획에 중 비점 성분이 풍부하게 하기 위해서는 L, M 분획을 농축하는 것이 특히 유리하다. 이는, 예를 들면 정류 탑으로 기능하는, 별도의 다단탑에 L, M 분획을 통과시킴으로써 수행할 수 있는데, 여기서 저 비점 성분이 분리되어 중 비점 성분이 풍부한 L, M 분획 또는 순수한 중 비점 성분만을 생성한다.

정류탑을 별도의 증류탑으로서 제공하거나 탑 상에 직접 배치하여 여기서 저 비점 물질의 증기로 처리하여 저 비점 성분을 탑정으로부터 증류 제거시키는 것이 특히 바람직하다. 농축 L, M 분획 또는 중 비점 성분은 탑 반송류에 대한 측방 스트림 제거를 통해 제거할 수 있다. 이러한 관계에 있어서는 본질적으로 수직인 분할벽을 사용하는 것이 특히 바람직하다. 이러한 경우에 있어서, 분리해야 할 혼합물은 대체로 스트리핑-정류탑의 중앙에 공급한다. 이러한 공급점의 수직 높이에서, 분할벽은 탑이 2개의 별도 구간으로 수직 분할되어 분할벽의 거의 중앙에서 공급이 일어나는 방식으로 일반적으로 이론단, 1 내지 10, 1 내지 5개 범위 정도로 탑 내에 장치한다. 이러한 방법으로, 중 비점 성분이 풍부한 분획은, 분할벽의 영역 중, 공급 부위의 반대편에서 인출할 수 있다. 분할벽은 인출 부위와 공급 부위를 분리시킨다. 공급 부위 쪽에만 혼합물 중에 고 비점 물질이 존재하지만, 중 비점 성분은 동일 농도로 분할벽의 양쪽에 존재한다. 중 비점 성분이 풍부한 분획은 바람직하게는 공급 부위의 거의 수직 높이에서, 또는, 적당하다면, 상기 지점보다 어느 정도 아래에서 인출한다.

분할벽을 포함한 실시 형태의 별법으로서, 하나 이상의 분리 단계에서 각 경우에 스트리핑-정류탑의 기체상 및 액체상이 공급 부위의 위와 아래에서 측탑과 통하는 방식으로 측탑을 스트리핑-정류탑 위에 배치할 수 있으며, 중 비점 성분이 더 풍부한 분획은 측탑을 통해 인출한다. 측탑은 고 비점 성분이 측탑의 제거부 쪽으로 넘어가지 못하도록 배열한다. 이에 적당한 수단은 당 업계의 숙련자에게 잘 알려져 있다.

필요하다면, 고 비점 성분을 액적에 의해 비말동반되는 것을 방지할 수 있도록 액적 분리기(흐림 제거 장치 또는 다른 통상의 장치)를 공급관 위에 또는 증기 인출부에 설치할 수 있다.

상기 언급한 정류탑으로부터의 중 비점 성분이 풍부한 L, M 분획은, 필요하다면, 정류 구간 및 스트리핑 구간을 갖춘 추가의 탑에서 분리하거나 농축시킬 수 있다.

본 신규 방법의 또다른 유리한 실시 형태는, 스트리핑 탑 또는 스트리핑 증류탑으로부터 증기를, 가능하다면 통상적인 압축 후, 저 비점 성분 또는 저 비점 물질의 증기로서 처리탑의 탑저로 역으로 통과시키는 것을 포함한다. 본 신규 방법에서는 직접 가열시에 저 비점 성분 또는 저 비점 물질의 증기가 발생하여, 증기 압축은 탑 전체의 압력차의 극복을 위해서만 필요하므로, 에너지 소비량과 동시에 냉각에 필요한 에너지 투입량이 극히 절감될 수 있다.

처리탑 및(또는) 정류기 또는 증류탑은 대기압, 감압 또는 가압 하에서 연속식 또는 배치식으로 작동시킬 수 있다. 이러한 배경 기술에 반하여 물론, 작동 조건은 분리해야 할 혼합물에 따라 좌우되며, 숙련된 기술자가 통상의 방법으로 결정할 수 있다. 중요한 인자는 저 비점 물질의 증기의 온도로, L, M 분획을 증류시킬 수 있고 L, H 분획을 탑저에서 얻을 수 있을 만큼 충분히 높아야 한다.

본 신규의 방법은 수행하기에 편리하고 어떠한 외부 물질의 첨가없이 수행할 수 있다는 장점을 갖는다. 중 비점 성분의 농도는 전체 공정 범위에 걸쳐 낮다. 공정중, 측 탑 내의 체류 시간은 비교적 짧다. 공정이 간단하므로 필요 비용이 적다. 더욱이, 본 공정은 그의 규모 확장 가능성이 거의 무한하다.

본 신규 방법으로는 저 비점 성분의 비점 온도 수준에서, 저, 중 및 고 비점 물질을 포함하는 혼합물로부터 L, M 분획 또는 중 비점 성분의 분리를 매우 온화하게 수행할 수 있다. 따라서, L, M, H 혼합물로부터 열에 민감한, 예를 들면 분해 또는 중합하는 경향이 있는 중 비점 성분을 가능한 한 온화하게 분리할 필요가 있다면, 본 공정은 특히 유리하다. 상기 공정은, 조 혼합물에 존재하는 고 비점 성분이 순수 형태로 또는 농축된 형태로, 또는 고 점도, 고체 침전물, 또는 비교적 고농도로, 예를 들면 중합과 같은 화학 반응을 거치는 경향이 있을 경우에 특히 유리하다. 실제로 본 신규의 공정은 저 비점 성분에 용해된 고 비점 성분의 증발 제거를 확고히 한다. 따라서, 용액 만을 취급하게 된다. 즉 점도, 고체 등의 문제가 없어진다.

본 신규의 공정은 열에 민감한 생성물을 얻는데 특히 적당하다. 이러한 응용의 예를 들면:

- 히드록실아민 염의 수용액으로부터 히드록실아민 수용액의 수득,
- 중합할 수 있는 혼합물의 수득, 예를 들면 스티렌의 생성시에 수득된 혼합물로부터 스티렌의 회수,
- 염소화 탄화 수소 수득, 예를 들면 디클로로에탄의 생성시에 수득된 혼합물로부터 디클로로에탄의 회수,
- 공기에 의한 시클로hexan 산화의 산 스트리핑 또는 아디프산의 생성으로부터 카르복실산 및 알데히드의 회수,
- 고 비점 물질, 유기 화합물, 염 (축매) 등을 아직도 함유하고 있을 생성 유출물로부터 아세트산, 아크릴산, 메타크롤레인 또는 메타크릴산과 같은 유기산 및 알데히드의 분리,
- 암모니아 및 고 비점 물질을 포함하는 혼합물로부터 아민의 분리.

본 신규의 방법을 도 1에 나타난 개략도에 관련하여 보다 상세하게 설명하고자 한다.

도 1은 정류탑 (2)가 위쪽에 배치되어 있는 스트리핑 탑 (1)을 포함하는, L, M, H 혼합물을 분리하기 위한 탑을 나타낸 것이다. 분리할 혼합물을 스트리핑 탑 (1)의 탑정에 직접 공급한다. 저 비점 물질의 증기 L을 상기 혼합물에 역류로 스트리핑 탑 (1)의 탑저에 통과시킨다. 탑정에서 본질적으로 고 비점 물질이 없는 L, M 분획이 수득되는 한편, 탑저에서는, L, H 분획을 인출한다. L, M 분획을 정류탑 내에서 농축시킨다. 즉, 중 비점 성분을 풍부하게 한다. 농축 L, M 분획을 분리할 혼합물의 공급 부위 위에서 어느 정도 인출한다. 저 비점 성분은 정류탑의 탑정에서 얻어지고, 필요하다면 차후에 사용하기 위해 농축하여 옮길 수 있다. 별법으로, 저 비점 성분을 곧장 또는 압축 후, 스트리핑 탑 (1)의 탑저로 반송시킬 수 있다.

하기 실시예는 본 발명을 설명하나 본 발명이 이에 국한되지는 않는다.

실시예

<실시예 1>

스트리핑 탑을 사용하여 히드록실아민 (HA)/황산 암모늄 (AS) 용액으로부터 히드록실아민 (HA) 수용액의 수득

리터 당 HA 218 g 및 리터 당 AS 680 g을 함유하는 수용액을 300 ml/h의 속도로 스트리핑 탑의 탑정 최상 트레이에 공급하였다. 스트리핑 탑은 유리 제품이며, 높이 2 m 및 직경 35 mm이고, 1.8 m의 수직 높이까지 3 mm 유리 라시히(Rasching) 링을 충전하였다. 증류수를 1000 ml/h로 탑저에 공급하였다. 탑의 압력은 40 kPa이었다. 탑저 온도는 84 °C였다. 무염 HA 수용액을 1000 ml/h로 공급시 전체 HA의 59.6 %에 상응하는, 39.0 g HA/h의 속도로 탑정으로부터 증류 제거시켰다. 리터 당 HA 86.0 g의 HA 함량을 갖는 황산 암모늄 용액 300 ml/h를 탑저로부터 인출하였다. 이는 전체 HA 공급량의 39.4 %에 해당한다.

탑 중의 HA 최고 농도는 100g/l였다. 특정 충전량에 따른 탑 내의 액체량은 20 내지 225 ml였다. 따라서, 액체의 탑 내 체류 시간은 단지 1.5 내지 10 분이다. 이러한 낮은 농도 및 짧은 시간 내에서는 분해 속도가 낮다.

추가 실험은 하기 표에 기재하였다.

[표 1]

HA/AS 수용액으로부터 HA 수용액의 분리

| 공급물 HA 함량 ml/h g/l | H ₂ O/- 증기 | 압력 kPa | 탑 상부 온도 °C | 탑정으로부터의 HA량 g/l (%) | 탑저로부터의 HA량 g/l (%) |
|--------------------|-----------------------|--------|------------|---------------------|--------------------|
| 318 222 | 1156* | 50.0 | 81.0 | 40.5 66.9 | 48.6 21.2 |
| 170 222 | 1060* | 70.0 | 90.5 | 22.8 65.6 | 45.2 17.2 |
| 370 219 | 1475^ | 100.4 | 100.9 | 32.4 62.2 | 75.6 47.8 |
| 179 105.5 | 1530^ | 100.8 | 100.6 | 9.0 70.5 | 29.0 27.6 |
| 245 220.0 | 1530^ | 100.8 | 100.6 | 28.0 73.3 | 54.0 42.2 |
| 150 4 | 990^ | 100.8 | 100.0 | 0.4 68.1 | 0.8 15.7 |
| 150 5.6 | 990^ | 100.8 | 99.9 | 0.6 73.0 | 0.4 5.6 |
| 119 20.4 | 1063^ | 101.5 | 100.4 | 15.4 67.6 | 40.5 19.7 |

* 탑저를 온도 조절 장치에 의해 가열함

^ 동시 탑저 가열을 위해, 물을 과열 증기로 공급

<실시예 2>

스트리핑 탑을 이용한 HA/Na₂SO₄ 수용액으로부터 HA 수용액의 분리

HA 11 중량 % 및 Na₂SO₄ 23.6 중량 %를 함유하는 실시예 3 으로부터의 수용액을 스트리핑 탑의 최상 트레이에 978 g/h의 속도로 공급하였다. 스트리핑 탑은 에나멜(enamel)로 만들었고, 높이 2 m 및 직경 50 m이며, 5 mm 유리 라시히 링을 충전하였다. 상기 탑의 압력은 대기압이었다. 2.5 바(bar) 절대압 하의 증기를 탑저로 통과시켰다. 증기/공급물 비는 2.9:1 이었다. 리터 당 HA 1.7 g의 HA 함량을 갖는 황산 나트륨 용액 985 g/h를 탑저로부터 인출하였다. 이는 공급물 중의 총 HA량의 1 %에 해당한다. 공급물 중의 총 HA량의 99.2 %에 상응하는, 리터 당 HA 36.8 g을 함유하는 무염 HA 수용액 3593 g/h를 탑정으로부터 증류 제거하였다.

추가 실험은 하기 표에 기재하였다.

[표 2]

HA 황산 나트륨 수용액으로부터 HA 수용액의 분리

| 공급물 HA 함량 g/h g/l | 증기/공급물 kg/kg | 압력 kPa | 탑 상부 온도 °C | 탑정으로부터의 HA량 g/l (%) | 탑저로부터의 HA량 g/l (%) |
|----------------------|-----------------|-----------|---------------|------------------------|-----------------------|
| 945 135 | 2.6 | 200 | 125.4 | 34.0 84.0 | 7.8 17 |
| 970 136 | 2.7 | 101 | 106.3 | 35.5 96.2 | 3.3 2.5 |
| 980 80 | 2.8 | 101 | 107.0 | 2.1 95.5 | 0.45 5.7 |

<실시예 3>

스트리핑 증류탑을 이용한 HA/황산 나트륨 수용액으로부터 HA 수용액의 수득

21개의 트레이 (최하 트레이=트레이 1)을 갖는, 직경 35 mm, 전체 길이 1.6 m인 유리 버블-캡 탑의 11번째 트레이 상에, 리터 당 HA 221 g 및 리터 당 AS 540 g을 함유하는 수용액을 202 ml/h의 속도로 공급하였다. 1300 ml/h의 증기 (약 125 °C)를 탑저에 공급하였다. 탑 내의 압력은 99 kPa 이었다. 탑정에서, 실질적인 HA-무함유 물 180 ml/h (리터 당 HA 0.6 g)를 99.8 °C의 탑 상부 온도에서 1:3 (반송류:공급물)의 환류비로 인출하였다. HA 수용액 (생성 용액)을 트레이 12로부터 1180 ml/h의 속도에서 44g/l의 농도로 측방 스트림을 통해 인출하였다. 400 ml/h의 염 용액을 탑저에서 인출하였다.

<실시예 4>

스트리핑 증류탑을 이용한, 측방 인출을 통한 농축에 의한 HA 황산 나트륨 수용액으로부터 HA 수용액의 수득

HA 11 중량 % 및 Na₂SO₄를 23.6 중량 %를 함유하는, 실시예 3에서와 같은 HA 수용액을 직경 50 mm인 유리 버블-캡 탑의 11번째 이론단에 공급하였다 (트레이 수는 30개의 이론단에 대응함). 2.5 바 절대압 하의 125 °C 증기를 탑저에 공급하였다. 탑 내의 압력은 101 kPa 이었다. 실질적인 HA-무함유 물 (리터 당 HA 0.05 g)을 탑정으로부터 인출하였다. 8.3 중량 %의 농도의 무염 HA 수용액 (생성 용액)을 트레이 12로부터 측방 스트림을 통해, 액체 형태로 회수하였다. 탑저로부터 잔류 HA 함량이 0.2 중량 %인 염 용액을 인출하였다.

<실시예 5>

증류에 의한 무염 히드록실아민 수용액의 농축

직경 50 mm 및 30 버블-캡 트레이를 갖는 유리 버블-캡 탑 중에서, 8.3 중량 % 농도의, 안정된 무염 히드록실아민 수용액 1600 g/h를 연속적으로 8번째 트레이 상에 공급하였다. 추가로, 히드록실아민 용액 중의 소량의 안정제를 탑의 최상 트레이, 트레이 번호 30에 계량 투입하였다. 환류비는 0.5로 맞췄다. 물을 탑정으로부터 증류 제거하였다. 증류액은 아직도 0.07 중량 %의 히드록실아민 잔류량을 함유하였다. 50 중량 % 농도의 히드록실아민 용액 240 ml/h를 펌프질하여 탑저로부터 배출하였다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

탑 내에서 저, 중 및 고 비점 물질을 포함하는 균질 혼합물 (L, M, H 혼합물)을 탑저에서 저 비점 물질의 증기로 처리하고, 이 혼합물을 L, M 분획 및 L, H 분획으로 분리하는 것을 포함하는, L, M, H 혼합물로부터 저 및 중 비점 물질을 함유하는 분획 (L, M 분획)의 분리 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 저 비점 물질의 증기를 탑저로 통과시킴으로써 L, M, H 혼합물을 처리하는 방법.

청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 처리가 역류(countercurrent)로 수행되는 방법.

청구항 4.

제1항 또는 제2항에 있어서, 사용되는 탑이 스트리핑 탑인 방법.

청구항 5.

제1항 또는 제2항에 있어서, L, M 분획이 공급 트레이의 수직 높이 또는 그 위로부터 인출되는 방법.

청구항 6.

제1항에 있어서, L, M 분획을 별도의 정류탑 내로 통과시켜, 정류탑 내에서 중 비점 물질이 더 풍부한 L, M 분획을 생성하도록 저 비점 성분을 분리제거하는 방법.

청구항 7.

제6항에 있어서, 정류탑을 처리탑 위에 배치하고, 저 비점 성분을 탑정으로부터 증류 제거하고, 중 비점 성분이 풍부한 L, M 분획을 측방 스트림 인출에 의해 수거하는 방법.

청구항 8.

제7항에 있어서, 처리탑이 측탑의 탑저와 통하고 정류탑이 측탑의 탑정과 통하는 방법.

청구항 9.

제7항에 있어서, 스트리핑/정류탑에 본질적으로 수직인 분할벽을 L, M, H 혼합물의 공급 부위의 수직 높이로 설치하는 방법.

청구항 10.

제1항 또는 제2항에 있어서, 정류 구간 및 스트리핑 구간을 갖춘 추가의 탑 내에서, L, M 분획의 중 비점 물질을 분리하거나 농축하는 방법.

청구항 11.

제1항 또는 제6항에 있어서, 탑 또는 정류탑으로부터 인출된 저 비점 성분이 적어도 부분적으로 탑저로 반송되는 방법.

청구항 12.

제1항 또는 제2항에 있어서, L, M 분획을 별도의 정류 다단탑에 통과시켜, 중 비점 성분을 생성하도록 저 비점 성분을 분리제거하는 것을 더 포함하는, 열에 민감한 중 비점 생성물을 얻는 방법.

청구항 13.

제5항에 있어서, L, M 분획이 탑정으로부터 인출되는 방법.

청구항 14.

제11항에 있어서, 탑 또는 정류탑으로부터 인출된 저 비점 성분이 압축후에 적어도 부분적으로 탑저로 반송되는 방법.

도면

도면1

