



등록특허 10-2747721



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년12월27일  
(11) 등록번호 10-2747721  
(24) 등록일자 2024년12월24일

- (51) 국제특허분류 (Int. Cl.)  
*C07C 253/34* (2006.01) *B01D 11/00* (2006.01)  
*B01D 3/14* (2006.01) *B01D 3/36* (2006.01)  
*B01D 3/40* (2006.01) *B01D 3/42* (2006.01)  
*C07C 255/03* (2006.01) *C07C 255/08* (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
*C07C 253/34* (2013.01)  
*B01D 11/00* (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-7020384
- (22) 출원일자(국제) 2016년11월23일  
심사청구일자 2021년05월17일
- (85) 번역문제출일자 2018년07월16일
- (65) 공개번호 10-2018-0095027
- (43) 공개일자 2018년08월24일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2016/063538
- (87) 국제공개번호 WO 2017/105803  
국제공개일자 2017년06월22일
- (30) 우선권주장  
201510947424.3 2015년12월17일 중국(CN)
- (56) 선행기술조사문헌  
US03445347 A1\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

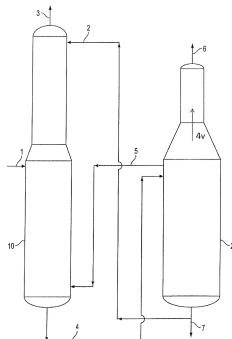
전체 청구항 수 : 총 29 항

심사관 : 윤경원

(54) 발명의 명칭 회수 탑 제어

**(57) 요약**

추출 증류 프로세스는 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 증류 탑에 제공하는 단계; 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계; 및 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하여서 오버헤드 스트림 및 사이드스트림을 제공하는 단계를 포함한다. 프로세스는 증류 탑에 첨가된 수성 용매의 유동 및 증류 탑의 온도를 이용하여 오버헤드 스트림 불순물 및 사이드스트림 불순물을 제어하는 단계를 포함한다.

**대 표 도**

(52) CPC특허분류

*B01D 3/141* (2013.01)

*B01D 3/143* (2013.01)

*B01D 3/36* (2013.01)

*B01D 3/40* (2013.01)

*B01D 3/42* (2013.01)

*C07C 255/03* (2013.01)

*C07C 255/08* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

추출 증류 방법으로서,

아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 증류 탑에 제공하는 단계로서, 상기 혼합물은, 상기 증류 탑으로 들어가기 전에, 162 °F(72.2 °C) ~ 175 °F(79.4 °C)의 온도를 갖는, 상기 제공하는 단계;

아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하도록 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물을 수성 용매와 접촉시키는 단계로서, 상기 수성 용매는, 상기 증류 탑으로 들어가기 전에, 102 °F(38.8 °C) ~ 128 °F(53.3 °C)의 온도를 갖는, 상기 접촉시키는 단계; 및

오버헤드 스트림, 사이드 스트림 및 바닥 스트림을 제공하도록 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하는 단계;

를 포함하고,

상기 오버헤드 스트림은 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물, 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴 및 70 중량% ~ 90 중량%의 아크릴로니트릴을 포함하고, 상기 바닥 스트림은 0 ~ 0.0075 중량%의 아세토니트릴을 포함하고, 상기 사이드 스트림은 5 ~ 70 중량%의 아세토니트릴 및 1 중량% 이하의 아크릴로니트릴을 포함하는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 2

추출 증류 방법으로서,

아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 증류 탑에 제공하는 단계로서, 상기 혼합물은, 상기 증류 탑으로 들어가기 전에, 162 °F(72.2 °C) ~ 175 °F(79.4 °C)의 온도를 갖는, 상기 제공하는 단계;

아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하도록 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물을 수성 용매와 접촉시키는 단계로서, 상기 수성 용매는, 상기 증류 탑으로 들어가기 전에, 102 °F(38.8 °C) ~ 128 °F(53.3 °C)의 온도를 갖는, 상기 접촉시키는 단계; 및

오버헤드 스트림, 사이드 스트림 및 바닥 스트림을 제공하도록 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하는 단계;

를 포함하고,

상기 오버헤드 스트림은 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물, 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴 및 70 중량% ~ 90 중량%의 아크릴로니트릴을 포함하고, 상기 바닥 스트림은 0 ~ 0.0075 중량%의 아세토니트릴을 포함하고, 상기 사이드 스트림은 5 ~ 70 중량%의 아세토니트릴 및 1 중량% 이하의 아크릴로니트릴을 포함하고,

상기 오버헤드 스트림 및 상기 사이드 스트림에서의 불순물의 농도는 상기 증류 탑에 첨가된 상기 수성 용매의 유동 및 상기 증류 탑의 온도를 제어함으로써 제어되는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림에서의 아세토니트릴의 중량% 및 상기 사이드 스트림에서의 아크릴로니트릴의 중량%는, 상기 증류 탑으로의 수성 용매의 유동 및 증류 탑 온도를 기반으로 제어되는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 증류 탑의 온도는 탑의 중간 섹션에서 측정되는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림은 디캔터로 보내지는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 6

제 5 항에 있어서,

상기 디캔터로부터 유기물 유동은 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 체적의 6 ~ 11% 인, 추출 증류 방법.

#### 청구항 7

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 증류 탑은 110.32 kPa(16 psid) 이하의 압력 강하를 가지는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 8

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

28320 m<sup>3</sup>/hr 의 사이드 스트림 유동(시간 당 백만 표준 입방 피트(MSCFH)) 대 분 당 0.0038 m<sup>3</sup>(분 당 미국 갤런)의 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 공급률의 비는 0.1:1 ~ 0.3:1 인, 추출 증류 방법.

#### 청구항 9

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림에서 옥사졸은 30 ppm 이하의 농도로 유지되는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 10

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 사이드 스트림에서 HCN 은 2 중량% 이하의 농도로 유지되는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 11

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

수성 용매 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 유량의 비는 1:2 ~ 1:1.6 인, 추출 증류 방법.

#### 청구항 12

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

사이드 스트림 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 유량의 비는 1:1.25 ~ 1:1.7 인, 추출 증류 방법.

#### 청구항 13

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 방법은 상기 증류 탑에 제공된 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 상기 혼합물의 0.0038 m<sup>3</sup>(1 미국 갤런) 당 1600 btu 이하의 에너지 사용을 제공하는, 추출 증류 방법.

#### 청구항 14

제 2 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림에서의 불순물은 아세토니트릴, 옥사졸 및 이들의 혼합물들로 구성된 군에서 선택되고, 상기 사이드 스트림에서의 불순물은 아크릴로니트릴, HCN 및 이들의 혼합물들로 구성된 군에서 선택되는, 추출 증류 방법.

### 청구항 15

추출 증류 탑을 제어하는 방법으로서, 상기 방법은,

- (1) 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 증류 탑에 제공하는 단계;
- (2) 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하도록 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물을 수성 용매와 접촉시키는 단계; 및
- (3) 오버헤드 스트림, 사이드 스트림 및 바닥 스트림을 제공하도록 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하는 단계로서, 상기 오버헤드 스트림은 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물, 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴 및 70 중량% ~ 90 중량%의 아크릴로니트릴을 포함하고, 상기 바닥 스트림은 0 ~ 0.0075 중량%의 아세토니트릴을 포함하고, 상기 사이드 스트림은 5 ~ 70 중량%의 아세토니트릴 및 1 중량% 이하의 아크릴로니트릴을 포함하는, 상기 분리하는 단계

를 포함하고,

상기 방법은, 상기 증류 탑에 첨가되는 상기 수성 용매의 양 및 상기 증류 탑의 온도를 적어도 포함하는 조작 변수의 세트에 대한 동시 제어 작용을 결정하는 모델 예측 제어를 기반으로 고급 프로세스 제어기를 사용하여, 상기 조작 변수의 세트를 최적화함으로써, 상기 오버헤드 스트림에서의 아세토니트릴의 양 및 상기 사이드 스트림에서의 아크릴로니트릴의 양을 포함하는 제어 변수를 제어하여, 상기 제어 변수를 상기 단계 (3)에서 규정된 상기 오버헤드 스트림에서의 아세토니트릴의 양 및 상기 사이드 스트림에서의 아크릴로니트릴의 양으로 유지하는 것을 포함하는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

### 청구항 16

제 15 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림은 디캔터로 보내지는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

### 청구항 17

제 16 항에 있어서,

상기 디캔터로부터 유기물 유동은 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 체적의 6 ~ 11%인, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

### 청구항 18

제 15 항에 있어서,

상기 증류 탑은 110.32 kPa(16 psid) 이하의 압력 강하를 가지는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

### 청구항 19

제 15 항에 있어서,

28320 m<sup>3</sup>/hr의 사이드 스트림 유동(시간 당 백만 표준 입방 피트(MSCFH)) 대 분 당 0.0038 m<sup>3</sup>(분 당 미국 갤런)의 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 공급률의 비는 0.1:1 ~ 0.3:1인, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

### 청구항 20

제 15 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림에서 옥사졸은 30 ppm 이하의 농도로 유지되는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 21

제 15 항에 있어서,

상기 사이드 스트림에서 HCN 은 2 중량% 이하의 농도로 유지되는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 22

제 15 항에 있어서,

수성 용매 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 유량의 비는 1:2 ~ 1:1.6 인, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 23

제 15 항에 있어서,

사이드 스트림 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 유량의 비는 1:1.25 ~ 1:1.7 인, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 24

제 15 항에 있어서,

상기 방법은 상기 증류 탑에 제공된 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 상기 혼합물의  $0.0038 \text{ m}^3$ (1 미국 갤런) 당 1600 btu 이하의 에너지 사용을 제공하는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 25

제 15 항에 있어서,

상기 제어 변수는 디캔터 레벨 및/또는 증류 탑 압력 강하를 더 포함하는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 26

제 15 항에 있어서,

상기 제어 변수들은, 탑의 오버헤드에서 옥사졸의 레벨, 수성 용매 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 유량의 비, 사이드 스트림 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 유량의 비, 및 이들의 조합을 더 포함하는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 27

제 15 항에 있어서,

상기 증류 탑에 첨가된 수성 용매의 양 및 증류 탑 온도에 따라, 상기 오버헤드 스트림에 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴과 상기 사이드 스트림에 1 중량% 이하의 아크릴로니트릴이 생성되는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 28

제 15 항에 있어서,

아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물은, 상기 증류 탑으로 들어가기 전에,  $162^{\circ}\text{F}$ ( $72.2^{\circ}\text{C}$ ) ~  $175^{\circ}\text{F}$ ( $79.4^{\circ}\text{C}$ ) 의 온도를 가지는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 청구항 29

제 15 항에 있어서,

상기 수성 용매는, 상기 증류 탑으로 들어가기 전에,  $102^{\circ}\text{F}$ ( $38.8^{\circ}\text{C}$ ) ~  $128^{\circ}\text{F}$ ( $53.3^{\circ}\text{C}$ ) 의 온도를 가지는, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

청구항 30

삭제

청구항 31

삭제

청구항 32

삭제

청구항 33

삭제

청구항 34

삭제

청구항 35

삭제

청구항 36

삭제

청구항 37

삭제

청구항 38

삭제

청구항 39

삭제

청구항 40

삭제

청구항 41

삭제

청구항 42

삭제

청구항 43

삭제

청구항 44

삭제

청구항 45

삭제

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 혼합물로부터 아크릴로니트릴을 분리하기 위한 프로세스가 제공된다. 보다 구체적으로, 프로세스는 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계 및 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하는 단계를 포함한다.

### 배경기술

[0002] 아크릴로니트릴을 위한 회수 및 정제 시스템들이 공지되어 있고, 예를 들어 미국 특허 제 4,234,510 호; 제 3,936,360 호; 제 3,885,928 호; 제 3,433,822 호; 및 제 3,399,120 호가 참조된다. 전형적으로, 프로필렌, 암모니아 및 공기는 증기상으로 가암모니아산화 촉매와 반응된다. 기상 반응기 유출물이 그 후 켄치 (quench) 시스템으로 통과하고 여기에서 반응기 유출물은 수성 켄칭 액체, 보통 물과 직접 접촉된다. 이런 켄칭은 미반응 암모니아와 중질 폴리머를 제거한다. 켄칭된 가스는 그 후 흡수 탑으로 향한다.

[0003] 흡수기에서, 가스는 흡수 액체, 다시 보통 물과 직접 접촉한다. 물, 아크릴로니트릴, 아세토니트릴, HCN 및 연관된 불순물이 수용액으로 흡수기의 바닥에서 나간다. 불활성 가스는 흡수기의 상부로부터 제거된다. 수용액은 그 후 회수 탑으로 향한다. 이 탑은 추출 중류를 통하여 수용액으로부터 아세토니트릴을 제거한다.

[0004] 아크릴로니트릴 제조 프로세스에서 회수 탑은, 아크릴로니트릴, 시안화수소 (HCN), 아세토니트릴, 물, 및 반응기들에서 가암모니아산화 프로세스 중 만들어진 기타 원치 않는 불순물을 함유한 풍부한 물로부터 미가공 (crude) 아크릴로니트릴을 회수하는데 중요한 역할을 한다. 추출 중류의 프로세스는, 매우 비슷한 비등점들을 가지는, 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 분리하기 위해서 회수 탑에서 사용된다. 용매 물은 추출 중류를 용이하게 하기 위해서 탑의 상부에 첨가된다. 아세토니트릴 및 기타 중질 불순물은 용매 물로 탑 아래로 이동하게 되고, 반면에, HCN 및 아크릴로니트릴-물 공비혼합물은 미가공 아크릴로니트릴로서 탑의 상부에서 회수된다. 미가공 아크릴로니트릴은 그 후 정제 섹션에서 추가로 프로세싱되어서 순수한 아크릴로니트릴을 회수한다. 탑의 바닥 섹션은 회수 탑의 리보일러들에서 스텀을 사용하는 스트리핑 프로세스에 의해 미가공 아세토니트릴을 회수하는데 사용된다.

[0005] 풍부한 물로부터 미가공 아크릴로니트릴을 회수하는 탑의 작동 성능은, 첨가된 용매 물의 양, 용매 물의 온도, 리보일러들에서 사용된 스텀의 양, 및 풍부한 물의 온도와 같은 다수의 프로세스 파라미터들에 의존한다. 이런 모든 변수들은 탑 오버헤드 조성, 그리고 또한 탑 로딩에 강한 영향을 준다. 프로세스 변수들 사이 관계의 이런 다변수 성질은 중요한 변수들을 적절히 제어하고 그것들을 최적화시켜야 하는 문제점을 제기한다.

기준의 제어 방법들 (예로 PID 제어) 은 변수들의 상당한 변화를 유도하고 부최적 (suboptimal) 탑 성능을 유발한다. 탑 성능을 최적화하는 것은 스텀 사용을 절감하고, 공장 처리량을 증가시키는데 매우 중요하다.

예를 들어, 과량의 용매 물을 사용하면 회수된 미가공 아크릴로니트릴에서 옥사졸 및 아세토니트릴과 같은 불순물의 양을 감소시키지만, 탑 로딩을 증가시키고 따라서 스텀 사용을 증가시킨다. 이것은 더 많은 풍부한 물을 처리하는 탑의 용량을 감소시키고, 이는 전체 공장 처리량을 감소시킨다. 한편 더 적은 용매 물은 미가공 아크릴로니트릴에서 불순물과 또한 아세토니트릴의 양을 증가시킨다. 과도한 양의 이런 불순물이 결국 최종 제품에 존재하여, 아크릴로니트릴 제품 사양 요건을 충족시키는데 결국 실패한다.

### 발명의 내용

[0006] 추출 중류 프로세스는 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 중류 탑에 제공하는 단계; 상기 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계; 및 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하여서 오버헤드 스트림 및 사이드스트림을 제공하는 단계를 포함한다. 프로세스는 약 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴을 상기 오버헤드 스트림에 유지하고 약 0.5 중량% 이하의 아크릴로니트릴을 상기 사이드스트림에 유지하는 것을 포함한다.

[0007] 추출 중류 프로세스는 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 중류 탑에 제공하는 단계; 상기 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계; 및 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하여서 오버헤드 스

트립 및 사이드스트립을 제공하는 단계를 포함한다. 프로세스는 상기 증류 탑에 첨가된 수성 용매의 유동 및 상기 증류 탑의 온도를 이용하여 오버헤드 스트립 불순물 및 사이드스트립 불순물을 제거하는 것을 포함한다.

[0008] 추출 증류 탑 제어 프로세스는 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 적어도 하나의 증류 탑에 제공하는 단계; 상기 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계; 상기 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하여서 오버헤드 스트립 및 사이드스트립을 제공하는 단계; 및 적어도 일 세트의 제어 변수들을 제어하면서 적어도 일 세트의 파라미터들을 최적화하도록 조작 변수들에 대한 동시 제어 작용을 결정하는 모델 예측 제어를 기반으로 고급 프로세스 제어기를 사용해 오버헤드 스트립에서 아세토니트릴의 양 및 사이드스트립에서 아크릴로니트릴의 양을 제어하는 단계를 포함한다. 이 양태에서, 상기 세트의 조작 변수들은 상기 증류 탑에 첨가된 수성 용매의 양 및 증류 탑 온도를 포함하고 상기 세트의 제어 변수는 오버헤드에서 아세토니트릴의 양 및 사이드스트립에서 아크릴로니트릴의 양을 포함한다. 상기 적어도 일 세트의 제어 변수들을 제어하는 것은 상기 증류 탑에 첨가된 수성 용매의 양 및 증류 탑 온도를 제어하는 것을 포함한다.

[0009] 상기 프로세스의 상기 및 다른 양태들, 여러 양태들의 특징들 및 이점들은 하기 도면들로부터 더욱 명백해질 것이다.

### 도면의 간단한 설명

[0010] 도 1 은 회수 탑의 전체도를 제공한다.

도 2 는 회수 탑의 다른 도면을 도시한다.

도 3 은 아세토니트릴 농축 구역을 포함한 회수 탑을 도시한다.

도 4 는 회수 탑 온도 프로파일을 도시한다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 대응하는 도면 부호들은 도면들 중 여러 도면들에서 대응하는 구성요소들을 나타낸다. 숙련된 당업자들은 도면의 요소들이 단순성과 명료성을 위해 도시되고 반드시 일정한 비율로 그려진 것은 아니라는 점을 인식할 것이다. 예를 들어, 다양한 양태들에 대한 이해를 향상시키는 것을 도울 수 있도록 도면들에서 일부 요소들의 치수는 다른 요소들에 비해 과장될 수도 있다. 또한, 상업적으로 실현가능한 양태에서 유용하거나 필수적인 공통적이지만 잘 알려진 요소들은 종종 이러한 다양한 양태들의 덜 차단된 관찰을 용이하게 하기 위해서 도시되지 않는다.

[0012] 하기 설명은 제한적인 의미로 받아들여서는 안 되며, 단지 예시적인 실시형태들의 일반적인 원리를 설명할 목적으로만 이루어진다. 본 발명의 범위는 청구범위를 참조하여 결정되어야 한다.

### 회수 탑

[0014] 임의의 유형의 회수 탑은 본원의 프로세스와 관련하여 이용될 수도 있다. 여러 유형들의 회수 탑 구성들이 본원에 예로서 설명된다.

[0015] 아세토니트릴과 아크릴로니트릴의 분리를 위한 종래의 프로세스는 도 1 에 도시된다. 도 1 에 도시된 대로, 아크릴로니트릴 흡수기 (미도시)로부터의 공급 스트립 (1) 을 제 1 탑 (10) 으로 보낸다. 공급 스트립 (1) 은 전형적으로 아크릴로니트릴, 시안화수소 (HCN), 아세토니트릴 및 물을 함유한다. 실질적으로 아세토니트릴이 없는 물 스트립 (2) 은, 추출 증류에 의해 아크릴로니트릴 및 HCN 과 아세토니트릴의 분리를 용이하게 하기 위해서 제 2 탑 (20) 의 바닥에서 또는 그 근처로부터 제 1 탑 (10) 의 상부 부분까지 재순환된다. 공급 물 (1) 로부터 아크릴로니트릴, HCN 및 물의 일부분을 함유한 스트립 (3) 은 제 1 탑 (10) 의 상부에서 제거된다. 물과 아세토니트릴을 함유한 액체 스트립 (4) 은 공급물로서 제 1 탑 (10) 의 바닥으로부터 제 2 탑 (20) 으로 보내진다. 제 2 탑 (20) 으로부터의 증기 스트립 (5) 은 제 1 탑 (10) 으로 보내져 제 1 탑 (10) 에서 증류에 필요한 열을 제공한다. 증기 사이드스트립 (4v) 은 제 2 탑 (20) 위로 이동하고 아세토니트릴을 포함한다. 아세토니트릴, 물 및 소량의 아크릴로니트릴과 HCN 을 함유한 미가공 아세토니트릴 스트립 (6) 은 제 2 탑 (20) 의 상부에서 제거된다. 실질적으로 아크릴로니트릴, HCN, 및 아세토니트릴이 없고 물 스트립 (2) 으로서 제 1 탑 (10) 으로 재순환되지 않는 잔류하는 물 스트립 (7) 은 제 2 탑 (20) 의 바닥에

서 또는 그 근처에서 제 2 탑 (20) 으로부터 배출된다.

[0016] 미가공 아세토니트릴과 아크릴로니트릴의 분리를 위한 다른 종래의 프로세스는 도 2 에 도시되어 있다. 도 2 에 도시된 대로, 아크릴로니트릴 흡수기 (미도시)로부터의 공급 스트림 (101) 은 탑 (110) 으로 보내진다.

공급 스트림 (101) 은 전형적으로 아크릴로니트릴, 시안화수소 (HCN), 아세토니트릴, 및 물을 함유한다. 실질적으로 아세토니트릴이 없는 바닥 스트림 (102) 은, 추출 증류에 의한 아크릴로니트릴 및 HCN 으로부터 아세토니트릴의 분리를 용이하게 하도록 탑 (110) 의 바닥에서 또는 그 근처로부터 탑 (110) 의 상부로 재순환된다. 탑 (110) 의 상부로 재순환되지 않는 바닥 스트림 (102) 의 부분은 스트림 (107) 으로서 탑 (110) 으로부터 배출된다. 공급 스트림 (101) 으로부터 아크릴로니트릴, HCN, 및 물의 일부분을 함유한 오버헤드 스트림 (103) 은 탑 (110) 의 상부에서 제거된다. 증기 사이드스트림 (5v) 이 탑 (110) 위로 이동하고 물과 아세토니트릴을 함유한 사이드스트림 (104) (도 1 에서 4v 에 대응) 은 탑 (110) 으로부터 제거된다.

[0017] 회수 탑의 다른 예가 도 3 에 도시된다. 이 양태에서, 장치 (300) 는 탑 (310) 을 포함한다. 탑 (310) 은 상부 섹션 (330), 중간 섹션 (340), 및 바닥 섹션 (350) 을 포함한다. 단일 탑 (310) 의 중간 섹션 (340) 은 공급 스트림 (301) 을 수용하도록 구성될 수도 있다. 일 양태에서, 탑은 상부 섹션 및 중간 섹션을 포함하고 중간 섹션 대 상부 섹션의 직경 비는 약 0.8 ~ 약 1.2, 다른 양태에서 약 0.9 ~ 약 1.1, 다른 양태에서 약 1.5 ~ 약 2.5, 다른 양태에서, 약 1.75 ~ 약 2.25, 다른 양태에서, 약 1.8 ~ 약 2 이다. 일 양태에서, 탑은 중간 섹션 및 바닥 섹션을 포함하고 바닥 섹션 대 중간 섹션의 직경 비는 약 0.8 ~ 약 1.2, 다른 양태에서 약 0.9 ~ 약 1.1, 다른 양태에서 약 1.5 ~ 약 2.5, 다른 양태에서, 약 1.75 ~ 약 2.25, 다른 양태에서, 약 1.8 ~ 약 2 이다. 일 양태에서, 탑은 상부 섹션 및 바닥 섹션을 포함하고 바닥 섹션 대 상부 섹션의 직경 비는 약 0.8 ~ 약 1.2, 다른 양태에서 약 0.9 ~ 약 1.1, 다른 양태에서 약 1.5 ~ 약 2.5, 다른 양태에서, 약 1.75 ~ 약 2.25, 다른 양태에서, 약 1.8 ~ 약 2 이다. 일 양태에서, 상부 섹션, 중간 섹션 및 바닥 섹션은 각각 회수 탑의 높이 (탄젠트 투 탄젠트) 의 약 25 ~ 약 40% 이다.

[0018] 도 3 에 도시된 대로, 아크릴로니트릴, HCN 및 물을 함유하는 오버헤드 스트림 (303) 은 탑 (310) 의 상부로부터 제거된다. 오버헤드 스트림 (303) 은 디캔터 (501) 로 보내진다. 이 양태에서, 프로세스는 디캔터의 일일 평균 체적의 약 50 ~ 약 70% 인 디캔터 체적을 유지하는 것을 포함한다. 다른 양태에서, 프로세스는, 디캔터의 일일 평균 체적의, 약 50 ~ 약 60%, 다른 양태에서, 약 55 ~ 약 70%, 다른 양태에서, 약 55 ~ 약 60 중량% 인 디캔터 체적을 유지하는 것을 포함한다. 다른 양태에서, 디캔터로부터 유기물 유동은 탑에 제공된 아크릴로니트릴과 아세토니트릴 혼합물의 체적의 약 6 ~ 약 11% 이다. 다른 양태에서, 디캔터로부터 유기물 유동은 약 6 ~ 약 10%, 다른 양태에서, 약 8 ~ 약 10%, 다른 양태에서, 약 8.75 ~ 약 10% 이다.

[0019] 또한 도 3 에 도시된 대로, 회수 탑은 미가공 아세토니트릴 농축 구역 (342) 을 포함할 수도 있다. 미가공 아세토니트릴 농축 구역 (342) 은 내부 수직 배풀 (344) 을 포함한다. 미가공 아세토니트릴 농축 구역은 복수의 트레이들을 포함할 수도 있다. 트레이들은 탑의 다른 높이에 위치하고, 각각의 트레이는 미가공 아세토니트릴 농축 구역 (342) 의 횡단면을 가로질러 연장되는 수평 평면을 포함한다. 미가공 아세토니트릴 농축 구역 (342) 은 사이드스트림 (306) 을 미가공 아세토니트릴 농축 구역 (342) 의 탑 (310) 에서 유출시키도록 구성된 상부 출구를 포함한다. 증기는 스트림 (304) 으로서 또는 증기 스트림 (5v) 으로서 배풀 (344) 의 어느 일측에서 위로 유동할 수도 있다. 탑 (310) 의 상부로 재순환되지 않는 바닥 스트림 (302) 의 부분은 스트림 (307) 으로서 배출된다.

[0020] 회수 탑은 상부 섹션, 중간 섹션 및 바닥 섹션을 포함할 수도 있다. 일 양태에서, 상부, 중간 및 바닥 섹션들은 각각 회수 탑의 높이 (탄젠트 투 탄젠트) 의 약 25 ~ 약 40% 이다. 각각의 회수 탑 섹션은 부분들로 추가로 나누어질 수도 있다. 예를 들어, 회수 탑의 중간 섹션은 상부 부분, 중간 부분 및 바닥 부분을 포함한다. 이 양태에서, 상부 부분, 중간 부분 및 바닥 부분은 각각 회수 탑의 중간 섹션의 높이의 약 25 ~ 약 40% 이다. 다른 양태에서, 회수 탑의 상부 섹션은 상부 부분 및 바닥 부분을 포함하고 각각은 회수 탑의 상부 섹션의 높이의 약 40 ~ 약 60% 이다. 다른 양태에서, 회수 탑의 바닥 섹션은 상부 부분 및 바닥 부분을 포함하고 각각은 회수 탑의 바닥 섹션의 높이의 약 40 ~ 약 60% 이다.

[0021] 다른 양태에서, 회수 탑은 약 80 ~ 약 120 개의 트레이들을 포함할 수도 있고, 다른 양태에서는, 약 80 ~ 약 100 개의 트레이들을 포함할 수도 있다. 회수 탑에서 복수의 트레이들은 트레이들의 상부 섹션, 트레이들의 중간 섹션, 및 트레이들의 바닥 섹션을 포함한다. 이 양태에서, 트레이들의 상부 섹션, 트레이들의 중간 섹션, 및 트레이들의 바닥 섹션은 각각 회수 탑에서 트레이들의 총 수의 약 25 ~ 약 40% 이다.

[0022] 회수 탑의 트레이들의 상부 섹션은 트레이들의 상부 부분 및 트레이들의 바닥 부분을 포함하고 각각은 회수 탑

에서 트레이들의 상부 섹션에서 트레이들의 총 수의 약 40 ~ 약 60% 이다. 트레이들의 중간 섹션은 트레이들의 상부 부분, 트레이들의 중간 부분 및 트레이들의 바닥 부분을 포함한다. 트레이들의 상부 부분, 트레이들의 중간 부분 및 트레이들의 바닥 부분은 각각 회수 탑의 트레이들의 중간 섹션의 트레이들의 총 수의 약 25 ~ 약 40% 이다. 회수 탑의 트레이들의 바닥 섹션은 트레이들의 상부 부분 및 트레이들의 바닥 부분을 포함하고 각각은 회수 탑에서 트레이들의 바닥 섹션에서 트레이들의 총 수의 약 40 ~ 약 60% 이다.

#### [0023] 회수 탑 작동

[0024] 회수 탑에 제공된 공급 스트림은 전형적으로 아크릴로니트릴, 시안화수소 (HCN), 아세토니트릴, 및 물을 함유한다 (도 1 에서는 공급 스트림 (1) 으로서, 도 2 에서는 공급 스트림 (101) 으로서, 도 3 에서는 공급 스트림 (301) 으로서 나타냄). 이 양태에서, 회수 탑에 제공된 공급 스트림은 약 2 ~ 약 10 중량% 의 아크릴로니트릴, 다른 양태에서, 약 3 ~ 약 7 중량%, 다른 양태에서, 약 4 ~ 약 6 중량% 의 아크릴로니트릴을 포함한다. 혼합물은 또한 약 0.1 ~ 약 0.3 중량% 의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 0.15 ~ 약 0.25 중량% 의 아세토니트릴의 양으로 아세토니트릴을 포함한다. 혼합물은 또한 예를 들어, 아크릴레이크 및/또는 옥사졸과 같은 기타 성분들을 보다 적은 양으로 포함할 수도 있다. 회수 탑에 제공된 공급 스트림은 약 162 °F(72.2 °C) ~ 약 175 °F(79.4 °C), 다른 양태에서, 약 165 °F(73.8 °C) ~ 약 167 °F(75 °C), 다른 양태에서, 약 165 °F(73.8 °C) ~ 약 166 °F(74.4 °C), 다른 양태에서, 약 166 °F(74.4 °C) ~ 약 167 °F(75 °C) 의 온도를 갖는다.

[0025] 용매 물일 수도 있는 수성 용매는 탑의 상부 부분에서 회수 탑으로 들어간다 (도 1 에서 물 스트림 (2) 으로, 도 2 에서 물 스트림 (102) 으로, 도 3 에서는 물 스트림 (302) 으로 나타냄). 회수 탑의 상부로 도입되는 용매 물은 트레이들을 가로질러 타워 아래로 유동하여, 그것이 회수 탑의 바닥으로 이동함에 따라 아세토니트릴을 농축 및 추출한다. 액체가 회수 탑에서 트레이들을 가로질러 타워 바닥으로 하강함에 따라, 스트리퍼로부터 고온 증기 및 첨가된 생 스텀 (live steam) 으로부터 열은 트레이 홀들을 통하여 타워에서 위로 이동하여 그 홀들에서 액체와 밀접하게 접촉시킨다. 열 전달은 액체와 증기 트래픽 사이에서 발생하고 모든 유기물 (아세토니트릴 제외) 을 탑 상부까지 이동시키려는 경향이 있다. 회수 탑으로 들어간 수성 용매의 온도는 약 102 °F(38.8 °C) ~ 약 128 °F(53.3 °C), 다른 양태에서, 약 102 °F(38.8 °C) ~ 약 108 °F(42.2 °C), 다른 양태에서, 약 116 °F(46.6 °C) ~ 약 128 °F(53.3 °C), 다른 양태에서, 약 105 °F(40.5 °C) ~ 약 106 °F(41.1 °C) 일 수도 있다.

[0026] 회수 탑에 의해 발생된 오버헤드 스트림 (도 1 에서는 스트림 (3), 도 2 에서는 스트림 (103), 도 3 에서는 스트림 (303) 으로 나타냄) 은 공급 스트림으로부터 아크릴로니트릴, HCN, 및 물의 일부분을 포함할 수도 있다. 일 양태에서, 오버헤드 스트림에서 옥사졸은 약 30 ppm 이하, 다른 양태에서, 약 25 ppm 이하, 다른 양태에서, 약 15 ppm 이하, 다른 양태에서, 약 30 ~ 약 0.5 ppm, 다른 양태에서, 약 30 ~ 약 0.5 ppm, 다른 양태에서, 약 25 ~ 약 0.5 ppm, 다른 양태에서, 약 25 ~ 약 5 ppm, 다른 양태에서, 약 15 ~ 약 0.5 ppm, 다른 양태에서, 약 15 ~ 약 5 ppm 의 농도로 유지된다.

[0027] 회수 탑은 실질적으로 아크릴로니트릴 및 HCN 이 없는, 물 및 아세토니트릴을 포함하는 증기 사이드스트림을 제공할 수도 있다 (도 2 에서는 스트림 (104), 도 3 에서는 스트림 (304) 으로 나타냄). 일 양태에서, MSCFH (MSCFH - 시간 당 백만 표준 입방 피트 (28320 m<sup>3</sup>/hr)) 의 사이드스트림 유동은 분 당 미국 갤런 (0.0038 m<sup>3</sup>/hr) 의 탑 공급물 (아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물)을 기준으로 약 0.1 ~ 약 0.3, 다른 양태에서, 약 0.1 ~ 약 0.2125, 다른 양태에서, 약 0.1 ~ 약 0.2, 다른 양태에서, 약 0.2 ~ 약 0.225, 다른 양태에서, 약 0.2 ~ 약 0.2125 이다. 다른 양태에서, 사이드 스트림에서의 HCN 은 약 2 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 1 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 0.5 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 2 ~ 약 0.1 중량%, 다른 양태에서, 약 1 ~ 약 0.1 중량% 의 농도로 유지된다.

[0028] 회수 탑은 또한 회수 탑의 바닥 부분에서 나가는 바닥 스트림 (도 1 에서는 바닥 스트림 (2), 도 2 에서는 바닥 스트림 (102), 도 3 에서는 바닥 스트림 (302) 으로 나타냄) 을 제공할 수도 있다. 바닥 스트림의 적어도 일부는 회수 탑의 상부 부분으로 재순환될 수도 있다. 회수 탑을 가열하기 위한 공지된 방법들은 예를 들어, 스텀, 스텀 가열식 리보일러 및/또는 다른 프로세스 스트림들과 열 교환을 포함한다.

[0029] 일 양태에서, 프로세스는 수성 용매 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물의 유량의 비가 약 1:2 ~ 약 1:1.6 이도록 유량을 제어하는 단계를 포함한다. 프로세스는 추가로 사이드스트림 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물의 유량의 비가 약 1:1.25 ~ 약 1:1.7 이도록 유량을 제어하는 단계를 포함할 수도 있다. 다른 양태에서, 탑은 약 16 psid (평방 인치 당 파운드 차 (110.32 kPa)) 이하, 다른 양태에서, 약 12 psid (82.7 kPa) 이하의 압력 강하를 갖는다. 이 양태에서, psid 는 탑의 상부와 바닥

사이 압력 차이를 나타낸다.

[0030] 온도 제어

도 4 는 회수 탑 작동을 위한 온도 프로파일을 나타낸다. 도 4 에 나타낸 것과 같은 적절한 온도 제어 및 온도 프로파일은 적절한 탑 작동에 중요하다. 도 4 에서 점선으로 규정된 바와 같은 온도 프로파일 내 변동은 용매 물과 공급 온도, 용매 물 비율, 및 스텁 비율을 포함한 변화의 조합에 의해 영향을 받을 수 있다. 탑 압력이 또한 프로파일을 변화시킬 수 있다.

[0032] 곡선 상의 점 "A" 위의 변화는 주로 조성물 및 압력 변화에 기인한다. 점 "A" 위의 온도 변화는 중요하지 않지만, 오버헤드로 이동하는 옥사졸, 아세토니트릴, 아세톤 및 물의 양을 최소화하기 위해서 오버헤드 온도는 가능한 한 낮게 유지되어야 한다. 점 "B" 아래 온도 변화는 주로 트레이 압력 변화에 기인하는데, 왜냐하면 이 섹션에서 조성물은 대부분 물이기 때문이다.

[0033] 회수 탑의 온도 제어는 리보일러들과 열교환기들을 포함할 수 있는 공지된 온도 제어 시스템들을 포함한다. 일 양태에서, 회수 탑의 바닥에서 필요한 비등을 발생시키는데 요구되는 열 듀티는 임의의 종래의 리보일링 장치에서 열 전달에 의해 제공될 수도 있다. 종래의 리보일러들은 셀 및 튜브 교환기의 몇몇 변형을 포함할 수도 있다. 리보일러 구성들의 일부 예들은 케틀, 서모사이펀, 강제 순환, 스테브-인 번들 (stab-in bundle), 수평, 수직 및 폴링 필름을 포함한다. 일 양태에서, 프로세스는 회수 탑의 바닥에서 또는 그 근처에서 액체를 제거하고 서모사이펀 리보일러에서 액체를 교환함으로써 온도를 제어하는 단계를 포함한다. 이 양태에서, 서모사이펀 리보일러로부터 유출물은 회수 탑으로 리턴된다. 생 스텁은 회수 탑의 요구되는 열 듀티를 보충하거나 교체하기 위해서 주입될 수도 있다. 다른 양태에서, 프로세스는 터빈 배기가스로부터 유도된 가압 스텁을 사용해 평행한 2 개의 수직 서모사이펀 리보일러들을 통하여 회수 탑을 리보일링하는 단계를 포함한다.

[0034] 일 양태에서, 회수 탑 온도는 다음과 같이 유지된다:

[0035] 회수 탑의 중간 섹션의 상부 부분은 약 65 ~ 약 85 °C, 다른 양태에서, 약 70 ~ 약 80 °C 의 온도로 유지되고;

[0036] 회수 탑의 중간 섹션의 바닥 부분은 약 100 ~ 약 120 °C, 다른 양태에서, 약 105 ~ 약 115 °C 로 유지되고;

[0037] 회수 탑의 상부 섹션의 상부 부분은 약 55 ~ 약 80 °C, 다른 양태에서, 약 60 ~ 약 75 °C 로 유지되고;

[0038] 회수 탑의 상부 섹션의 상부 부분 및 바닥 부분은 약 0 ~ 약 20 °C, 다른 양태에서, 약 5 ~ 약 15 °C 의 온도 차이를 가지고;

[0039] 회수 탑의 바닥 섹션의 바닥 부분은 약 105 ~ 약 125 °C, 다른 양태에서, 약 110 ~ 약 120 °C 로 유지되고;

[0040] 회수 탑의 바닥 섹션의 상부 부분 및 바닥 부분은 약 0 ~ 약 15 °C, 다른 양태에서, 약 7 ~ 약 13 °C 의 온도 차이를 갖는다.

[0041] 다른 양태에서, 회수 탑 온도는 다음과 같이 유지된다:

[0042] 회수 탑의 중간 섹션의 트레이들의 상부 부분은 약 65 ~ 약 85 °C, 다른 양태에서, 약 70 ~ 약 80 °C 의 온도로 유지되고;

[0043] 회수 탑의 중간 섹션의 트레이들의 바닥 부분은 약 100 ~ 약 120 °C, 다른 양태에서, 약 105 ~ 약 115 °C 로 유지되고;

[0044] 회수 탑의 상부 섹션의 트레이들의 상부 부분은 약 55 ~ 약 80 °C, 다른 양태에서, 약 60 ~ 약 75 °C 로 유지되고;

[0045] 회수 탑의 상부 섹션의 트레이들의 상부 부분 및 트레이들의 바닥 부분은 약 0 ~ 약 20 °C, 다른 양태에서, 약 5 ~ 약 15 °C 의 온도 차이를 가지고;

[0046] 회수 탑의 바닥 섹션의 트레이들의 바닥 부분은 약 105 ~ 약 125 °C, 다른 양태에서, 약 110 ~ 약 120 °C 로 유지되고;

[0047] 회수 탑의 바닥 섹션의 트레이들의 상부 부분 및 트레이들의 바닥 부분은 약 0 ~ 약 15 °C, 다른 양태에서, 약 7 ~ 약 13 °C 의 온도 차이를 갖는다.

[0048] 다른 양태에서, 온도는 회수 탑의 중간 섹션에서 다음과 같이 제어된다:

- [0049] 일 양태에서, 회수 탑의 중간 섹션에서 온도 강하는 회수 탑의 상부 트레이로부터 바닥 트레이까지 온도 강하의 약 35% 이상이고;
- [0050] 다른 양태에서, 회수 탑의 중간 섹션에서 온도 강하는 회수 탑의 상부 트레이로부터 바닥 트레이까지 온도 강하의 약 50% 이상이고;
- [0051] 다른 양태에서, 회수 탑의 중간 섹션에서 온도 강하는 회수 탑의 상부 트레이로부터 바닥 트레이까지 온도 강하의 약 75% 이상이고;
- [0052] 다른 양태에서, 회수 탑의 중간 섹션에서 온도 강하는 회수 탑의 상부 트레이로부터 바닥 트레이까지 온도 강하의 약 75% 이고;
- [0053] 다른 양태에서, 회수 탑의 중간 섹션에서 온도 강하는 회수 탑의 상부 트레이로부터 바닥 트레이까지 온도 강하의 약 80% 이다.
- [0054] 회수 탑의 온도 제어는 다음과 같은 조성을 갖는 오버헤드 스트림, 바닥 스트림 및 사이드스트림을 제공한다:
- [0055] 아크릴로니트릴-물 공비혼합물 및 약 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 0.03 중량% 이하의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 0.01 중량% 이하의 아세토니트릴을 포함하는 오버헤드 스트림;
- [0056] 약 70 중량% ~ 약 90 중량%의 아크릴로니트릴, 다른 양태에서, 약 75 ~ 약 85 중량%의 아크릴로니트릴을 포함하는 오버헤드 스트림;
- [0057] 약 0 ~ 약 0.0075 중량%의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 0.0025 ~ 약 0.007 중량%의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 0.0025 ~ 약 0.005 중량%의 아세토니트릴을 포함하는 바닥 스트림; 및
- [0058] 약 5 ~ 약 70 중량%의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 5 ~ 약 50 중량%의 아세토니트릴, 다른 양태에서, 약 6 ~ 약 12 중량%의 아세토니트릴을 포함하는 사이드스트림.
- [0059] 회수 탑의 작동을 위한 프로세스로서, 상기 프로세스는 회수 탑으로 공급 스트림의 도입 전 회수 탑에서 제어 트레이에 약 100 ~ 약 105 °C의 온도를 제공하는 단계를 포함한다. 이 양태에서, 제어 트레이는 회수 탑의 중간 섹션에 위치한다. 프로세스는 회수 탑으로 공급 스트림의 도입 전 회수 탑의 상부 섹션에서 약 100 °C 이하의 온도를 제공하는 단계를 추가로 포함하고, 다른 양태에서, 회수 탑의 상부 섹션은 회수 탑으로 공급 스트림의 도입 전 약 70 ~ 약 90 °C이다. 이 양태에서, 공급 스트림은 유기물을 포함한다. 유기물은 아크릴로니트릴, 메타크릴로니트릴, 아세토니트릴 및 이들의 혼합물들을 포함할 수도 있다.
- [0060] 표시된 온도를 제공한 후, 프로세스는 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 혼합물을 회수 탑에 제공하는 단계; 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계; 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하여서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물 및 약 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴을 포함하는 오버헤드 스트림을 제공하는 단계를 포함한다. 프로세스는 약 0 ~ 약 0.0075 중량%의 아세토니트릴을 포함하는 바닥 스트림, 및 약 5 ~ 약 70 중량%의 아세토니트릴을 포함하는 사이드스트림을 제공한다.
- [0061] 다른 양태에서, 회수 탑의 작동을 위한 프로세스는 회수 탑으로 공급 스트림의 도입 전 회수 탑의 상부 섹션에 약 100 °C 이하의 온도를 제공하는 단계를 포함한다. 이 양태에서, 회수 탑의 상부 섹션은 회수 탑으로 공급 스트림의 도입 전 약 70 ~ 약 90 °C이다.
- [0062] 표시된 온도를 제공한 후, 프로세스는 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 혼합물을 회수 탑에 제공하는 단계; 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 혼합물을 수성 용매와 접촉시켜서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 제공하는 단계; 아크릴로니트릴-물 공비혼합물을 아세토니트릴과 분리하여서 아크릴로니트릴-물 공비혼합물 및 약 0.05 중량% 이하의 아세토니트릴을 포함하는 오버헤드 스트림을 제공하는 단계를 포함한다. 프로세스는 약 0 ~ 약 0.0075 중량%의 아세토니트릴을 포함하는 바닥 스트림, 및 약 5 ~ 약 70 중량%의 아세토니트릴을 포함하는 사이드스트림을 제공한다.
- [0063] 고급 프로세스 제어
- [0064] 아크릴로니트릴과 아세토니트릴의 혼합물의 추출 종류를 위한 프로세스의 한 가지 목적은 오버헤드 스트림 및 사이드드로에서 불순물을 제거하는 것을 포함한다. 제 1 제어 양태에서, 불순물 레벨의 제어는 회수 탑에 첨가된 물의 양 및 탑 온도를 포함한다. 다른 제어 양태에서, 제어는 디캔터에서 재료의 레벨 또는 양 및

회수 탑 전체에서 압력 강하를 포함한다. 추가 제어는 오버헤드 스트림에서 옥사졸 불순물의 레벨, 사이드 드로에서 HCN 레벨, 용매 물 대 풍부한 물 유동 비, 및 사이드드로 대 풍부한 물 유동 비를 포함할 수도 있다.

[0065] 일 양태에서, 프로세스의 제어는 적어도 일 세트의 제어 변수들을 제어하면서 적어도 일 세트의 파라미터들을 최적화하도록 일 세트의 조작 변수들에 대한 동시 제어 작용을 결정하는 모델 예측 제어를 기반으로 한 고급 프로세스 제어기를 사용하는 것을 포함한다. 이 양태에서, 상기 세트의 조작 변수는 중류 탑에 첨가된 수성 용매의 양, 및 중류 탑 온도를 포함할 수도 있다. 상기 세트의 제어 변수는 오버헤드에서 아세토니트릴의 양 및 사이드스트림에서 아크릴로니트릴의 양을 포함할 수도 있다. 상기 세트의 제어 변수는 디캔터 레벨 및/또는 중류 탑 압력 강하를 추가로 포함할 수도 있다. 다른 양태에서, 제어 변수들은 오버헤드에서 옥사졸의 레벨, 수성 용매 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물의 유량의 비, 사이드스트림 유량 대 아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물의 유량의 비, 및 이들의 혼합물들을 포함하는 파라미터들을 추가로 포함한다.

[0066] 본원에서 사용되는 바와 같이, 용어 "조작 변수"는 고급 프로세스 제어기에 의해 조절되는 변수들을 지칭한다. 용어 "제어 변수들"은 미리 정해진 값 (설정점)에서 또는 미리 정해진 범위 (설정 범위) 내에서 고급 프로세스 제어기에 의해 유지되는 변수를 지칭한다. "변수 최적화"는 변수의 최대화 또는 최소화 및 미리 정해진 값으로 변수의 유지를 지칭한다.

[0067] 모델 예측 제어의 일 양태는, 미래 프로세스 거동이 모델 및 제어 변수들의 이용 가능한 측정치들을 사용해 예측 된다는 것이다. 제어기 출력은, 예측된 오차 및 계산된 미래 제어 움직임의 일차 또는 이차 함수인 성능 지수를 최적화하도록 계산된다. 각각의 샘플링 순간에, 제어 계산이 반복되고 현재 측정치를 기반으로 예측이 업데이트된다. 이 양태에서, 적합한 모델은 제어 변수들에 대한 조작 변수의 스텝 응답의 영향을 표현하는 일 세트의 경험적 스텝 응답 모델을 포함하는 것이다.

[0068] 최적화될 파라미터에 대한 최적 값은 별도의 최적화 단계에서 얻을 수 있고, 또는 최적화될 변수는 성능 함수에 포함될 수 있다.

[0069] 모델 예측 제어가 적용될 수 있기 전, 먼저 최적화될 변수와 제어 변수들에 대한 조작 변수들의 스텝 변화의 영향을 결정한다. 이것은 일 세트의 스텝-응답 계수들을 발생시킨다. 상기 세트의 스텝-응답 계수들은 프로세스의 모델 예측 제어의 기초를 형성한다.

[0070] 정상 작동 중, 제어 변수들의 예측된 값들은 다수의 미래의 제어 움직임들에 대해 규칙적으로 계산된다. 이러한 미래의 제어 움직임들에 대한 성능 지수가 계산된다. 성능 지수는 두 항 (terms)을 포함하고, 첫 번째 항은 각각의 제어 움직임에 대한 예측된 오차의 미래 제어 움직임들에 대한 합을 나타내고 두 번째 항은 각각의 제어 움직임에 대한 조작 변수들 변화의 미래 제어 움직임들에 대한 합을 나타낸다. 각각의 제어 변수에 대해, 예측된 오차는 제어 변수의 예측 값과 제어 변수의 기준 값 사이 차이이다. 예측된 오차들은 가중 인자로 곱하고, 제어 움직임에 대한 조작 변수들 변화는 이동 억제 인자로 곱한다. 여기에서 논의된 성능 지수는 선형이다.

[0071] 대안적으로, 항들은 제곱 항들의 합일 수도 있고, 이 경우에 성능 지수는 이차이다. 또한, 조작 변수들, 조작 변수들 변화 및 제어 변수들에 제약을 설정할 수 있다. 이것은 성능 지수의 최소화와 동시에 해결되는 별도 세트의 방정식들을 유발한다.

[0072] 두 가지 방식으로 최적화가 수행될 수 있다; 한 가지 방식은 성능 지수의 최소화 밖에서 별도로 최적화하는 것이고, 두 번째 방식은 성능 지수 내에서 최적화하는 것이다.

[0073] 최적화가 별도로 수행될 때, 최적화될 변수들은 각각의 제어 움직임에 대한 예측된 오차에 제어 변수들로서 포함되고 최적화는 제어 변수들에 대한 기준 값을 제공한다.

[0074] 대안적으로, 최적화는 성능 지수의 계산 내에서 수행되고, 이것은 적절한 가중 인자와 성능 지수에 세 번째 항을 제공한다. 이 경우에, 제어 변수들의 기준 값들은, 일정하게 유지되는, 미리 정해진 정상 상태 값들이다.

[0075] 성능 지수는 미래 제어 움직임에 대한 조작 변수들의 값들을 제공하도록 제약을 고려해 최소화된다. 하지만, 단지 다음 제어 움직임만 실행된다. 그 후, 미래 제어 움직임에 대한 성능 지수의 계산이 다시 시작된다.

[0076] 모델 예측 제어에 요구되는 스텝 응답 계수들 및 방정식들을 갖는 모델들은 액화 프로세스를 제어하기 위해서

실행되는 컴퓨터 프로그램의 일부이다. 모델 예측 제어를 취급할 수 있는 이러한 프로그램으로 로딩된 컴퓨터 프로그램은 고급 프로세스 제어기로 불린다. 이용될 수 있는 시판되는 컴퓨터 프로그램들은 예를 들어 Aspen Technology 에 의한 DMCplus® 및 Emerson 에 의한 PredictPro® 을 포함한다.

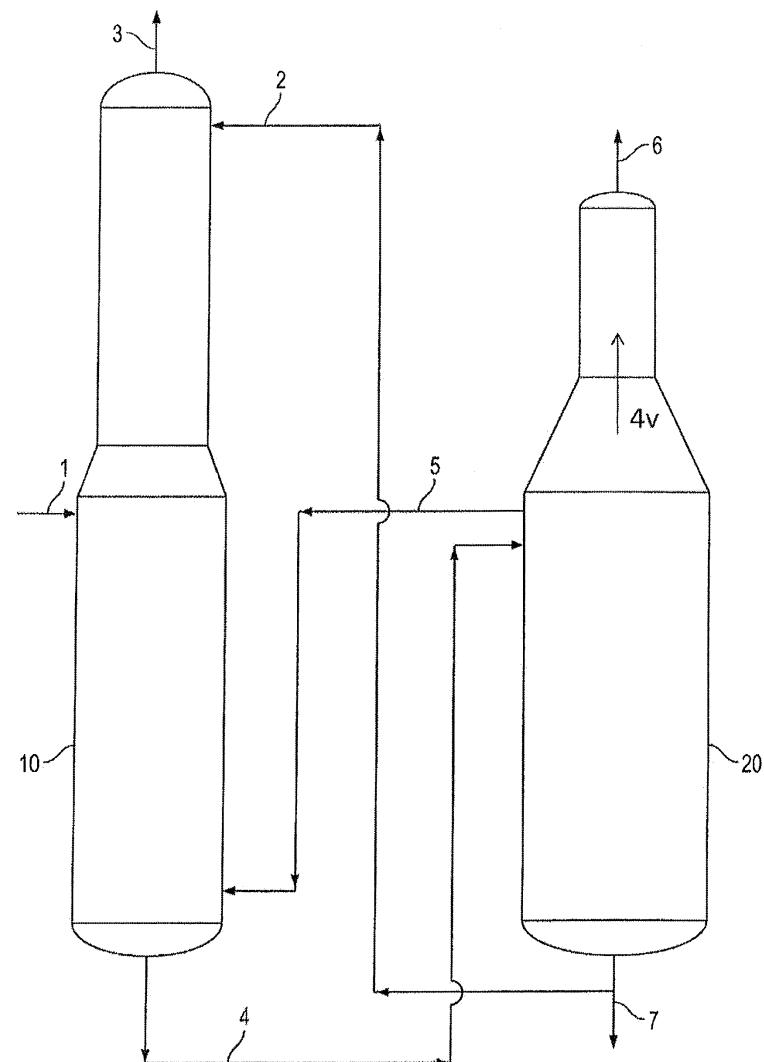
[0077] 일 양태에서, 프로세스는 탑 용량 증가를 제공한다. 탑 용량은, 탑이 프로세싱할 수 있는 풍부한 물 (탑에 제공되는 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물)의 양으로 정의된다. 이 양태에서, 프로세스는 약 0.00002 ~ 약 0.00003 의 (mm<sup>2</sup> 단위로 공급 입구의 레벨에서) 단면적에 대한 탑 용량의 비 (톤/시)를 제공한다.

[0078] 다른 양태에서, 프로세스는 에너지 사용 감소를 제공한다. 이 양태에서, 프로세스는 탑에 제공된 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물의 갤런 당 1600 btu 이하, 다른 양태에서, 약 1500 btu 이하, 다른 양태에서, 탑에 제공된 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 혼합물의 갤런 당 약 1400 btu 이하의 에너지 사용을 제공한다.

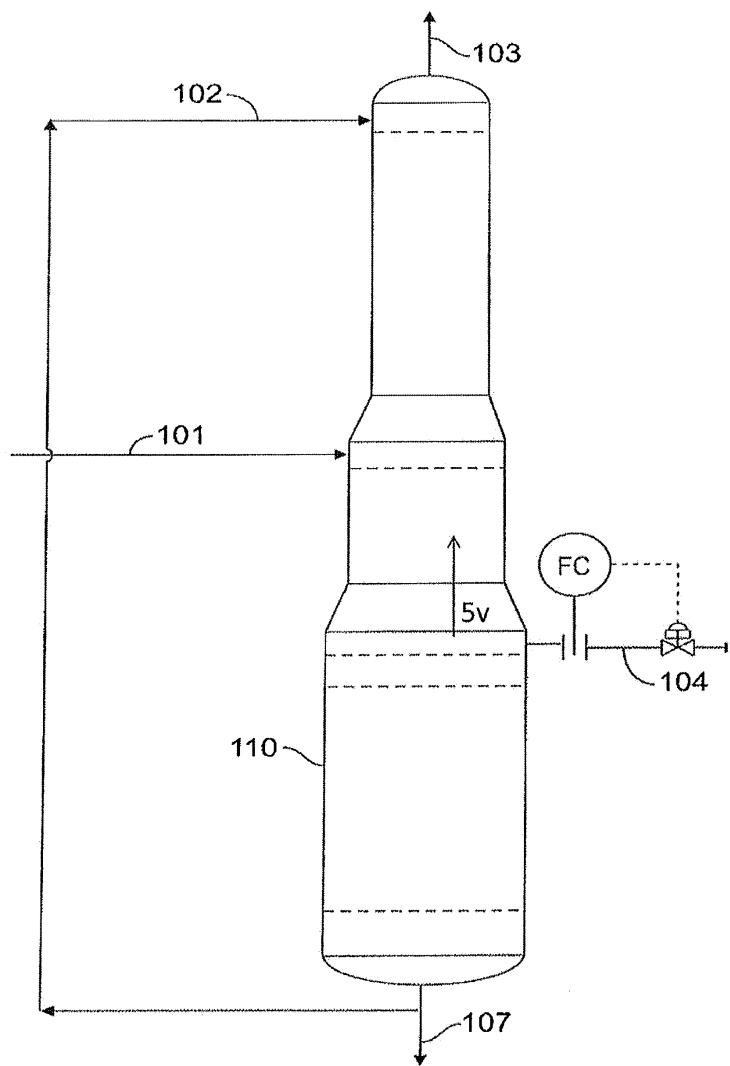
[0079] 본원에 개시된 발명이 특정 실시형태들, 실시예들 및 이들의 응용예들에 의해 기술되었지만, 청구범위에 제시된 본 발명의 범위를 벗어나지 않으면서 본 기술분야의 당업자들에 의해 다양한 수정 및 변형이 이루어질 수 있다.

## 도면

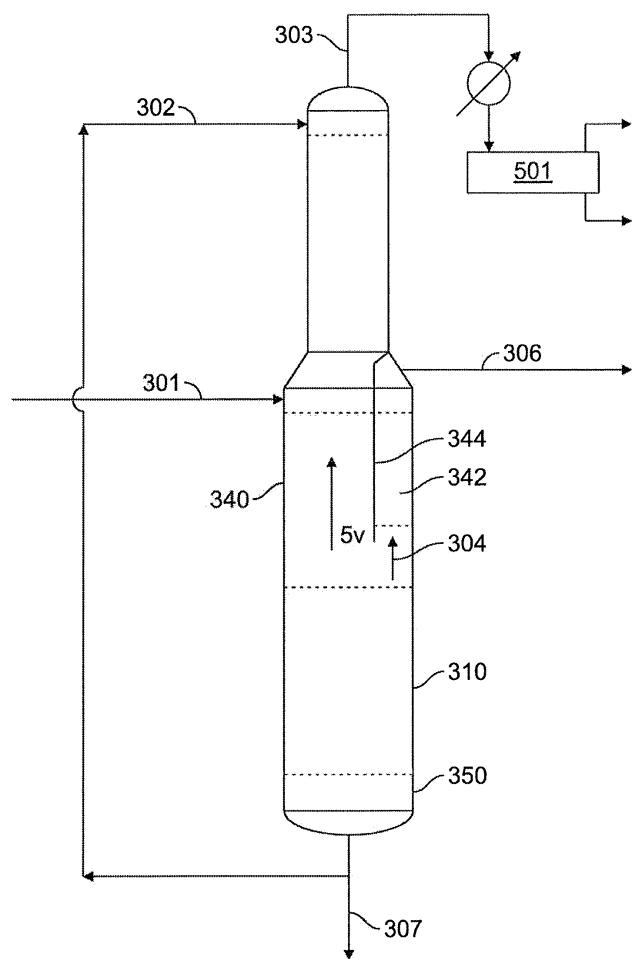
### 도면1



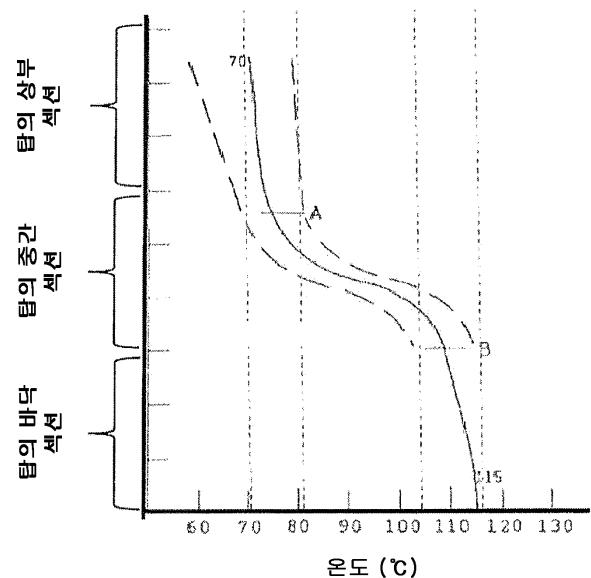
도면2



도면3



도면4



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

## 【보정세부항목】 청구항 3

## 【변경전】

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림에서의 중량% 아세토니트릴 및 상기 사이드 스트림에서의 중량% 아크릴로니트릴은, 상기 증류 탑으로의 수성 용매의 유동 및 증류 탑 온도를 기반으로 제어되는, 추출 증류 방법.

## 【변경후】

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 오버헤드 스트림에서의 아세토니트릴의 중량% 및 상기 사이드 스트림에서의 아크릴로니트릴의 중량%는, 상기 증류 탑으로의 수성 용매의 유동 및 증류 탑 온도를 기반으로 제어되는, 추출 증류 방법.

## 【직권보정 2】

## 【보정항목】 청구범위

## 【보정세부항목】 청구항 8

## 【변경전】

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

28320  $m^3/hr$  의 사이드 스트림 유동(시간 당 백만 표준 입방 피트(MSCFH)) 대 분 당 0.0038  $m^3$ (분 당 미국 갤런)의 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 공급률의 비는 0.1 ~ 0.3 인, 추출 증류 방법.

## 【변경후】

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

28320  $m^3/hr$  의 사이드 스트림 유동(시간 당 백만 표준 입방 피트(MSCFH)) 대 분 당 0.0038  $m^3$ (분 당 미국 갤런)의 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 공급률의 비는 0.1:1 ~ 0.3:1 인, 추출 증류 방법.

## 【직권보정 3】

## 【보정항목】 청구범위

## 【보정세부항목】 청구항 19

## 【변경전】

제 15 항에 있어서,

28320  $m^3/hr$  의 사이드 스트림 유동(시간 당 백만 표준 입방 피트(MSCFH)) 대 분 당 0.0038  $m^3$ (분 당 미국 갤런)의 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 공급률의 비는 0.1 ~ 0.3 인, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 【변경후】

제 15 항에 있어서,

28320  $m^3/hr$  의 사이드 스트림 유동(시간 당 백만 표준 입방 피트(MSCFH)) 대 분 당 0.0038  $m^3$ (분 당 미국 갤런)의 아크릴로니트릴 및 아세토니트릴을 포함하는 상기 혼합물의 공급률의 비는 0.1:1 ~ 0.3:1 인, 추출 증류 탑을 제어하는 방법.

## 【직권보정 4】

## 【보정항목】 발명(고안)의 설명

## 【보정세부항목】 식별번호 0027

## 【변경전】

회수 탑은 실질적으로 아크릴로니트릴 및 HCN 이 없는, 물 및 아세토니트릴을 포함하는 증기 사이드스트림 을 제공할 수도 있다 (도 2 에서는 스트림 (104), 도 3 에서는 스트림 (304) 으로 나타냄). 일 양태에서, MSCFH (MSCFH - 시간 당 백만 표준 입방 피트 (28320  $m^3/hr$ )) 의 사이드스트림 유동 대 분 당 미국 갤런 ( $0.0038 m^3/hr$ ) 의 탑 공급물 (아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물) 의 비는 약 0.1 ~ 약 0.3, 다른 양태에서, 약 0.1 ~ 약 0.2125, 다른 양태에서, 약 0.1 ~ 약 0.2, 다른 양태에서, 약 0.2 ~ 약 0.225, 다른 양태에서, 약 0.2 ~ 약 0.2125 이다. 다른 양태에서, 사이드 스트림에서의 HCN 은 약 2 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 1 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 0.5 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 2 ~ 약 0.1 중량%, 다른 양태에서, 약 1 ~ 약 0.1 중량% 의 농도로 유지된다.

## 【변경후】

회수 탑은 실질적으로 아크릴로니트릴 및 HCN 이 없는, 물 및 아세토니트릴을 포함하는 증기 사이드스트림을 제공할 수도 있다 (도 2 에서는 스트림 (104), 도 3 에서는 스트림 (304) 으로 나타냄). 일 양태에서, MSCFH (MSCFH - 시간 당 백만 표준 입방 피트 ( $28320 \text{ m}^3/\text{hr}$ )) 의 사이드스트림 유동은 분 당 미국 갤런 ( $0.0038 \text{ m}^3/\text{hr}$ ) 의 탑 공급물 (아크릴로니트릴과 아세토니트릴을 포함하는 혼합물)을 기준으로 약 0.1 ~ 약 0.3, 다른 양태에서, 약 0.1 ~ 약 0.2125, 다른 양태에서, 약 0.1 ~ 약 0.2, 다른 양태에서, 약 0.2 ~ 약 0.225, 다른 양태에서, 약 0.2 ~ 약 0.2125 이다. 다른 양태에서, 사이드 스트림에서의 HCN 은 약 2 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 1 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 0.5 중량% 이하, 다른 양태에서, 약 2 ~ 약 0.1 중량%, 다른 양태에서, 약 1 ~ 약 0.1 중량% 의 농도로 유지된다.