

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구  
국제사무국

(43) 국제공개일  
2017년 1월 5일 (05.01.2017)



(10) 국제공개번호  
WO 2017/003247 A1

- (51) 국제특허분류:  
C07C 37/74 (2006.01) C07C 39/04 (2006.01)  
B01D 3/32 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2016/007106
- (22) 국제출원일: 2016년 7월 1일 (01.07.2016)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:  
10-2015-0094491 2015년 7월 2일 (02.07.2015) KR
- (71) 출원인: 주식회사 엘지화학 (LG CHEM, LTD.)  
[KR/KR]; 07336 서울시 영등포구 여의대로 128, Seoul (KR).
- (72) 발명자: 추연욱 (CHOO, Yeon Uk); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원, Daejeon (KR). 이성규 (LEE, Sung Kyu); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원, Daejeon (KR). 김태우 (KIM, Tae Woo); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원, Daejeon (KR). 박종서 (PARK, Jong Suh); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원, Daejeon (KR). 신준호 (SHIN, Joon Ho); 34122 대전시 유성구 문지로 188 LG 화학 기술연구원, Daejeon (KR).

(74) 대리인: 특허법인 다나 (DANA PATENT LAW FIRM);  
06242 서울시 강남구 역삼로 3길 11 광성빌딩 신관 5층, Seoul (KR).

(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

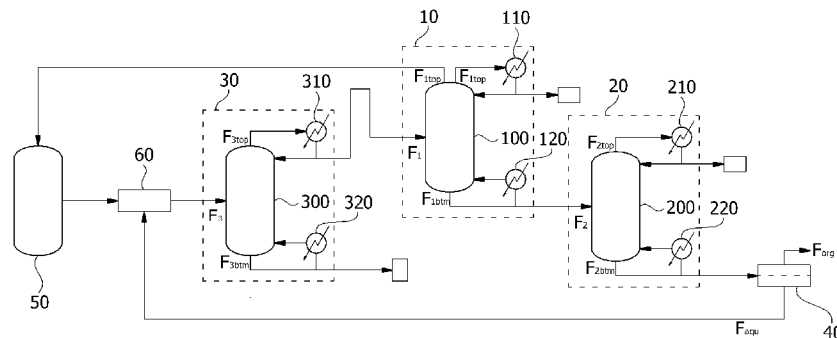
공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

[다음 쪽 계속]

(54) Title: DISTILLATION APPARATUS

(54) 발명의 명칭: 증류 장치



(57) Abstract: The present application relates to a distillation apparatus. According to the distillation apparatus of the present application, since a methanol removal distillation column is positioned at a location allowing the separation of methanol to be relatively easy when separating a material containing acetone and methanol by using the distillation apparatus, a problem caused by the accumulation of methanol in a process can be solved and the lifespan of a catalyst can be extended by lowering the amount of methanol in an acetone product. Further, methanol can be removed with excellent efficiency from the lower stream of a distillation column from which a final acetone product is obtained, only by means of a conventional phase separator and the one methanol removal distillation column, which is additionally provided, and thus an acetone product to be obtained from the upper part of the distillation column from which the final acetone product is obtained can be obtained in a high purity, and operation costs and equipment installation costs can be greatly saved.

(57) 요약서: 본 출원은 증류 장치에 관한 것으로서, 본 출원의 증류 장치에 의하면, 아세톤 및 메탄올을 포함하는 원료를 증류 장치를 이용하여 분리하는 경우, 상대적으로 메탄올의 분리가 용이한 위치에 상기 메탄올 제거 증류탑을 위치시킴으로써, 공정 내 메탄올의 축적에 따른 문제를 해결하고 아세톤 제품 내 메탄올 함량을 낮추어 촉매의 수명을 연장시킬 수 있으며, 나아가 기존의 상분리기와 추가로 설치된 1기의 상기 메탄올 제거 증류탑만을 이용하여, 최종 아세톤 제품을 얻는 증류탑 하부의 흐름으로부터 메탄올을 우수한 효율로 제거할 수 있어, 상기 아세톤 제품을 얻는 증류탑 상부로부터 획득되는 아세톤 제품을 고순도로 획득할 수 있으며, 운전 비용 및 장비의 설비비용을 크게 절감할 수 있다.

WO 2017/003247 A1

- 청구범위 보정 기한 만료 전의 공개이며, 보정서를 접수하는 경우 그에 관하여 별도 공개함 (규칙 48.2(h))

## 명세서

### 발명의 명칭: 증류 장치

#### 기술분야

- [1] 본 출원은 증류 장치에 관한 것이다.
- [2] 본 출원은 2015.07.02.자 한국 특허 출원 제10-2015-0094491호에 기초한 우선권의 이익을 주장하며, 해당 한국 특허 출원의 문헌에 개시된 모든 내용은 본 명세서의 일부로서 포함된다.

#### 배경기술

- [3] 페놀은, 페놀수지를 비롯하여 폴리탄산에스테르수지, 에폭시수지 등 각종 합성수지나, 의약품 공업의 원료, 노닐페놀과 같은 세제나 각종 불감의 원료로 다양한 분야에 이용된다.
- [4] 큐멘으로부터 페놀을 제조하는 방법은 잘 알려져 있다. 예를 들어, 상기 큐멘은 산소를 포함하는 기체를 이용하여 산화되어 큐멘 하이드로퍼옥 사이드를 형성하며, 이는 다시 산성 촉매하에서 분해되고, 이에 따라, 페놀과 아세톤이 생성된다.
- [5] 상기와 같은 페놀의 생성 과정에서는 다양한 부반응이 동시에 일어난다. 예를 들면, 상기 반응 과정에서 미량의 메탄올이 생성되어 상기 아세톤 제품 내에 포함되며, 상기 메탄올은 아세톤의 BPA 반응 시 촉매독으로 작용하여 촉매의 수명을 단축시킬 수 있다.
- [6] 한편, 상기 아세톤과 메탄올은 분리가 상대적으로 어려운 것으로 알려져 있으며, 종래에는 운전 압력의 변경을 통하여 약 1 kgf/cm<sup>2</sup>g의 압력에서 고순도의 메탄올을 분리하고, 10 kgf/cm<sup>2</sup>g의 압력에서 고순도의 아세톤을 분리하는 압력 변환 증류 공정(pressure swing distillation, PSD) 또는 메탄올과 친화력이 우수한 물을 용매로 사용하여 메탄올 및 아세톤을 분리하는 추출 증류 공정(extractive distillation) 등의 방법이 이용되어 왔다. 그러나, 상기 아세톤 및 메탄올의 혼합물은 공비 혼합물을 형성하며, 1 kgf/cm<sup>2</sup>g 및 10 kgf/cm<sup>2</sup>g의 압력에서 끓는점이 역전되기 때문에, 이를 분리하기 위해서는 적어도 2기 이상의 분리 정제 컬럼이 필요하였으며, 이에 따라 운전 비용 및 장비의 설비비용이 크게 증가하는 문제가 발생하였다.
- [7] 그러므로, 보다 효과적으로 상기 메탄올을 분리하기 위한 증류 방법이 요구되고 있다.

#### 발명의 상세한 설명

##### 기술적 과제

- [8] 본 출원은 메탄올 및 아세톤을 저비용 및 고순도로 분리하는 증류 장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

##### 과제 해결 수단

- [9] 본 출원의 일 구현예는 증류 장치를 제공한다. 예시적인 본 출원의 증류 장치에 의하면, 아세톤 및 메탄올을 포함하는 원료를 증류 장치를 이용하여 분리하는 경우, 상대적으로 메탄올의 분리가 용이한 위치에 상기 메탄올 제거 증류탑을 위치시킴으로써, 공정 내 메탄올의 축적에 따른 문제를 해결하고 아세톤 제품 내 메탄올 함량을 낮추어 촉매의 수명을 연장시킬 수 있다. 나아가 기존의 상분리기와 추가로 설치된 1기의 상기 메탄올 제거 증류탑만을 이용하여, 최종 아세톤 제품을 얻는 증류탑 하부의 흐름으로부터 메탄올을 우수한 효율로 제거할 수 있어, 상기 아세톤 제품을 얻는 증류탑 상부로부터 획득되는 아세톤 제품을 고순도로 획득할 수 있으며, 운전 비용 및 장비의 설비비용을 크게 절감할 수 있다.
- [10] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 출원의 증류 장치를 설명하지만, 첨부된 도면은 예시적인 것으로, 본 출원의 증류 장치가 첨부된 도면에 의하여 제한되는 것은 아니다.
- [11] 도 1은, 본 출원의 일 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타낸 도면이다.
- [12] 도 1과 같이, 본 출원의 증류 장치는 적어도 하나 이상의 증류 유닛(unit)을 포함한다. 상기에서 「증류 유닛」은 증류탑 및 상기 증류탑에 각각 연결되어 있는 응축기 및 재비기를 포함하며 증류 공정을 수행할 수 있는 하나의 단위체를 의미한다.
- [13] 상기 증류탑은, 원료에 포함된 다성분 물질을 각각의 비점 차이에 의해 분리할 수 있는 장치이다. 유입되는 원료의 성분 또는 분리하고자 하는 성분 등의 비점을 고려하여, 다양한 형태를 가지는 증류탑이 본 출원의 증류 장치에서 이용될 수 있다. 본 출원의 증류 장치에서 사용할 수 있는 증류탑의 구체적인 종류는 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어, 도 1에 나타난 바와 같은 일반적인 구조의 증류탑 또는 내부에 분리벽이 구비된 분리벽형 증류탑을 사용할 수도 있다. 하나의 예시에서, 상기 증류탑의 내부는, 상부 영역 및 하부 영역으로 구분될 수 있다. 본 명세서에서 용어 「상부 영역」은, 증류탑의 구조에서 상대적으로 위쪽 부분을 의미하고, 예를 들어, 상기 증류탑을 상기 증류탑의 높이 또는 길이 방향으로 2 등분 하였을 때에 나뉘어진 2 개의 영역 중 가장 위쪽 부분을 의미할 수 있다. 또한, 상기에서 「하부 영역」은, 상기 증류탑 구조에서 상대적으로 아래쪽 부분을 의미하고, 예를 들어, 상기 증류탑을 상기 증류탑의 높이 또는 길이 방향으로 2 등분 하였을 때에 나뉘어진 2 개의 영역 중 가장 아래쪽 부분을 의미할 수 있다. 본 명세서에서 증류탑의 상부 영역 및 하부 영역은 서로 상대적인 개념으로 사용될 수 있다. 상기 증류탑의 탑정은 상기 상부 영역에 포함되고, 상기 증류탑의 탑저는 상기 하부 영역에 포함되며, 본 명세서에서 특별히 달리 정의하지 않는 한, 상부 영역은 탑정 영역과 동일한 의미로 사용되고, 하부 영역은 탑저 영역과 동일한 의미로 사용된다. 상기 증류탑으로는 이론단수가 15 내지 45 단인 증류탑을 사용할 수 있다. 상기에서, 「이론단수」는 상기 증류탑에서 기상 및 액상과 같은 2개의 상이 서로 평형을

이루는 가상적인 영역 또는 단의 수를 의미한다.

- [14] 하나의 구현예에서, 상기 제 1 증류 유닛(10)은, 도 1과 같이, 제 1 증류탑(100), 상기 제 1 증류탑(100)에 각각 연결되어 있는 제 1 응축기(110), 및 제 1 재비기(120)를 포함한다. 예를 들어, 상기 제 1 증류탑(100), 제 1 응축기(110), 및 제 1 재비기(120)는 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 유체가 흐를 수 있도록 서로 유체 연결(fluidically connected)되어 있을 수 있다. 상기 「응축기」는 증류탑 외부에 별도로 설치된 장치로서, 상기 증류탑의 탑정에서 유출된 흐름을 외부에서 유입된 냉각수와 접촉시키는 등의 방식으로 냉각시키기 위한 장치를 의미한다. 예를 들어, 상기 제 1 증류탑(100)의 제 1 응축기(110)는 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )을 응축시키는 장치이고, 후술할 제 2 증류탑(200) 및 제 3 증류탑(300)의 제 2 응축기(210) 및 제 3 응축기(310)는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 및 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )을 응축시키는 장치일 수 있다. 또한, 상기 「재비기」는 증류탑의 외부에 별도로 설치된 가열 장치이고, 상기 증류탑의 탑저에서 유출된 고비점 성분의 흐름을 다시 가열 및 증발시키기 위한 장치를 의미할 수 있다. 예를 들어, 상기 제 1 증류탑(100)의 제 1 재비기(120)는 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 탑저 흐름을 가열하는 장치이고, 후술할 상기 제 2 증류탑(200)의 제 2 재비기(220) 및 제 3 증류탑(300)의 제 3 재비기(320)는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름 및 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )을 가열하는 장치일 수 있다.
- [15] 도 1에 나타나듯이, 본 출원의 일 구현예에 의한 증류 장치는 제 1 증류탑(100)을 포함하는 제 1 증류 유닛(10), 상분리기(40) 및 상기 제 1 증류탑(100)과 상기 상분리기(40) 사이에 위치하고, 상기 제 1 증류탑(100) 및 상기 상분리기(40)에 유체 연결되어 있는 제 2 증류탑(200)을 포함하는 제 2 증류 유닛(20)을 포함한다.
- [16] 하나의 예시에서, 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료( $F_1$ )는 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된다.
- [17] 상기 제 1 화합물 및 상기 제 2 화합물은 서로 혼합되어 공비 혼합물(azeotrope)를 형성할 수 있는 화합물이라면 특별히 제한되는 것은 아니다. 상기에서 「공비 혼합물」은, 공비등이 일어날 수 있는 용액상태의 액체 혼합물을 의미한다. 일반적으로 용액을 증류하면 끓는 것에 따라 조성이 변하며 따라서 끓는점도 상승 또는 하강하는 것이 보통이나, 특정 종류의 특별한 성분비의 액체는 순수액체와 같이 일정한 온도에서 성분비가 변하지 않고 끓으며, 이 때, 그 용액과 증기의 성분비는 같아지는데, 이 경우, 그 계는 공비 상태에 있다고 하고, 그 성분비를 공비 조성이라하며, 그 용액을 공비 혼합물, 상기 공비 혼합물의 끓는점을 공비점이라고 한다. 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물은 아세톤일 수 있으며, 상기 아세톤과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2

화합물은 메탄올일 수 있으나, 특별히 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 원료에 포함되는 물은, 상기 공비 혼합물을 공비 증류시켜 상기 공비 혼합물의 공비점을 깨트릴 수 있는 공비제(entrainer) 또는 제 3 성분의 예시이며, 상기 물은 메탄올의 상대 휘발도를 아세톤보다 증가시켜 상기 메탄올과 아세톤의 공비 혼합물의 분리를 용이하게 할 수 있다.

[18] 도 2는 아세톤과 메탄올의 혼합물의  $1 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력하에서의 Txy 선도(Txy diagram)이고, 도 3은 아세톤과 메탄올의 혼합물의  $10 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력에서의 Txy 선도이다. 상기 선도에서 세로축은 온도, 가로축은 액상 조성의 물분율(x) 또는 기상 조성의 물분율(y)을 나타낸다. 도 2 및 도 3에서 알 수 있듯이, 아세톤과 메탄올의 혼합물은  $1 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$  및  $10 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력에서 끓는점이 역전되어 공비 혼합물을 형성하여 일반적인 분리 정제가 어려울 수 있으며, 따라서 이를 분리하기 위해서는 최소 2기 이상의 증류탑이 필요하다. 한편, 도 4 내지 7은 각각  $2 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ ,  $1 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ ,  $0 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$  및  $-0.5 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력하에서 물과 메탄올의 혼합물의 Txy 선도이다. 도 4 내지 도 7에 나타나듯이, 메탄올과 물의 혼합물은 끓는점이 겹치지 않아 분리가 용이하며, 따라서 오직 1기의 증류탑을 이용하더라도 메탄올의 제거가 가능하다. 본 출원에서는, 이러한 물과 메탄올의 이성분계 혼합물(binary mixture)의 특성을 이용하여, 서로 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 1 화합물 및 제 2 화합물과 상기 공비 혼합물을 공비 증류시킬 수 있는 물을 포함하는 원료를, 상분리하기 전에 추가로 설치된 메탄올 제거 증류탑으로 유입함으로써, 저렴한 비용 및 높은 효율로 메탄올과 아세톤을 분리할 수 있다.

[19] 하나의 예시에서 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 상기 제 1 및 제 2 화합물과 물을 포함하는 원료( $F_1$ )는, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 및 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )으로 각각 분리되어 유출된다. 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 응축기(110)로 유입되고, 상기 제 1 응축기(110)를 통과한 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )의 일부 또는 전부는 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역으로 환류되거나, 제품으로 저장될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 1 응축기(110)에서 유출된 흐름은, 저장 탱크에 유입되어 저장된 후에 상기 제 1 증류탑(100)으로 환류되거나 제품으로 저장될 수 있다. 또한, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부는 상기 제 1 재비기(120)로 유입되고, 상기 제 1 재비기(120)를 통과한 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부는 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입될 수 있다.

[20] 일 구현예에서, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 원료( $F_1$ ) 성분 중 상대적으로 저비점의 성분을 포함하며, 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물 및 상기 제 2 화합물을 포함한다. 또한, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )은 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 원료에 포함되어 있는 성분 중 상대적으로 고비점의 성분을 포함하며, 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및

상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함한다. 하나의 예시에서, 전술한 바와 같이, 상기 제 1 화합물은 아세톤일 수 있으며, 이 경우, 상기 제 2 화합물은 메탄올일 수 있으며, 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질은 지방족 알데히드, 알파-메틸 스티렌, 메시틸옥사이드 및 큐멘으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 일 구현예에서, 상기 제 1 화합물의 비점보다 상기 제 2 화합물의 비점이 높은 경우, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 화합물의 농도가 상기 제 2 화합물의 농도보다 상대적으로 짙은 흐름일 수 있으며, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )은 상기 제 1 화합물의 농도가 상기 제 2 화합물의 농도보다 상대적으로 옅은 흐름일 수 있다.

- [21] 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 나머지 일부는 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입될 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 흐름( $F_2$ )은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 및 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )으로 각각 분리되어 유출될 수 있다.
- [22] 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 2 응축기(210)로 유입되고, 상기 제 2 응축기(210)를 통과한 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )의 일부 또는 전부는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역으로 환류되거나, 제품으로 저장될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 2 응축기(210)에서 유출된 흐름은, 저장 탱크에 유입되어 저장된 후에 상기 제 2 증류탑(200)으로 환류되거나 제품으로 저장될 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 유출되는 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부는 상기 제 2 재비기(220)로 유입되고, 상기 제 2 재비기(220)를 통과한 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 후술할 상분리기(40)로 유입될 수 있다.
- [23] 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )에 포함되어 있는 성분 중 상대적으로 저비점의 성분, 예를 들어, 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하며, 하나의 예시에서, 아세톤, 메탄올 및 물로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )은 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )에 포함되어 있는 성분 중 상대적으로 고비점의 성분, 예를 들어 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 하나의 예시에서, 물, 지방족 알데히드, 알파-메틸 스티렌, 큐멘 및 메시틸옥사이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 일 구현예에서, 상기 제 1 화합물의 비점보다 상기 제 2 화합물의 비점이 높은 경우, 상기 제 1 화합물의 대부분은 상기 제 1 증류탑(100)의 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )으로 분리되므로, 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 2 화합물의 농도가 짙은 흐름일 수 있으며, 소량의 제 1 화합물을 포함할 수도 있다. 또한, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )은 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질의 농도가

질은 흐름일 수 있으며, 소량의 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함할 수 있다.

- [24] 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하는 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )의 나머지 일부는 상기 상분리기(phase separator)로 유입될 수 있다. 상기 상분리기(40)로 유입된 흐름은 상기 상분리기(40)에서 상분리될 수 있으며, 하나의 예시에서, 유기물질 함유 성분( $F_{\text{org}}$ ) 및 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )으로 분리되어 각각 배출될 수 있다. 상기 유기물질 함유 성분( $F_{\text{org}}$ )은, 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질 중 물을 제외한 나머지 성분들, 예를 들면, 지방족 알데히드, 알파-메틸 스티렌, 메시틸옥사이드 또는 큐멘 등의 유기성분을 포함할 수 있으며, 상기 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )은 물을 포함하며, 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함할 수 있고, 예를 들면, 소량의 아세톤 및 메탄올을 포함할 수 있다. 상기 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )은 후술할 증화 장치(60) 및 제 3 증류 유닛(30)을 거쳐 제 1 증류탑(100)으로 순환될 수 있으며, 이러한 과정을 통해 아세톤 제품을 고순도로 얻을 수 있다.
- [25] 본 출원의 증류 장치에서는, 전술한 바와 같이, 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 1 및 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료( $F_1$ )로부터 제 2 화합물을 분리하는 경우, 상대적으로 상기 제 2 화합물을 분리하기 용이한 위치, 즉, 상기 제 1 증류탑(100)과 상기 상분리기(40) 사이에 상기 제 2 증류탑(200)을 설치하고, 상기 제 2 증류탑(200)에서 제 2 화합물을 분리킨 뒤에 상기 상분리기(40)에서 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )을 분리시키고 이를 제 1 증류탑(100)으로 순환함으로써, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정에서 유출되는 흐름 내의 제 2 화합물의 함량을 최소화할 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부일 수 있다. 상기 범위 내로 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 제어함으로써, 상기 제 2 화합물의 공정 내 축적량을 최소화할 수 있고, 이에 따라 제 2 화합물을 고순도로 분리할 수 있으며, 에너지 절감 효과를 극대화시킬 수 있다.
- [26] 하나의 예시에서, 제 1 증류탑(100)의 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 상기 범위 내로 조절하는 경우, 상기 제 2 증류탑(200)의 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ ) 내의 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부일 수 있다.
- [27]
- [28] 또한, 본 출원의 다른 구현예들은 상기와 같이 제 2 증류탑(200)이 제 1 증류탑(100) 및 상분리기(40) 사이에 위치하는 경우, 메탄올의 제거 효율을 보다 높이기 위한 상기 제 2 증류탑(200) 내부의 운전 조건을 제공한다.
- [29] 하나의 예시에서, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 온도는, 40°C 내지 120°C일 수 있다. 또한, 이 경우, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 압력은, -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup> 일 수 있다.
- [30] 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 온도는, 70°C 내지 160°C일 수 있다. 또한,

상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 압력은, -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g일 수 있다. 상기에서 단위 kgf/cm<sup>2</sup>g는 계기 압력(guage pressure)를 의미한다.

- [31] 도 1과 같이, 본 출원의 증류 장치는 전술한 제 1 증류 유닛(10), 제 2 증류 유닛(20) 및 상분리기(40) 이외에, 반응기(50), 중화 장치(60) 및 제 3 증류 유닛(30)을 추가로 포함할 수 있다. 상기 제 3 증류 유닛(30)은 제 3 응축기(310), 제 3 재비기(320) 및 제 3 증류탑(300)을 포함하며, 상기 응축기, 재비기 및 증류탑과 관련된 내용은 전술한 바와 동일하므로 생략한다.
- [32] 상기 반응기(50)는 화학 반응이 일어나는 장치이며, 상기 화학 반응의 부산물로 생성된 제 1 화합물 및 제 2 화합물은 상기 반응기(50)로부터 유출될 수 있다. 상기 반응기(50)에서 일어나는 반응이 예를 들어, 큐멘의 산화반응일 경우, 상기 제 1 화합물은 아세톤, 상기 제 2 화합물은 메탄올일 수 있다. 상기 반응기(50)에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물은 상기 상분리기(40)에서 분리되어 유출되는 물 함유 성분( $F_{aqu}$ ), 예를 들면, 소량의 제 1 및 제 2 화합물과 대부분의 물로 구성된 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )과 합류된 후에 상기 중화 장치(60)로 유입될 수 있다.
- [33] 상기 중화 장치(60)는 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료를 중화시키는 장치로서, 상기 중화에 의하여, 장치에서의 부식을 피할 수 있다. 상기 중화 장치(60)에서 중화된 후에 유출된 상기 원료의 흐름( $F_3$ )은 상기 제 3 증류 유닛(30)에 포함되는 제 3 증류탑(300)으로 유입될 수 있다.
- [34] 하나의 예시에서, 상기 제 3 증류탑(300)으로 유입된 상기 원료( $F_3$ )는 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ ) 및 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )으로 각각 분리되어 유출될 수 있다.
- [35] 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )은 상기 제 3 응축기(310)로 유입되고, 상기 제 3 응축기(310)를 통과한 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )의 일부 또는 전부는 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역으로 환류되거나, 제품으로 저장될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 3 응축기(310)에서 유출된 흐름은, 저장 탱크에 유입되어 저장된 후에 상기 제 3 증류탑(300)으로 환류되거나 제품으로 저장될 수 있다. 또한, 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 상기 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )의 일부는 상기 제 3 재비기(320)로 유입되고, 상기 제 3 재비기(320)를 통과한 상기 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )의 일부는 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 전술한 제 1 증류탑(100)으로 유입될 수 있다. 또한, 이 경우 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )의 일부는 상기 반응기(50)로 유입되어 순환될 수 있다.
- [36] 다른 구현예에서, 본 출원의 증류 장치는 냉각 장치를 추가로 포함할 수 있다. 도 8은 본 출원의 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타낸 도면이다.
- [37] 하나의 예시에서, 도 8과 같이, 상기 증류 장치는 상기 제 2 증류탑(200) 및 상기 상분리기(40) 사이에 위치하는 냉각 장치(70)를 추가로 포함할 수 있으며, 이에

따라, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )의 나머지 일부는 상기 냉각 장치(70)로 유입되어 냉각된 후에 상기 상분리기(40)로 유입될 수 있다. 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )의 온도를 낮추어 상분리기(40)로 유입시킴으로써, 메탄올의 제거 효율을 극대화시킬 수 있다.

[38] 하나의 예시에서 냉각되어 상기 상분리기(40)로 유입되는 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )의 온도는 50 내지 90°C일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[39] 이하, 본 출원의 일 구현예에 따른 증류 장치를 이용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 과정을 보다 상세히 설명하기로 한다.

[40] 하나의 예시에서, 아세톤, 메탄올 및 물이 포함된 원료( $F_1$ )가 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입되면, 이 경우, 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 상기 원료( $F_1$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 저비점 성분인, 아세톤이 농후한 흐름은 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )으로 유출되며, 상대적으로 고비점 성분인, 메탄올 및 물이 농후한 흐름은 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 제 1 탑저 흐름( $F_{1\text{btm}}$ )으로 유출될 수 있다. 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출된 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )은 제 1 응축기(110)를 통과하여 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역으로 환류되고 나머지 일부는 제품으로 저장될 수 있다. 상기 제품은, 고순도의 순수 아세톤일 수 있다. 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )은 아세톤 외에도 일부의 메탄올을 포함할 수 있으며, 전술한 바와 같이, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내에는 메탄올의 함량이 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부일 수 있다.

[41] 한편, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출된 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1\text{btm}}$ )의 일부는 제 1 재비기(120)를 거쳐 일부는 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 제 2 증류탑(200)으로 유입될 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 상기 원료 흐름( $F_2$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 저비점 성분인, 메탄올이 농후한 흐름은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ )으로 유출되며, 상대적으로 고비점인, 큐멘이 농후한 흐름은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )으로 유출될 수 있다. 유출된 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ )은 제 2 응축기(210)를 통과하여 저장 탱크로 유입되고, 상기 저장 탱크에서 유출된 흐름의 일부는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역으로 환류되고 나머지 일부는 제품으로 저장될 수 있다. 상기 제품은, 고순도의 메탄올일 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 흐름에 포함되는 성분 중 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 고비점 흐름은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )으로 유출되며, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )의 일부는 제 2 재비기(220)를 거쳐 제 2 증류탑의 탑저 영역(200)으로 환류되고, 나머지 일부는 상분리기(40)로 유입될 수 있다.

[42] 상기 상분리기(40)로 유입된 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )에는, 소량의 아세톤 및 메탄올이 포함되어 있으며, 그 이외에 물, 알파-메틸 스티렌, 큐멘 등의 상기

메탄올보다 높은 비점을 가지는 성분이 짙은 농도로 포함되어 있을 수 있다. 상기 상분리기(40)에서 상기 성분들은 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ ) 및 유기물질 함유 성분( $F_{\text{org}}$ )으로 분리되어 배출될 수 있다. 예를 들면, 상기 성분들 중, 물 및 소량의 아세톤 및 메탄올은 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )으로 분리되어 유출될 수 있고, 상기 알파-메틸 스티렌 및 큐멘은 유기물질 함유 성분( $F_{\text{org}}$ )으로 분리되어 유출될 수 있다.

- [43] 상기 분리된 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )은 중화 장치(60)로 유입되며, 상기 중화 장치(60)로는 큐멘의 산화 반응이 일어나는 반응기(50)에서 유출되는 반응물, 예를 들어, 물, 아세톤, 메탄올, 큐멘 및 알파-메틸 스티렌 등을 포함하는 성분이 함께 유입된다. 상기 중화 장치(60)에서 중화된 성분은 유출되어 제 3 증류탑(300)으로 유입될 수 있다. 상기 제 3 증류탑(300)으로 유입된 상기 흐름( $F_3$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 저비점 성분인, 아세톤이 농후한 흐름은 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 제 3 탑정 흐름( $F_{3\text{top}}$ )으로 유출되며, 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출된 상기 제 3 탑정 흐름( $F_{3\text{top}}$ )은 제 3 응축기(310)를 통과하여 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역으로 환류되고 나머지 일부는 제 1 증류탑(100)으로 유입될 수 있다. 또한, 상기 제 3 증류탑(300)으로 유입된 흐름( $F_3$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 고비점 흐름은 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 제 3 탑저 흐름( $F_{3\text{btm}}$ )으로 유출되며, 상기 제 3 탑저 흐름( $F_{3\text{btm}}$ )의 일부는 제 3 재비기(320)를 거쳐 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 제품으로 저장될 수 있다.

- [44] 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 흐름은 전술한 바와 같이 상기 증류탑의 탑정에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )으로 분리되어 유출될 수 있고, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )의 일부는 전술한 반응기(50)로 순환될 수 있다.

- [45] 본 명세서에서 「저비점 흐름」은 저비점 및 고비점 성분을 포함하는 원료 흐름 중 상대적으로 끓는점이 낮은 성분이 농후(rich)한 흐름을 의미하며, 상기 저비점 흐름은 예를 들어, 제 1 증류탑(100), 제 2 증류탑(200) 및 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 흐름을 의미한다. 또한, 「고비점 흐름」은 저비점 및 고비점 성분을 포함하는 원료 흐름 중 상대적으로 끓는점이 높은 성분이 농후(rich)한 흐름을 의미하며, 상기 고비점 흐름은 예를 들어, 제 1 증류탑(100), 제 2 증류탑(200) 및 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 상대적으로 비점이 높은 성분이 농후한 흐름을 의미한다. 상기에서 용어 「농후한 흐름」이란, 제 1 증류탑(100), 제 2 증류탑(200) 및 제 3 증류탑(300)에 각각 유입되는 원료에 포함된 저비점 성분 및 고비점 성분 각각의 함량보다 상기 제 1 증류탑(100), 제 2 증류탑(200) 및 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 흐름에 포함된 저비점 성분 및 상기 제 1 증류탑(100), 제 2 증류탑(200) 및 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 흐름에 포함된 고비점 성분 각각의 함량이 더 높은 흐름을 의미한다. 예를 들어, 상기 제 1 증류탑(100)의 제 1

탑정 흐름( $F_{1top}$ )에 포함된 저비점 성분, 상기 제 2 증류탑(200)의 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )에 포함된 저비점 성분과 상기 제 3 증류탑(300)의 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )에 포함된 저비점 성분이 나타내는 각각의 함량이 50 중량% 이상, 80 중량% 이상, 90 중량% 이상, 95 중량% 이상 또는 99 중량% 이상인 흐름을 의미하거나 또는 상기 제 1 증류탑(100)의 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )에 포함된 고비점 성분, 제 2 증류탑(200)의 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )에 포함된 고비점 성분과 제 3 증류탑(300)의 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )에 포함된 고비점 성분이 나타내는 각각의 함량이 50 중량% 이상, 80 중량% 이상, 90 중량% 이상, 95 중량% 이상 또는 99 중량% 이상인 흐름을 의미할 수 있다.

[46]

[47] 본 출원은 또한, 증류 방법을 제공한다. 예시적인 본 출원의 일 구현예에 의한 증류 방법은 전술한 상기 도 1 또는 도 8의 증류 장치를 이용하여 수행될 수 있으며, 이에 따라, 전술한 증류 장치에서 기재된 내용과 중복되는 내용은 생략하기로 한다.

[48] 본 출원의 제조 방법은 제 1 증류 단계, 제 2 증류 단계 및 상분리 단계를 포함한다.

[49] 일 구현예에서, 상기 제 1 증류 단계는, i) 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료( $F_1$ )를 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입하고, ii) 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 원료를 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 및 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )으로 각각 분리하여 유출하는 것을 포함한다. 또한, 상기 제 2 증류 단계는, iii) 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부를 제 2 증류탑(200)으로 유입하고, iv) 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 흐름( $F_2$ )을 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 및 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )으로 각각 분리하여 유출하는 것을 포함하며, 상기 상분리 단계는, v) 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부를 상분리기(40)로 유입하고, vi) 상기 상분리기(40)로 유입된 흐름을 유기물질 함유 성분( $F_{org}$ ) 및 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )으로 각각 분리하여 배출하는 것을 포함한다.

[50] 상기 제 1 증류 단계의 i) 및 ii) 단계, 제 2 증류 단계의 iii) 및 iv)의 단계 및 상분리 단계의 v) 및 vi) 단계는 각각 독립적으로 유기적으로 결합되어 있으므로, 각 경계가 명확히 시간의 순서에 따라 구분되는 것은 아니며, 이에 따라 상기 i) 내지 vi)의 각 단계들은 순차적으로 수행되거나 또는 각각 독립적으로 동시에 수행될 수 있다.

[51] 일 구현예에서, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )은 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )은 상기 제 2

화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 이에 대한 구체적인 설명은, 전술한 증류 장치에서 설명한 바와 동일하므로 생략하기로 한다.

- [52] 또한, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부일 수 있다. 상기 범위 내로 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 제어함으로써, 상기 제 2 화합물의 공정 내 축적량을 최소화할 수 있고, 이에 따라 제 2 화합물을 고순도로 분리할 수 있으며, 에너지 절감 효과를 극대화시킬 수 있다.
- [53] 하나의 예시에서, 제 1 증류탑(100)의 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 상기 범위 내로 조절하는 경우, 상기 제 2 증류탑(200)의 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 내의 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부일 수 있다.
- [54] 다른 구현예에서, 본 출원의 증류 방법은 냉각 단계를 추가로 포함할 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 증류 방법은 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부를 상분리기(40)로 유입하기 전에 냉각시키는 냉각 단계를 추가로 포함할 수 있다. 이에 따라, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 온도를 낮추어 상분리기(40)로 유입시킴으로써, 메탄올의 제거 효율을 극대화시킬 수 있다.
- [55] 하나의 예시에서 냉각 단계에서 냉각된 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 온도는 50 내지 90°C일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [56] 또한, 본 출원의 다른 구현예들은 상기와 같이 제 1 증류 단계 및 상분리 단계 사이에 제 2 증류 단계를 수행하는 경우, 메탄올의 제거 효율을 보다 높이기 위한 상기 제 2 증류 단계의 운전 조건을 제공한다.
- [57] 하나의 예시에서, 상기 방법은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 온도를, 40°C 내지 120°C로 조절하는 것을 포함할 수 있다. 또한, 상기 방법은, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 압력을 -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하는 것을 포함할 수 있다.
- [58] 상기 방법은 또한, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 온도를, 70°C 내지 160°C로 조절하는 것을 포함할 수 있다. 또한, 상기 방법은, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 압력을, -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하는 것을 포함할 수 있다.
- [59] 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물은 아세톤일 수 있으며, 이 경우, 상기 제 2 화합물은 메탄올일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [60] 예시적인 본 출원의 증류 방법은, 또한, 중화 단계 및 제 3 증류 단계를 추가로 포함할 수 있다.
- [61] 일 구현예에서, 상기 중화 단계는, 상분리기(40)에서 유출되는 물 함유 성분( $F_{aqu}$ ) 및 반응기(50)에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료를 중화 장치(60)로 유입하여 중화시키는 것을 포함한다. 또한, 상기 제 3 증류 단계는, 상기 중화 장치(60)에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는

원료를 제 3 증류탑(300)으로 유입하고, 상기 제 3 증류탑으로 유입된 원료( $F_3$ )를 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ ) 및 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )으로 각각 분리하여 유출하는 것을 포함한다.

- [62] 이 경우, 본 출원의 증류 방법은, 상기 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )의 일부를 제 1 증류탑(100)으로 유입하고, 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )의 일부를 상기 반응기(50)로 유입하는 것을 포함한다.

[63]

- [64] 본 출원의 또 다른 구현예는, 증류 장치를 제공한다.

- [65] 도 9는, 본 출원의 또 다른 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타낸 도면이다.

- [66] 도 9와 같이, 본 출원의 일 구현예에 의한 증류 장치는 제 1 증류탑(100)을 포함하는 제 1 증류 유닛(10), 상분리기(40) 및 상기 상분리기(40) 후단에 위치하고, 상기 상분리기(40)에 유체 연결되어 있는 제 2 증류탑(200)을 포함하는 제 2 증류 유닛(20)을 포함한다.

- [67] 일 구현예에서, 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료( $F_1$ )는 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입되며, 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 상기 제 1 및 제 2 화합물과 물을 포함하는 원료( $F_1$ )는, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 및 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )으로 각각 분리되어 유출된다. 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 응축기(110)로 유입되고, 상기 제 1 응축기(110)를 통과한 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )의 일부 또는 전부는 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역으로 환류되거나, 제품으로 저장될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 1 응축기(110)에서 유출된 흐름은, 저장 탱크에 유입되어 저장된 후에 상기 제 1 증류탑(100)으로 환류되거나 제품으로 저장될 수 있다. 또한, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부는 상기 제 1 재비기(120)로 유입되고, 상기 제 1 재비기(120)를 통과한 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부는 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 후술할 제 2 증류탑(200)으로 유입될 수 있다.

- [68] 일 구현예에서, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 원료( $F_1$ ) 성분 중 상대적으로 저비점의 성분을 포함하며, 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물 및 상기 제 2 화합물을 포함한다. 또한, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )은 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 원료( $F_1$ )에 포함되어 있는 성분 중 상대적으로 고비점의 성분을 포함하며, 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함한다. 하나의 예시에서, 전술한 바와 같이, 상기 제 1 화합물은 아세톤일 수 있으며, 이 경우, 상기 제 2 화합물은 메탄올일 수 있으며, 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질은 지방족 알데히드,

- 알파-메틸 스티렌, 메시틸옥사이드 및 큐멘으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 일 구현예에서, 상기 제 1 화합물의 비점보다 상기 제 2 화합물의 비점이 높은 경우, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 화합물의 농도가 상기 제 2 화합물의 농도보다 상대적으로 짙은 흐름일 수 있으며, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )은 상기 제 1 화합물의 농도가 상기 제 2 화합물의 농도보다 상대적으로 옅은 흐름일 수 있다.
- [69] 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 나머지 일부는 상기 상분리기(40)로 유입될 수 있다.
- [70] 상기 상분리기(40)로 유입된 흐름은 상기 상분리기(40)에서 상분리될 수 있으며, 하나의 예시에서, 유기물질 함유 성분( $F_{org}$ ) 및 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )으로 분리되어 각각 배출될 수 있다. 상기 유기물질 함유 성분( $F_{org}$ )은, 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질 중 물을 제외한 나머지 성분들, 예를 들면, 지방족 알데히드, 알파-메틸 스티렌 또는 큐멘 등의 유기성분을 포함할 수 있으며, 상기 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )은 물을 포함하며, 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함할 수 있고, 예를 들면, 소량의 아세톤 및 메탄올을 포함할 수 있다. 상기 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )은 후술할 제 2 증류 유닛(20), 중화 장치(60) 및 제 3 증류 유닛(30)을 거쳐 제 1 증류탑(100)으로 순환될 수 있으며, 이러한 과정을 통해 아세톤 제품을 고순도로 얻을 수 있다.
- [71] 하나의 예시에서, 상기 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )은 제 2 증류탑(200)으로 유입될 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 흐름( $F_2$ )은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 및 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )으로 각각 분리되어 유출될 수 있다.
- [72] 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 2 응축기(210)로 유입되고, 상기 제 2 응축기(210)를 통과한 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )의 일부 또는 전부는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역으로 환류되거나, 제품으로 저장될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 2 응축기(210)에서 유출된 흐름은, 저장 탱크에 유입되어 저장된 후에 상기 제 2 증류탑(200)으로 환류되거나 제품으로 저장될 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 유출되는 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부는 상기 제 2 재비기(220)로 유입되고, 상기 제 2 재비기(220)를 통과한 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역으로 환류될 수 있다.
- [73] 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 상기 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )에 포함되어 있는 성분 중 상대적으로 저비점의 성분, 예를 들어, 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하며, 하나의 예시에서, 아세톤, 메탄올 및 물로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다. 또한, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )은 상기 제 2 증류탑(200)으로

유입된 상기 물 함유 성분( $F_{\text{aqu}}$ )에 포함되어 있는 성분 중 상대적으로 고비점의 성분, 예를 들어 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 하나의 예시에서, 물을 포함할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

- [74] 상기와 같이 제 2 증류탑(200)이 상분리기(40) 후단에 위치하는 경우, 상기 제 2 증류탑(200) 내부의 운전 조건은 다음과 같이 조절되며, 이에 따라 우수한 효율로 메탄올을 제거할 수 있다.
- [75] 하나의 예시에서, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 온도는, 40°C 내지 80°C, 예를 들어, 40°C 내지 50°C일 수 있다. 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 온도는, 80°C 내지 120°C, 예를 들어, 80°C 내지 100°C일 수 있다.
- [76] 또한, 이 경우, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 압력은, -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g일 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 압력은, -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g일 수 있다.
- [77] 본 출원의 증류 장치에서는, 전술한 바와 같이, 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 1 및 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료로부터 제 2 화합물을 분리하는 경우, 상대적으로 상기 제 2 화합물을 분리하기 용이한 위치, 즉, 상기 상분리기(40) 후단에 상기 제 2 증류탑(200)을 설치하고, 상기 제 2 증류탑(200)에서 제 2 화합물을 분리킨 뒤에 이를 제 1 증류탑(100)으로 순환함으로써, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정에서 유출되는 흐름 내의 제 2 화합물의 함량을 최소화할 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부일 수 있다. 상기 범위 내로 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 제어함으로써, 상기 제 2 화합물의 공정 내 축척량을 최소화할 수 있고, 이에 따라 제 2 화합물을 고순도로 분리할 수 있으며, 에너지 절감 효과를 극대화시킬 수 있다.
- [78] 하나의 예시에서, 제 1 증류탑(100)의 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 상기 범위 내로 조절하는 경우, 상기 제 2 증류탑(200)의 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ ) 내의 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부일 수 있다.
- [79]
- [80] 도 9와 같이, 본 출원의 증류 장치는 전술한 제 1 증류 유닛(10), 제 2 증류 유닛(20) 및 상분리기(40) 이외에, 반응기(50), 중화 장치(60) 및 제 3 증류 유닛(30)을 추가로 포함할 수 있다. 상기 제 3 증류 유닛(30)은 제 3 응축기(310), 제 3 재비기(320) 및 제 3 증류탑(300)을 포함하며, 상기 응축기, 재비기 및 증류탑과 관련된 내용은 전술한 바와 동일하므로 생략한다.
- [81] 상기 반응기(50)는 화학 반응이 일어나는 장치이며, 상기 화학 반응의 부산물로 생성된 제 1 화합물 및 제 2 화합물은 상기 반응기(50)로부터 유출될 수 있다. 상기 반응기(50)에서 일어나는 반응이 예를 들어, 큐멘의 산화반응일 경우, 상기 제 1 화합물은 아세트, 상기 제 2 화합물은 메탄올일 수 있다. 상기

반응기(50)에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물은 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질, 예를 들면, 물을 포함하는 제 2 탑저 흐름( $F_{2\text{btm}}$ )의 나머지 일부와 합류된 후에 상기 중화 장치(60)로 유입될 수 있다.

- [82] 상기 중화 장치(60)는 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료를 중화시키는 장치로서, 상기 중화에 의하여, 장치에서의 부식을 피할 수 있다. 상기 중화 장치(60)에서 중화된 후에 유출된 상기 원료의 흐름은 상기 제 3 증류 유닛(30)에 포함되는 제 3 증류탑(300)으로 유입될 수 있다.
- [83] 하나의 예시에서, 상기 제 3 증류탑(300)으로 유입된 상기 원료( $F_3$ )는 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3\text{top}}$ ) 및 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름( $F_{3\text{btm}}$ )으로 각각 분리되어 유출될 수 있다.
- [84] 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3\text{top}}$ )은 상기 제 3 응축기(310)로 유입되고, 상기 제 3 응축기(310)를 통과한 제 3 탑정 흐름( $F_{3\text{top}}$ )의 일부 또는 전부는 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역으로 환류되거나, 제품으로 저장될 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 제 3 응축기(310)에서 유출된 흐름은, 저장 탱크에 유입되어 저장된 후에 상기 제 3 증류탑(300)으로 환류되거나 제품으로 저장될 수 있다. 또한, 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 상기 제 3 탑저 흐름( $F_{3\text{btm}}$ )의 일부는 상기 제 3 재비기(320)로 유입되고, 상기 제 3 재비기(320)를 통과한 상기 제 3 탑저 흐름( $F_{3\text{btm}}$ )의 일부는 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 전술한 제 1 증류탑(100)으로 유입될 수 있다. 또한, 이 경우 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1\text{top}}$ )의 일부는 상기 반응기(50)로 유입되어 순환될 수 있다.
- [85] 다른 구현예에서, 본 출원의 증류 장치는 냉각 장치(70)를 추가로 포함할 수 있다. 도 10은 본 출원의 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타낸 도면이다.
- [86] 하나의 예시에서, 도 10과 같이, 상기 증류 장치는 상기 제 1 증류탑(100) 및 상기 상분리기(40) 사이에 위치하는 냉각 장치(70)를 추가로 포함할 수 있으며, 이에 따라, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1\text{btm}}$ )의 나머지 일부는 상기 냉각 장치(70)로 유입되어 냉각된 후에 상기 상분리기(40)로 유입될 수 있다. 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1\text{btm}}$ )의 온도를 낮추어 상분리기(40)로 유입시킴으로써, 메탄올의 제거 효율을 극대화시킬 수 있다.
- [87] 하나의 예시에서 냉각되어 상기 상분리기(40)로 유입되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1\text{btm}}$ )의 온도는 50 내지 90°C일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [88] 이하, 본 출원의 일 구현예에 따른 증류 장치를 이용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 과정을 보다 상세히 설명하기로 한다.
- [89] 하나의 예시에서, 아세톤, 메탄올 및 물이 포함된 원료( $F_1$ )가 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입되면, 이 경우, 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 상기 원료( $F_1$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 저비점 성분인, 아세톤이 농후한

흐름은 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )으로 유출되며, 상대적으로 고비점 성분인, 메탄올 및 물이 농후한 흐름은 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )으로 유출될 수 있다. 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출된 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 제 1 응축기(110)를 통과하여 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역으로 환류되고 나머지 일부는 제품으로 저장될 수 있다. 상기 제품은, 고순도의 순수 아세톤일 수 있다. 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 아세톤 외에도 일부의 메탄올을 포함할 수 있으며, 전술한 바와 같이, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내에는 메탄올의 함량이 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부일 수 있다.

- [90] 한편, 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출된 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부는 제 1 재비기(120)를 거쳐 일부는 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 상분리기(40)로 유입될 수 있다.
- [91] 상기 상분리기(40)로 유입된 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )에는, 메탄올과 소량의 아세톤이 포함되어 있으며, 그 이외에 물, 알파-메틸 스티렌, 큐멘 등의 상기 메탄올보다 높은 비점을 가지는 성분이 짙은 농도로 포함되어 있을 수 있다. 상기 상분리기(40)에서 상기 성분들은 물 함유 성분( $F_{aqu}$ ) 및 유기물질 함유 성분( $F_{org}$ )으로 분리되어 배출될 수 있다. 예를 들면, 상기 성분들 중, 물 및 메탄올 및 소량의 아세톤은 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )으로 분리되어 유출될 수 있고, 상기 알파-메틸 스티렌 및 큐멘은 유기물질 함유 성분( $F_{org}$ )으로 분리되어 유출될 수 있다.
- [92] 상기 분리된 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )은 제 2 증류탑(200)으로 유입되며, 또한, 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 상기 원료 흐름( $F_2$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 저비점 성분인, 메탄올이 농후한 흐름은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )으로 유출되며, 상대적으로 고비점인, 큐멘이 농후한 흐름은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )으로 유출될 수 있다. 유출된 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 제 2 응축기(210)를 통과하여 저장 탱크로 유입되고, 상기 저장 탱크에서 유출된 흐름의 일부는 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역으로 환류되고 나머지 일부는 제품으로 저장될 수 있다. 상기 제품은, 고순도의 메탄올일 수 있다. 또한, 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 흐름( $F_2$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 고비점 흐름은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )으로 유출되며, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부는 제 2 재비기(220)를 거쳐 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 중화 장치(60)로 유입될 수 있다.
- [93] 상기 중화 장치(60)로는 큐멘의 산화 반응이 일어나는 반응기(50)에서 유출되는 반응물, 예를 들어, 물, 아세톤, 메탄올, 큐멘 및 알파-메틸 스티렌 등을 포함하는 성분이 함께 유입된다. 상기 중화 장치(60)에서 중화된 성분은 유출되어 제 3 증류탑(300)으로 유입될 수 있다. 상기 제 3 증류탑(300)으로

유입된 상기 흐름( $F_3$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 저비점 성분인, 아세톤이 농후한 흐름은 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )으로 유출되며, 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출된 상기 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )은 제 3 응축기(310)를 통과하여 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역으로 환류되고 나머지 일부는 제 1 증류탑(100)으로 유입될 수 있다. 또한, 상기 제 3 증류탑(300)으로 유입된 흐름( $F_3$ )에 포함되는 성분 중 상대적으로 높은 끓는점을 가지는 고비점 흐름은 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )으로 유출되며, 상기 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )의 일부는 제 3 재비기(320)를 거쳐 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역으로 환류되고, 나머지 일부는 제품으로 저장될 수 있다.

[94] 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 흐름은 전술한 바와 같이 상기 증류탑의 탑정에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )으로 분리되어 유출될 수 있고, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )의 일부는 전술한 반응기(50)로 순환될 수 있다.

[95]

[96] 본 출원은 또한, 증류 방법을 제공한다. 예시적인 본 출원의 일 구현예에 의한 증류 방법은 전술한 상기 도 9 또는 도 10의 증류 장치를 이용하여 수행될 수 있으며, 이에 따라, 전술한 증류 장치에서 기재된 내용과 중복되는 내용은 생략하기로 한다.

[97] 본 출원의 제조 방법은 제 1 증류 단계, 상분리 단계 및 제 2 증류 단계를 포함한다.

[98] 일 구현예에서, 상기 제 1 증류 단계는, i) 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료( $F_1$ )를 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입하고, ii) 상기 제 1 증류탑(100)으로 유입된 원료를 상기 제 1 증류탑(100)의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 및 상기 제 1 증류탑(100)의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )으로 각각 분리하여 유출하는 것을 포함한다. 또한, 상기 상분리 단계는, iii) 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부를 상분리기(40)로 유입하고, iv) 상기 상분리기(40)로 유입된 흐름을 유기물질 함유 성분( $F_{org}$ ) 및 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )으로 각각 분리하여 배출하는 것을 포함하며, 상기 제 2 증류 단계는, v) 상기 물 함유 성분( $F_{aqu}$ )을 제 2 증류탑(200)으로 유입하고, vi) 상기 제 2 증류탑(200)으로 유입된 흐름( $F_2$ )을 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 및 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )으로 각각 분리하여 유출하는 것을 포함한다.

[99] 또한, 본 출원의 증류 방법은, 상기와 같이 상분리 단계 후에 제 2 증류 단계를 수행하는 경우, 상기 방법은 제 2 증류탑(200) 내부의 운전 조건을 다음과 같이 조절하는 것을 포함하며, 이에 따라 우수한 효율로 메탄올을 제거할 수 있다.

[100] 하나의 예시에서, 상기 방법은 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 온도를, 40°C 내지 80°C, 예를 들어, 40°C 내지 50°C로 조절하는 것을 포함할 수 있다. 상기

방법은 또한, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 온도를, 80°C 내지 120°C, 예를 들어, 80°C 내지 100°C로 조절하는 것을 포함할 수 있다.

[101] 상기 방법은, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑정 영역의 압력을 -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup> g로 조절하는 것을 포함할 수 있다. 또한, 상기 방법은, 상기 제 2 증류탑(200)의 탑저 영역의 압력을, -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하는 것을 포함할 수 있다.

[102] 상기 제 1 증류 단계의 i) 및 ii) 단계, 상분리 단계의 iii) 및 iv) 단계는 제 2 증류 단계의 v) 및 vi)의 단계 각각 독립적으로 유기적으로 결합되어 있으므로, 각 경계가 명확히 시간의 순서에 따라 구분되는 것은 아니며, 이에 따라 상기 i) 내지 vi)의 각 단계들은 순차적으로 수행되거나 또는 각각 독립적으로 동시에 수행될 수 있다.

[103] 일 구현예에서, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )은 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )은 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 이에 대한 구체적인 설명은, 전술한 증류 장치에서 설명한 바와 동일하므로 생략하기로 한다.

[104] 또한, 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부일 수 있다. 상기 범위 내로 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 제어함으로써, 상기 제 2 화합물의 공정 내 축적량을 최소화할 수 있고, 이에 따라 제 2 화합물을 고순도로 분리할 수 있으며, 에너지 절감 효과를 극대화시킬 수 있다.

[105] 하나의 예시에서, 제 1 증류탑(100)의 상기 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ ) 내의 상기 제 2 화합물의 함량을 상기 범위 내로 조절하는 경우, 상기 제 2 증류탑(200)의 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ ) 내의 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름( $F_{2top}$ )에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부일 수 있다.

[106] 다른 구현예에서, 본 출원의 증류 방법은 냉각 단계를 추가로 포함할 수 있다. 하나의 예시에서, 상기 증류 방법은 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 일부를 상분리기(40)로 유입하기 전에 냉각시키는 냉각 단계를 추가로 포함할 수 있다. 이에 따라, 상기 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 온도를 낮추어 상분리기(40)로 유입시킴으로써, 메탄올의 제거 효율을 극대화시킬 수 있다.

[107] 하나의 예시에서 냉각 단계에서 냉각된 제 1 탑저 흐름( $F_{1btm}$ )의 온도는 50 내지 90°C일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[108] 하나의 예시에서, 상기 제 1 화합물은 아세트산일 수 있으며, 이 경우, 상기 제 2 화합물은 메탄올일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[109] 예시적인 본 출원의 증류 방법은, 또한, 중화 단계 및 제 3 증류 단계를 추가로 포함할 수 있다.

[110] 일 구현예에서, 상기 중화 단계는, 제 2 탑저 흐름( $F_{2btm}$ )의 일부 및

반응기(50)에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료를 중화 장치(60)로 유입하여 중화시키는 것을 포함한다. 또한, 상기 제 3 증류 단계는, 상기 중화 장치(60)에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료를 제 3 증류탑(300)으로 유입하고, 상기 제 3 증류탑(300)으로 유입된 원료( $F_3$ )를 상기 제 3 증류탑(300)의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ ) 및 상기 제 3 증류탑(300)의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름( $F_{3btm}$ )으로 각각 분리하여 유출하는 것을 포함한다.

- [111] 이 경우, 본 출원의 증류 방법은, 상기 제 3 탑정 흐름( $F_{3top}$ )의 일부를 제 1 증류탑(100)으로 유입하고, 제 1 탑정 흐름( $F_{1top}$ )의 일부를 상기 반응기(50)로 유입하는 것을 포함한다.

[112]

### 발명의 효과

- [113] 본 출원의 증류 장치에 의하면, 아세톤 및 메탄올을 포함하는 원료를 증류 장치를 이용하여 분리하는 경우, 상대적으로 메탄올의 분리가 용이한 위치에 상기 메탄올 제거 증류탑을 위치시킴으로써, 공정 내 메탄올의 축적에 따른 문제를 해결하고 아세톤 제품 내 메탄올 함량을 낮추어 촉매의 수명을 연장시킬 수 있으며, 나아가 기존의 상분리기와 추가로 설치된 1기의 상기 메탄올 제거 증류탑만을 이용하여, 최종 아세톤 제품을 얻는 증류탑 하부의 흐름으로부터 메탄올을 우수한 효율로 제거할 수 있어, 상기 아세톤 제품을 얻는 증류탑 상부로부터 획득되는 아세톤 제품을 고순도로 획득할 수 있으며, 운전 비용 및 장비의 설비비용을 크게 절감할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

- [114] 도 1은 본 출원의 일 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타내는 도면이다.
- [115] 도 2는 아세톤과 메탄올의 혼합물의  $1\text{kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력하에서의 Txy 선도(Txy diagram)이고, 도 3은 아세톤과 메탄올의 혼합물의  $10\text{kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력에서의 Txy 선도이다.
- [116] 도 4 내지 7은 각각  $2\text{kgf/cm}^2\text{g}$ ,  $1\text{kgf/cm}^2\text{g}$ ,  $0\text{kgf/cm}^2\text{g}$  및  $-0.5\text{kgf/cm}^2\text{g}$ 의 압력하에서 물과 메탄올의 혼합물의 Txy 선도이다.
- [117] 도 8은 본 출원의 다른 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타내는 도면이다.
- [118] 도 9는, 본 출원의 또 다른 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타낸 도면이다.
- [119] 도 10은, 본 출원의 또 다른 구현예에 따른 증류 장치를 모식적으로 나타낸 도면이다.
- [120] 10: 제 1 증류 유닛 100: 제 1 증류탑
- [121] 110: 제 1 응축기 120: 제 1 재비기

- [122] 20: 제 2 증류 유닛 200: 제 2 증류탑
- [123] 210: 제 2 응축기 220: 제 2 재비기
- [124] 30: 제 3 증류 유닛 300: 제 2 증류탑
- [125] 310: 제 3 응축기 320: 제 3 재비기
- [126] 40: 상분리기 50: 반응기
- [127] 60: 중화 장치 70: 냉각 장치
- [128] F<sub>1</sub>: 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료
- [129] F<sub>1top</sub>: 제 1 탑정 흐름 F<sub>1btm</sub>: 제 1 탑저 흐름
- [130] F<sub>2</sub>: 제 2 증류탑으로 유입되는 흐름
- [131] F<sub>2top</sub>: 제 2 탑정 흐름 F<sub>2btm</sub>: 제 2 탑저 흐름
- [132] F<sub>3</sub>: 중화 장치에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료
- [133] F<sub>3top</sub>: 제 3 탑정 흐름 F<sub>3btm</sub>: 제 3 탑저 흐름
- [134] F<sub>org</sub>: 유기물질 함유 성분 F<sub>aqu</sub>: 물 함유 성분

### 발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [135] 이하 본 발명에 따르는 실시예 및 본 발명에 따르지 않는 비교예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명하나, 본 발명의 범위가 제시된 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

[136]

#### [137] 실시예 1

- [138] 도 8의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

- [139] 구체적으로는, 아세톤 55 wt%, 큐멘 22 wt%, 알파-메틸 스티렌 4 wt%, 메탄올 0.03 wt%, 및 고비점 성분 0.14 wt%을 포함하는 원료를 88°C의 온도 및 43,000 kg/hr의 유량으로 이론단수가 65 단인 제 1 증류탑으로 유입하였다.

- [140] 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 1 탑정 흐름은 제 1 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰다. 상기 제 1 탑정 흐름의 나머지 일부는 아세톤 99.8 wt%, 메탄올 0.02 wt%를 포함하는 제품으로 분리하여 저장하였으며, 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 1 탑저 흐름은 제 1 재비기를 거쳐 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역으로 환류시키고, 나머지 일부는 제 2 증류탑으로 유입하였다. 이 경우, 상기 제 1 증류탑 탑정 영역의 운전 압력을 -0.44 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하였고, 운전 온도는 40°C로 조절하였으며, 상기 제 1 증류탑 탑저 영역의 운전 압력을 -0.12 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하였고, 운전 온도는 89°C가 되도록 조절하였다.

- [141] 한편, 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 2 탑정 흐름은 제 2 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 54 wt%의 아세톤 및 2 wt%의 메탄올을 포함하는 제품으로 분리하였다. 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 2 탑저 흐름의 일부는 제 2

재비기를 거쳐 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 냉각 장치를 거쳐 냉각시킨 후에 상분리기로 유입하였다. 이 경우, 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역의 운전 압력은 5 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하였고, 운전 온도는 114.1°C가 되도록 조절하였으며, 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역의 운전 압력은 5.14 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하였고, 운전 온도는 136.5°C가 되도록 조절하였다. 한편, 상기 냉각 장치를 거쳐 냉각된 제 2 탑저 흐름은 52°C의 온도로 상분리기로 유입되었다.

- [142] 상분리기에서 83 wt%의 큐멘 및 17 wt%의 알파-메틸 스티렌을 포함하는 유기물질 함유 성분과 99 wt%의 물, 0.0002 wt%의 아세톤 및 0.0604 wt%의 메탄올을 포함하는 물 함유 성분을 분리 배출하였으며, 상기 물 함유 성분은 중화기로 유입하여 상기 중화기로 유입되는 큐멘 산화 반응기의 반응 생성물과 함께 제 3 증류탑으로 유입하였다.
- [143] 또한, 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 3 탑정 흐름은 제 3 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰고, 제 1 증류탑으로 유입하였다. 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 3 탑저 흐름의 일부는 제 3 재비기를 거쳐 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 순수한 페놀을 포함하는 제품으로 분리하였다. 이 경우, 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역의 운전 압력은 0.38 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하였고, 운전 온도는 120°C가 되도록 조절하였으며, 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역의 운전 압력은 0.82 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하였고, 운전 온도는 204°C가 되도록 조절하였다.
- [144] 한편, 상기 제 1 증류탑의 제 1 탑정 흐름의 일부는 상기 반응기로 순환시켰다.
- [145] 실시예 1의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 2 증류 컬럼의 운전 조건, 제 2 재비기에서 사용된 열량 및 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[146]

[147] 실시예 2

- [148] 상기 제 2 증류탑의 운전 조건을 하기 표 1과 같이 변경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법에 의하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

- [149] 실시예 2의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 1 및 제 2 재비기에서의 에너지 사용량, 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[150]

[151] 실시예 3

- [152] 도 9의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

- [153] 구체적으로는, 아세톤 55 wt%, 큐멘 22 wt%, 알파-메틸 스티렌 4wt%, 메탄올 0.03 wt%, 및 고비점 성분 0.14 wt%을 포함하는 원료를 88°C의 온도 및 43,000 kg/hr의 유량으로 이론단수가 65 단인 제 1 증류탑으로 유입하였다.

- [154] 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 1 탑정 흐름은 제 1 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰다. 상기 제 1 탑정

흐름의 나머지 일부는 아세톤 99.8 wt%, 메탄올 0.02 wt%를 포함하는 제품으로 분리하여 저장하였으며, 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 1 탑저 흐름은 제 1 재비기를 거쳐 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역으로 환류시키고, 나머지 일부는 상분리기로 유입하였다. 이 경우, 상기 제 1 증류탑 탑정 영역의 운전 압력을  $-0.44 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $40^\circ\text{C}$ 로 조절하였으며, 상기 제 1 증류탑 탑저 영역의 운전 압력을  $-0.12 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $89^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였다.

[155] 상분리기에서 82 wt%의 큐멘 및 17 wt%의 알파-메틸 스티렌을 포함하는 유기물질 함유 성분과 99 wt%의 물, 0.2 wt%의 아세톤 및 0.0643 wt%의 메탄올을 포함하는 물 함유 성분을 분리 배출하였으며, 상기 물 함유 성분은 제 2 증류탑으로 유입하였다.

[156] 한편, 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ )은 제 2 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 50 wt%의 아세톤 및 14 wt%의 메탄올을 포함하는 제품으로 분리하였다. 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 2 탑저 흐름의 일부는 제 2 재비기를 거쳐 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 중화기로 유입하여 상기 중화기로 유입되는 큐멘 산화 반응기의 반응 생성물과 함께 제 3 증류탑으로 유입하였다. 이 경우, 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역의 운전 압력은  $-0.4 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $47.9^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였으며, 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역의 운전 압력은  $-0.26 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $92.0^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였다.

[157] 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 3 탑정 흐름은 제 3 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰고, 제 1 증류탑으로 유입하였다. 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 3 탑저 흐름의 일부는 제 3 재비기를 거쳐 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 순수한 페놀을 포함하는 제품으로 분리하였다. 이 경우, 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역의 운전 압력은  $0.38 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $120^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였으며, 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역의 운전 압력은  $0.82 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $204^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였다.

[158] 한편, 상기 제 1 증류탑의 제 1 탑정 흐름의 일부는 상기 반응기로 순환시켰다.

[159] 실시예 3의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 2 증류 컬럼의 운전 조건, 제 2 재비기에서 사용된 열량 및 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[160]

[161] 실시예 4

[162] 도 10의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

[163] 구체적으로는, 아세톤 55 wt%, 큐멘 22 wt%, 알파-메틸 스티렌 4 wt%, 메탄올 0.03 wt%, 및 고비점 성분 0.14 wt%을 포함하는 원료를  $88^\circ\text{C}$ 의 온도 및 43,000

kg/hr의 유량으로 이론단수가 65 단인 제 1 증류탑으로 유입하였다.

- [164] 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 1 탑정 흐름은 제 1 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰다. 상기 제 1 탑정 흐름의 나머지 일부는 아세톤 99.8 wt%, 메탄올 0.02 wt%를 포함하는 제품으로 분리하여 저장하였으며, 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 1 탑저 흐름은 제 1 재비기를 거쳐 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역으로 환류시키고, 나머지 일부는 냉각 장치를 거쳐 냉각시킨 후에 상분리기로 유입하였다. 이 경우, 상기 제 1 증류탑 탑정 영역의 운전 압력을  $-0.44 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $40^\circ\text{C}$ 로 조절하였으며, 상기 제 1 증류탑 탑저 영역의 운전 압력을  $-0.12 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $89^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였다. 한편, 상기 냉각 장치를 거쳐 냉각된 제 1 탑저 흐름은  $52^\circ\text{C}$ 의 온도로 상분리기로 유입되었다.
- [165] 상분리기에서 82 wt%의 큐멘 및 17 wt%의 알파-메틸 스티렌을 포함하는 유기물질 함유 성분과 99 wt%의 물, 0.2 wt%의 아세톤 및 0.0672 wt%의 메탄올을 포함하는 물 함유 성분을 분리 배출하였으며, 상기 물 함유 성분은 제 2 증류탑으로 유입하였다.
- [166] 한편, 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 2 탑정 흐름( $F_{2\text{top}}$ )은 제 2 응축기를 거쳐서 일부는 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 42 wt%의 아세톤 및 11 wt%의 메탄올을 포함하는 제품으로 분리하였다. 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 2 탑저 흐름의 일부는 제 2 재비기를 거쳐 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 중화기로 유입하여 상기 중화기로 유입되는 큐멘 산화 반응기의 반응 생성물과 함께 제 3 증류탑으로 유입하였다. 이 경우, 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역의 운전 압력은  $-0.5 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $45.7^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였으며, 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역의 운전 압력은  $-0.36 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $88.3^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였다.
- [167] 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 배출되는 제 3 탑정 흐름은 제 3 응축기(310)를 거쳐서 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역으로 환류시켰고, 제 1 증류탑으로 유입하였다. 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 3 탑저 흐름의 일부는 제 3 재비기를 거쳐 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역으로 환류시켰고, 나머지 일부는 순수한 페놀을 포함하는 제품으로 분리하였다. 이 경우, 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역의 운전 압력은  $0.38 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $120^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였으며, 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역의 운전 압력은  $0.82 \text{ kgf/cm}^2\text{g}$ 로 조절하였고, 운전 온도는  $204^\circ\text{C}$ 가 되도록 조절하였다.
- [168] 한편, 상기 제 1 증류탑의 제 1 탑정 흐름의 일부는 상기 반응기로 순환시켰다.
- [169] 실시예 4의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 2 증류 컬럼의 운전 조건, 제 2 재비기에서 사용된 열량 및 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[170]

[171]     **비교예 1**

[172]     제 1 증류탑의 탑저 영역에서 배출되는 제 1 탑저 흐름의 나머지 일부를 제 2 증류탑을 경유하지 않고, 바로 상분리기로 유입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법에 의하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

[173]     비교예 1의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 2 증류 컬럼의 운전 조건, 제 2 재비기에서 사용된 열량 및 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[174]

[175]     **비교예 2**

[176]     상기 제 2 증류탑의 운전 조건을 하기 표 1과 같이 변경한 것을 제외하고는 실시예 3과 동일한 방법에 의하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

[177]     비교예 2의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 2 증류 컬럼의 운전 조건, 제 2 재비기에서 사용된 열량 및 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[178]

[179]     **비교예 3**

[180]     상기 제 2 증류탑의 운전 조건을 하기 표 1과 같이 변경한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법에 의하여 아세톤 및 메탄올을 분리하였다.

[181]     비교예 3의 증류 장치를 사용하여 아세톤 및 메탄올을 분리하는 경우의 제 2 증류 컬럼의 운전 조건, 제 2 재비기에서 사용된 열량 및 메탄올의 제거율을 하기 표 1에 나타내었다.

[182]

[183] [표1]

|                                             | 실시예 1 | 실시예 2 | 실시예 3 | 실시예 4 | 비교예 1 | 비교예 2 | 비교예 3 |
|---------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 메탄올 제거율                                     | 11%   | 80%   | 75%   | 76%   | -     | 60%   | 61%   |
| 제2재비기에서<br>사용된<br>열량(Gcal/hr)               | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | -     | 1.00  | 1.00  |
| 제 2 증류탑의<br>탑정<br>압력(kgf/cm <sup>2</sup> g) | 5.0   | -0.3  | -0.4  | -0.5  | -     | 5.0   | 1.0   |
| 제 2 증류탑의<br>탑정 온도(°C)                       | 114.1 | 46.1  | 47.9  | 45.7  | -     | 117.0 | 81.3  |
| 제 2 증류탑의<br>탑저<br>압력(kgf/cm <sup>2</sup> g) | 4.14  | -0.16 | -0.26 | -0.36 | -     | 5.14  | 1.14  |
| 제 2 증류탑의<br>탑저 온도(°C)                       | 136.5 | 72.2  | 92    | 88.3  | -     | 159.2 | 122.2 |

## 청구범위

- [청구항 1] 제 1 응축기, 제 1 재비기 및 제 1 증류탑을 포함하는 제 1 증류 유닛; 상분리기; 및 제 2 응축기, 제 2 재비기 및 상기 제 1 증류탑 및 상기 상분리기 사이에 위치하고 상기 제 1 증류탑 및 상분리기에 유체 연결되어 있는 제 2 증류탑을 포함하는 제 2 증류 유닛을 포함하고, 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료가 상기 제 1 증류탑으로 유입되고, 상기 제 1 증류탑으로 유입된 원료는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름 및 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름으로 각각 분리되어 유출되며, 상기 제 1 탑정 흐름은 상기 제 1 응축기로 유입되고, 상기 제 1 응축기를 통과한 제 1 탑정 흐름의 일부 또는 전부는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역으로 환류되며, 상기 제 1 탑저 흐름의 일부는 상기 제 1 재비기로 유입되고, 상기 제 1 재비기를 통과한 상기 제 1 탑저 흐름의 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역으로 환류되며, 상기 제 1 탑저 흐름의 나머지 일부는 상기 제 2 증류탑으로 유입되고, 상기 제 2 증류탑으로 유입된 흐름은 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름 및 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름으로 각각 분리되어 유출되며, 상기 제 2 탑정 흐름은 상기 제 2 응축기로 유입되고, 상기 제 2 응축기를 통과한 제 2 탑정 흐름의 일부 또는 전부는 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역으로 환류되며, 상기 제 2 탑저 흐름의 일부는 상기 제 2 재비기로 유입되고, 상기 제 2 재비기를 통과한 상기 제 2 탑저 흐름의 일부는 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역으로 환류되며, 상기 제 2 탑저 흐름의 나머지 일부는 상기 상분리기로 유입되고, 상기 상분리기로 유입된 흐름은 상기 상분리기에서 유기물질 함유 성분 및 물 함유 성분으로 분리되어 배출되며, 상기 제 1 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 1 탑저 흐름은 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 2 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 2 탑저 흐름은 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 1 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부인 증류 장치.
- [청구항 2] 제 1 항에 있어서, 제 2 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5

- 중량부인 증류 장치.
- [청구항 3] 제 1 항에 있어서, 제 2 증류탑과 상분리기 사이에 위치하는 냉각 장치를 추가로 포함하고,  
제 2 탑저 흐름의 나머지 일부는 상기 냉각 장치로 유입되어 냉각된 후에 상기 상분리기로 유입되는 증류 장치.
- [청구항 4] 제 1 항에 있어서, 상분리기로 유입되는 냉각된 제 2 탑저 흐름의 온도는 50 내지 90°C인 증류 장치.
- [청구항 5] 제 1 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑정 온도는 40 내지 120°C인 증류 장치.
- [청구항 6] 제 1 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑정 압력은 -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g인 증류 장치.
- [청구항 7] 제 1 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑저 온도는 70 내지 160°C인 증류 장치.
- [청구항 8] 제 1 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑저 압력은 -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g인 증류 장치.
- [청구항 9] 제 1 항에 있어서, 제 1 화합물은 아세톤인 증류 장치.
- [청구항 10] 제 1 항에 있어서, 제 2 화합물은 메탄올인 증류 장치.
- [청구항 11] 제 1 항에 있어서, 유기물질 함유 성분은 지방족 알데히드, 알파-메틸 스티렌, 물 및 큐멘으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함하는 증류 장치.
- [청구항 12] 제 1 항에 있어서, 물 함유 성분은 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 물을 포함하는 증류 장치.
- [청구항 13] 제 1 항에 있어서, 반응기; 중화 장치; 및 제 3 응축기, 제 3 재비기 및 제 3 증류탑을 포함하는 제 3 증류 유닛을 추가로 포함하고,  
상분리기에서 유출되는 물 함유 성분 및 상기 반응기에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료가 중화 장치로 유입되고, 상기 중화 장치에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료가 제 3 증류탑으로 유입되며,  
상기 제 3 증류탑으로 유입된 원료는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름 및 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름으로 각각 분리되어 유출되며,  
상기 제 3 탑정 흐름은 상기 제 3 응축기로 유입되고, 상기 제 3 응축기를 통과한 제 3 탑정 흐름의 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역으로 환류되며, 상기 제 3 탑저 흐름의 일부는 상기 제 3 재비기로 유입되고, 상기 제 3 재비기를 통과한 상기 제 3 탑저 흐름의 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역으로 환류되며,  
상기 제 3 탑정 흐름의 나머지 일부는 제 1 증류탑으로 유입되고,  
제 1 탑정 흐름의 일부는 상기 반응기로 유입되는 증류 장치.
- [청구항 14] 제 1 응축기, 제 1 재비기 및 제 1 증류탑을 포함하는 제 1 증류 유닛; 상분리기; 및 제 2 응축기, 제 2 재비기 및 상기 상분리기 후단에 위치하고

상기 상분리기에 유체 연결되어 있는 제 2 증류탑을 포함하는 제 2 증류 유닛을 포함하고,  
 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료가 상기 제 1 증류탑으로 유입되고, 상기 제 1 증류탑으로 유입된 원료는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름 및 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름으로 각각 분리되어 유출되며,  
 상기 제 1 탑정 흐름은 상기 제 1 응축기로 유입되고, 상기 제 1 응축기를 통과한 제 1 탑정 흐름의 일부 또는 전부는 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역으로 환류되며, 상기 제 1 탑저 흐름의 일부는 상기 제 1 재비기로 유입되고, 상기 제 1 재비기를 통과한 상기 제 1 탑저 흐름의 일부는 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역으로 환류되며,  
 상기 제 1 탑저 흐름의 나머지 일부는 상기 상분리기로 유입되고, 상기 상분리기로 유입된 흐름은 상기 상분리기에서 유기물질 함유 성분 및 물 함유 성분으로 분리되어 배출되며,  
 상기 물 함유 성분은 상기 제 2 증류탑으로 유입되고, 상기 제 2 증류탑으로 유입된 흐름은 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름 및 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름으로 각각 분리되어 유출되며,  
 상기 제 2 탑정 흐름은 상기 제 2 응축기로 유입되고, 상기 제 2 응축기를 통과한 제 2 탑정 흐름의 일부 또는 전부는 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역으로 환류되며, 상기 제 2 탑저 흐름의 일부는 상기 제 2 재비기로 유입되고, 상기 제 2 재비기를 통과한 상기 제 2 탑저 흐름의 일부는 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역으로 환류되며,  
 상기 제 1 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 1 탑저 흐름은 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며,  
 상기 제 2 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 2 탑저 흐름은 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며,  
 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역의 온도는 40 내지 80°C이고, 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역의 온도는 80 내지 120°C이며,  
 상기 제 1 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부인 증류 장치.

[청구항 15] 제 14 항에 있어서, 제 2 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부인 증류 장치.

[청구항 16] 제 14 항에 있어서, 제 1 증류탑과 상분리기 사이에 위치하는 냉각 장치를

추가로 포함하고,

제 1 탑저 흐름의 나머지 일부는 상기 냉각 장치로 유입되어 냉각된 후에 상기 상분리기로 유입되는 증류 장치.

[청구항 17] 제 14 항에 있어서, 상분리기로 유입되는 냉각된 제 1 탑저 흐름의 온도는 50 내지 90°C인 증류 장치.

[청구항 18] 제 14 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑정 압력은 -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g인 증류 장치.

[청구항 19] 제 14 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑저 압력은 -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g인 증류 장치.

[청구항 20] 제 14 항에 있어서, 제 1 화합물은 아세톤인 증류 장치.

[청구항 21] 제 14 항에 있어서, 제 2 화합물은 메탄올인 증류 장치.

[청구항 22] 제 14 항에 있어서, 유기물질 함유 성분은 지방족 알데히드, 알파-메틸 스티렌 및 큐멘으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 포함하는 증류 장치.

[청구항 23] 제 14 항에 있어서, 물 함유 성분은 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 물을 포함하는 증류 장치.

[청구항 24] 제 14 항에 있어서, 반응기; 중화 장치; 및 제 3 응축기, 제 3 재비기 및 제 3 증류탑을 포함하는 제 3 증류 유닛을 추가로 포함하고,

제 2 탑저 흐름의 나머지 일부 및 상기 반응기에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료가 중화 장치로 유입되고, 상기 중화 장치에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료가 제 3 증류탑으로 유입되며,

상기 제 3 증류탑으로 유입된 원료는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름 및 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름으로 각각 분리되어 유출되며,

상기 제 3 탑정 흐름은 상기 제 3 응축기로 유입되고, 상기 제 3 응축기를 통과한 제 3 탑정 흐름의 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역으로 환류되며, 상기 제 3 탑저 흐름의 일부는 상기 제 3 재비기로 유입되고, 상기 제 3 재비기를 통과한 상기 제 3 탑저 흐름의 일부는 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역으로 환류되며,

상기 제 3 탑정 흐름의 나머지 일부는 제 1 증류탑으로 유입되고,

제 1 탑정 흐름의 일부는 상기 반응기로 유입되는 증류 장치.

[청구항 25] 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료를 상기 제 1 증류탑으로 유입하고, 상기 제 1 증류탑으로 유입된 원료를 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름 및 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름으로 각각 분리하여 유출하는 제 1 증류 단계;

상기 제 1 탑저 흐름의 일부를 제 2 증류탑으로 유입하고, 상기 제 2

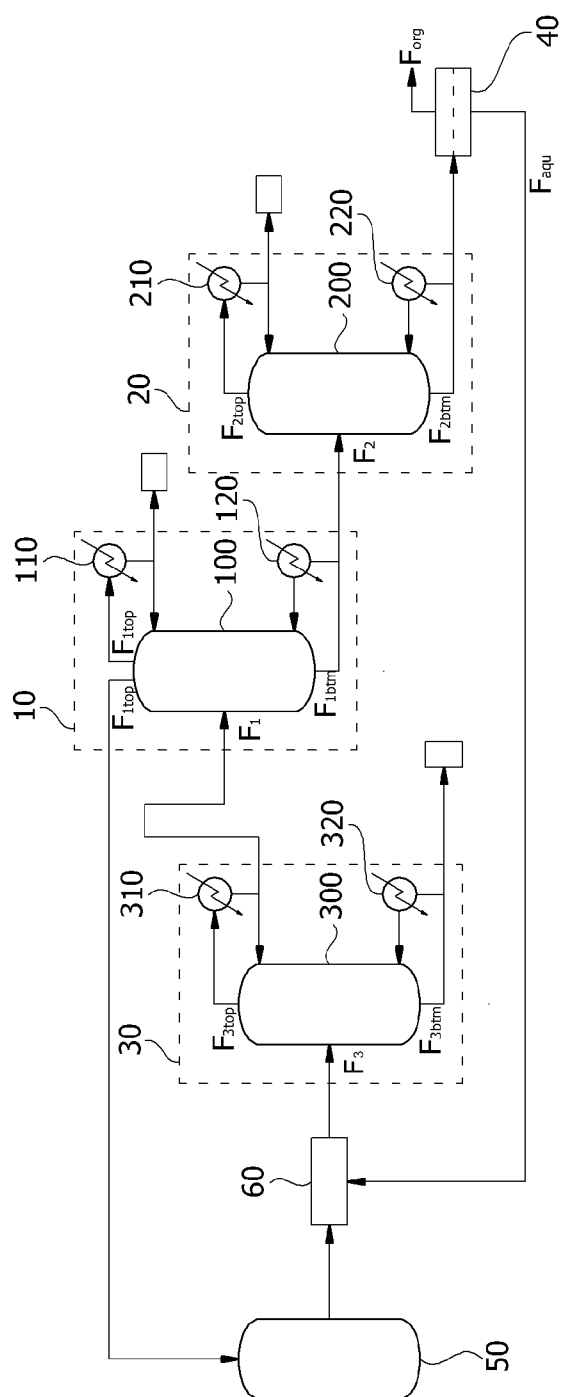
증류탑으로 유입된 흐름을 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름 및 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름으로 각각 분리하여 유출하는 제 2 증류 단계; 및  
 상기 제 2 탑저 흐름의 일부를 상분리기로 유입하고, 상기 상분리기로 유입된 흐름을 유기물질 함유 성분 및 물 함유 성분으로 각각 분리하여 배출하는 상분리 단계를 포함하고,  
 상기 제 1 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 1 탑저 흐름은 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 2 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 2 탑저 흐름은 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며,  
 상기 제 1 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부인 증류 방법.

- [청구항 26] 제 25 항에 있어서, 제 2 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부인 증류 방법.
- [청구항 27] 제 25 항에 있어서, 제 2 탑저 흐름의 일부를 상분리기로 유입하기 전에 냉각시키는 냉각 단계를 추가로 포함하는 증류 방법.
- [청구항 28] 제 25 항에 있어서, 냉각 단계에서 냉각된 제 2 탑저 흐름의 온도는 50 내지 90°C인 증류 방법.
- [청구항 29] 제 25 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑정 온도를 40 내지 120°C로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 30] 제 25 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑정 압력을 -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 31] 제 25 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑저 온도를 70 내지 160°C로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 32] 제 25 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑저 압력을 -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>g로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 33] 제 25 항에 있어서, 제 1 화합물은 아세톤인 증류 방법.
- [청구항 34] 제 25 항에 있어서, 제 2 화합물은 메탄올인 증류 방법.
- [청구항 35] 제 25 항에 있어서, 상분리기에서 유출되는 물 함유 성분 및 반응기에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료를 중화 장치로 유입하여 중화시키는 중화 단계; 및  
 상기 중화 장치에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료를 제 3 증류탑으로 유입하고, 상기 제 3 증류탑으로 유입된 원료를 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름 및 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름으로 각각 분리하여

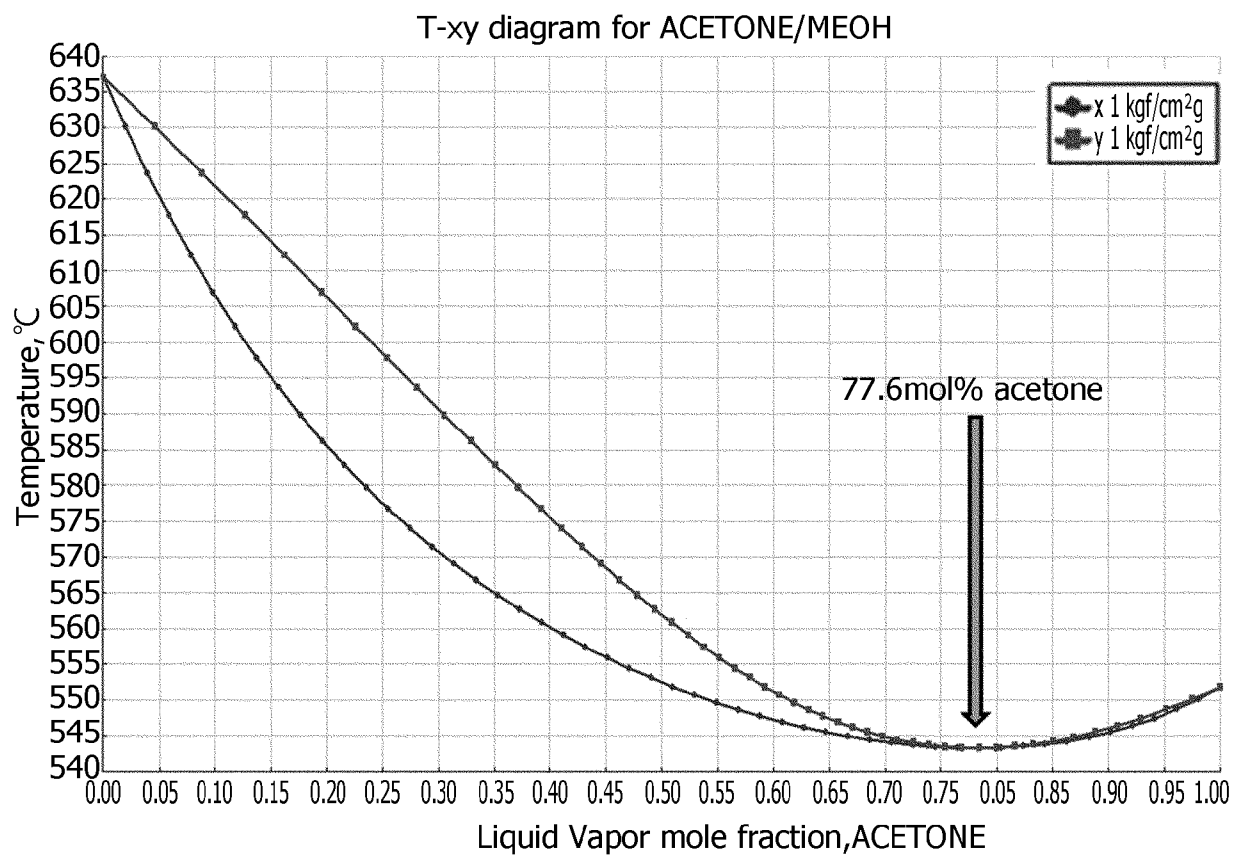
- 유출하는 제 3 증류 단계를 추가로 포함하고,  
 상기 제 3 탑정 흐름의 일부를 제 1 증류탑으로 유입하고, 제 1 탑정 흐름의 일부를 상기 반응기로 유입하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 36] 제 1 화합물, 상기 제 1 화합물과 공비 혼합물을 형성할 수 있는 제 2 화합물 및 물을 포함하는 원료를 제 1 증류탑으로 유입하고, 상기 제 1 증류탑으로 유입된 원료를 상기 제 1 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 1 탑정 흐름 및 상기 제 1 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 1 탑저 흐름으로 각각 분리하여 유출하는 제 1 증류 단계;  
 상기 제 1 탑저 흐름의 일부를 상기 상분리기로 유입하고, 상기 상분리기로 유입된 흐름을 유기물질 함유 성분 및 물 함유 성분으로 각각 분리하여 배출하는 상분리 단계; 및  
 상기 물 함유 성분을 제 2 증류탑으로 유입하고, 상기 제 2 증류탑으로 유입된 흐름을 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 2 탑정 흐름 및 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 2 탑저 흐름으로 각각 분리하여 유출하는 제 2 증류 단계를 포함하고,  
 상기 제 2 증류탑의 탑정 영역의 온도를 40 내지 80°C로 조절하고, 상기 제 2 증류탑의 탑저 영역의 온도는 80 내지 120°C로 조절하는 것을 포함하며,  
 상기 제 1 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 1 탑저 흐름은 상기 제 1 화합물, 제 2 화합물 및 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며, 상기 제 2 탑정 흐름은 상기 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하고, 상기 제 2 탑저 흐름은 상기 제 2 화합물보다 비점이 높은 물질을 포함하며,  
 상기 제 1 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 1 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.002 내지 0.1 중량부인 증류 방법.
- [청구항 37] 제 36 항에 있어서, 제 2 탑정 흐름 내의 상기 제 2 화합물의 함량은 상기 제 2 탑정 흐름에 포함되는 전체 성분 100 중량부에 대하여 0.01 내지 0.5 중량부인 증류 방법.
- [청구항 38] 제 36 항 또는 제 37 항에 있어서, 제 1 탑저 흐름의 일부를 상분리기로 유입하기 전에 냉각하는 냉각 단계를 추가로 포함하는 증류 방법.
- [청구항 39] 제 36 항에 있어서, 상분리기로 유입되는 냉각된 제 1 탑저 흐름의 온도를 50 내지 90°C로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 40] 제 36 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑정 압력을 -0.6 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 41] 제 36 항에 있어서, 제 2 증류탑의 탑저 압력은 -0.4 내지 5.5 kgf/cm<sup>2</sup>로 조절하는 것을 포함하는 증류 방법.
- [청구항 42] 제 36 항에 있어서, 제 1 화합물은 아세톤인 증류 방법.
- [청구항 43] 제 36 항에 있어서, 제 2 화합물은 메탄올인 증류 방법.

- [청구항 44] 제 36 항에 있어서, 제 2 탑저 흐름의 일부 및 반응기에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료가 중화 장치로 유입하여 중화시키는 중화 단계; 및
- 상기 중화 장치에서 유출되는 제 1 화합물 및 제 2 화합물을 포함하는 원료를 제 3 증류탑으로 유입하고, 상기 제 3 증류탑으로 유입된 원료를 상기 제 3 증류탑의 탑정 영역에서 유출되는 제 3 탑정 흐름 및 상기 제 3 증류탑의 탑저 영역에서 유출되는 제 3 탑저 흐름으로 각각 분리하여 유출하는 제 3 증류 단계를 추가로 포함하고,
- 상기 제 3 탑정 흐름의 일부는 제 1 증류탑으로 유입되고, 제 1 탑정 흐름의 일부는 상기 반응기로 유입하는 것을 포함하는 증류 방법.

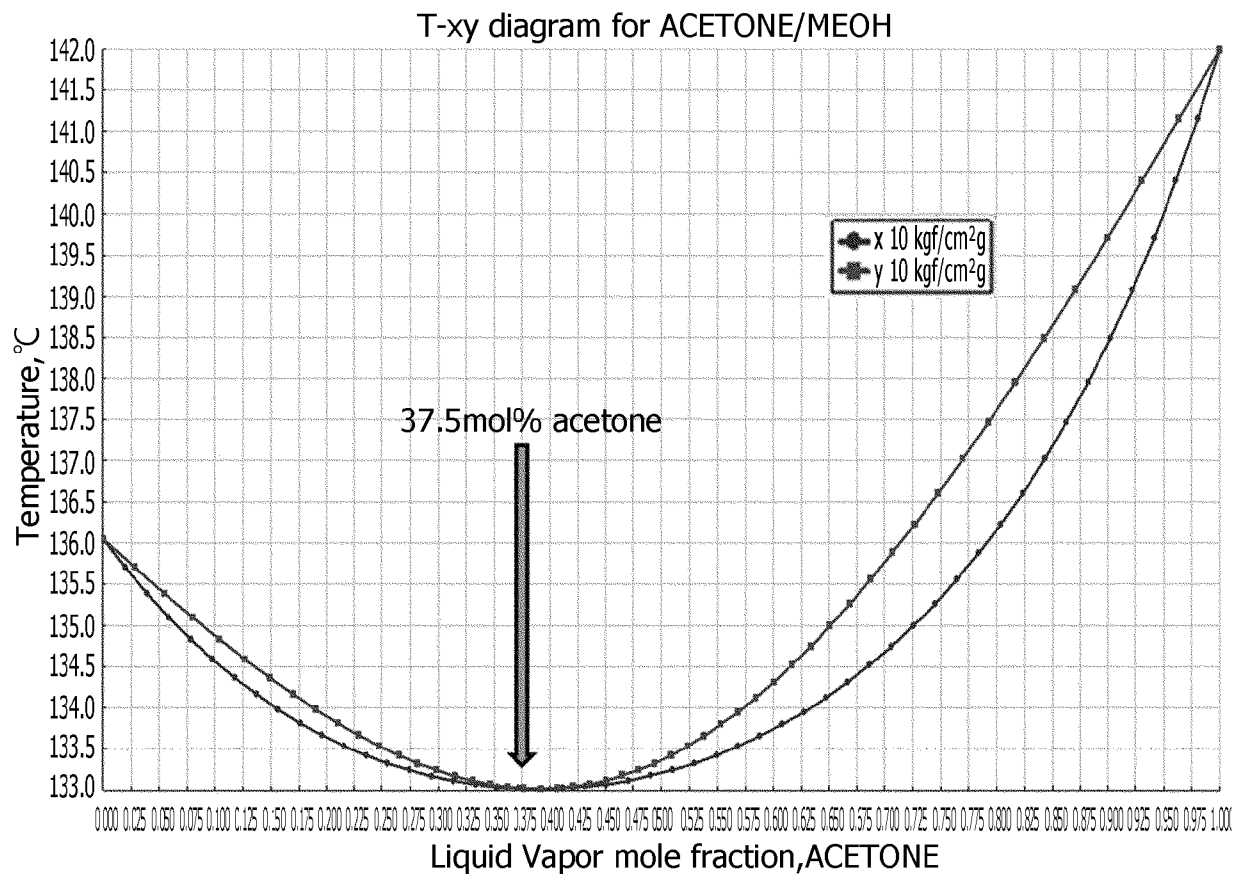
[51]



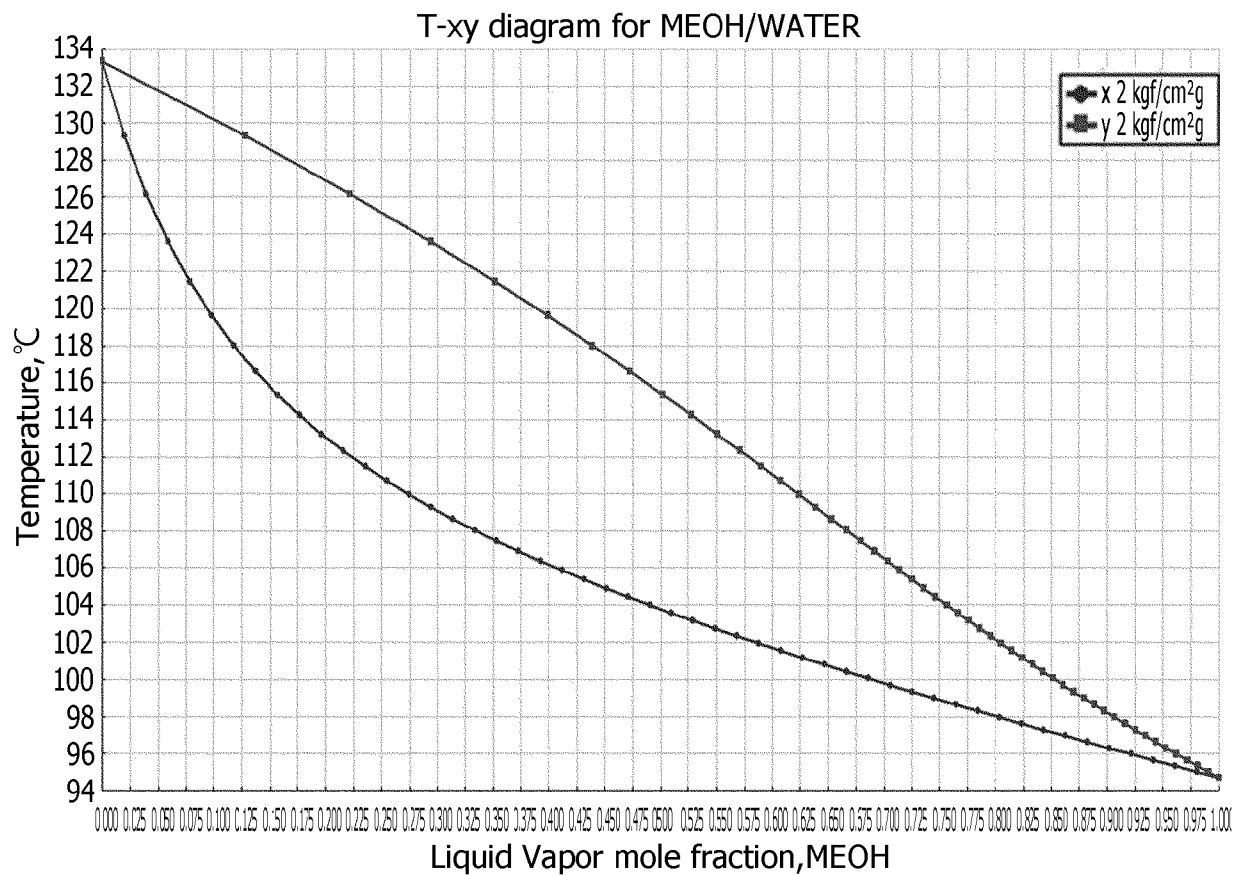
[도2]



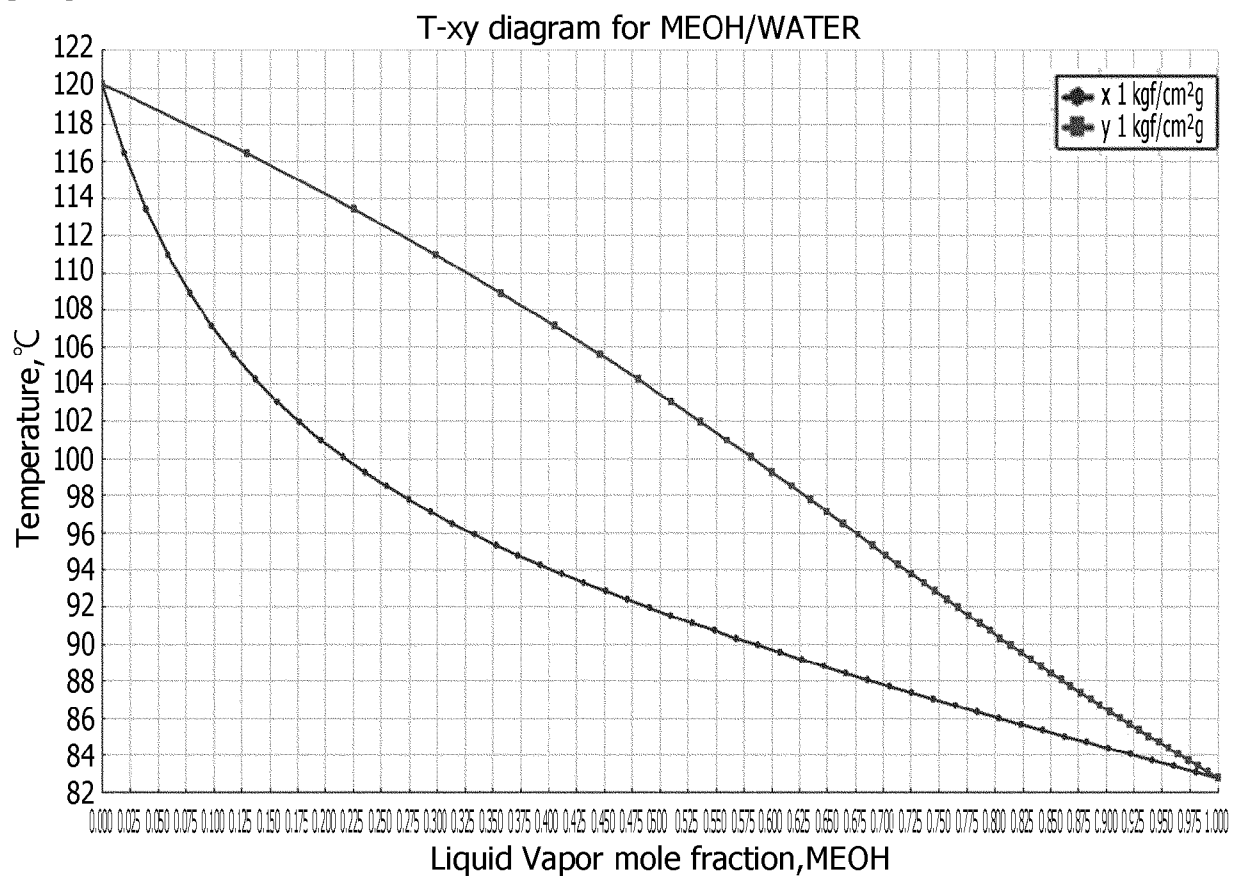
[도3]



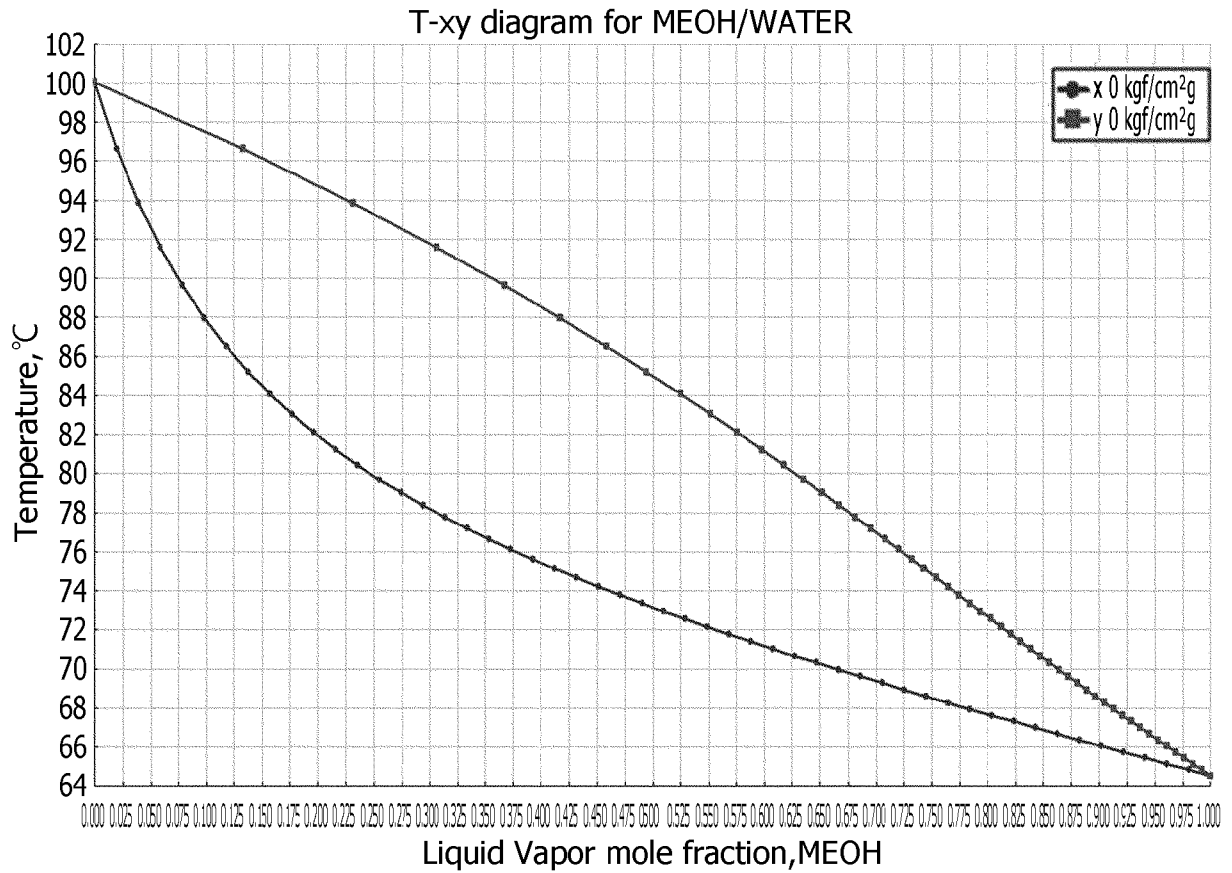
[도4]



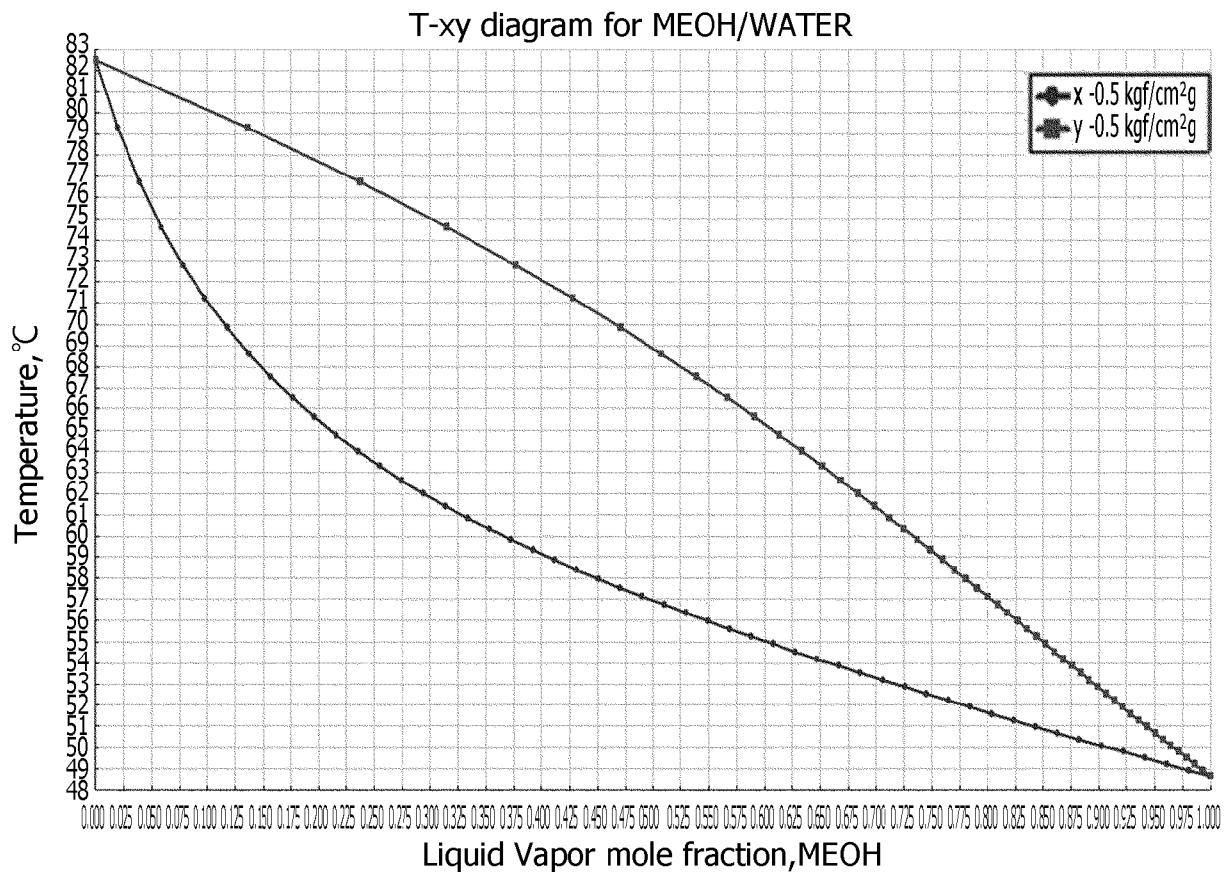
[도5]



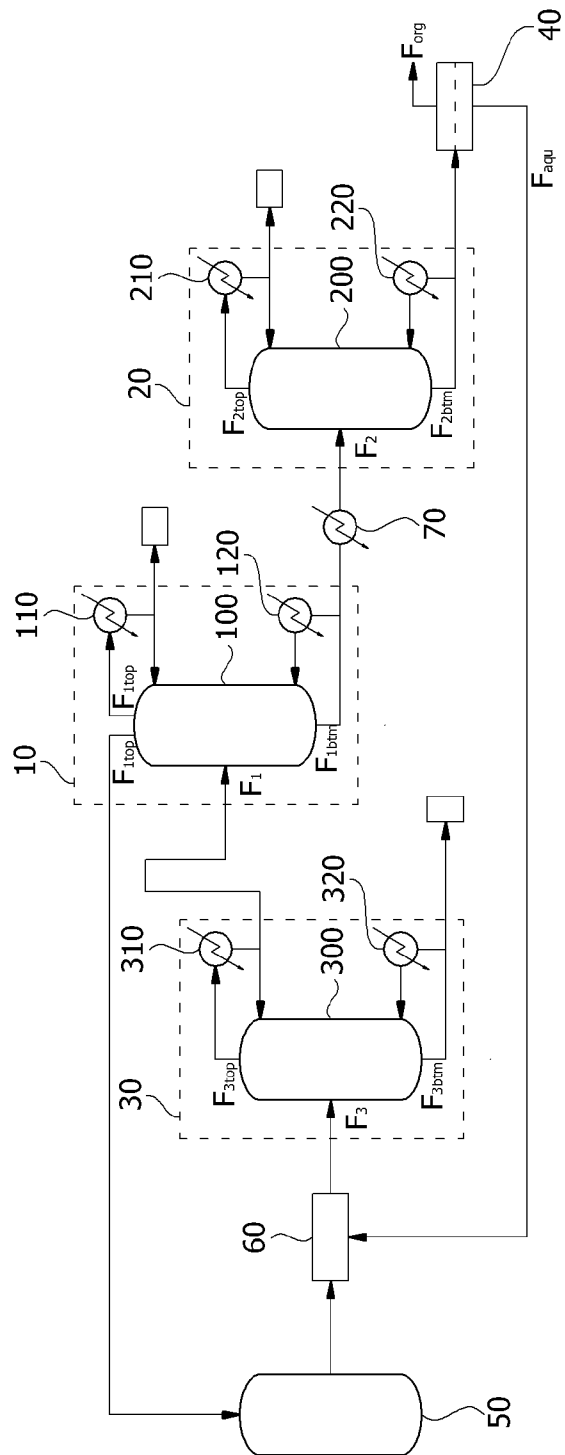
[도6]



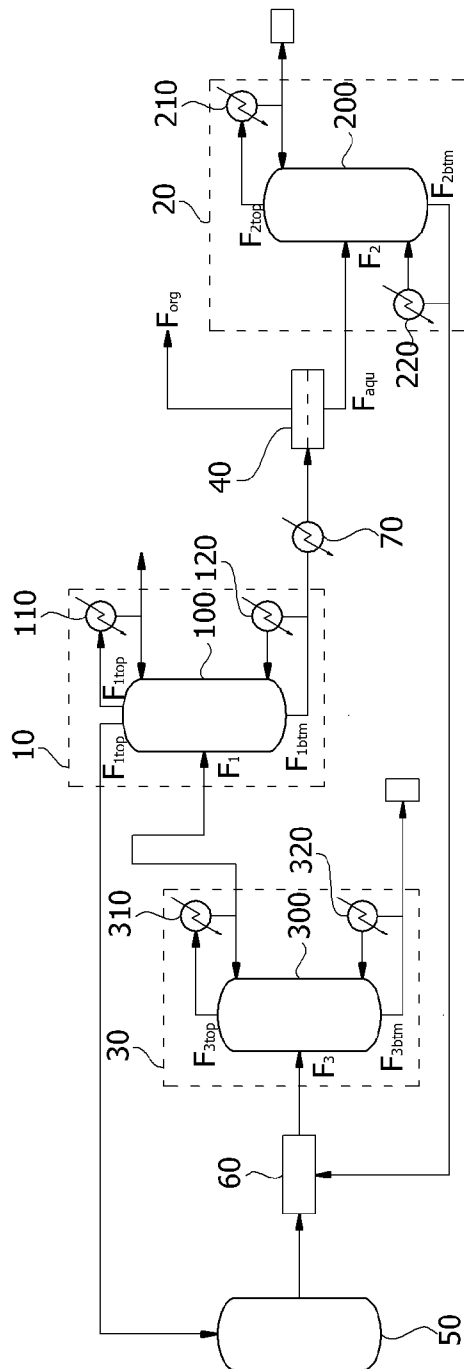
[도7]



[도8]



[59]





## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/KR2016/007106****A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****C07C 37/74(2006.01)i, B01D 3/32(2006.01)i, C07C 39/04(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C 37/74; C07C 49/08; C07C 29/76; B01D 3/32; C07C 45/82; C07C 7/04; C07C 409/10; C07C 407/00; C07C 31/04; C07C 39/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) &amp; Keywords: distillation device, phase separator, condenser, reboiler, azeotropic mixture, column top flow, column bottom flow, methanol, acetone

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                     | Relevant to claim No. |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| X         | KR 10-2013-0019667 A (LG CHEM, LTD.) 27 February 2013<br>See paragraphs [0020]-[0026], [0042]-[0043]; and figure 1.    | 1-44                  |
| A         | KR 10-2007-0094923 A (DEGUSSA GMBH. et al.) 27 September 2007<br>See paragraphs [22]-[28]; and figure 1.               | 1-44                  |
| A         | KR 10-2008-0056006 A (SUNOCO, INC. (R&M)) 19 June 2008<br>See paragraph [17]; and figure 1.                            | 1-44                  |
| A         | KR 10-2015-0026127 A (LG CHEM, LTD.) 11 March 2015<br>See paragraphs [0016]-[0021]; and figure 1.                      | 1-44                  |
| A         | KR 10-0342737 B1 (OSAKA ORGANIC CHEMICAL INDUSTRY LTD. et al. )<br>11 December 2002<br>See examples 1-2; and figure 1. | 1-44                  |



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&amp;” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

09 NOVEMBER 2016 (09.11.2016)

Date of mailing of the international search report

**10 NOVEMBER 2016 (10.11.2016)**

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office  
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,  
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.

**PCT/KR2016/007106**

| Patent document<br>cited in search report | Publication<br>date | Patent family<br>member | Publication<br>date |
|-------------------------------------------|---------------------|-------------------------|---------------------|
| KR 10-2013-0019667 A                      | 27/02/2013          | KR 10-1431121 B1        | 18/08/2014          |
| KR 10-2007-0094923 A                      | 27/09/2007          | CA 2590872 A1           | 29/06/2006          |
|                                           |                     | CA 2590872 C            | 11/05/2010          |
|                                           |                     | CN 101084176 A          | 05/12/2007          |
|                                           |                     | CN 101084176 B          | 05/12/2012          |
|                                           |                     | EP 1828088 A1           | 05/09/2007          |
|                                           |                     | EP 1828088 B1           | 27/02/2008          |
|                                           |                     | JP 2008-524271 A        | 10/07/2008          |
|                                           |                     | JP 4575459 B2           | 04/11/2010          |
|                                           |                     | US 2006-0135826 A1      | 22/06/2006          |
|                                           |                     | US 7157610 B2           | 02/01/2007          |
|                                           |                     | WO 2006-066673 A1       | 29/06/2006          |
| KR 10-2008-0056006 A                      | 19/06/2008          | EP 1948595 A1           | 30/07/2008          |
|                                           |                     | JP 2009-515967 A        | 16/04/2009          |
|                                           |                     | US 7186866 B1           | 06/03/2007          |
|                                           |                     | WO 2007-058962 A1       | 24/05/2007          |
| KR 10-2015-0026127 A                      | 11/03/2015          | KR 10-1632772 B1        | 22/06/2016          |
| KR 10-0342737 B1                          | 11/12/2002          | KR 10-1996-0037630 A    | 19/11/1996          |

**A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))**

C07C 37/74(2006.01)i, B01D 3/32(2006.01)i, C07C 39/04(2006.01)i

**B. 조사된 분야**

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C07C 37/74; C07C 49/08; C07C 29/76; B01D 3/32; C07C 45/82; C07C 7/04; C07C 409/10; C07C 407/00; C07C 31/04; C07C 39/04

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC  
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 증류장치, 상분리기, 응축기, 재비기, 공비혼합물, 탐정흐름, 탐저흐름, 메탄올, 아세톤

**C. 관련 문헌**

| 카테고리* | 인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재                                                                 | 관련 청구항 |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| X     | KR 10-2013-0019667 A (주식회사 엘지화학) 2013.02.27<br>단락 [0020]-[0026], [0042]-[0043]; 및 도면 1 참조. | 1-44   |
| A     | KR 10-2007-0094923 A (대구사 게엠베하 등) 2007.09.27<br>단락 [22]-[28]; 및 도면 1 참조.                   | 1-44   |
| A     | KR 10-2008-0056006 A (수노코, 인코포레이티드(알앤드엠)) 2008.06.19<br>단락 [17]; 및 도면 1 참조.                | 1-44   |
| A     | KR 10-2015-0026127 A (주식회사 엘지화학) 2015.03.11<br>단락 [0016]-[0021]; 및 도면 1 참조.                | 1-44   |
| A     | KR 10-0342737 B1 (오오사까유끼가가꾸고오교오가부시끼가이샤 등) 2002.12.11<br>실시에 1-2; 및 도면 1 참조.                | 1-44   |

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

\* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2016년 11월 09일 (09.11.2016)

국제조사보고서 발송일

2016년 11월 10일 (10.11.2016)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

대한민국 특허청  
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,  
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관

이은규

전화번호 +82-42-481-3580



| 국제조사보고서에서<br>인용된 특허문헌 | 공개일        | 대응특허문헌               | 공개일        |
|-----------------------|------------|----------------------|------------|
| KR 10-2013-0019667 A  | 2013/02/27 | KR 10-1431121 B1     | 2014/08/18 |
| KR 10-2007-0094923 A  | 2007/09/27 | CA 2590872 A1        | 2006/06/29 |
|                       |            | CA 2590872 C         | 2010/05/11 |
|                       |            | CN 101084176 A       | 2007/12/05 |
|                       |            | CN 101084176 B       | 2012/12/05 |
|                       |            | EP 1828088 A1        | 2007/09/05 |
|                       |            | EP 1828088 B1        | 2008/02/27 |
|                       |            | JP 2008-524271 A     | 2008/07/10 |
|                       |            | JP 4575459 B2        | 2010/11/04 |
|                       |            | US 2006-0135826 A1   | 2006/06/22 |
|                       |            | US 7157610 B2        | 2007/01/02 |
|                       |            | WO 2006-066673 A1    | 2006/06/29 |
| KR 10-2008-0056006 A  | 2008/06/19 | EP 1948595 A1        | 2008/07/30 |
|                       |            | JP 2009-515967 A     | 2009/04/16 |
|                       |            | US 7186866 B1        | 2007/03/06 |
|                       |            | WO 2007-058962 A1    | 2007/05/24 |
| KR 10-2015-0026127 A  | 2015/03/11 | KR 10-1632772 B1     | 2016/06/22 |
| KR 10-0342737 B1      | 2002/12/11 | KR 10-1996-0037630 A | 1996/11/19 |