



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0000794  
(43) 공개일자 2013년01월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B01D 3/10 (2006.01) B01D 5/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2011-0061537

(22) 출원일자 2011년06월24일

심사청구일자 2011년06월24일

(71) 출원인

경상대학교산학협력단

경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)

(주)에이치케이바이오텍

경상남도 진주시 문산읍 월아산로950번길 6

(72) 발명자

서양곤

경상남도 진주시 평거동 401 벽산동신아파트  
102-101호

김창우

경상남도 창원시 마산회원구 합성동11길 33-1 (합성동)

하영래

경상남도 진주시 강남로 45, 105동 1602호 (주약동, 금호석류마을)

(74) 대리인

김중관, 권오식, 박창희

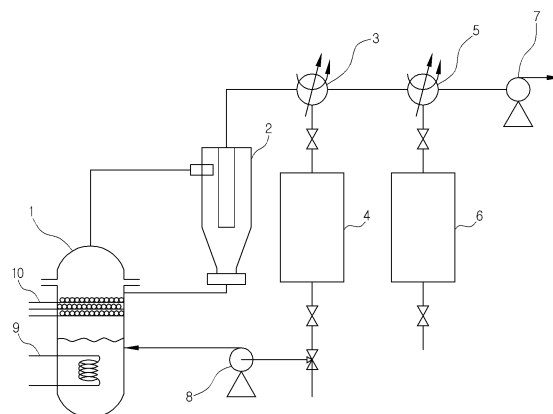
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 감압 회분증류를 이용하여 유기물질로부터 불순물을 제거하는 방법 및 장치

(57) 요약

유기물에 포함되어 있는 소량의 불순물을 감압 하에서 회분증류하면서 반응 및/또는 흡착시켜 불순물을 제거하는 방법 및 장치가 개시되어 있다. 본 발명에 따른 감압회분증류장치는 증류기, 상기 증류기의 하부에 설치되어 액체를 가열하기 위한 액체 가열부 및 상기 증류기의 상부에 설치되어 증기를 가열하기 위한 증기 가열부로서 촉매 및/또는 흡착제가 충전되어 있는 그물망 구조의 증기 가열부; 및 상기 그물망 구조의 증기 가열부를 경유하여 동반비말하는 액체, 촉매 및/또는 흡착제 분말을 증기로부터 회수하여 증류기로 환류시키기 위한 기액고 분리기(gas-liquid-solid separator)를 포함한다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

|        |                         |
|--------|-------------------------|
| 과제고유번호 | 1425065527/공동기술-2011-41 |
| 부처명    | 중소기업청                   |
| 연구사업명  | 산학연공동기술개발               |
| 연구과제명  | CLA 탈색에 의한 부가가치 창출      |
| 주관기관   | 경상대학교산학협력단              |
| 연구기간   | 2010.06.01 ~ 2011.05.31 |

---

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

증류기(1), 상기 증류기(1)의 하부에 설치되어 액체를 가열하기 위한 액체 가열부(9) 및 상기 증류기(1)의 상부에 설치되어 증기를 가열하기 위한 증기 가열부(10)로서 촉매, 흡착제 또는 이들의 혼합물이 충전되어 있는 그물망 구조의 증기 가열부(10); 및

상기 증기 가열부(10)를 경유하여 동반비말하는 액체, 촉매, 흡착제 분말 또는 이들의 2종 이상의 혼합물을 증기로부터 회수하여 증류기로 환류시키기 위한 기액고 분리기(2, gas-liquid-solid separator)를 포함하는 감압 회분증류장치.

### 청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 기액고 분리기(2)로부터의 증기를 응축하여 회수하기 위한 제 1 응축기(3)와 제 1 회수기(4); 및 상기 증류기(1)를 감압시키기 위한 진공펌프(7)를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 감압회분증류장치.

### 청구항 3

제 2항에 있어서, 상기 제 1 회수기(4)로부터의 회수물을 상기 증류기(1)로 강제식으로 순환시키기 위한 펌프(8)를 포함하는 것을 특징으로 하는 감압회분증류장치.

### 청구항 4

제 2항에 있어서, 제 1 응축기(3)로부터의 잉여 증기를 응축하여 회수하기 위한 제 2 응축기(5)와 제 2 회수기(6)를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 감압회분증류장치.

### 청구항 5

제 1항 내지 제 4항 중의 어느 한 항에 있어서, 상기 촉매는 실리카겔에 팔라듐이 담지된 촉매인 것을 특징으로 하는 감압회분증류장치.

## 명세서

### 기술분야

[0001] 본 발명은 감압 회분증류에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 유기물에 포함되어 있는 소량의 불순물을 감압 하에서 회분증류하면서 반응 및/또는 흡착시켜 불순물을 제거하는 방법 및 장치에 관한 것이다.

### 배경기술

[0002] 비교적 휘발성이 큰 성분이 포함되어 있는 혼합 액체 용액에 열을 가하면 증기가 발생하게 되는데, 이때 발생한 증기의 조성은 원액의 조성과는 상이하며, 증기 중에는 휘발하기 쉬운 성분이 보다 많이 함유되어 있다. 이를 이용하여 혼합물을 각 성분으로 분리하는 조작을 증류(distillation)라고 한다. 증류는 필요에 따라서 분별증류(fractional distillation)로 알려져 있는 연속식 방식 또는 회분 증류(batch distillation)인 회분식 방식의 조작이 가능하다. 장치의 용량이 작아 현실적인 속도로 연속적인 운전이 어려운 경우, 상위 공정 조작이 회분식인 경우 그리고 계절적인 요인에 의해 한 공정에서 서로 다른 조성의 물질을 생산하기 위해 다른 공급원료를 사용하는 경우 회분증류는 연속 증류에 비해 이점이 있다. 일반적으로 규모가 작은 공장에서는 휘발성 제품은 혼합 액체 용액으로부터 회분증류에 의해서 회수한다. 즉, 혼합 액체를 증류기 또는 재비기(reboiler)에 넣고 코일에 의하거나 용기 벽을 통하여 열을 공급하여 액체가 끓는 점에 이르도록 하여 그 중 일부를 기화시킨다. 이 간단한 조작법에서 증류기에서 증기가 발생하고, 응축기로 이동하여 응축되어 정제된 액체가 얻어진다. 증류기를 나가는 증기는 언제나 증류기에 남아 있는 액체와 평형을 이루지만, 증기에 휘발성이 큰 물질이 더 많기 때문에 시간에 따라서 액체와 증기의 조성이 일정하지 않게 된다. 이러한 이유로 간단한 증류기만 있는 회분 증류기로는 상대 휘발도가 아주 크지 않는 한 만족할 만한 분리 정도를 달성할 수 없게 된다. 따라서, 많은 경우 회분 증류기의 성능을 개선하기 위해서 환류가 있는 증류탑을 사용한다. 탑이 너무 크지 않

다면 증류탑은 증류기 위에 세우며, 그렇지 않은 경우에는 관을 연결하여 증기와 액체 흐름을 연결하여 독립적으로 세울 수 있다.

- [0003] 그런데 상압에서는 비교적 비점이 높고 그 온도에서 분해하기 쉬운 물질인 유기물이든가 또는 비휘발성 불순물로부터 고비점 휘발성 물질을 분리해 낼 때 감압증류를 사용한다. 그러나 회분증류를 위해 감압을 수행하는 경우, 특히, 고진공 하에서 수행하는 경우에는 증류기 내부의 원하지 않는 성분들이 포함된 일부 액체가 증기와 동반비말이 형성되고/거나 증류 초기에 순도가 낮은 제품이 생성되고/거나 일부 불순물은 얻고자 하는 유기물과 비점이 비슷하여 회분증류로 정제가 불가능하는 등의 문제가 있다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

- [0004] 본 발명은 종래기술의 문제점을 해결하기 위해 안출된 것으로, 본 발명의 목적은 회분증류를 수행하는 중에 동반비말하는 원하지 않는 성분들이 포함된 액체의 발생을 최소한으로 억제하거나 응축기로 이동하는 증기 중에서 제거하고, 증류 초기의 낮은 순도의 제품을 증류기로 환류시켜서 최종적으로 안정되고 적절한 순도를 가지는 제품을 얻고자 하는 데에 있다.
- [0005] 본 발명의 다른 목적은 감압 회분증류만으로는 제거가 어려운 유기물 중에 존재하는 비점이 비슷한 소량의 불순물을 감압 회분증류기 내에서 촉매를 이용하여 반응시켜 비점이 다른 성분으로 전환하여 제거하거나 또는 흡착제를 이용하여 흡착시켜 제거하는 방법을 동시에 제공하는 데에 있다.

### 과제의 해결 수단

- [0006] 상기 및 그 밖의 목적을 달성하기 위해, 본 발명은,
- [0007] 증류기, 상기 증류기의 하부에 설치되어 액체를 가열하기 위한 액체 가열부 및 상기 증류기의 상부에 설치되어 증기를 가열하기 위한 증기 가열부로서 촉매 및/또는 흡착제가 충전되어 있는 그물망 구조의 증기 가열부; 및
- [0008] 상기 그물망 구조의 증기 가열부를 경유하여 동반비말하는 액체, 촉매 및/또는 흡착제 분말을 증기로부터 회수하여 증류기로 환류시키기 위한 기액고 분리기(gas-liquid-solid separator)를 포함하는 감압회분증류장치를 제공한다.
- [0009] 본 발명의 바람직한 구체예에 있어, 상기 기액고 분리기로부터의 증기를 응축하여 회수하기 위한 제 1 응축기와 제 1 회수기; 및 상기 증류기를 감압시키기 위한 진공펌프를 더 포함한다.
- [0010] 본 발명의 보다 바람직한 구체예에 있어, 상기 제 1 회수기로부터의 회수물을 상기 증류기로 강제식으로 순환시키기 위한 펌프를 포함한다.
- [0011] 본 발명의 더욱 더 바람직한 구체예에 있어, 제 1 응축기로부터의 잉여 증기를 응축하여 회수하기 위한 제 2 응축기와 제 2 회수기를 더 포함한다.
- [0012] 본 발명에 있어, 그물망 구조의 증기 가열부에 충전되는 촉매로는 제한은 없으나, 예를 들어 실리카겔에 팔라듐이 담지된 촉매가 유용하게 사용될 수 있다.
- [0013] 상기 증기 가열기는 촉매 및/또는 흡착제를 충전할 수 있도록 그물망 형태의 구조물을 설치하여 몇 단으로 구성함으로써 상기 목적을 달성할 수 있다.

### 발명의 효과

- [0014] 상기한 바와 같이 본 발명에서는, 유기물로부터 불순물을 제거하는데 있어서 감압 회분증류하면서 반응 및/또는 흡착시켜 최단 시간과 최소한의 비용으로 유기물로부터 불순물을 제거할 수 있는 이점이 있다.

### 도면의 간단한 설명

- [0015] 도 1은 본 발명의 하나의 바람직한 구현예에 따른 감압 회분증류 공정을 개략적으로 보여주는 공정도이다.
- 도 2는 본 발명에 따른 감압 회분증류기에 적용되는 증기 가열부를 개략적으로 도시하는 도면이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하, 첨부된 예시 도면을 참조하여 본 발명의 하나의 바람직한 구체예에 따른 감압 회분증류 공정의 구성을 설명하기로 한다.
- [0017] 도 1에는 본 발명의 하나의 바람직한 구체예에 따른 감압 회분증류를 이용하여 유기물질로부터 불순물을 제거하는 공정이 개략적으로 도시되어 있다. 도 2에는 본 발명에서 사용되는 증기 가열부의 요부가 개략적으로 도시되어 있다.
- [0018] 도 1 및 도 2를 참조하면, 본 발명의 하나의 바람직한 구체예에 따른 감압회분증류장치는 증류기(1)와 기액고분리기(2)를 포함한다.
- [0019] 증류기(1)에는 하부에 액체를 가열하기 위한 액체 가열부(9)가 설치되어 있다. 증류기(1)의 상부에는 증기를 가열하기 위한 증기 가열부(10)가 설치되어 있다. 증기 가열부(10)에는 촉매 및/또는 흡착제가 충전되어 있는 그물망의 구조를 갖는다. 상기 촉매로는 제한은 없으나, 본 발명에서는 실리카겔에 팔라듐이 담지된 촉매가 바람직하게 사용된다.
- [0020] 많은 유기물은 합성을 통하여 얻어지며, 이때 유기물에는 합성 과정에서 다양한 불순물 또는 부산물이 포함되어 진다. 이 불순물에는 반응에 의한 부산물 뿐 만 아니라 색도, 악취 등이 포함되며, 유기물의 부가 가치를 높이고 현실적으로 사용하기 위해서는 반드시 불순물들은 유기물로부터 제거되어야 한다. 그러나 이들 불순물 중 일부는 감압 회분증류 만으로는 제거가 이루어지지 않는 경우가 종종 있다. 따라서 감압 회분증류 후 추가의 반응 또는 흡착 공정을 통하여 제거 또는 전환하는 공정이 요구된다. 이러한 공정은 많은 공정 변수를 포함하게 되어 공정 운전이 어렵게 되고 운전 비용을 상승시키게 되어 원가 상승의 원인이 된다.
- [0021] 회분 증류에서 증류기에서 발생한 증기는 엄밀한 의미에서는 증류기 내벽에 일부분이나마 응축하는 일이 없어야 한다. 그러나 실제 회분 증류기를 운전할 때에는 증류기 상부에 있는 증기 부분의 온도가 상대적으로 낮아져서 일부의 증기가 회분 증류기 내부에서 응축하는 현상이 생기게 되고 심한 경우에는 대부분의 액체가 응축되어 분리가 일어나지 않아 제품이 생산되지 않는 경우가 종종 있다. 이는 액체 증발을 위하여 공급한 열에너지의 일부분이 증류기 표면을 통하여 외부로 손실되기 때문이며, 장치가 작을수록 부피에 비해 표면적의 비율이 커지게 되므로 열에너지 손실률은 커지게 된다. 따라서 증기의 온도를 외부에서 새로운 열 공급원을 통하여 공급해 줌으로써 액체의 온도와 비슷하게 유지함으로 증기의 응축을 방지할 수 있다.
- [0022] 유기물에 포함된 불순물 중 일부는 비등점이 비슷하여 증류 공정으로만으로는 분리가 어려운 경우가 종종 있다. 따라서 반응 또는 흡착공정을 추가함으로써 불순물을 제거할 수 있다. 그러나 공정의 추가는 장치를 위한 투자비와 공정 운전 비용을 상승시켜 원가 상승의 원인이 된다. 본 발명에서는 추가의 장치 없이 증기 가열부(10)에 망을 설치하여 반응을 위한 촉매 또는 흡착을 위한 흡착제를 증류기 내부에 충전할 수 있게 하는 것이 바람직하다. 이로써 증류기에서 증발된 증기 중 원하지 않는 성분이 포함된 증기가 촉매 층을 거치면서 선택적으로 반응이 진행되어 비점이 다른 물질로 전환되거나 흡착 제거되는 것이다.
- [0023] 감압 회분증류에서 진공상태로 운전할 경우 액체에서 기포 형성 등의 이유로 일부 액체가 동반비발하든지 촉매 또는 흡착제의 크기가 작은 경우 증기와 함께 응축기로 갈 가능성이 높다. 이러한 현상을 해결하기 위해 도 1에서처럼 증류기 상단에 사이클론 원리를 적용한 기액고분리기(gas-liquid-solid separator)(2)를 설치함으로써 해결할 수 있다.
- [0024] 회분증류는 시간에 따라서 생성되는 증기가 변하는 전이 상태의 증류로 증류초기에는 매우 불안정한 조성의 생성물이 생긴다. 따라서 증류 초기에 응축기에서 응축되는 액체에는 상당한 시간 동안 원하지 않는 조성의 액체가 생성되게 되고, 결과적으로 제품의 순도를 떨어뜨리게 된다. 본 발명에서는 응축기를 2단으로 설치하여 제 1 응축기(3) 및 제 1 회수기(4)에서는 운전 압력 및 온도가 안정될 때까지 초기 증류되는 제품을 환류하여 원하는 순도의 제품을 얻고자 하였다. 제 2 응축기(5)는 경우에 따라 2단으로 응축하여 2종류의 제품을 얻는 장점도 있다.
- [0025] 이하, 본 발명은 하기의 실시예로 설명된다. 하기 실시예는 본 발명을 설명하기 위한 것일 뿐이며, 본 발명이 하기의 실시예로 한정되는 것은 아니다.
- [0026] **실시예 1**
- [0027] 불순물을 제거하고자 하는 유기물은 하기 표 1과 같은 조성을 가지고, 색도(APHA)는 2184.56이었다.

표 1

|       | C16:0 | C16:1 | C18:0 | C18:1 | C18:2 | CLA    |         |      |      |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|------|------|
|       |       |       |       |       |       | c9,t11 | c10,t12 | c,c  | t,t  |
| 조성(%) | 7.11  | 0.90  | 2.50  | 13.84 | 1.55  | 33.29  | 34.11   | 5.49 | 1.21 |

[0028]

[0029]

유기물의 색도를 제거하기 위하여 회분증류기에 불순물이 포함된 유기물을 1/2 가량 채웠다. 압력이 10mmHg이고, 액상의 온도가 215℃에서 도 1에 도시된 바와 같은 장치에서 감압증류를 실시하였다. 증류장치 내부의 증기 가열부의 그물망 구조물에는 실리카겔에 팔라듐을 담지한 촉매 5g을 충전하였다. 이때 증류기 내의 액상이 원하는 온도까지 상승할 때 기상의 온도 역시 액상의 온도와 5℃ 이하의 차이가 되도록 조절하였다. 증류 시작 후 생성되는 고비점의 액체 및 비말 동반하는 고체입자는 사이클론을 통하여 환류하였다. 액상의 온도가 원하는 온도에 도달하면 증류장치 내의 온도 및 압력이 안정되기까지 초기 10분 간 생성되는 액체는 제 1 응축기(3), 제 1 회수기(4), 펌프(8)를 통하여 증류기(1)로 환류하였다. 10분 후부터 생성되는 액체를 채취하여 하기 표 2와 같은 조성의 유기물을 얻었으며, 색도 제거율은 99.5% 이상이었다.

표 2

|       | C16:0 | C16:1 | C18:0 | C18:1 | C18:2 | CLA    |         |      |      |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|------|------|
|       |       |       |       |       |       | c9,t11 | c10,t12 | c,c  | t,t  |
| 조성(%) | 7.19  | 0.0   | 2.57  | 13.51 | 0.58  | 35.43  | 36.36   | 2.92 | 1.45 |

[0030]

[0031]

#### 비교예 1

[0032]

실시에 1과 같은 원액을 회분증류기와 액체가열부로만 구성된 단순한 감압 회분증류기에 1/2을 채우고, 압력이 10mmHg 및 액상의 온도가 240℃에서 감압 증류시켰다. 이때 따로 외부에서 열을 가하여 온도를 조절하는 장치가 없고 감압 회분증류기를 단열로만 유지하였을 경우 기상의 온도는 205℃이고, 하기 표 3과 같은 조성의 유기물을 얻었으며, 색도 제거율은 97.5%이었다.

표 3

|       | C16:0 | C16:1 | C18:0 | C18:1 | C18:2 | CLA    |         |      |      |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|------|------|
|       |       |       |       |       |       | c9,t11 | c10,t12 | c,c  | t,t  |
| 조성(%) | 6.92  | 0.59  | 2.59  | 14.79 | 1.61  | 32.46  | 32.94   | 6.14 | 1.96 |

[0033]

[0034]

#### 비교예 2

[0035]

실시에 1과 같은 원액을 압력이 20mmHg이고, 액상의 온도가 250℃에서 같은 방법으로 감압 증류하여, 하기 표 4와 같은 조성의 유기물을 얻었고, 이때 기상의 온도는 217℃이고, 색도 제거율은 76.5%이었다.

표 4

|       | C16:0 | C16:1 | C18:0 | C18:1 | C18:2 | CLA    |         |      |      |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|------|------|
|       |       |       |       |       |       | c9,t11 | c10,t12 | c,c  | t,t  |
| 조성(%) | 5.56  | 0.0   | 2.87  | 14.98 | 1.71  | 33.92  | 32.79   | 4.65 | 3.71 |

[0036]

[0037]

이상에서는 본 발명의 바람직한 구체예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술분야의 숙련된 당업자라면 하기의 특허청구범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

#### 부호의 설명

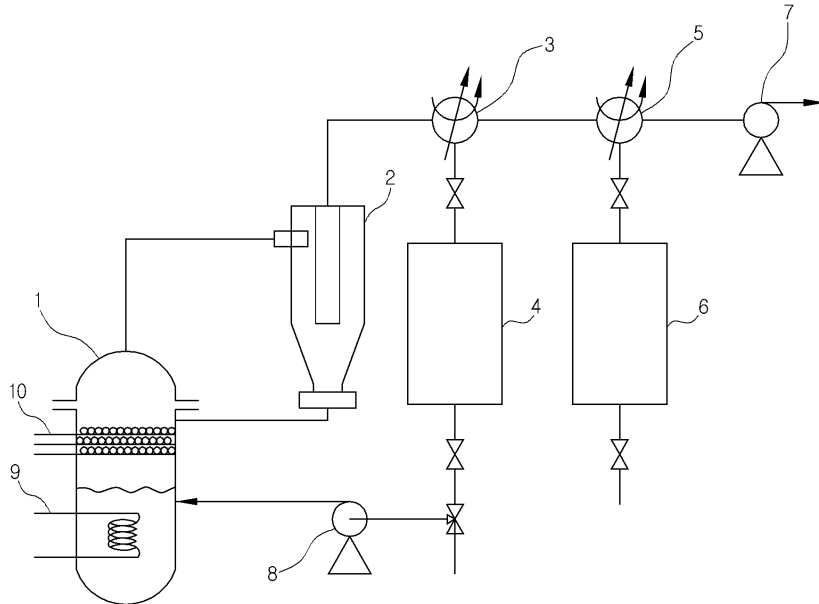
[0038]

- 1 : 회분증류기                      2 : 기액고 분리기(gas-liquid-solid separator)  
3 : 제 1 응축기                      4 : 제 1 회수기

- |             |             |
|-------------|-------------|
| 5 : 제 2 응축기 | 6 : 제 2 회수기 |
| 7 : 진공펌프    | 8 : 펌프      |
| 9 : 액체 가열부  | 10 : 증기 가열부 |

도면

도면1



도면2

