



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년01월19일
(11) 등록번호 10-2490753
(24) 등록일자 2023년01월17일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 29/84 (2006.01) C07B 63/00 (2006.01)
C07C 31/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C07C 29/84 (2013.01)
C07B 63/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0099285
(22) 출원일자 2022년08월09일
심사청구일자 2022년08월09일
(56) 선행기술조사문헌
KR102391723 B1*
S. C. LEE et al., BIOMASS CONVERSION AND
BIOREFINERY (2021. 12. 18.)*
R. VERMA et al., ACS SUSTAINABLE CHEM. ENG.
2018, 6, 16920.(2018.11.11.)*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
부경대학교 산학협력단
부산광역시 남구 용소로 45, 부경대학교내 (대연동)
(72) 발명자
우희철
부산광역시 남구 분포로 111, 133동 406호 (용호동, 엘지메트로시티)
김영환
부산광역시 동래구 문화로 15, 104동 203호 (명륜동, 동래센트럴파크하이츠1차)
(74) 대리인
백승준

전체 청구항 수 : 총 4 항

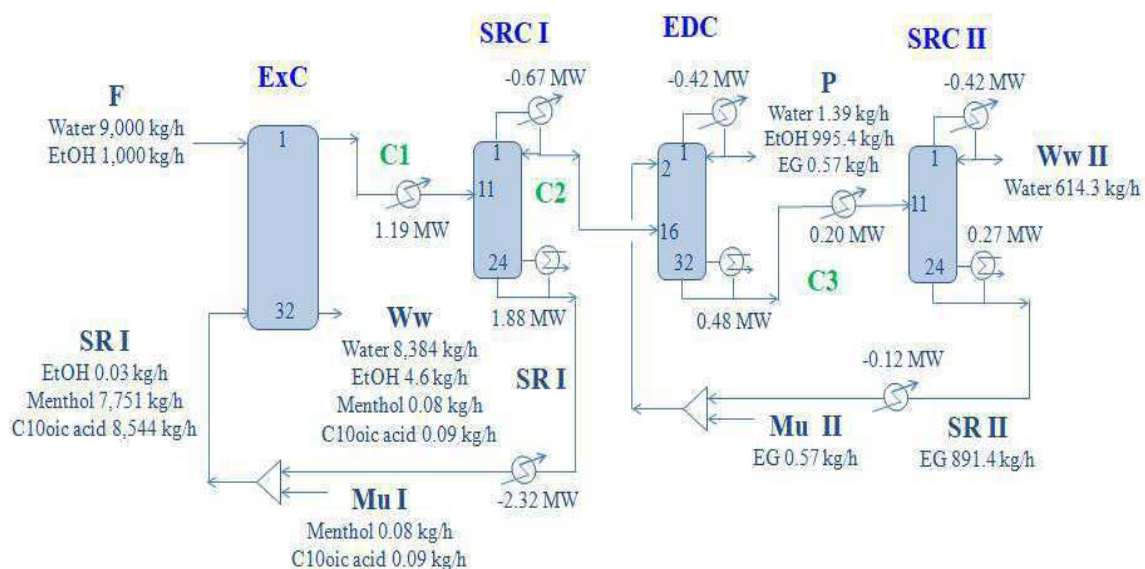
심사관 : 이소영

(54) 발명의 명칭 친환경적 공융용매를 이용한 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법

(57) 요약

본 발명은 친환경적 공융용매를 이용한 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법에 관한 것으로, 목질계 및 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출탑에서 처리하여 얻은 추출물을 천연 화합물인 멘톨과 데칸산을 포함하는 공융용매를 추출용매로 이용하여 에탄올을 분리함으로써, 자연환경의 오염을 예방하고, 분리되는 바이오 에탄올의 농도 및 분리 효율이 높고, 바이오 에탄올의 분리조작 시 소비되는 에너지의 절감 효율이 높은 효과가 있다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류
C07C 31/08 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711163057
과제번호	2021R1A2C2094256
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	개인기초연구(과기정통부)
연구과제명	갈조류 유래 알지네이트의 선택적 저분자화 및 재생가능한 플랫폼 화학소재로의 전
환	
기 여 율	1/1
과제수행기관명	부경대학교(제2캠퍼스)
연구기간	2022.03.01 ~ 2023.02.28
공지예외적용 : 있음	

명세서

청구범위

청구항 1

탑 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물 및 순환추출용매(SR I)인 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)이 1 : 1의 몰비로 혼합되는 공용용매(DES)의 혼합물로부터 폐액(Ww)을 하부단에서 분리하고, 폐액(Ww)이 분리된 혼합물(C1)을 상부단에서 분리하여 추출용제 회수탑(SRC I)으로 이송하는 추출탑(ExC);

상기 추출탑(ExC)의 상부단으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C1)을 증류하여 순환추출용매(SR I)를 탑저에서 분리하여 회수하고, 순환추출용매(SR I)가 분리된 혼합물(C2)을 탑정에서 분리하여 농축탑(EDC)으로 이송하는 추출용제 회수탑(SRC I);

상기 추출용제 회수탑(SRC I)으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C2)과 순환농축용매(SR II)인 에틸렌글리콜(EG)의 혼합물을 증류하여 생성물(P)인 에탄올을 탑정에서 분리하고, 생성물(P)이 분리된 혼합물(C3)을 탑저에서 분리하여 농축용제 회수탑(SRC II)으로 이송하는 농축탑(EDC);

상기 농축탑(EDC)으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C3)을 증류하여 탑정에서 폐액(Ww II)을 분리하고, 폐액(Ww II)이 분리된 혼합물인 순환농축용매(SR II)를 탑저에서 분리하여 회수하는 농축용제 회수탑(SRC II);

을 포함하는 것을 특징으로 하는 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 추출용제 회수탑(SRC I)의 탑저에서 분리되는 순환추출용매(SR I)는 추출탑(ExC)으로 순환되는 것을 특징으로 하는 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 농축용제 회수탑(SRC II)의 탑저에서 분리되는 순환농축용매(SR II)는 농축탑(EDC)으로 순환되는 것을 특징으로 하는 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

추출탑(ExC) 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물 및 순환추출용매(SR I)인 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)이 1 : 1의 몰비로 혼합되는 공용용매(DES)의 혼합물로부터 폐액(Ww)을 하부단에서 분리하고, 폐액(Ww)이 분리된 혼합물(C1)을 상부단에서 분리하는 추출단계(P100);

상기 혼합물(C1)을 증류하여 순환추출용매(SR I)를 추출용제 회수탑(SRC I)의 탑저에서 분리하여 추출탑(ExC)으로 순환시키고, 순환추출용매(SR I)가 분리된 혼합물(C2)을 탑정에서 분리하는 추출용제 회수단계(P200);

상기 혼합물(C2)을 증류하여 농축탑(EDC)의 탑저에서 혼합물(C3)을 분리하고, 농축된 생성물(P)인 에탄올을 탑정에서 분리하는 농축단계(P300); 및,

상기 혼합물(C3)을 증류하여 농축용제 회수탑(SRC II)의 탑정에서 폐액(Ww II)을 분리하고, 폐액(Ww II)이 분리된 순환농축용매(SR II)인 에틸렌글리콜(EG)를 탑저에서 분리 회수하여 농축탑(EDC)으로 순환시키는 농축용제 회수단계(P400);

를 포함하는 것을 특징으로 하는 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리방법.

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 목질계 및 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출탑에서 처리하여 얻은 추출물을 천연 화합물인 멘톨과 데칸산을 포함하는 공용용매를 추출용매로 이용하여 에탄올을 분리함으로써, 자연환경의 오염을 예방하고, 분리되는 에탄올의 농도 및 분리 효율이 높고, 에너지의 절감 효율이 높은 것을 특징으로 하는 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 고유가에 따른 에너지 공급선의 다변화와 교토협약에 따른 CO₂ 감축 의무화 등으로 친환경 연료인 바이오 에탄올에 대한 관심이 증대되고 있다. 바이오 에탄올은 화석연료와는 달리 환경오염물질의 발생이 없고, 곡물을 원료로 생산이 가능하므로 재생 가능한 액체 공급원 중에서 매우 인기 있는 자동차 연료로 알려져 왔다.

[0003] 바이오 에탄올은 목질계 및 해양 바이오매스(biomass)로부터 발효에 의해 얻은 것으로 증류에 의해 에탄올을 회수하는 방법을 살펴보면, 특허문헌 1에 맥주발효 부산물을 이용한 바이오 에탄올의 제조방법과 특허문헌 2에 수박씨를 이용하여 바이오 에탄올을 생산하는 방법과 특허문헌 3에 단수수 착즙액을 이용한 바이오 에탄올의 제조방법과 특허문헌 4에 해조류를 이용한 바이오 에탄올 제조용 고압 액화 추출물 및 그 제조 방법이 알려져 있다.

[0004] 그리고 비특허문헌 1에 과일릿 바이오 정제 데이터를 기반으로 한 셀룰로오스 에탄올 생산 기술이 알려져 있고, 비특허문헌 2에 재생 가능한 제지 공장 슬러지에서 바이오 에탄올 생산 기술이 알려져 있다.

[0005] 하지만, 상기 문헌들에 의해 알려진 바이오 에탄올의 회수 방법들은 다량의 물이 함유된 바이오매스 발효물을 대상으로 에탄올을 회수함에 따라 물의 함량이 높아 증류탑의 부하가 매우 커서 공정에서 다량의 에너지를 사용

하게 되고 이에 따라 분리공정의 운전 경비가 많이 소요되는 문제점이 있어 본 발명자는 추출 용제를 이용한 추출, 증류 복합 공정에 의한 에탄올의 분리 효율이 높은 에탄올 분리장치를 개발하여 특허문헌 5로 특허등록 받은 바 있지만, 상기 특허는 추출용제로서 화학적인 방법에 의해 생산되는 화합물인 2-메틸펜탄올을 사용함에 따라 비친환경적인 문제점이 있었다.

[0006] 따라서, 본 발명자는 상기와 같은 문제점들을 개선하고자 친환경적 추출용매를 이용한 추출 및 증류 복합 공정에 의한 에탄올을 분리하는 장치 및 분리방법을 개발함으로써 본 발명을 완성하게 되었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 국내 등록특허공보 제10-0866032호(2008년 10월 31일 공고) 맥주발효 부산물을 이용한 바이오 에탄올의 제조방법

(특허문헌 0002) 국내 등록특허공보 제10-1011244호(2011년 02월 27일 공고) 수박씨를 이용하여 바이오 에탄올을 생산하는 방법

(특허문헌 0003) 국내 등록특허공보 제10-1484610호(2015년 01월 28일 공고) 단수수 착즙액을 이용한 바이오 에탄올의 제조 방법

(특허문헌 0004) 일본 등록특허공보 특허제4459294호(2010년 02월 19일 등록) 해조류를 이용한 바이오 에탄올 제조용 고압 액화 추출물 및 그 제조 방법

(특허문헌 0005) 국내 등록특허공보 제10-2391723호(2022년 04월 27일 공고) 2-메틸펜탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법

비특허문헌

[0008] (비특허문헌 0001) van Rijn R, Nieves IU, Shanmugam KT, Ingram LO, Vermerris W. Techno-Economic Evaluation of Cellulosic Ethanol Production Based on Pilot Biorefinery Data: a Case Study of Sweet Sorghum Bagasse Processed via L plus SS_{CF}. Bioenerg Res 2018;11:414-25.

(비특허문헌 0002) Salameh T, Tawalbeh M, Al-Shannag M, Saidan M, Melhem KB, Alkasrawi M. Energy saving in the process of bioethanol production from renewable paper mill sludge. Energy 2020;196:117085.

(비특허문헌 0003) A.A. Kiss, R.M. Ignat, Innovative single step bioethanol dehydration in an extractive dividing-wall column, Sep. Purif. Technol. 98 (2012) 290-297.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 상기와 같은 문제점들을 개선하기 위한 방안으로, 본 발명은 목질계 및 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출탑에서 처리하여 얻은 추출물을 천연 화합물인 멘톨과 데칸산을 포함하는 공용용매를 추출용매로 이용하여 에탄올을 분리함으로써, 자연환경의 오염을 예방하고, 분리되는 에탄올의 농도 및 분리 효율이 높고, 에너지의 절감 효율이 높은 것을 특징으로 하는 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법을 제공하는 것을 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기의 과제를 달성하기 위한 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치는 탑 내에 유입되는 원료(F) 및 순환추출용매(SR I)의 혼합물로부터 폐액(W_w)을 하부단에서 분리하고, 폐액(W_w)이 분리된 혼합물(C1)을 상부단에서 분리하여 추출용제 회수탑(SRC I)으로 이송하는 추출탑(ExC); 상기 추출탑(ExC)의 상부단으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C1)을 증류하여 순환추출용매(SR I)를 탑저에서

분리하여 회수하고, 순환추출용매(SR I)가 분리된 혼합물(C2)을 탭정에서 분리하여 농축탑(EDC)으로 이송하는 추출용제 회수탑(SRC I); 상기 추출용제 회수탑(SRC I)으로부터 이송되어 탭내로 유입되는 혼합물(C2)과 순환농축용매(SR II)의 혼합물을 증류하여 생성물(P)을 탭정에서 분리하고, 생성물(P)이 분리된 혼합물(C3)을 탭정에서 분리하여 농축용제 회수탑(SRC II)으로 이송하는 농축탑(EDC); 상기 농축탑(EDC)으로부터 이송되어 탭내로 유입되는 혼합물(C3)을 증류하여 탭정에서 폐액(Ww II)을 분리하고, 폐액(Ww II)이 분리된 혼합물인 순환농축용매(SR II)를 탭정에서 분리하여 회수하는 농축용제 회수탑(SRC II);을 포함하는 것을 과제의 해결 수단으로 한다.

[0011] 그리고 본 발명의 바람직한 다른 실시 예에 따른 친환경적 공융용매를 이용한 에탄올 분리방법은 추출탑(ExC) 내에 유입되는 원료(F) 및 순환추출용매(SR I)의 혼합물로부터 폐액(Ww)을 하부단에서 분리하고, 폐액(Ww)이 분리된 혼합물(C1)을 상부단에서 분리하는 추출단계(P100); 상기 혼합물(C1)을 증류하여 순환추출용매(SR I)를 추출용제 회수탑(SRC I)의 탭정에서 분리하여 추출탑(ExC)으로 순환시키고, 순환추출용매(SR I)가 분리된 혼합물(C2)을 탭정에서 분리하는 추출용제 회수단계(P200); 상기 혼합물(C2)을 증류하여 농축탑(EDC)의 탭정에서 혼합물(C3)을 분리하고, 농축된 생성물(P)을 탭정에서 분리하는 농축단계(P300); 및, 상기 혼합물(C3)을 증류하여 농축용제 회수탑(SRC II)의 탭정에서 폐액(Ww II)을 분리하고, 폐액(Ww II)이 분리된 순환농축용매(SR II)를 탭정에서 분리 회수하여 농축탑(EDC)으로 순환시키는 농축용제 회수단계(P400);를 포함하는 것을 과제의 다른 해결 수단으로 한다.

[0012] 상기 원료(F)는 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물이고, 순환추출용매(SR I)는 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)을 포함하는 친환경적 공융용매(DES)로서, 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)이, 1 : 1의 몰비로 혼합되는 혼합용매이고, 순환농축용매(SR II)는 에틸렌글리콜(EG)인 것을 특징으로 한다.

[0013] 또한, 상기 추출용제 회수탑(SRC I)의 탭정에서 분리되는 순환추출용매(SR I)는 추출탑(ExC)으로 순환되고, 농축용제 회수탑(SRC II)의 탭정에서 분리되는 순환농축용매(SR II)는 농축탑(EDC)으로 순환되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0014] 본 발명은 목질계 및 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출탑에서 처리하여 얻은 추출물을 천연 화합물인 멘톨과 데칸산을 포함하는 공융용매를 추출용매로 이용하여 바이오 에탄올을 분리함으로써, 자연환경의 오염을 예방하고, 분리되는 바이오 에탄올의 농도 및 분리 효율이 높고, 바이오 에탄올의 분리조작 시 소비되는 에너지의 절감 효율이 높은 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 종래의 방법에 따라 추출 및 증류 공정에 의해 목질계 및 해양 바이오매스로부터 에탄올을 분리하는 공정을 나타낸 도면이다.

도 2는 본 발명의 바람직한 실시 예에 따라 친환경적 공융용매를 이용하여 목질계 및 해양 바이오매스로부터 에탄올을 분리하는 공정을 설명하기 위한 제조공정의 도면이다.

도 3은 본 발명의 바람직한 실시 예에 따라 친환경적 공융용매를 이용하여 목질계 및 해양 바이오매스로부터 바이오 에탄올을 분리하는 공정을 설명하기 위한 제조공정의 흐름을 나타낸 공정블럭 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 이하, 본 발명의 바람직한 실시 예를 첨부한 도면에 의거하여 상세히 설명하고 있다. 한편, 각 도면 및 상세한 설명에서 일반적인 바이오 에탄올 분리공정 분야의 종사자들이 용이하게 알 수 있는 구성 및 작용에 대한 도시 및 언급은 간략히 하거나 생략하였다. 그리고 본 발명은 바이오 에탄올을 분리 공정설계 결과를 제시하고, 종래의 공정과 비교하여 아래의 내용과 같이 설명하고자 한다.

[0017] 본 발명의 명세서에 기재된 용어 중 원료(F)는 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로서, 에탄올 및 물이 혼합된 혼합물이고, 생성물(P)은 주성분인 에탄올과 소량의 물 및 에틸렌글리콜이 혼합된 혼합물이며, 순환추출용매(SR I)는 주성분인 공융용매에 천연물인 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)의 혼합용매와 소량 성분의 에탄올이 혼합된 혼합물이며, 순환농축용매(SR II)는 에틸렌글리콜이며, 추출탑(ExC)에서 분리되는 폐액(Ww)은 다량의 물에 소량의 에탄올과 추출용매로서 친환경적 공융용매가 혼합된 혼합물이고, 농축용제 회수탑

(SRC II)에서 분리되는 폐액(Ww II)은 물이다.

- [0018] 본 발명의 명세서의 기재 내용에서 문맥의 흐름이 자연스럽도록 하기 위해 상기의 혼합물들을 각각 원료(F), 생성물(P), 순환추출용매(SR I), 순환농축용매(SR II) 및 폐액(Ww)이라 명명하며, 상기에서 '소량'이라 함은 혼합물 중 성분의 양이 '주성분'의 양에 비해 적은 양을 의미한다.
- [0019] 참고로, 본 발명의 명세서에서 '탑정' 및 '탑저'라 함은 '탑의 윗면' 및 '탑의 아랫면'을 각각 의미하며, '상부단' 및 '하부단'이란 탑 내부에 구성된 단들 중에서 탑의 윗 부분 또는 아랫 부분에 해당되는 부분을 의미하고, '중간단'이란 상부단과 하부단 사이에 위치하는 탑의 중간 부분에 위치하는 단을 의미한다.
- [0020] 본 발명에 따른 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치(이하, '에탄올 분리장치'라 한다)는 도 2에 도시된 바와 같이, 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물인 원료(F)로부터 생성물(P)인 에탄올을 분리하는 장치로서, 1기의 추출탑(ExC) 및 3기의 증류탑인 추출용제 회수탑(SRC I), 농축탑(EDC), 농축용제 회수탑(SRC II)으로 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 그리고, 본 발명에 따른 에탄올 분리장치는 추출용제 회수탑(SRC I), 농축탑(EDC), 농축용제 회수탑(SRC II))의 상부에는 응축기, 하부에는 재비기가 각각 설치되어진다.
- [0022] 이하, 본 발명에 따른 에탄올 분리장치를 구성하는 각 탑에 대하여 구체적으로 설명하면 아래의 내용과 같다.
- [0023] 본 발명에서 제안된 에탄올 분리장치는 먼저 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출에 의한 수분 제거 및 추출 증류에 의한 에탄올 정제의 두 단계 공정을 수행하는 것을 특징으로 한다. 그리고 천연 화합물인 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)을 포함하는 공용용매(deep eutectic solvent, DES)를 추출용매로 사용하였고, 에틸렌글리콜을 에탄올 정제를 위한 추출증류에 적용한 것이 특징이다.
- [0024] 추출탑(ExC)은 탑 내에 유입되는 원료(F) 및 순환추출용매(SR I)의 혼합물로부터 폐액(Ww)을 하부단에서 분리하고, 폐액(Ww)이 분리된 혼합물(C1)을 상부단에서 분리하여 추출용제 회수탑(SRC I)으로 이송하는 작용을 하는 탑이다.
- [0025] 본 발명에 적용하는 원료(F)는 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로서, 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로서, 에탄올 및 물이 혼합된 혼합물을 원료(F)로 에탄올 및 물이 혼합된 혼합물이고, 순환추출용매(SR I)는 친환경적 공용용매(DES)에 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)을 용해시킨 혼합용매인 것을 특징으로 한다.
- [0026] 본 발명에서 사용하는 친환경적 공용용매(deep eutectic solvent, DES)는 증류수에 천연 화합물인 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)을 용해시킨 혼합용매(이하, '친환경적 공용용매'라 한다.)를 사용한다.
- [0027] 공용용매(DES)는 이온성 액체(Ionic Liquids, ILs)와 유사한 물성과 특성을 지니고 있는 것으로 인정받고 있으며, 음이온과 양이온을 포함한 Lewis 또는 Bronsted의 산, 염기의 공용 혼합물로부터 형성된 시스템이지만, IL은 주로 양이온과 음이온으로 이루어지는 시스템이다. 본 발명에서 사용하는 공용용매(DES)는 구체적으로 수소결합 공여체와 수소결합 수용체로 구성되어지며 제조법이 간단하고 물의 사용이 적으며 천연물에서 얻을 수 있는 화합물이다.
- [0028] 멘톨(menthol)은 분자식이 $C_{10}H_{20}O$ 인 천연 화합물로서, 박하의 잎에 함유된 정유의 주성분으로 모노테르펜 알코올이며, 끓는점이 $216.5^{\circ}C$ 이지만 상온에서 쉽게 승화하며, 물에 약간 녹고 알코올에 녹는 특성이 있으므로 본 발명에서는 수소결합 공여체의 하는 작용을 한다.
- [0029] 데칸산(decanoic acid)은 화학식이 $CH_3(CH_2)_8COOH$ 인 불포화지방산 계열의 천연 화합물로서, 코코넛오일, 팜오일 등에서 자연적으로 추출될 수 있으며, 본 발명에서는 수소결합 공여체의 하는 작용을 한다.
- [0030] 상기 친환경적 공용용매는 공용용매에 멘톨과 데칸산을 1 : 1의 몰비로 용해시키는 것이 바람직하다. 멘톨과 데칸산의 혼합 몰비가 상기에서 한정된 범위를 벗어날 경우에는 추출기능이 저하될 우려가 있다.
- [0031] 순환추출용매(SR I)인 친환경적 공용용매(DES)는 다량의 물과 소량의 에탄올이 혼합된 혼합물로부터 물을 분리하여 폐액(Ww)으로 제거하는 작용을 한다.
- [0032] 따라서, 추출탑(ExC)은 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물의 원료(F)에 다량 함유된 물이 순환추출용매(SR I)인 친환경적 공용용매(DES)에 의해 하부단에서 폐액(Ww)으로 분리되고, 폐액(Ww)이 분리된 혼합물(C1)은 상부단에서 추출용제 회수탑(SRC I)으로 이송되어진다.

- [0033] 추출용제 회수탑(SRC I)은 상기 추출탑(ExC)의 상부단으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C1)을 증류하여 순환추출용매(SR I)를 탑저에서 분리하여 회수하고, 순환추출용매(SR I)가 분리된 혼합물(C2)을 탑정에서 분리하여 농축탑(EDC)으로 이송하는 작용을 하는 탑이다.
- [0034] 이때, 탑저에서 분리된 순환추출용매(SR I)는 추출탑(ExC)으로 순환되며, 순환되는 순환추출용매(SR I)는 추출용제 회수탑(SRC I)의 증류 과정에서 농축탑(EDC)으로 이송되는 혼합물(C1)에 소량 함유된 순환추출용매(SR I)에 의해 손실이 발생되므로, 추출탑(ExC)에 유입되는 순환추출용매(SR I)는 손실량에 대응되는 양의 보충추출용매(Mu I)를 공급하여 순환추출용매(SR I)의 손실량을 채워준다.
- [0035] 농축탑(EDC)은 상기 추출용제 회수탑(SRC I)으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C2)과 순환농축용매(SR II)의 혼합물을 증류하여 생성물(P)을 탑정에서 분리하고, 생성물(P)이 분리된 혼합물(C3)을 탑저에서 분리하여 농축용제 회수탑(SRC II)으로 이송하는 작용을 하는 탑이다.
- [0036] 상기 농축탑(EDC)의 탑정에서 분리되는 생성물(P)은 주성분인 에탄올과 소량의 농축용매와 물이 혼합된 혼합물이며, 순환농축용매(SR II)는 에틸렌글리콜(EG)이다.
- [0037] 순환농축용매(SR II)인 에틸렌글리콜(EG)은 에탄올에 함유된 물만 흡수하는 작용을 한다.
- [0038] 농축용제 회수탑(SRC II)은 상기 농축탑(EDC)으로부터 이송되어 탑내로 유입되는 혼합물(C3)을 증류하여 탑정에서 폐액(Ww II)을 분리하고, 폐액(Ww II)이 분리된 혼합물인 순환농축용매(SR II)를 탑저에서 분리하여 회수하는 작용을 하는 탑이다.
- [0039] 이때, 탑저에서 분리된 순환농축용매(SR II)는 농축탑(EDC)으로 순환되며, 순환되는 순환농축용매(SR II)는 생성물(P)에 소량 함유된 순환농축용매(SR II)에 의해 손실이 발생되므로, 농축탑(EDC)에 유입되는 순환농축용매(SR II)는 손실량에 대응되는 양의 보충농축용매(Mu II)를 공급하여 순환농축용매(SR II)의 손실량을 채워준다.
- [0040] 따라서, 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 에탄올 분리장치는 상기와 같은 기술적 구성에 의해 목질계 및 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출탑에서 공용용매(DES)에 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)을 용해시킨 혼합용매를 이용하여 얻은 추출물을 증류탑을 이용하여 에탄올의 분리 시 에틸렌글리콜을 사용하여 회수 에탄올을 농축시킨다.
- [0041] 이하, 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 에탄올의 분리장치를 사용하여 에탄올을 분리하는 방법을 첨부된 도면인 도 2 및 도 3을 중심으로 구체적으로 설명하면 아래의 내용과 같다.
- [0042] 본 발명에 따른 각 공정들의 구성 장치 및 화합물들에 대한 설명은 상기 에탄올의 분리장치의 설명시 상세히 설명하였으므로, 아래에서는 각 공정들의 구성장치와 화합물 및 혼합물에 대한 구체적인 설명은 생략하기로 한다.
- [0043] 본 발명에 따른 에탄올의 분리 방법은 추출단계(P100), 추출용제 회수단계(P200), 농축단계(P300) 및 농축용제 회수단계(P400)를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0044] 추출단계(P100)는 추출탑(ExC) 내에 유입되는 원료(F) 및 순환추출용매(SR I)의 혼합물로부터 폐액(Ww)을 하부단에서 분리하고, 폐액(Ww)이 분리된 혼합물(C1)을 상부단에서 분리하는 단계이다.
- [0045] 추출용제 회수단계(P200)는 상기 혼합물(C1)을 증류하여 순환추출용매(SR I)를 추출용제 회수탑(SRC I)의 탑저에서 분리하여 추출탑(ExC)으로 순환시키고, 순환추출용매(SR I)가 분리된 혼합물(C2)을 탑정에서 분리하는 단계이다.
- [0046] 이때, 탑저에서 분리된 순환추출용매(SR I)는 추출탑(ExC)으로 순환되며, 순환되는 순환추출용매(SR I)는 증류 과정에서 손실이 발생되므로, 손실량에 대응되는 양의 보충추출용매(Mu I)를 공급하여 순환추출용매(SR I)의 손실량을 채워준다.
- [0047] 농축단계(P300)는 상기 혼합물(C2)을 증류하여 농축탑(EDC)의 탑저에서 혼합물(C3)을 분리하고, 농축된 생성물(P)을 탑정에서 분리하는 단계이다.
- [0048] 농축용제 회수단계(P400)는 상기 혼합물(C3)을 증류하여 농축용제 회수탑(SRC II)의 탑정에서 폐액(Ww II)을 분리하고, 폐액(Ww II)이 분리된 순환농축용매(SR II)를 탑저에서 분리 회수하여 농축탑(EDC)으로 순환시키는 단계이다.
- [0049] 이때, 탑저에서 분리된 순환농축용매(SR II)는 농축탑(EDC)으로 순환되며, 순환되는 순환농축용매(SR II)는 증

류 과정에서 손실이 발생되므로, 손실량에 대응되는 양의 보충농축용매(Mu II)를 공급하여 순환농축용매(SR II)의 손실량을 채워준다.

[0050] 상기에서 설명드린 바와 같이, 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 에탄올 분리장치와 분리방법은 목질계 및 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출탑에서 공융용매에 멘톨(menthol)과 데칸산(decanoic acid)을 용해시킨 혼합용매를 이용하여 얻은 추출물을 증류탑을 이용하여 에탄올을 분리하고, 에틸렌글리콜을 사용하여 회수 에탄올을 농축킴으로써, 분리되는 에탄올의 농도 및 분리 효율이 높고, 에탄올의 분리조작 시 소비되는 에너지의 절감 효율이 높은 것을 특징으로 하는 추출에 의한 분리 효율이 높은 효과가 있다.

[0051] 이하 본 발명에 따른 공융용매를 이용한 에탄올 분리방법을 하기의 실시 예를 통해 구체적으로 설명하면 다음과 같으며, 본 발명은 하기의 실시 예에 의해서만 반드시 한정되는 것이 아니다.

[0052] 1. 원료(F)의 조성

[0053] 본 실시 예에서 사용되는 원료(F)는 아래 [표 1]에 기재된 내용의 목질계 또는 해양 바이오매스 생성물을 사용하였다.

표 1

항목	조성(kg/h)
물	9,000
에탄올(EtOH)	1,000

[0055] 2. 추출증류를 이용한 에탄올의 분리

[0056] 본 실시 예는 상기 1의 조건을 갖는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 사용하고, 도 3에 도시된 바와 같은 에탄올의 분리장치에서 추출용매로서, 친환경적 공융용매인 멘톨과 데칸산을 1 : 1의 몰비로 용해시킨 혼합용매를 사용하여 원료(F)로부터 에탄올을 분리하였다.

[0057] 아래 [표 2]는 본 발명에 따른 에탄올의 분리장치의 공정설계 결과를 제시하였다.

[0058] 그리고, 원료(F)의 조성과 함께 에탄올을 생산하기 위해서는 장치의 운전조건을 계산하였다. 운전조건을 계산하기 위하여 아래 [표 2]의 내용과 같은 추출탑(ExC), 추출용제 회수탑(SRC I), 농축탑(EDC) 및 농축용제 회수탑(SRC II)으로 이루어진 에탄올의 분리장치에 여러 가지 운전조건을 사용하였을 때의 증류계산을 반복 실시하여 요구되는 제품을 생산하면서 에너지 사용이 가장 적은 조건을 찾았다. 이러한 계산을 위해 본 발명에서는 상업용 계산 프로그램인 아스펜플러스(Aspen Plus)를 사용하였으며 아래 [표 2]의 운전조건에서 요구되는 생성물이 얻어진다.

표 2

구분	추출탑	추출용제 회수탑	농축탑	농축용제 회수탑
구 조				
단수	32	24	32	24
원료(F)	1	11	16	11
추출용매(SR)	32(DES)	-	2(EG)	-
조작 변수				
압력(MPa)- top	101	102	102	102
온 도 (℃)				
상부	27	90.6	78.8	100
하부	27	225	107	198
F(kg/h)	10,000	17,906	1,11	1,506
SR(kg/h)	16,295	-	892	-
Mu(kg/h)	0.17	-	0.57	-
생성물 (kg/h)				
상부	17,906	1,611	997	614.3
하부	8,389	16,295	1,506	891.5
환류유량(kg/h)	-	1,724	742	662
증기유량(kg/h)	-	20,271	767	1,117

냉각용량(MW)	-	-0.67	-0.42	-0.42
가열용량(MW)	-	1.88	0.48	0.27
회수열용량(MW)	-2.32	1.19	-	2.0
원료 조성 (mass frac.)				
에탄올/물	0.1	0.0556	0.6179	0.4080
생성물	0vhd.	0vhd	0vhd	0vhd
에탄올/물	0.0556	0.6179	0.6179	0.9998

[0060] 본 발명에 따른 에탄올 분리공정의 투자와 운전비용에 대한 경제성 평가를 다음 절차를 이용하여 계산하였다. 분리시스템의 비용은 탑과 관련설비의 제작비와 운전경비로 구성된다. 공정 운전은 하루 24시간, 1년에 330일 운전하는 것을 기준으로 하였다. 아래 [표 3]에는 본 발명에 따른 에탄올 분리장치에 대한 계산된 설비비와 운전경비에 대한 경제성 평가에 대하여 나타내었다.

표 3

[0061] (단위: 1,000,000 U.S.달러)

Pre-공정	설비 투자비	운전 비용	처리용량(t/h)	비고
추출공정 용매 DES	1.54	0.80	1.00	실시예
증류 공정	1.02	1.22	1.00	비교예 1
추출 공정 용매 2-Me pentanol	1.65	0.64	0.99	비교예 2

[0062] 참고로, 상기 [표 3]에서 본 발명에 따른 실시 예와 비교되는 비교 예 1은 비특허문헌 3의 증류 장치이고, 비교 예 2는 본 발명자가 특허등록받은 특허문헌 5의 장치를 이용한 것이다.

[0063] 상기 [표 3]의 내용에 의하면, 본 발명에 따른 실시 예는 비교 예 1에 비해 통상의 용량대비 설비비 증가비를 감안하면 설비투자비는 1.5배이지만 운전비용이 운전비용은 2/3로 절감되어 에탄올 분리장치의 통상적인 내구연한 20년 이상인 점을 고려할 경우 경제성에서 대단히 우수한 것을 확인할 수 있었다.

[0064] 그리고, 본 발명에 따른 실시 예는 화학적인 방법에 의해 생산되는 비친환경적 화합물인 2-메틸펜탄올을 추출용매로 사용하는 비교 예 2에 비해 설비 투자비가 적게 소요되는 장점이 있다. 다만 실시 예는 비교 예 2에 비해 운전비용에서 다소 높은 것으로 나타났지만, 이와 같은 단점에도 불구하고 실시 예가 세계적으로 추구하고 있는 친환경 정책을 부응하여 추출/증류 분야의 공정에 친환경적 공용용매(DES)를 적용시킨 점에서 큰 의미가 있다고 할 수 있다.

[0065] 상술한 바와 같은, 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 친환경적 공용용매를 이용한 에탄올 분리장치 및 이 장치를 이용한 에탄올의 분리방법을 설명하였지만, 이는 예를 들어 설명한 것에 불과하며 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 다양한 변화 및 변경이 가능하다는 것을 이 분야의 통상적인 기술자들은 잘 이해할 수 있을 것이다.

부호의 설명

[0066] ExC : 추출탑 SRC I : 추출용제 회수탑
 EDC : 농축탑 SRC II : 농축용제 회수탑
 SR I : 순환추출용매 SR II : 순환농축용매
 Mu I : 보충추출용매 Mu II : 보충농축용매
 F : 원료 P : 생성물
 Ww, Ww II : 폐액

도면3

