



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0079367
(43) 공개일자 2014년06월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01D 59/22 (2006.01) B01D 1/14 (2006.01)
B01D 3/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-7006057
(22) 출원일자(국제) 2012년08월13일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2014년03월05일
(86) 국제출원번호 PCT/HU2012/000069
(87) 국제공개번호 WO 2013/024310
국제공개일자 2013년02월21일
(30) 우선권주장
P1100435 2011년08월12일 헝가리(HU)

(71) 출원인
에이치와이드 라꾸타토 에스 기요기스제르페즐레
즈토 케이에프티
헝가리 하-1124 부다페스트 푸리 우트차 2.
(72) 발명자
숨라이 가보르
헝가리 에이치-1215 부다페스트 데아크 페렌 유.
51/에이
(74) 대리인
강경찬, 변창규

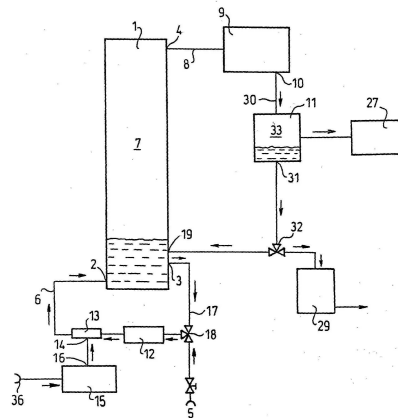
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 액체 혼합물 성분의 분리방법 및 장치

(57) 요약

상이한 비등점을 갖는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법 및 장치는, 운반 기체에 의해서 액체 혼합물에 기포가 발생하고, 상기 기포에 하나 이상의 휘발 성분이 풍부해지는 단계와; 상기 기포가 액상으로 남지 않으면, 그들로부터 방출된 증기가 모아지고 응축되어, 고 휘발 성분이 풍부해진 상기 수득 액체를 상기 운반 기체로부터 분리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

상이한 비등점을 갖는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법에 있어서,
운반 기체에 의해서 액체 혼합물에 기포가 발생하고, 상기 기포에 하나 이상의 휘발 성분이 풍부해지는 단계와;
상기 기포가 액상으로 남지 않으면, 그들로부터 방출된 증기가 모아지고 응축되어, 상기 수득한 휘발 성분을 상기 운반 기체로부터 분리하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 기포의 직경은 5-5000 μ m인 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 3

제 2항에 있어서, 상기 기포의 70% 이상은 5-200 μ m의 직경을 갖는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 4

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 기포의 70%는 5분 후에 여전히 액상으로 존재하는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 5

제 2항에 있어서, 상기 기포의 70% 이상은 500-5000 μ m의 직경을 가지며, 바람직하게 750-3000 μ m의 직경을 갖는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 6

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 기포 발생을 위해서 사용된, 비등점이 낮은 1종 이상의 운반 기체로서 공기가 사용되는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 7

제 1항 내지 제 6항 중 어느 한 항에 있어서, 분리될 상이한 비등점을 갖는 상기 액체는 H₂O, HD₂O 및 D₂O 이며, 상기 방법의 농축단계는 5-100℃, 바람직하게는 40-70℃에서 실행되는 방법.

청구항 8

제 1항 내지 제 7항 중 어느 한 항에 있어서, 기포로부터 기체 혼합물의 방출은 고체 표면 상에 액체를 확산시킴으로써 촉진되는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 방법.

청구항 9

상이한 비등점을 갖는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치로서,
하나 이상의 액체 입구(2)와, 하나 이상의 액체 출구(3)와, 하나 이상의 기상 매체 출구(4)를 갖는 하나 이상의 액체 탱크(1)와;
액체 입구(2)를 통해서 상기 액체 탱크(1)와 액체 공급원(5)을 연결하는 하나 이상의 공급관(6)과;
상기 기상 매체 출구(4) 및 연결 파이프(8)를 통해서 상기 액체 탱크(1)의 내부 공간(7)과 유체 연통 접촉하는 응축기 유닛(9)과;
파이프(30)를 통해서 상기 응축기 유닛(9)의 출구(10)에 연결된 수집 탱크(11)를 포함하는, 분리 장치에 있어서,
상기 액체 공급원(5)과 액체 입구(2) 간의 공급관(6)에는, 액체 펌프(12) 및 이 액체 펌프의 출구에 연결된 기

포 발생기(13)가 구비되고;

상기 기포 발생기(13)의 기상 매체 입구(14)는 기상 매체 압축기(15)의 출구(16)에 연결되고;

상기 액체 탱크(1)의 액체 출구(3)는, 복귀관(17) 및 상기 액체 공급원(5)에 연결된 균일 분배기 유닛(18)을 통해서 상기 액체 펌프(12)의 입구에 연결되고;

상기 응축기 유닛(9)의 출구(10)에 연결된 상기 수집 탱크(11)의 출구(31)는, 다른 균일 분배기 유닛(32)을 통해서 최종 생성물 수집 탱크(29)의 입구 및 상기 액체 탱크(1)의 추가 액체 입구(19)에 연결되며;

상기 수집 탱크(11)의 내부공간(33)은 진공 펌프(27)에 연결되는 것을 특징으로 하는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치.

청구항 10

제 8항 또는 제 9항에 있어서, 상기 기포 발생기(13)의 출구(20) 는, 분배기 유닛(21)을 통해서 상기 액체 탱크(1)의 하부에서 하나의 액체 입구(2)에 연결되고, 상기 액체 탱크(1)의 상부에서 다른 액체 입구(22)에 연결되는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치.

청구항 11

제 8항 내지 제 10항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 기포 발생기(13)는 5-5000 μ m의 기포를 발생하는 장치.

청구항 12

제 8항 내지 제 11항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 액체 탱크(1)의 상기 내부 공간(7)은 표면 확장 요소(24)를 포함하는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치.

청구항 13

제 8항 내지 제 12항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 액체 탱크(1)에는 열교환 유닛(25)이 결합되는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치.

청구항 14

제 8항 내지 제 13항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 액체 탱크(1)에는 오버플로우 출구(26)가 설치되는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치.

청구항 15

제 8항 내지 제 14항 중 어느 한 항에 있어서, 이전 탱크(1)의 상부에 배열된 기상 매체 출구(4)가 다음 탱크(1)에 속하는 압축기(15)의 입구(28)에 연결되는 방식으로 직렬 연결된 다수의 액체 탱크(1)를 포함하고, 최종 액체 탱크(1)의 기상 매체 출구(4)는 응축기 유닛(9)의 입구(34)에 직렬 연결되며, 이어지는 다른 탱크인 액체 탱크(1)의 오버플로우 출구(26)는 연결관(35)을 통해서 이전 탱크의 추가 액체 입구(19)에 연결되는 액체 혼합물의 성분을 분리하는 장치.

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 상이한 비등점을 갖는 액체의 분리 및 농축 장치와 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 분별 증류는 상이한 비등점을 갖는 물질을 분리하기 위해 수 십년 동안 업계에서 사용해오고 있다. 물에서 알코올을 분리하거나, 비등점을 갖는 광물성 오일을 수득하는 것은 잘 알려진 예다. 두가지 모두에 있어서, 분리할 성분의 비등점 차는 수십도(℃)에 이르기까지 크므로, 분별 증류에 의한 분리는 상대적으로 용이하며 경제적이다. 이는 어떻게 연간 대략 백만톤 정도의 알코올 및 오일 파생품이 이러한 방식으로 제조되고 사용되는지를 보여준다. 가장 큰 어려움은 비등점 차(0.5-2℃ 차)가 작은, 따라서 낮은 분별 상수를 갖는 물질을 분리하는데 있다. 이러한 물질은 많은 에너지를 소비하는 매우 높은 (이론 또는 물리적인) 단수(plate number)의 탑에서만 분

리가 가능하다. 안정 동위원소를 함유하는 화합물을 분리하는 것은 그러한 어려운 작업이다. 본 발명은 주로 수소의 안정 동위원소(H_2O , HDO , D_2O)를 함유하는 물분자를 분리하고 농축하는 장치 및 상기 장치를 작동시키는 방법과 관련된다.

[0003] 빙하수(deuterium-depleted water, DDW)를 제조하는 기술이 존재하는데, 이는 고전적인 분별 증류를 기반으로 하며, H_2O 와 HDO ($0.5^\circ C$) 및 H_2O 와 D_2O ($1.5^\circ C$)의 비등점 차를 활용한다. 분리란 본질적으로, 평형 상태에서 낮은 비등점의 생성물(여기서는 H_2O)이 최소한으로($100^\circ C$ 에서 1.2%까지) 기상으로 농축되는 것을 의미한다. 현재 사용되고 있는 분별 증류탑은, 하단에서 상단까지 상승하는 증기가 높은 비등점을 갖는 성분(이 경우에는 HDO , D_2O)을 점차 잃으면서 증기를 응축하여, 탑의 상부에서 DDW를 얻을 수 있는 물리적 또는 이론적인 "플레이트(단)" 상에서 안정적인 물-증기 평형을 제공하도록 구성되어 있다. 표준수와 중수를 분리하기 위한 단수가 높을수록, 생성물에서의 평형도는 낮아지게 된다.

[0004] 분리 효율은 다수의 파라미터에 의해서 결정된다. 결정적인 인자로는 탑 내부를 유동하는 증기의 양과, 물-증기 평형을 제공하는 면적과, 분별(농축) 상수(분리 온도가 낮을수록, 결과적으로 분별 상수가 높아짐)가 있다. 분별 상수는 일정 온도에서 액상보다 기상에서 더 잘 농축되는 고 휘발 성분이 몇 퍼센트인지를 규정한다. H_2O 및 HDO 에 대한 분별 상수가, $0^\circ C$ 에서 $100^\circ C$ 까지 $5^\circ C$ 간격으로 아래의 표에 주어져 있다.

표 1

온도 ($^\circ C$)	분별 상수 (%)	변화 (ppm)
0	10.2	15.6
5	9.5	14.25
10	8.9	13.35
15	8.3	12.45
20	7.8	11.7
25	7.3	10.95
30	6.8	10.2
35	6.3	9.45
40	5.9	8.85
45	5.5	8.25
50	5.2	7.8
55	4.8	7.2
60	4.5	6.75
65	4.2	6.3
70	4.0	6.0
75	3.7	5.55
80	3.5	5.25
85	3.2	4.8
90	3.0	4.5
95	2.8	4.2
100	2.6	3.9

[0006] (D 농도가 바닥의 물속에서는 상승하는 반면), DDW의 생성은, 당연히 탑을 통해 유동하는 증기의 양에 비례한다. 비록 분별 상수가 저온에서 높더라도, 대응하는 증기 분압이 훨씬 더 낮기 때문에, 저온에서는 증기로 운반되는 물의 양이 생산성을 제한할 정도로 적은 경우도 있다. 게다가, 비등점의 차가 최소인 경우, 탑 내에서 평형을 유지하기 위해 생성물의 일부($1/15$ 내지 $1/18$)만 개시할 필요가 있는 것으로 이해해야 한다. 그래서, 특히, 시간당 1톤의 증기를 사용함으로써, 55-65리터의 DDW를 제조할 수 있다.

[0007] 가능한 빨리 일정 온도에서 물-증기 평형을 얻을 수 있는, 분별 효율은 물-증기 접촉 면적의 크기에 따라 크게 달라진다. 접촉 면적을 증가시키기 위한 몇 가지 방법이 과거 수 십년 동안 개발되어 왔다. 알려진 고전적인 방법에서는 기포 캡을 사용한다. 이 경우에, 탑 내의 모든 플레이트는 몇 센티미터의 수막층으로 덮여있으며, 하부단에서 상승하는 스팀은 기포 캡에 의해서 기포 내로 밀려들어간다. 이 과정에서, 증기는 최소한의 시간 동안만 수상(water phase)으로 존재하며, 접촉 영역은 탑의 직경 및 플레이트 상에서의 수막층의 면적에 의해서 대

체로 결정된다. 1m 직경의 탑에서, 상기 면적은 0.785m^2 다. 접촉 면적을 증가시키기 위한 다른 방법으로, 작은 부피로도 큰 면적을 제공하는 다공성 물질을 탑에 채우는 것이 있다. 그 면적을 물로 충분히 적실 수 있다면, 상승하는 증기와 길이가 통일된 고체 표면 상의 수막층 간의 균형이 증가하게 되며, 분별 효율은 대략 최대 이론 값이 된다. 일반적으로 사용하는 탑 패키징의 형태로는 라시히(Raschig) 링이 있으며, 다공성 세라믹 표면은 상이한 비등점을 갖는 물질을 분리하기 위한 면적을 제공한다. 가는 금속 와이어로 제조되고 정확하게 만곡된 그물세공에 의해서 단위 부피당 최대 표면이 제공되는, 소위 순서화된 패키징(ordered packing)을 이용하면, 단위 부피당 보다 우수한 분별을 달성할 수 있다. DDW 또는 증수를 제조할 경우, 스테인리스 스틸이 물에 잘 젖지 않으므로, 패키징에 다공성 인청동 마무리를 실시해야 하기 때문에, 별도의 비용이 든다.

[0008] 이러한 모든 절차에 있어서, 액체와 증기의 접촉면에서 본질적으로 분리가 일어나며, 액체 표면을 만들기 위해 일부 고체 "지지체(scaffold)"가 사용된다. 기포 캡의 경우에는 트레이 스스로 고체 부분을 제공하며, 채워진 탑 내에서, 지지체는 세라믹 충전재, 순서화된 패키징 또는 일부 다른 고체 물질이다. DDW를 제조하는 기존의 방법은 다음과 같은 단점을 갖는다: 1. 높은 에너지 입력에도 불구하고 하나의 증류탑은 낮은 용량을 갖는다; 2. 탑을 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 로 작동할 경우, 분별 상수는 낮으며, 최대 이론 D레벨을 얻기 위해서는 높은 단수를 필요로 하므로 투자 비용의 증가를 가져온다; 3. 저온 진공에서의 회석에 의해 높은 분별 상수를 달성할 수 있으나, 제어 시스템이 더욱 복잡해지며, 저온의 기상에서는 적은 양의 물이 존재하기 때문에, 용량이 감소된다; 4. 추가적인 보조 장비(고속 대량 처리 보일러, 탑 전용 고층 빌딩, 큰 냉각 용량)로 인해, 회석탑은 많은 투자 비용을 요하며, 비용이 증가된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 주 목적은 현재 이용가능한 방법보다 더 효율적인, 상이한 비등점을 갖는 성분을 분리할 수 있는 장치를 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명은 성분으로 분리할 액체에 기포를 생성함으로써, 액상-기상의 접촉 면적이 크게 증가될 수 있다는 인식을 기반으로 한다. 이 면적은 기포의 내부공간 내에서 고 휘발 성분의 신속한 농축을 허용하기에 충분하며, 일정 온도에서의 기액 평형(liquid-vapor equilibrium)이 비교적 신속히 달성된다. (트레이, 라시히 링 또는 순서화된 패키징을 사용하는) 기존의 절차와는 대조적으로, 본 발명은 상이한 비등점을 갖는 성분이 액상에서 스스로 그들의 분별 상수에 따라서 분리되는 표면을 생성하는 것을 가능케 한다. 액체의 표면에 도달하여 기포가 터지면, 고 휘발 성분이 풍부한 증기와 함께 그들의 기체 내용물은 액체 위의 공간으로 진행된다.

[0011] 또한, 보다 작은 (마이크로) 기포가 장시간 액상으로 머무름에 따라, 기액 평형을 위한 충분한 시간이 주어지며 정착되도록 한다.

[0012] 그러므로, 본 발명은 주로, 상이한 비등점을 갖는 액체의 성분을 분리하는 방법에 관한 것으로, 운반 기체에 의해서 액상으로 기포가 발생하여, 고 휘발성 액체 성분이 농축되는 단계와 고 휘발 성분이 풍부해진 상기 기포가 액상으로 남지 않으면서, 방출된 증기가 모아지고 응축되며, 결과적으로 휘발 성분이 풍부해진 액체가 운반 기체로부터 분리되는 단계를 포함한다.

[0013] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 상기 기포의 직경은 $5\text{--}5000\mu\text{m}$ 다.

[0014] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 상기 기포의 70% 이상은 $5\text{--}200\mu\text{m}$ 의 직경을 갖는다.

[0015] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 상기 기포의 70%는 5분 후에 여전히 액상으로 존재한다.

[0016] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 상기 기포의 70% 이상은 $500\text{--}5000\mu\text{m}$ 의 직경을 가지며, 더욱 바람직하게는 $750\text{--}3000\mu\text{m}$ 의 직경을 갖는다.

[0017] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 상기 운반 기체는 낮은 비등점의 1종 이상의 기체 혼합물이며, 바람직하게는 공기다.

[0018] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 분리될 상이한 비등점을 갖는 상기 액체는 H_2O , HDO 및 D_2O (천연수 (natural water)에서 발견할 수 있는 바와 같이, 이들의 혼합물)이며, 상기 방법의 농축단계는 $5\text{--}100\text{ }^{\circ}\text{C}$, 바람직

하계는 40-70℃에서 실행된다.

- [0019] 또한, 바람직하게, 상기 방법에 있어서, 기포로부터 기체 혼합물의 방출은 고체 표면 상에 액체를 확산시킴으로써 촉진된다.
- [0020] 본 발명의 다른 목적은 상기 방법을 구현하기 위해 배치하는 장치를 제공하는데 있다. 그러므로, 본 발명은 상이한 비등점을 갖는 액체의 성분을 분리하는 장치에 관한 것이며,
- [0021] 하나 이상의 액체 입구(2)와, 하나 이상의 액체 출구(3)와, 하나 이상의 기상 매체 출구(4)를 갖는 하나 이상의 액체 탱크(1)와;
- [0022] 액체 입구(2)를 통해서 상기 액체 탱크(1)와 액체 공급원(5)을 연결하는 하나 이상의 공급관(6)과;
- [0023] 상기 기상 매체 출구(4) 및 연결 파이프(8)를 통해서 상기 액체 탱크(1)의 내부 공간(7)과 유체 연통 접촉하는 (in flow-through contact) 응축기 유닛(9)과;
- [0024] 파이프(30)를 통해서 상기 응축기 유닛(9)의 출구(10)에 연결된 수집 탱크(11)를 포함하는 분리 장치에 있어서,
- [0025] 상기 액체 공급원(5)과 액체 입구(2) 간의 공급관(6)에는, 액체 펌프(12) 및 이 액체 펌프의 출구에 연결된 기포 발생기(13)가 구비되고;
- [0026] 상기 기포 발생기(13)의 기상 매체 입구(14)는 기상 매체 압축기(15)의 출구(16)에 연결되고;
- [0027] 상기 액체 탱크(1)의 액체 출구(3)는, 복귀관(17) 및 상기 액체 공급원(5)에 연결된 균일 분배기 유닛(18)을 통해서 상기 액체 펌프(12)의 입구에 연결되고;
- [0028] 상기 응축기 유닛(9)의 출구(10)에 연결된 상기 수집 탱크(11)의 출구(31)는, 다른 균일 분배기 유닛(32)을 통해서 최종 생성물 수집 탱크(29)의 입구 및 상기 액체 탱크(1)의 추가 액체 입구(19)에 연결되며;
- [0029] 상기 수집 탱크(11)의 내부공간(33)은 진공 펌프(27)에 연결되는 것을 특징으로 한다.
- [0030] 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 상기 기포 발생기(13)는 기상 매체가 통과할 수 있는 세라믹 튜브를 구비한다.
- [0031] 또한, 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 상기 기포 발생기(13)의 출구(20)(도 2 및 3)는, 분배기 유닛(21)을 통해서 상기 액체 탱크(1)의 하부(바람직하게, 제 3하부)에서 하나의 액체 입구(2)에 연결되고, 상기 액체 탱크(1)의 상부(바람직하게, 제 3상부)에서 다른 액체 입구(22)에 연결된다. 상기 분배기 유닛(21)은 방향 제어밸브일 수 있다.
- [0032] 또한, 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 상기 기포 발생기(13)는 5-5000 μ m의 기포를 발생하는 장치다. 상기 기포 발생기(13)가 총 수 cm³/min 내지 수 m³/min의 기포 부피를 생성하는 것이 바람직하다.
- [0033] 상기 응축기(9)는 관상(tubular) 열교환기(23)를 포함하는 것이 바람직하다.
- [0034] 상기 균일 분배기 유닛(18)은 방향 제어밸브 또는 다분기 밸브(manifold valve)이고, 원격 제어될 수 있는 것이 바람직하다.
- [0035] 상기 액체 탱크(1)는 직립 원통형으로 밀폐되어 있는 것이 바람직하다.
- [0036] 또한, 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 상기 액체 탱크(1)의 상기 내부 공간(7)은 표면 확장 요소(24)를 포함한다. 이 요소는 격자 구조를 갖는 것이 바람직하다.
- [0037] 또한, 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 상기 액체 탱크(1)에는 열교환 유닛(25)이 장착된다. 상기 열교환 유닛(25)은 상기 액체 탱크의 내부 공간(7)에서, 그의 바닥 근처에, 특히 바닥과 접촉해서 배치되는 것이 바람직하다. 상기 열교환 유닛(25)은 관상 열교환기 또는 전기 히터일 수 있다.
- [0038] 또한, 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 상기 액체 탱크(1)에는 오버플로우 출구(26)가 설치된다. 상기 액체 탱크(1)의 적어도 하나의 상부 또는 하부 부분은 상이한 온도의 유체가 순환할 수 있는 재킷 벽으로 에워싸이는 것이 바람직하다.
- [0039] 또한, 바람직하게, 상기 장치에 있어서, 이전 탱크(1)의 상부에 배열된 기상 매체 출구(4)가 다음 탱크(1)에 속하는 압축기(15)의 입구(28)에 연결되는 방식으로 직렬 연결된 다수의 액체 탱크(1)를 포함하고, 최종 액체 탱크(1)의 기상 매체 출구(4)는 응축기 유닛(9)의 입구(34)에 직렬 연결되며, 이어지는 다른 탱크인 액체 탱크

(1)의 오버플로우 출구(26)는 연결관(35)을 통해서 이전 탱크의 추가 액체 입구(19)에 연결된다.

- [0040] 다수의 액체 탱크(1)를 포함하는 장치는 소정의 액체 탱크(1)의 액체 출구(3)가 이전 탱크(1) 중 하나의 액체 펌프(12)의 입구에 연결되도록 구성될 수 있다.
- [0041] 운반 기체는 압축기의 입구(36)로부터 시스템 내로 공급된다.
- [0042] 상술한 바와 같이, 분리 장치는 직렬 연결되어 분리를 증대시킬 수 있다. 그러한 시스템에 있어서, 장치들은 연속으로 직렬 연결되는 것이 바람직하며, 낮은 비등점의 성분이 풍부한 하나의 탱크 내부공간(7)으로부터의 증기는 다음 탱크 내에서 기포를 발생하는데 사용된다. 시스템 내의 기포 발생기 수를 증가시킴으로써, 상이한 휘발성을 갖는 성분의 분리를 임의 레벨로 증대시킬 수 있다.
- [0043] 액체 혼합물은 상이한 비등점을 갖는 성분을 함유하는 임의의 종류일 수 있다. 명백하게, 성분 간의 비등점 차이가 적은 (가령, 0.5-3℃) 혼합물인 경우에 본 발명의 방법이 가장 유리하지만, 비등점 차이가 그보다 높은 (가령, 3-30℃) 경우에도 당연히 적용할 수 있다. 본 발명의 방법은 빙하수 (deuterium-depleted water, DDW)를 제조하는데 (즉, 거의 동일한 비등점을 갖는 H₂O, HDO 및 D₂O를 분리하는데) 매우 적합할 수 있다. 실시예 및 바람직한 실시형태에서는 DDW 생산에 대해 설명하지만, 기포를 발생시켜 액체-증기의 접촉 면적을 증가시키려는 본 발명의 기본적인 사상을 다른 혼합물(가령, 물-알코올 혼합물, 혼합 유기 용매)에 대해서도 적용할 수 있다는 것이 당업자에게는 명백할 것이다.
- [0044] 본 발명의 기술적인 해법에 따라서, 기포의 직경(특히, 5 내지 5000μm임)은 폭넓게 변할 수 있다. 기포의 크기 감소로 액상에서의 체류 시간이 증가하게 된다. (5-200μm의) 미세기포를 이용할 수도 있다. 물론, 기포의 70%는 5분 후에도 액상으로 유지된다. 비록 미세기포로 도달할 수 있는 평형이 일정 온도에서 이론적인 기액 평형에 더욱 가깝지만, 추가적인 작업으로 미세기포는 액상으로 남지 않으면서, 그들의 내용물을 액체 위의 공간에 배출시킨다. 이는 부분적으로 또는 완전히 미세기포로 포화시킨 액체를 확산시킴으로써, 즉, 액체가 큰 표면 위로 흐르도록 하여 기포의 병합 및 파열을 촉진시킬 수 있다.
- [0045] 미세기포는 소위 미세기포 발생기에서 만들어진다. 여러 회사에서 그러한 장치를 제조 및 판매하므로, 폭넓은 선택을 통해서 최적의 장치를 고를 수 있다. 장치의 유형에 따라서, 미세기포 발생기에 의해서 약 5-200μm 직경의 기포가 만들어질 수 있다.
- [0046] 다른 바람직한 실시예에 있어서, 큰 기포가 발생된다. 이 경우에, 기포의 내용물은, 가령 액체가 표면을 따라 흐르도록 하여, 더욱 쉽게 내부공간으로 전달된다. 그러한 큰 기포(약 500-5000μm, 또는 더욱 바람직하게 750-3000μm 직경)의 경우에, 기포 함유 액체를 탱크 내로 여러 번 재순환시켜, 액체와 증기 간에 충분히 긴 접촉 시간(바람직하게, 기포의 70%가 상기 범위에 들어오는)을 보장하는 것이 바람직하다. 도면에는 이러한 종류의 바람직한 구성이 도시되어 있다.
- [0047] 이하, "기포"는 (크기를 명시하지 않는 한) 미세기포와 큰 기포, 및 이들의 임의의 혼합물을 의미한다.
- [0048] 기포를 발생시키려면 소위 운반 기체가 필요하다. 운반 기체의 비등점은 분리할 성분의 비등점보다 훨씬 낮아야 하며, 기체의 사용온도가 그의 임계 온도 이상이면 바람직하다. 이러한 방식으로 기체는 응축기 내에서 액화되지 않는 것이 바람직하며, 응축기는 열교환될 수 있거나 압력 증가에 의해 달성되는 응축을 바탕으로 작동할 수 있다.
- [0049] 상이한 비등점을 갖는 물질의 분리에 있어서, 하나의 결정적인 인자로는 성분이 그들의 비등점에 따라서 충분히 분리될 수 있는 큰 면적이 있다. 본 발명은 또한, 기포에 의해서 충분한 분리 면적을 제공하는 장치에 관한 것이다.
- [0050] 바람직한 실시예에 있어서, 액체 탱크(특히, 원통형 탱크)에서 온도 구배가 생김으로써, 워터 탑의 하부보다 상부가 따뜻하다. 이러한 방식으로, 상승하는 기포는 항상 더 높은 온도의 도달 층을 확장하여, 기포에 작용하는 양력(lifting force)을 증가시키고, 기포의 내용물이 물 위의 공간으로 배출되는 물의 표면까지 이들 기포를 구동시킨다.
- [0051] 본 발명의 실제 구현예에 있어서, 이러한 것들은 분리할 소정의 물질에 대해 실험적으로 결정되어야 하며, 액체의 밀도, 점도, 및 비등점과 (외부 압력 같은) 물리화학적 파라미터에 의해서 달라지는 기포의 크기는, 액상에서 안정적으로 유지되며, 크기 및 온도는 기포의 부유 속성(floating behaviour)을 변화시키며, 이들에 의해 표면에 대한 양력 효과가 상승하게 된다. 따라서, 장치의 작동시에는, 기포의 크기 및 탑의 온도 구배가 설정되어

야 한다.

[0052] 다른 바람직한 실시예에서, 워터 탑 내의 상부로부터 일정 거리에서 기포와 미세기포의 융합을 가속시키는 환경을 만들어서 기포의 부상을 촉진시킬 수 있으며, 크기가 증가됨으로서 표면에는 큰 기포가 생성된다.

[0053] 또한, 다공성 물질 또는 일부 다른 물질이 물 표면에 접촉하면, 기포 소멸을 포함하는 충돌로 인해, 표면에서 기포의 소멸 및 물 위에 위치하는 내부공간으로의 기포 내용물의 전달을 촉진시킬 수 있다.

[0054] 또한, 기포의 상승은 기포 발생기를 나오는 액체 또는 그 일부를 탱크의 상부로 유도한 후, 탱크 벽 또는 별도의 큰 표면 요소, 가령 체(sieve)형상 물체를 타고 아래로 흐름으로써, 기포의 부상을 촉진시킬 수도 있다. 흘러내린 기포는 표면에 도달해서 파열될 가능성이 크며, 기포 내에 들어 있는 성분은 내부공간으로 이동한다. 체 이외에 다른 표면 확장 요소 (다공성 세라믹, 와이어 메시 패킹 등)도 적용할 수 있으며, 이들 요소는 하나에서 다른 하나로 흐르는 액체와 함께 몇 개의 층에서 또는 단계적으로 사용할 수 있다.

[0055] 고 휘발 성분의 농축물을 증가시키기 위해, 액체 상부 및 (가해진 온도 및 압력에서 스팀 형태로 존재하는) 기상의 성분 내에서 기상 매체(특히 스팀 함유 공기, 이하, 스팀이라 함)는 다음 탱크 유닛의 기포 발생기 내로 펌핑되는(가령, 기포 발생 세라믹 또는 다른 요소를 통해 도입되는) 식으로 실시할 수도 있다. 이를 통해 낮은 비등점을 갖는 성분의 추가적인 농축이 달성된다. 필요한 농축물에 도달할 수 있도록 본 발명에 따르는 다수의 장치를 직렬 연결하는 것이 바람직하다.

[0056] 추가적인 본 발명의 바람직한 실시예에 있어서, 기포 발생기에서 사용하는 액체와 스팀을 반대로 이동시킴으로써, 연속적인 분리 및 연속적인 동작이 보증된다. 하나의 유닛에서 나온 스팀은 기포 발생기를 거쳐서 다음 유닛으로 도입되고, 시스템의 말단에서 응축된 액체는 최종 유닛으로 복귀한다. 이는 내부 액체의 레벨을 상승시키고, 특히 중력 오버플로우에 의해 이전 유닛으로 되돌아간다. 최종 생성물은 시스템의 말단에서 응축물로부터 취출되며, 취출 비율은 분리 및 생산성의 정도와 관련이 있다. 물의 경우, 응축물의 1/12 내지 1/15를 최종 생성물로서 취출한다.

[0057] 스팀의 순방향 유동 및 액체의 역방향 유동에 의해서, 전체 시스템 내에서 상이한 비등점을 갖는 성분의 비율이 천천히 변하며, 고 휘발 성분의 양은 유닛에서 유닛으로 갈수록 증가한다. 따라서, 휘발 성분이 풍부하지 않으면, 새로운 액체를 제 1탑에 공급해야 한다.

[0058] 상술한 바와 같이, 상이한 비등점을 갖는 성분의 분리를 위한 큰 물-스팀의 접촉 면적(또는 임의의 액체-스팀의 접촉 면적)은 (지금까지 수 십년간 사용해온 오래된 공정의) 고체 구조에 의해서가 아닌, 액체 내에 존재하는 기포에 의해서 달성된다. 이러한 사상은 높은 에너지 소비 없이도 상대적으로 저가의 장비에 의해서 제약 산업에서 필요로 하는 소정량(최대 일일 수백만 리터)의 DDW 생산을 가능케 한다. 다른 액체 물질의 분리 역시 보다 경제적으로 실행할 수 있다. 본 발명의 장치 및 방법의 다른 주요 이점은 적은 준비 작업과 추가적인 투자로도 어느 곳에서나 배치가 가능하다는데 있다.

[0059] 본 발명에 따르는 표면 관련 파라미터는 아래의 계산으로 예시한다.

[0060] 분별 증류용 기포 캡 탑(bubble-cap column)은, 현재 사용하는 바와 같이, 탑의 직경에 따라서, 물과 스팀의 평형을 위해 플레이트당 다음과 같은 면적을 제공한다.

표 2

[0061]	탑 직경	0.6m	1.0m	1.5m
	플레이트 면적	0.27m ²	0.78m ²	1.76m ²

[0062] 반대로, 가령, 기포 생성 세라믹 요소를 통해서 단지 분당 10cm³의 공기를 시스템 내에 도입함으로써, 기포 크기에 따른 물-스팀의 접촉 면적은 다음과 같다.

표 3

[0063]	기포 직경	5 μ m	10 μ m	50 μ m	100 μ m
	물-스팀 접촉 면적	1.17m ²	0.58m ²	0.11m ²	0.04m ²

[0064] 작동하는 동안, 액상으로 도입된 공기의 양과 물에서 나오는 기포의 양은 평형을 이루어야 한다. 분당 10cm³의

유동이 유지될 수 있으며, 기포의 직경에 따라 시간당 물에서 생성되는 기포의 면적은 다음과 같다.

표 4

기포 직경	5 μ m	10 μ m	50 μ m	100 μ m
작업 시간당 생성된 면적	70.2m ²	34.8m ²	6.6m ²	2.4m ²

발명의 효과

본 발명에 따라 만들어진 장치 및 방법의 장점은 다음과 같다:

- 저온에서 분리가 실행되므로 에너지 절감이 상당하다;
- 저온에서의 분별 상수는 100℃에서의 비등점 보다 높으므로, 보다 적은 단계로도 필요한 농축물에 도달한다;
- 10-30m 높이의 통상적인 증류탑보다 간단하고 저가로 장치를 구성할 수 있다;
- 보조 장비(증류탑의 가스 연료 보일러, 냉각 용량, 구조적인 요소 등)가 필요치 않거나, 현재까지 알려진 증류장비에 비해 보조 장비의 크기와 비용이 훨씬 작다;
- 다단의 높은 구조물이 필요치 않으며, 장치의 유닛을 하나의 건물 내에서 다음 유닛과 서로 교체할 수 있다;
- 제조 공정에 의해서 필요시 언제든지 유닛의 수 및 농축물의 등급을 바꿀 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 단독형 (하나의 유닛) 장치를 나타낸다.

도 2는 기포 발생기를 나오는 물의 일부가 직접 도입되는 면적 확장 요소를 이미 구비한 시스템을 나타내는 도면이다. 도시한 변형예에 있어서, 기포 풍부 액체의 일부는 탱크의 상부 및 이후 면적 확장 요소로 유동한다.

도 3은 도 2에 도시한 유닛을 2개 연결하여 구성한 시스템을 나타낸다. 여기서는 이론상, 임의의 수량의 기본 유닛(그의 고정물을 구비한 하나의 액체 탱크(1))을 상술한 방식으로 연결할 수 있다는 점을 주목해야 한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

다음 실시예에 의해서 특허 보호범위가 한정되지 않는 것으로 본 발명을 해석해야 한다.

실시예 1

15L의 부피와 25cm의 직경을 갖는 탱크에 10L의 물이 채워져 있다. 액체 탱크(1)를 열교환 유닛(25)에 의해 밑에서부터 가열함으로써, 물의 온도를 임의의 값으로 설정할 수 있다. 액체 탱크(1)의 상부에는 온도계(그러나, 명백하기 때문에 도면에는 도시하지 않음) 및 응축기 유닛(9)(관상 열교환기)가 연결되어 있다. 액체 입구(2)와 출구(3)가 액체 탱크(1)의 측면에 설치되어 있다.

액체 입구(2)를 통해 액체 탱크(1)와 액체 펌프(12)가 연결되며, 액체 출구(3)를 통해서 액체 탱크(1)에서 배출된 물은 펌프에 의해서 기포 발생기(13)와 액체 입구(2)를 통해서 액체 탱크로 되돌아간다. 기상 매체 압축기(15)가 기포 발생기(13)에 연결되어 있어, 계속해서 공기를 공급한다. 필요한 양의 물은 균일 분배기 유닛(18)에 의해서 액체 공급원(5)으로부터 시스템 내로 공급된다. 수냉식 응축기 유닛(9)의 바닥에서 응축되는 액체는, 시스템 내에 부압을 형성하여 스팀에 충분한 유동을 제공하는 진공 펌프(27)에 연결된 수집 탱크(11)로 들어간다. 수집 탱크(11)에서 나온 물의 일부는 균일 분배기 유닛(32)에 의해 분기되며, 최종 생성물을 최종 생성물 수집 탱크(29)로 이어지는 하나의 배관과, 남은 액체를 추가 액체 입구(19)를 통해서 시스템으로 되돌려 보내는 다른 배관으로 보내진다.

상기 배치가 도 1에 도시되어 있다.

제 1 제조 시험에서, 물의 온도는 60℃로 유지하였고, 미세기포 발생기는 20cm³/min의 속도로 공기를 공급하였다. 기포 발생기에서 50-100 μ m의 직경을 가진 기포가 만들어졌고, 기포 발생기를 통해서 물은 5-8L/min의 유량으로 압송되었다. 응축물의 D함량은 공급수의 농도보다 낮은 6.7ppm이었으며, 이는 계산한 이론값과 정확히 일치한다.

실시예 2

- [0079] 상술한 프로토타입을 사용하되, 80℃로 운전하였으며, 만들어진 물에서 D함량의 감소는 4.6ppm뿐이었다. 이는 본 발명의 이론적인 배경의 정확성을 증명한 것으로, 온도 증가에 따라 분리가 악화되는 것을 나타냈다.

실시예 3

- [0080] 장치는 실시예 1의 구성요소로 배치하되, 다음과 같이 변형하였다:
- [0081] 액체 탱크는 1m의 높이와 25cm의 직경을 가지며, 15L의 물을 함유한다. 기포 발생기(13)에서 연장되는 파이프는 분배기 유닛(21)에서 2개로 분기된다. 하나의 배관은 액체 펌프(12)와 액체 입구(2)를 통해서 (실시예 (1)에서 기포 포화수)를 액체 탱크(1)의 바닥으로 이어진다. 다른 배관은 액체 탱크(1)의 상부에 배열된 다른 액체 입구(22)로 연장되며, 기포 포화수는 흘러내리면서 탱크의 벽 위로 확산되거나, 편의상 체 형상 표면을 지닌 추가의 표면 확장 요소(24)를 따라 탱크 바닥으로 간다. 분기되기 전에 분배기 유닛(21)은 액체 펌프(12)에 의해서 전달된 기포 포화수를 어떤 비율로 2개의 분기로 보낼지를 조절한다. 이러한 구성은 기포가 액체 탱크(1)의 벽 위를 흐르는 물이 남지 않도록 하여 증발한 물의 양이 크게 증가되도록 보증한다.

실시예 4

- [0082] 실시예 3과 동일한 배치를 갖되, 기포의 직경을 100-200 μ m로 하였다.

실시예 5

- [0083] 장치는 실시예 3과 동일하되, 기포의 크기를 500 내지 5000 μ m(평균: 500-800 μ m)의 범위에서 변화시켰다. 작동하는 동안, 기포 발생기(13) 이후 분배기 유닛(21)은 탱크 바닥으로 액체 유량의 20%, 탱크 상부로는 80%를 보냈다. 기포 크기(750-3000 μ m)가 큰 경우, 더 많은 물(40-75%)이 탱크 바닥으로 보내졌으며, 기포 직경이 5000 μ m인 경우에는 탱크 바닥으로 80%, 탱크 상부로는 20%를 보냈다.

실시예 6

- [0084] 20cm의 직경과 50cm의 높이를 갖고 40cm 높이의 물을 수용한 5개의 액체 탱크(1)가 배치되어 있다. 세라믹 기포 발생기(13)가 액체 입구(2)를 통해서 제 1탱크의 바닥에 연결되고, 10 μ m 기포의 형태로 액체 펌프(12)에 의해서 공급된 물속에 10cm³/min의 속도로 공기를 도입하였다. 원통형 액체 탱크(1)는 60℃ 온도의 물이 유동하는, 10cm의 폭과 30 내지 40cm의 높이를 갖는 넓은 재킷을 갖는다. 탱크의 최저 10cm 부분은 20℃의 물이 유동하는 동일한 재킷을 갖는다. 공기 및 제 1액체 탱크의 내부 공간(7)에서 증발한 물은 제 1탱크와 동일한 다음 액체 탱크(1) 내의 제 2세라믹 기포 발생기(13) 내로 공급되며 이 순서로 3회 이상 반복된다. 최종 액체 탱크(1)의 내부 공간(7)에서 나온 스팀은 응축기 유닛(9)에서 응축된 후, 수집 탱크(11)로 보내진다. 수집 탱크에 모아진 물의 일부는 (균일 분배기 유닛(32))에 의해서 2갈래로 분기된다. 최종 생성물은 최종 생성물 수집 탱크(29)로 가며, 남은 물은 추가 액체 입구(19)를 통해서 시스템으로 복귀한다.
- [0085] 상술한 방법에 있어서, 물질은 하나이상의 기포 발생기(13)를 통해서 제 1액체 탱크(1)로부터 최종 액체 탱크로 이동한다. 모든 탱크를 이전 탱크보다 0.5-1cm 높게 배치하고, 이를 40cm 높이에 배치한 오버플로우 출구(26) 및 이전 액체 탱크(1)의 바닥까지의 파이프를 통해 연결함으로써, 액체 탱크(1) 내에는 일정한 레벨이 확보된다. 이러한 방식으로, 응축 후에 최종 액체 탱크(1)로 돌아오는 액체는, 액체 수위가 40cm 높이를 넘을 경우, 앞선 탱크로 흐르는 오버플로우 출구(26)을 통해서, 이전 액체 탱크(1)로 유동한다.

실시예 7

- [0086] 하나의 액체 탱크(1)의 내부 공간(7)으로부터 공기를 모은 후, 다음 탱크의 기포 발생기(13)으로 공급하도록 실시예 3에서 설명한 유닛을 5개 연결하였다.

실시예 8

- [0087] 장치는 실시예 1의 구조와 동일한 구조를 갖되, 원통형 액체 탱크(1)의 높이는 1m이고 직경은 50cm로 하였다. 공기는 분당 10cm³으로 유입된다.
- [0088] 상술한 실시예는 분리 기술에서 기포의 적용, 보다 정확하게는, 임의의 고체 표면 없이도, 상이한 비등점을 갖

는 성분을 기포에서 분리하는 사상을 예시한 것으로, 본 기술분야에서 비제한적인 가능성을 개시하였다. 장치 및 기포의 크기, 내부에 공급되는 공기 및 그 밖의 기체, 직렬 실린더의 수, 온도 분포 등은 실제 분리 작업에서 필요에 따라 바꾸거나 최적화할 수 있다.

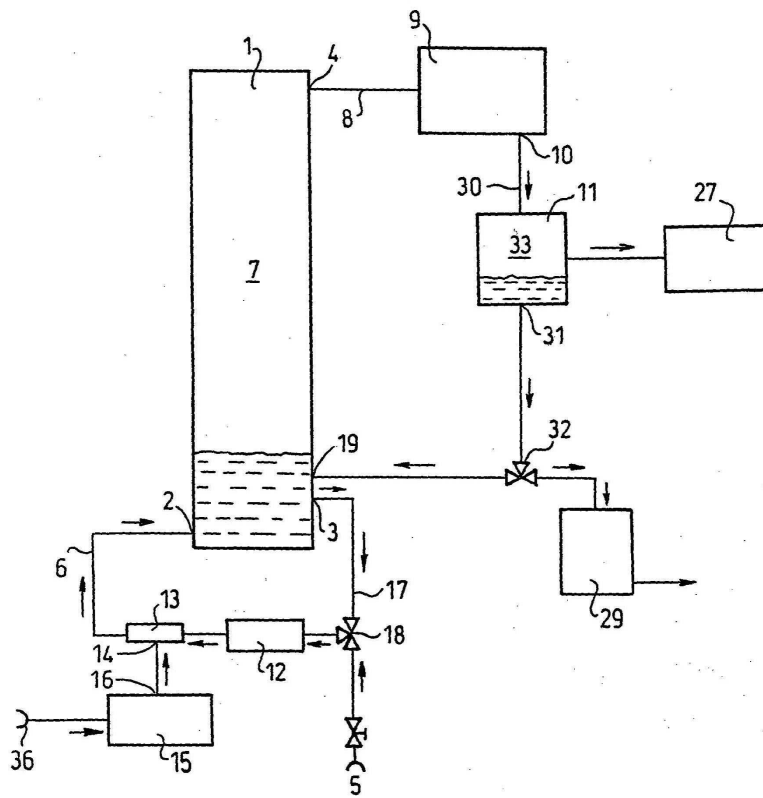
부호의 설명

[0089]

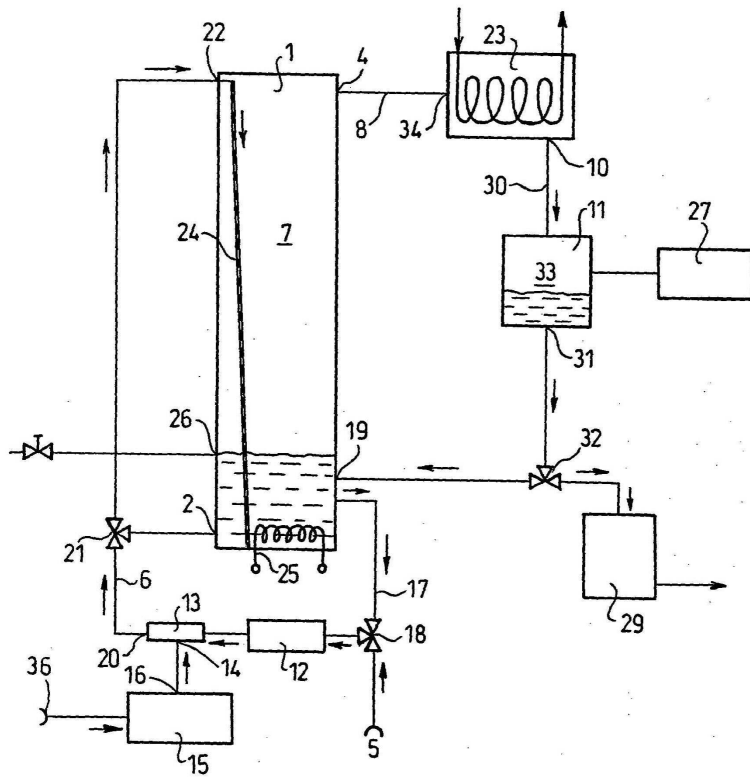
- | | |
|------------------|-----------------------|
| 1: 액체 탱크 | 2: 액체 입구 |
| 3: 액체 출구 | 4: 기상 매체 출구 |
| 5: 액체 공급원 | 6: 공급관 |
| 7: 액체 탱크의 내부 공간 | 8: 연결 파이프 |
| 9: 응축기 유닛 | 10: 응축기 유닛의 출구 |
| 11: 수집 탱크 | 12: 액체 펌프 |
| 13: 기포 발생기 | 14 :기상 매체 입구 |
| 15: 압축기 | 16: 압축기 출구 |
| 17: 복귀관 | 18: 균일 분배기 유닛 |
| 19: 추가 액체 입구 | 20: 기포 발생기 출구 |
| 21: 분배기 유닛 | 21: 탱크의 상부에 배열된 액체 입구 |
| 23: 관상 열교환기 | 24: 표면 확장 요소 |
| 25: 열교환 유닛 | 26: 오버플로우 출구 |
| 27: 진공 펌프 | 28: 압축기 입구 |
| 29: 최종 생성물 수집 탱크 | 30: 파이프 |
| 31: 수집 탱크 출구 | 32: 균일 분배기 유닛 |
| 33: 수집 탱크 내부공간 | 34: 응축기 입구 |
| 35: 연결관 | 36: 압축기 입구 |

도면

도면1



도면2



도면3

