(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년01월02일
(11) 등록번호 10-0790413
(24) 등록일자 2007년12월24일

(51) Int. Cl.
C07C 29/80 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2002-7016415
(22) 출원일자 2002년12월02일
심사청구일자 2006년05월22일
번역문제출일자 2002년12월02일
(65) 공개번호 10-2003-0007838
(43) 공개일자 2003년01월23일
(86) 국제출원번호 PCT/US2001/016675
국제출원일자 2001년05월23일
(87) 국제공개번호 WO 2001/94284
국제공개일자 2001년12월13일
(30) 우선권주장
09/587,103 2000년06월02일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US05868906A1
전체 청구항 수 : 총 9 항

(73) 특허권자
엑손모빌 케미칼 패턴츠 인코포레이티드
미국 텍사스주 77520-2101 베이타운 베이웨이 드라이브 5200
(72) 발명자
버튼폴이
미국루이지애나주배튼루지치펜함드라이브1015
데보렌데니스제이
미국루이지애나주70810배튼루지하이랜드옥스드라이브346
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김성기, 신정건

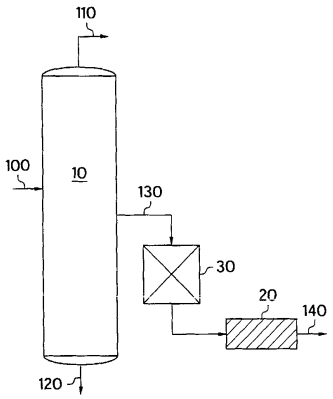
심사관 : 이준혁

(54) 초고순도 이소프로판올의 제조 방법

(57) 요 약

본 발명은 고순도 이소프로필 알코올을 제조하는 방법에 관한 것이다. 일 구체예에서, 이 방법은 (a) 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올을 포함하는 공급물 스트림을 분리 컬럼으로 공급하는 단계; (b) 상기 이소프로필 알코올을 상기 분리 컬럼의 상부로부터 회수되는 상부 스트림과 상기 분리 컬럼의 하부로부터 회수되는 하부 스트림으로 분리하는 단계; 및 (c) (i) 공급물 스트림이 분리 컬럼으로 진입하는 지점보다는 낮지만, 하부 스트림보다는 높은 지점, 또는 (ii) 공급물 스트림이 분리 컬럼으로 진입하는 지점보다는 높지만, 상부 스트림보다는 낮은 지점에서 상기 고순도 이소프로필 알코올을 회수하는 단계를 포함하며, 상기 고순도 이소프로필 알코올은 금속 함량이 약 1 ppb 미만이고, 함수량이 약 100 ppm 미만이다. 경우에 따라 이 방법은 분리 컬럼으로부터 고순도 이소프로필 알코올을 회수한 후, 고순도 이소프로필 알코올을 이온 교환 수지에 통과시켜서, 임의의 금속 불순물 함량이 약 100 ppt 미만인 초고순도 이소프로필 알코올을 형성하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

딘티모시피

미국루이지애나주70180배튼루지웨스트스프링윈드코트10248

모트로우존피

미국루이지애나주70810배튼루지클래어본로드1024

야브로찰스엠

미국루이지애나주70817
배튼루지트랭퀼리티코트18626

(81) 지정국

국내특허 : 오스트레일리아, 브라질, 캐나다, 중국, 일본, 대한민국, 몰도바, 마다가스카르, 멕시코, 노르웨이, 싱가포르, 인도네시아

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투칼, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스, 터어키

특허청구의 범위

청구항 1

고순도 이소프로필 알코올의 제조 방법으로서,

(a) 200 내지 500 ppm의 유기 불순물을 포함하고, 또 함수량(c)이 0 ppm ≤c〈100 ppm 인 이소프로필 알코올(a)을 99.9 중량% ≤a ≤99.98 중량%로 포함하는 공급물 스트림을 분리 컬럼으로 공급하는 단계;

(b) 상기 분리 컬럼의 상부로부터 회수되는 이소프로필 알코올보다 낮은 비점을 갖는 성분들을 증가된 농도로 포함하는 상부 스트림과 상기 분리 컬럼의 하부로부터 회수되는 이소프로필 알코올보다 높은 비점을 갖는 성분들을 증가된 농도로 포함하는 하부 스트림으로 분리하며, 이때 상기 상부 스트림 및 상기 하부 스트림 모두에서 이소프로필 알코올이 고순도 이소프로필 알코올이 아닌 단계; 및

(c) (i) 상기 공급물 스트림이 상기 분리 컬럼으로 진입하는 지점보다는 낮지만, 상기 하부 스트림보다는 높은 지점, 또는

(ii) 상기 공급물 스트림이 상기 분리 컬럼으로 진입하는 지점보다는 높지만, 상기 상부 스트림보다는 낮은 지점에서 상기 고순도 이소프로필 알코올을 증기 사이드 스트림으로 회수하는 단계

를 포함하고, 상기 고순도 이소프로필 알코올은 금속 함량(m)이 0 ppb ≤m〈1 ppb이고, 함수량(c)이 0 ppm ≤c〈100 ppm인 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 분리 컬럼으로부터 상기 고순도 이소프로필 알코올을 회수한 후, 상기 고순도 이소프로필 알코올을 필터에 통과시키는 단계를 추가로 포함하며, 상기 필터는 막, 정밀여과 카트리지, 한외여과 장치 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 것인 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 필터는 세라믹 막, 중합체 막, 금속 막 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 막인 것인 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 고순도 이소프로필 알코올을 이온 교환 수지에 통과시켜서, 금속 불순물 함량(p)이 0 ppt ≤p〈100 ppt 인 초고순도 이소프로필 알코올을 형성하는 단계를 추가로 포함하는 것인 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 이온 교환 수지는 양이온 수지, 음이온 수지 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상의 수지인 것인 방법.

청구항 6

제4항에 있어서, 상기 초고순도 이소프로필 알코올을 필터에 통과시키는 단계를 추가로 포함하며, 상기 필터는 막, 정밀여과 카트리지, 한외여과 장치 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 것인 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 필터는 세라믹 막, 중합체 막, 금속 막 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택되는 막인 것인 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 분리 컬럼은 증류 컬럼인 것인 방법.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 상부 스트림은 상기 공급물 스트림의 5~30 중량%이고, 상기 하부 스트림은 상기 공급물

스트림의 5~30 중량%인 것인 방법.

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

명 세 서

기 술 분 야

<1> 본 발명은 초고순도 이소프로필 알코올의 제조 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로 본 발명은 100 ppt 미만의 금속 불순물 및 100 ppm 미만의 물을 함유하는 초고순도 이소프로필 알코올을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

<2> 반도체 제조 공정은 웨이퍼 표면이 가능한 한 청결하게 유지될 것을 요구한다. 때때로, 특히 웨이퍼 또는 칩을 수용액으로 세정한 후 건조시킬 경우 그 표면의 청결함을 유지하는 것이 어렵게 된다. 건조 과정은 종종 스팟의 형성을 초래하여 표면 위에 원하지 않는 잔류물을 남긴다. 이는 제조 공정에서의 결함을 초래하는 문제점으로 작용할 수 있다.

<3> 이러한 잔류물 문제를 해결하기 위한 한 방법은 즉시 이소프로필 알코올을 함유하는 세정액으로 수성 세정을 하는 것이다. 이소프로필 알코올은 신속히 증발되어 잔류물을 남기지 않는다.

<4> 이러한 방법이 효과를 발휘하기 위해서는, 이소프로필 알코올은 극도로 순수해야 한다. 이러한 새로운 요구사항은 특별히 높은 순도, 일반적으로 오염물과 물이 ppm 이하로 측정되는 수준으로 이소프로필 알코올을 정제하는 방법을 개발할 필요성을 촉발시켰다.

<5> 몇몇 특허는 고순도 이소프로필 알코올 생성물을 제조하는 데 이용되는 방법에 대해 개시하고 있다. 그러나, 이들 특허 중 어느 것도 본 발명에서 설명하고 청구하는 방법을 개시하고 있지는 않다.

<6> 미국 특허 제5,868,906호(Adams 등, 1999년 2월 9일 등록)는 제1 증류 컬럼 내에서 2000 ppm 미만의 물을 함유하는 이소프로필 알코올 용액으로부터 비점이 이소프로필 알코올보다 낮은 임의의 유기 불순물과 물을 거의 모두 제거함으로써 불순물이 섞인 이소프로필 알코올을 탈수화시키고 정제하는 방법을 교시한다. 상부(overhead) 생성물은 이소프로필 알코올보다 비점이 낮은 유기 물질 및 2원 이소프로필/물 공비 혼합물을 함유한다. 제1 증류 컬럼으로부터 나온 상부 생성물은 제2 증류 컬럼으로 공급되며, 여기서 비점이 낮은 상부 생성물을 취해 원하는 수준으로 여과한다.

<7> 미국 특허 제2,604,440호(Brooks, 1952년 7월 22일 등록)는 황산의 존재하에 이소프로필 알코올-물 2원 공비 혼합물로부터 물을 제거함으로써 이소프로필 알코올을 정제하는 방법을 개시한다.

<8> 미국 특허 제4,399,000호(Tedder, 1983년 8월 16일 등록)는 실질적으로 물이 없는 알코올을 제조하는 방법을 교시한다. 이 방법은 알코올에 대한 추출제를 함유하는 유기 용매계로 알코올 수용액을 추출함으로써 유기 용매-알코올 상과 수성 상을 형성하는 단계, 및 유기 용매-알코올 상을 진공 증류시켜서 실질적으로 물이 없는 알코올 생성물을 얻는 단계를 포함한다.

<9> 미국 특허 제5,585,527호(Marker, 1996년 12월 7일 등록) 및 미국 특허 제5,571,387호(Marker 등, 1996년 11월 5일 등록)는 단일 용기에서 분별에 의한 증류 및 증기 투과에 의한 막 분리를 수행하는 것을 포함하는 방법을 개시한다. 증류 구역은 막 분리 구역의 상류 또는 하류에 배치될 수 있다. 이 방법은 알코올, 예컨대 이소프로필 알코올과 물을 분리시키는 데 이용될 수 있다.

<10> 미국 특허 제5,897,750호(Berg, 1999년 4월 27일 등록)는 아세톤, 이소프로필 알코올 및 물을 분리하기 위한 추출 증류를 이용하는 방법에 대해 개시한다.

<11> 미국 특허 제5,494,556호(Mita 등)는 액체 혼합물, 예컨대 이소프로필 알코올과 물의 혼합물을 분리하는 방법에 대해 개시한다. 이 방법에서는 액체 혼합물을 가열한 후 예비증발 막 모듈에 공급하여 액체의 투과성 성분을 분리시키고, 비투과된 액체의 일부를 순환관을 통해 가열기 앞에 있는 액체 혼합물 공급관으로 순환시키며, 비투과된 액체의 나머지 부분은 시스템의 외부로 추출하는데, 이때 비투과된 액체와 액체 혼합물이 혼합되는 액체 혼합물 공급관 또는 비투과된 액체를 위한 순환관 내의 온도가 측정되는데, 측정된 온도가 일정 범위를 벗어날 경우, 액체 혼합물의 새로운 공급 및/또는 비투과된 액체의 추출이 중단된다.

<12> 종래 기술에 교시된 방법은 오늘날의 고객(예, 반도체 산업)의 요구사항을 반드시 충족시키는 것은 아니다. 이러한 이유로 초고순도 이소프로필 알코올의 제조 방법은 고객의 새로운 요구를 충족시킬 필요가 있다.

<13> 본 발명은 또한 전술한 바와 같이 명백해질 많은 추가 이점을 제공한다.

<14> **발명의 개요**

<15> 본 발명은 고순도 이소프로필 알코올의 제조 방법에 관한 것이다. 이 방법은 (a) 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올을 포함하는 공급물 스트림을 분리 컬럼으로 공급하는 단계; (b) 이소프로필 알코올을 분리 컬럼의 상부로부터 회수되는 상부 스트림(overhead stream)과 분리 컬럼의 하부로부터 회수되는 하부 스트림(bottoms stream)으로 분리하는 단계; 및 (c) (i) 공급물 스트림이 분리 컬럼으로 진입하는 지점보다는 낮지만, 하부 스트림보다는 높은 지점, 또는 (ii) 공급물 스트림이 분리 컬럼으로 진입하는 지점보다는 높지만, 상부 스트림보다는 낮은 지점에서 고순도 이소프로필 알코올을 회수하는 단계(이때, 고순도 이소프로필 알코올은 금속 함량이 약 1 ppb 미만이고, 함수량이 약 100 ppm 미만이다)를 포함한다. 경우에 따라 이 방법은 분리 컬럼으로부터 고순도 이소프로필 알코올을 회수한 후, 고순도 이소프로필 알코올을 이온 교환 수지에 통과시켜서, 임의의 금속 불순물 함량이 100 ppt 미만인 초고순도 이소프로필 알코올을 형성하는 단계를 추가로 포함한다.

<16> 또한, 고순도 이소프로필 알코올은 (a) 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올을 포함하는 공급물 스트림을 분리 컬럼으로 공급하는 단계; (b) 이소프로필 알코올을 분리 컬럼의 상부로부터 회수되는 상부 스트림과 분리 컬럼의 하부로부터 회수되는 하부 스트림으로 분리하는 단계(이때, 상부 스트림은 금속 함량이 약 1 ppb 미만이고, 함수량이 약 100 ppm 미만인 고순도 이소프로필 알코올을 포함한다)를 포함하는 방법에 의해 제조할 수 있

다. 상부 스트림으로부터 고순도 이소프로필 알코올을 수집한 후, 이 고순도 이소프로필 알코올을 이온 교환 수지에 통과시켜서, 추가로 가공함으로써 100 ppt 미만의 금속 불순물을 함유하는 초고순도 이소프로필 알코올을 형성할 수 있다.

<17> 본 발명의 다른 추가의 목적, 이점 및 특징은 첨부된 도면(유사한 부분에는 유사한 번호를 부여하였다)과 연관된 후술하는 설명을 참조로 하면 이해될 것이다.

발명의 상세한 설명

<24> 도 1에는 분리 컬럼(10)을 이용하여 고순도 이소프로필 알코올을 제조하는 것이 도시되어 있다. 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올인 무수 이소프로필 알코올(100)을 분리 컬럼으로 공급한다. 분리 컬럼으로부터 나온 상부 스트림(110)은 약 5~30 중량%의 이소프로필 알코올이고, 하부 스트림(120)은 약 5~30 중량%의 이소프로필 알코올이다. 고순도 이소프로필 알코올은 증기 측류(130)로서 회수되며, 이것의 금속 함량은 약 1 ppb 미만이고 함수량은 약 100 ppm 미만이다. 이것은 반도체 산업에서 요구되는 엄격한 요건을 충족시킨다. 도 1에서는 공급물 진입 지점 아래에 있지만, 하부 스트림보다는 위에 있는 분리 컬럼으로부터 증기 측류를 회수한다. 그러나, 분리 컬럼의 구조에 따라서, 증기 측류는 도 2에 도시된 바와 같이 공급물 진입 지점보다는 위에 있지만, 상부 스트림보다는 아래에 있는 분리 컬럼으로부터 회수할 수 있다. 그 밖에도, 도 1에 도시된 공정은 고순도 이소프로필 알코올을 이온 교환 수지(30)에 통과시킨 후, 여과 장치(20)(예, 막)에 통과시키는 선택 단계를 보여준다. 대안으로, 도 5에 도시된 바와 같이 이온 교환 수지를 필터 다음에 위치시킬 수 있다. 일단 이온 교환 수지로 처리하면, 고순도 이소프로필 알코올은 임의의 금속 불순물 함량이 약 100 ppt 미만인 초고순도 이소프로필 알코올이 된다. 또 다른 구체예에서, 보유 탱크(90)(운반 용기일 수 있음) 다음에 재순환 라인(145)을 포함시켜서, 초고순도 이소프로필 알코올을 1회 이상 여과 장치에 통과시킬 수 있으며, 이는 도 4에 도시되어 있다.

<25> 고순도 이소프로필 알코올의 제조 방법은 이소프로필 알코올을 분리 컬럼에 공급 또는 제공함으로써 시작된다. 이소프로필 알코올은 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올이며, 이는 다양한 방법으로 제조될 수 있다. 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올 용액의 제조 방법 중 일례가 도 6에 도시되어 있으며, 이 경우 미정제 이소프로필 알코올(160)은 먼저 이소프로필 알코올보다 비점이 낮은 경질의 유기 물질들(17)을 제거함으로써 정제될 수 있다. 이 과정은 제1 증류 컬럼(50)과 같은 분리 유닛에서 수행될 수 있으며, 여기서 미정제 이소프로필 알코올이 증류된다. 경질의 유기 성분들은 제1 증류 컬럼에서 추출 증류를 이용하여 상부 생성물로서 제거되고, 부분 정제된 수성 이소프로필 알코올(180)은 하부 생성물로서 회수된다. 그 후 부분 정제된 수성 이소프로필 알코올로 제2 분리 유닛, 예컨대 제2 증류 컬럼(60) 내에서 추가의 분리 처리를 수행한다. 제2 증류 컬럼은 공비 증류를 통해 물과 이소프로필 알코올을 분리한다. 이 과정은 수성 이소프로필 알코올(190)을 생성하며, 이는 제2 증류 컬럼으로부터 상부 생성물로서 회수되어, 제3 증류 컬럼(70)과 같은 제3의 분리 유닛에서 추가 정제된다. 제3 증류 컬럼으로 공급된 수성 이소프로필 알코올의 함수량은 약 14 중량% 이하이다. 제3 컬럼은 3원 공비 증류를 이용하여 이소프로필 알코올 용액으로부터 사실상 모든 물을 제거한다. 3원 공비 증류에는 이소프로필과 물 외에도 제3의 성분을 사용해야 하며, 이 성분은 타워에서 내부적으로 재생되어 재사용된다. 이소프로필 알코올 용액으로부터 물이 제거되면 무수 이소프로필 알코올 용액(100)은 200~500 ppm의 유기 불순물을 함유하고, 수분 함량이 100 ppm 이하인 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올이 된다. 이러한 무수 이소프로필 알코올 생성물은 도 1, 2 및 3에 예시된 본 발명의 방법에 사용하기에 적합하다.

<26> 분리 컬럼(10)은 액체로부터 성분들을 분리, 분류, 증류, 정제, 또는 추출할 수 있는 임의의 장치일 수 있다. 예컨대, 분리 컬럼은 증류 컬럼일 수 있다. 분리 단계는 이소프로필 알코올과 비점이 다른 성분들을 제거하는 데 사용된다. 상부 스트림(110)은 이소프로필 알코올 함량이 약 5~40 중량%이며, 이소프로필 알코올보다 비점이 낮은 성분들의 농도가 증가되어 있다. 하부 스트림(120)은 이소프로필 알코올 함량이 약 5~40 중량%이며, 이소프로필 알코올보다 비점이 높은 성분들의 농도가 증가되어 있다.

<27> 분리 컬럼(10)으로부터 고순도 이소프로필 알코올을 회수하는 것은 신중한 분석 후에 결정한 분리 공정의 한 시점에서 수행한다. 샘플은 공정 전반에 걸쳐 회수할 수 있다. 고순도 이소프로필 알코올 생성물은 금속 함량이 1 ppb이고, 수분 함량이 100 ppm인 시점에서 회수한다.

<28> 바람직한 구체예에서, 분리 컬럼(10)은 약 20~70개의 트레이를 가진 구조의 증류 컬럼일 수 있다. 이소프로필 알코올 공급물(100)은 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올이기 때문에, 증류 컬럼은 약 30~60개의 트레이를 가진 구조인 것이 바람직하다. 일반적으로, 공급물 진입 지점은 20번째 트레이와 50번째 트레이 사이에 위치한다. 증류 컬럼의 구조에 따라서, 증기 측류(130)는 공급물 진입 지점 위나 아래에 위치한다. 증기 측류의 위

치는 선별된 이소프로필 알코올 스트림의 고순도와 고품질을 보장하도록 신중하게 선택한다. 즉, 고순도 이소프로필 알코올 생성물은 금속 함량이 약 1 ppb 미만이고, 함수량이 약 100 ppm 미만인 것이다. 증기 측류는 대략 20번째 트레이와 50번째 트레이 사이에서 회수한다.

<29> 또 다른 구체예의 고순도 이소프로필 알코올의 제조 방법은 도 3에 도시되어 있다. 이 방법은 분리 컬럼, 예컨대 증류 컬럼(10)으로 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올을 포함하는 공급물 스트림을 공급함으로써 시작된다. 약 99.9 중량% 이상의 이소프로필 알코올은 분리 컬럼의 상부로부터 회수되는 상부 스트림(110)과, 분리 컬럼의 하부로부터 회수되는 하부 스트림(120)으로 분리된다. 증류 컬럼으로부터의 상부 생성물(110)은 고순도 이소프로필 알코올 생성물로서 수집되며, 이는 금속 함량이 약 1 ppb 미만이고, 함수량이 약 100 ppm 미만이다. 경우에 따라 고순도 이소프로필 알코올을 여과 장치(20)에 통과시켜서, 입자들을 제거함으로써 고순도 이소프로필 알코올 생성물을 여과한다. 고순도 이소프로필 알코올을 이온 교환 수지(30)로 추가 처리할 수 있다. 이렇게 하면 임의의 금속 불순물이 약 100 ppt 미만인 초고순도 이소프로필 알코올 생성물이 얻어진다. 이 경우도 여과 장치를 도 3에 도시된 바와 같이 이온 교환 수지 다음에 위치시킬 수 있다.

<30> 이소프로필 알코올 용액을 분리하는 단계는 이소프로필 알코올을 분리, 분류, 증류, 정제, 또는 추출할 수 있는 임의의 장치, 예컨대 분리 컬럼(10)에서 수행된다. 도 3에 도시된 구체예에서, 상부 스트림(110) 및 하부 스트림(120)은 분리 단계로부터 유도된다. 상부 스트림은 공급물 스트림(100)의 약 60~98 중량%이며, 이소프로필 알코올보다 비점이 낮은 성분들을 함유하고, 하부 스트림은 공급물 스트림의 약 2~40 중량%이다. 상부 스트림은 공급물 스트림의 약 70~80 중량%이며, 하부 스트림은 공급물 스트림의 약 2~30 중량%인 것이 보다 바람직하다.

<31> 고순도 이소프로필 알코올은 증류 컬럼(10)에서 나온 상부 생성물로부터 수집된다. 이 시점에서 고순도 이소프로필 알코올의 금속 함량은 임의의 금속 불순물 1 ppb 미만이며, 수분 함량은 100 ppm 미만이다.

<32> 일단 고순도 이소프로필 알코올이 생성되면, 본 발명에 기술된 임의의 방법과 함께 이용하기 위해 이온 교환 수지를 선택적으로 포함시킬 수 있다. 전술한 바와 같이, 도 1 및 도 2에 도시된 공정은 이온 교환 수지(30)를 사용하는 것으로 예시되어 있다. 이온 교환 수지는 양이온 전하 또는 음이온 전하를 보유하는 결합기를 함유하는 고체 상으로 이루어진다. 또한, 수지 상에는 치환될 수 있는 교환가능한 반대 이온이 존재한다. 이온 교환 수지로 고순도 이소프로필 알코올을 처리하는 단계를 포함시킴으로써, 초고순도 이소프로필 알코올이 얻어지며, 이 초고순도 이소프로필 알코올은 약 100 ppt 미만의 임의의 금속 불순물을 함유한다. 이러한 추가 단계는 추가의 금속 불순물 및 반대 이온, 예컨대 음이온 및 양이온을 제거함으로써 고순도 이소프로필 알코올을 추가 정제한다.

<33> 이온 교환 수지(30)는 금속 불순물을 제거할 수 있는 임의의 적절한 수지일 수 있다. 금속 불순물은 모든 금속 이온, 예컨대 나트륨, 칼륨, 칼슘 및 철을 포함한다. 이온 교환 수지는 양이온 수지, 음이온 수지 또는 이의 혼합물인 것이 바람직하다. 이러한 수지 중 하나는 롬 앤드 하스에서 상표명 AMBERLIGHT UP604 RESIN 또는 AMBERJET UP6040으로 시판된다. 산성 수지를 사용할 경우, 대부분의 금속을 포함하는 양이온이 제거된다. 이 경우, 초고순도 이소프로필 알코올을 음이온 수지로 추가 처리하여 음이온을 추가로 제거할 수 있다. 양이온 금속 흡수는 음이온 수지에 의해 흡수될 수 있는 음이온 반대 이온을 제거한다. 또한, 음이온 수지는 이소프로필 알코올로부터 양이온 해리를 야기시킬 수 있는 미량의 산성 화합물을 제거할 수 있다. 수지는 제거되어야 할 화학종이 무엇인가를 기준으로 선택할 수 있다. 단일 수지층을 단독으로 또는 다양하게 조합하여 사용할 수 있다. 또한, 사용된 이온 교환 수지는 수지로 함침된 필터 또는 막으로 구성된 하이브리드 장치일 수 있다.

<34> 본 발명의 방법은 고순도 이소프로필 알코올 또는 초고순도 이소프로필 알코올을 여과 장치(20)에 통과시키는 선택 단계를 추가로 포함할 수 있다. 도 1에서 여과 장치는 이온 교환 수지 다음에 위치한다. 여과 장치는 0.05 미크론(㎛)~10 ㎛ 크기의 입자들을 제거할 수 있는 임의의 적절한 장치일 수 있다. 여과 장치는 막, 정밀여과 장치 또는 정밀여과 카트리지, 한외여과 장치, 또는 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된다. 막은 단순히 투과성 또는 반투과성 재료일 수 있으며, 이 재료를 통해 추진력을 가함으로써 이 재료를 통해 2종 이상의 화학종이 서로 다른 속도로 수송될 수 있다. 이러한 추진력은 일반적으로 압력 또는 농도 구배의 형태로 적용된다. 막을 통과하는 각종 화학종의 상이한 수송 속도는 크기, 용해도 또는 확산성, 또는 이들의 조합의 차이로 인한 결과이다. 적절한 막의 비제한적인 예로는 세라믹 막, 중합체 막, 금속 막과 이의 혼합물이 있다. 이 경우 또한 모든 미립자를 제거할 목적으로, 본 발명의 방법으로 제조된 고순도 이소프로필 알코올을 여과 장치 등에 통과시킬 수 있다.

<35> 전술한 방법은 여과 장치를 이온 교환 수지(30) 앞에 위치시키는 다른 구조로 실시될 수 있다. 이러한 구조에서

는, 고순도 이소프로필 알코올은 여과 장치를 통과하여 바람직하지 않은 입자들이 제거된 생성물이다.

<36> 본 발명을 예시하기 위해 하기의 실시예를 제공한다. 본 발명이 후술하는 실시예로 한정되는 것이 아님을 이해해야 한다.

실 시 예

<37> **실시예 1**

<38> 칼슘 350 ppt, 칼륨 136 ppt 및 나트륨 544 ppt를 함유하는 이소프로필 알코올 스트림을 시간당 수지층 부피당 30배 부피로 24 인치 AMBERLITE UP604 수지층에 통과시켰다. 유출물은 50 ppt 이하의 칼슘, 50 ppt 이하의 칼륨 및 34 ppt 이하의 나트륨을 함유하였다.

<39> **실시예 2**

<40> 여과 실험 결과는 하기 표 1에 기재되어 있다.

표 1

<41>

입자 크기 (㎛)	입자수/㎖							
	필터 #1		필터 #2		막 #1		막 #2	
	필터 앞	필터 뒤	필터 앞	필터 뒤	막 앞	막 뒤	막 앞	막 뒤
∞0.30	1400	790	4200	1200	12000	200	12000	1000
∞0.50	290	180	1300	290	6400	110	5500	260
∞0.75	52	18	110	25	3700	69	3000	62
∞1.00	11	2.8	10	6.7	1500	37	1100	19
∞2.00	2.2	1	1.6	1.2	43	3	31	2.3
∞5.00	1	1	1	1	5.3	<1	2.5	<1

<42> 본 발명은 특정의 바람직한 형태를 참조로 하여 설명하였다. 당업자라면 하기 특허청구범위에 의해 한정되는 본 발명의 사상과 범위를 벗어나지 않고, 본 발명에 변화 및 변형이 가해질 수 있다는 것을 알 것이다.

도면의 간단한 설명

<18> 도 1은 본 발명의 제1 구체예의 공정도이다.

<19> 도 2는 본 발명의 제2 구체예의 공정도이다.

<20> 도 3은 본 발명의 제3의 구체예의 공정도이다.

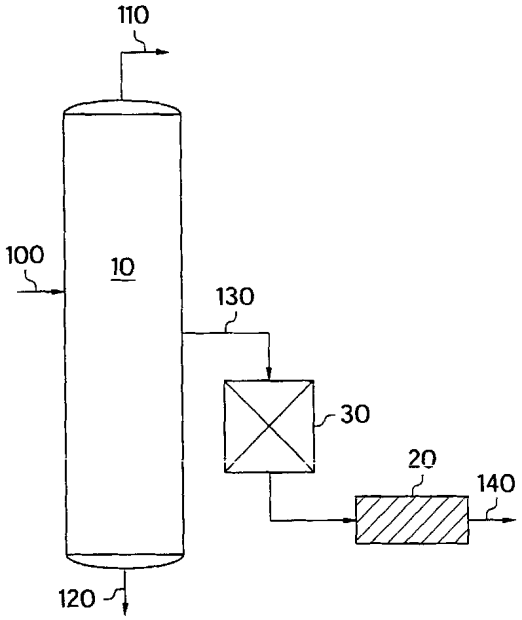
<21> 도 4는 이소프로필 알코올 생성물을 이온 교환, 여과 및 재순환시키는 선택 단계를 보여주는 공정도이다.

<22> 도 5는 이소프로필 알코올 생성물을 이온 교환 및 여과하는 선택 단계를 보여주는 공정도이다.

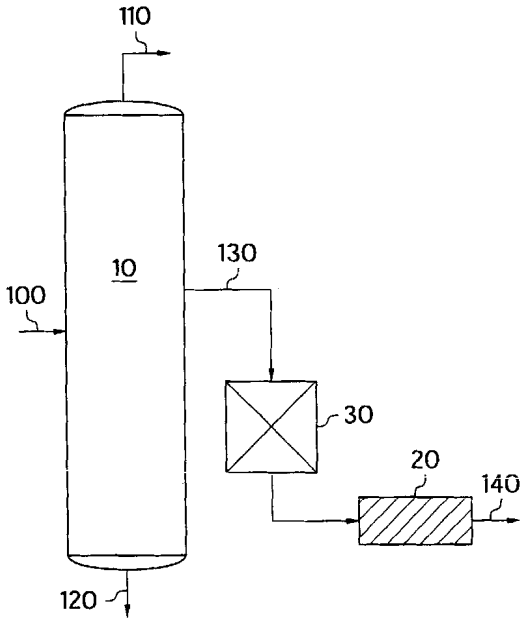
<23> 도 6은 99.9 중량%의 이소프로필 알코올의 제조 방법을 보여주는 공정도이다.

도면

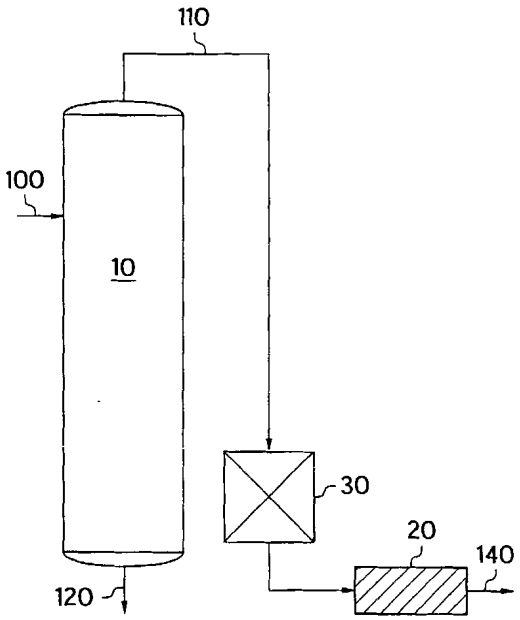
도면1



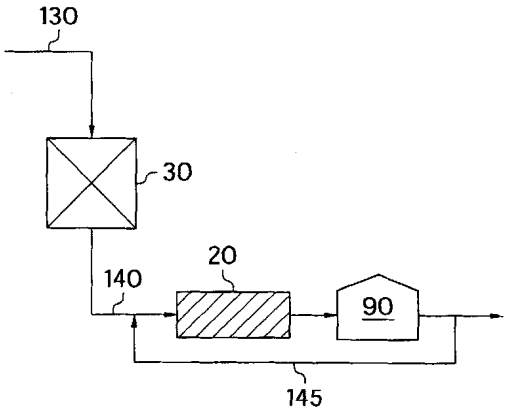
도면2



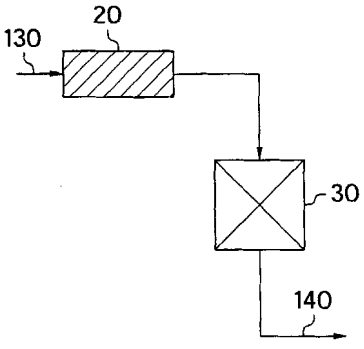
도면3



도면4



도면5



도면6

