(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년04월14일
(11) 등록번호 10-2240618
(24) 등록일자 2021년04월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 29/84 (2006.01) *C07C 31/08* (2006.01)
C07C 59/48 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C07C 29/84 (2013.01)
C07B 61/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0012334
(22) 출원일자 2021년01월28일
심사청구일자 2021년01월28일
(56) 선행기술조사문헌
이성찬 등 3명, Energy-efficient recovery process of 2,3-butanediol using 2-heptanol extraction, Chem. Eng. Process. - Process Intensif., 160(2021), 108286 1부.*
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
부경대학교 산학협력단
부산광역시 남구 용소로 45, 부경대학교내 (대연동)
(72) 발명자
우희철
부산광역시 남구 분포로 111, 133동 406호 (용호동, 엘지메트로시티)
김영한
부산광역시 동래구 문화로 15, 104동 203호 (명륜동, 동래센트럴파크하이츠1차)
이성찬
경상남도 창원시 의창구 창원천로 34, 110동 1602호 (대원동, 대원 꿈에그린)
(74) 대리인
특허법인 신태양

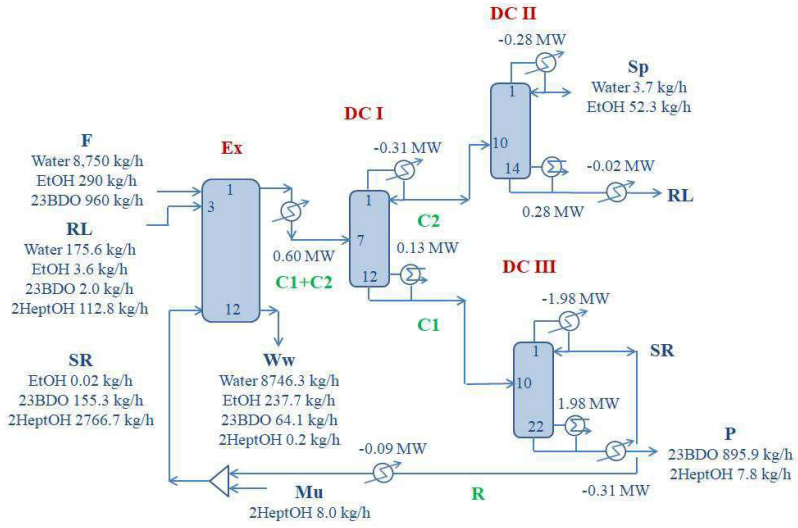
전체 청구항 수 : 총 4 항 심사관 : 박지한

(54) 발명의 명칭 **2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법**

(57) 요 약

본 발명은 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출/증류 복합 공정에서 2-헵탄올 추출용매를 사용하여 2,3-부탄디올을 추출하는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법에 관한 것으로, 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출 분리 기술을 적용하여 추출탑에서 추출용매를 이용하여 해양 바이오매스 개질반응 생성물에 함유된 대량의 물을 저비용으로 효율적으로 제거하여 2,3-부탄디올을 분리함으로써, 2,3-부탄디올의 분리 효율이 높고, 분리조작 시 소비되는 에너지의 소비가 적어 경제적인 효과가 있다.

대 표 도 - 도3



(52) CPC특허분류
C07C 31/08 (2013.01)
C07C 31/207 (2013.01)
C07C 59/48 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌
KR1020160073907 A
KR102070421 B1
KR1020180076069 A
KR102023049 B1
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711109720
과제번호 2017R1E1A1A01074445
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 개인기초연구(과기정통부)(R&D)
연구과제명 해조류 기반 바이오고분자 및 수소 제조 융복합 기초연구
기 여 율 1/1
과제수행기관명 부경대학교 산학협력단
연구기간 2020.03.01 ~ 2021.02.28

공지예외적용 : 있음

명 세 서

청구범위

청구항 1

탑 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 이용하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C1+C2)을 추출하고, 물(Ww)을 분리하는 추출탑(EX);

상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올이 함유된 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C2)로 분리하는 제1 증류탑(DC Ⅰ);

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C2)을 증류하여 부생성물(Sp)인 에탄올과 순환액(RL)으로 분리하는 제2 증류탑(DC Ⅱ); 및,

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올이 함유된 혼합물(C1)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올과 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올로 분리하는 제3 증류탑(DC Ⅲ);

으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리장치.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제2 증류탑(DC Ⅱ)에서, 탑저에서 분리되는 순환액(RL)은 추출탑(EX)으로 재순환되는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리장치.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제3 증류탑(DC Ⅲ)에서,

상부단에서 분리되는 순환 추출용매(SR)는 추출탑(EX)으로 재순환되는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리장치.

청구항 6

추출탑(EX) 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로부터 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 이용하여 물(Ww)을 분리하고, 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 혼합된 혼합물(C1+C2)을 추출하는 추출단계(P100);

상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내로 유입된 상기 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 함유 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)인 에탄올 함유 혼합물(C2)로 분리하는 분리단계(P200)와;

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제3 증류탑(DC Ⅲ) 내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 함유 혼합물(C1)을 증류하여 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 주생성물(P)인 2,3-부탄디올을 분리하는 주생성물 생성단계(P310); 및,

별도로 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제2 증류탑(DC Ⅱ) 내로 유입된 부생성물(Sp)인 에탄올 함유 혼합물(C2)을 증류하여 순환액(RL)을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 부생성물(Sp)인 에탄올을 분리하는 부생성물 생성단계(P320);

를 포함하는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출/증류 복합 공정에서 2-헵탄올 추출용매를 사용하여 2,3-부탄디올을 추출함으로써, 2,3-부탄디올의 분리 효율이 높고, 분리조작 시 소비되는 에너지의 절감 효율이 높은 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 2,3-부탄디올(2,3-Butanediol)은 높은 옥탄가와 높은 발열량으로 인해 자동차 연료 또는 연료 첨가제의 원료로 사용되며, 가소제, 폭발물, 의약품 등과 같이 다양한 제품의 첨가제의 중간 제품으로 널리 적용되는 화합물로서 바이오 프로세스 파생 상용 화학물질로 주로 발효 기술에 의해 생산된다.

[0003] 이와 같이 바이오매스 기질의 발효에 의해 2,3-부탄디올을 제조하는 기술과 관련된 선행특허문헌들을 살펴보면, 특허문헌 1은 도 1에 도시된 바와 같은 장치를 이용하여 기질로서 CO 또는 CO_2를 포함하는 바이오매스로를 발효시켜 메틸에틸케톤 및 2,3-부탄디올을 제조하는 방법에 관한 것이고, 특허문헌 2는 CO를 포함하는 기체상 기질을 발효시키는 기술에 의한 혐기성 미생물 발효에 의한 부탄디올의 생산 방법에 관한 것이며, 특허문헌 3은 도 2에 도시된 바와 같은 장치를 이용하여 1,3-프로판디올 및 2,3-부탄디올을 생산하는 미생물의 배양액을 발효시켜 1,3-프로판디올 및 2,3-부탄디올의 정제 및 분리 방법에 관한 것이다.

[0004] 상기 특허문헌 1 내지 3에 알려진 바와 같은 발효 공정에 의해 생산되는 바이오 파생 화합물은 수용액에서 낮은 조성을 갖는 일반적인 문제점이 있으며, 바이오 에탄올의 경우를 제외하고는 끓는점이 물보다 높다. 2,3-부탄디올을 포함한 바이오 생성물을 정제하는 과정에서 높은 기화열을 가진 다량의 물을 분리하기 위해 많은 에너지를 소비하는 문제점이 있으며, 증류는 바이오 에탄올 회수에 널리 적용되어 왔지만 고비점의 2,3-부탄디올에는 거의 구현되지 않았다.

[0005] 따라서, 본 발명자는 상기와 같은 문제점들을 개선하고자 추출 용제에 의한 2,3-부탄디올을 효율적으로 분리하는 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법을 개발함으로써 본 발명을 완성하게 되었다

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 국내 공개특허공보 제10-2018-0076069호(2018년 07월 05일 공개) 메틸에틸케톤 및 2,3-부탄디올의 제조 방법

(특허문헌 0002) 국내 등록특허공보 제10-1643429호(2016년 07월 27일 공고) 혐기성 미생물 발효에 의한 부탄디

올의 생산 방법

(특허문헌 0003) 국내 등록특허공보 제10-1314707호(2013년 10월 07일 공고) 미생물 배양액으로부터 1,3-프로판디올 및 2,3-부탄디올의 정제 및 분리 방법

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 상기와 같은 문제점들을 개선하기 위한 방안으로, 본 발명은 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출/증류 복합 공정에서 2-헵탄올 추출용매를 사용하여 다량으로 혼합된 물을 분리함으로써, 2,3-부탄디올의 분리조작 시 소비되는 에너지의 절감 효율이 높은 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법을 제공하는 것을 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 상기의 과제를 달성하기 위한 본 발명은 탑 내에 유입된 원료(F)를 순환 추출용매(SR)를 이용하여 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C1+C2)을 추출하고, 물(Ww)을 분리하는 추출탑(EX);

[0009] 상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)이 함유된 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C2)로 분리하는 제1 증류탑(DC Ⅰ);

[0010] 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C2)을 증류하여 부생성물(Sp)과 순환액(RL)으로 분리하는 제2 증류탑(DC Ⅱ); 및,

[0011] 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)이 함유된 혼합물(C1)을 증류하여 주생성물(P)과 순환 추출용매(SR)로 분리하는 제3 증류탑(DC Ⅲ);

[0012] 으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치를 과제의 해결 수단으로 한다.

[0013] 그리고 본 발명은 추출탑(EX) 내에 유입된 원료(F)로부터 순환 추출용매(SR)를 이용하여 물(Ww)을 분리하고, 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 혼합된 혼합물(C1+C2)을 추출하는 추출단계(P100);

[0014] 상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내로 유입된 상기 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P) 함유 혼합물(C1)과 부생성물(Sp) 함유 혼합물(C2)로 분리하는 분리단계(P200)와;

[0015] 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제3 증류탑(DC Ⅲ) 내로 유입된 주생성물(P) 함유 혼합물(C1)을 증류하여 순환 추출용매(SR)를 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 주생성물(P)을 분리하는 주생성물 생성단계(P310); 및,

[0016] 별도로 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제2 증류탑(DC Ⅱ) 내로 유입된 부생성물(Sp) 함유 혼합물(C2)을 증류하여 순환액(RL)을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 부생성물(Sp)을 분리하는 부생성물 생성단계(P320);

[0017] 를 포함하는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리방법을 과제의 다른 해결 수단으로 한다.

발명의 효과

[0018] 본 발명은 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출 분리 기술을 적용하여 추출탑에서 추출용매를 이용하여 해양 바이오매스 개질반응 생성물에 함유된 대량의 물을 저비용으로 효율적으로 제거하여 2,3-부탄디올을 분리함으로써, 2,3-부탄디올의 분리 효율이 높고, 분리조작 시 소비되는 에너지의 소비가 적어 경제적인 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0019] 도 1, 2는 종래의 방법에 의해 2,3-부탄디올을 제조하는 공정을 개략적으로 나타낸 도면.

도 3은 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 2,3-부탄디올 분리장치를 설명하기 위한 도면.

도 4는 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 2,3-부탄디올 분리방법을 설명하기 위한 도면.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0020] 이하, 본 발명의 바람직한 실시 예를 첨부한 도면에 의거하여 상세히 설명하고 있다. 한편, 각 도면 및 상세한 설명에서 일반적인 2,3-부탄디올 분리공정 분야의 종사자들이 용이하게 알 수 있는 구성 및 작용에 대한 도시 및 언급은 간략히 하거나 생략하였다. 그리고 본 발명은 2,3-부탄디올을 분리 공정설계 결과를 제시하고, 종래의 공정과 비교하여 아래의 내용과 같이 설명하고자 한다.

[0021] 본 발명의 명세서에 기재된 용어 중 원료(F)는 2,3-부탄디올, 에탄올 및 물이 혼합된 혼합물이고, 순환 추출용매(SR)는 2,3-부탄디올, 에탄올 및 2-헵탄올이 혼합된 혼합물이며, 순환액(RL)은 2,3-부탄디올, 에탄올, 2-헵탄올 및 물이 혼합된 혼합물이며, 주 생성물(P)은 2,3-부탄디올 및 2-헵탄올이 혼합된 혼합물이며, 부생성물(Sp)은 에탄올 및 물이 혼합된 혼합물이지만 본 발명의 명세서의 기재 내용에서 문맥의 흐름이 자연스럽도록 하기 위해 상기의 혼합물들을 각각 원료(F), 순환 추출용매(SR), 순환액(RL), 주 생성물(P) 및 부생성물(Sp)이라 명명한다.

[0022] 그리고, 본 발명의 도 3에 도시된 추출탑(EX) 및 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내지 제3 증류탑(DC Ⅲ)에서 탑의 상부에는 응축기, 탑의 하부에는 재비기가 각각 설치되어진다.

[0023] 본 발명에 따른 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치(이하, '2,3-부탄디올 분리장치'라 한다)는 도 3에 도시된 바와 같이, 추출탑(EX) 및 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내지 제3 증류탑(DC Ⅲ)으로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0024] 이하, 상기 추출탑(EX) 및 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내지 제3 증류탑(DC Ⅲ)에 대하여 구체적으로 설명하면 아래의 내용과 같다.

[0025] 참고로, 본 발명에서 명세서에 기재된 탑의 위치를 나타내는 용어에 있어서, '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. 그리고 '탑정' 및 '탑저'라 함은 탑의 윗면 또는 아랫면을 의미한다.

[0026] 추출탑(EX)은 탑 내에 유입된 원료(F)를 순환 추출용매(SR)를 이용하여 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C1+C2)을 추출하고, 물(Ww)을 분리하는 탑으로, 상부단으로 원료(F) 및 순환액(RL)이 탑 내로 유입되고, 하부단으로 순환 추출용매(SR)가 탑 내로 유입되고, 하부단에서 물(Ww)이 분리되는 외부로 배출되는 구조의 탑이다.

[0027] 본 발명에 적용하는 원료(F)는 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로서, 2,3-부탄디올(BDO)과 에탄올(EtOH) 및 물(Ww)의 혼합물이며, 순환 추출용매(SR)로는 2-헵탄올을 사용하며, 2,3-부탄디올의 분리장치 내를 순환하는 순환 추출용매(SR)는 2,3-부탄디올, 에탄올 및 2-헵탄올이 혼합된 혼합물이다.

[0028] 따라서, 추출탑(EX)은 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물의 원료(F)를 순환 추출용매(SR)를 이용하여 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C1+C2)을 추출하고, 물(Ww)을 분리하여 외부로 배출한다.

[0029] 제1 증류탑(DC Ⅰ)은 상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)이 함유된 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C2)로 분리하는 탑으로, 상기 추출탑(EX)의 상부단으로부터 유출되어 이송된 혼합물이 중간단으로 유입되어 증류에 의해, 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물이 상부단에서 분리되고, 주생성물(P)이 함유된 혼합물이 탑저로 분리되어진다.

[0030] 상기에서 주생성물(P)은 2,3-부탄디올(BDO)로서, 실제 2,3-부탄디올의 분리장치 내를 순환하는 주생성물(P)이 함유된 혼합물(C1)은 로는 2,3-부탄디올 및 2-헵탄올이 혼합된 혼합물이고, 부생성물(Sp)은 에탄올(EtOH)로서, 실제 2,3-부탄디올의 분리장치 내를 순환하는 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C2)은 에탄올 및 물이 혼합된 혼합물이다.

[0031] 제2 증류탑(DC Ⅱ)은 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물(C2)을 증류하여 부생성물(Sp)이 생성되며, 이때 탑저로 분리된 순환액(RL)은 추출탑(EX)으로 재순환되는 탑으로, 상기 제1 증류탑(DS Ⅰ)의 상부단으로 분리되어 이송된 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물이 중간단으로 유입되

어 증류에 의해, 상부단으로 부생성물(Sp)이 분리되어 진다.

[0032] 제3 증류탑(DC Ⅲ)은 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)이 함유된 혼합물(C1)을 증류하여 주생성물(P)이 생성되며, 이때 상부단에서 분리되는 순환 추출용매(SR)는 추출탑(EX)으로 재순환되는 탑으로, 상기 제1 증류탑(DS Ⅰ)의 탑저로 분리되어 이송된 주생성물(P)이 함유된 혼합물이 중간단으로 유입되어 증류에 의해, 탑저로 2,3-부탄디올(BDO)이 분리되어진다.

[0033] 상기에서 제3 증류탑(DC Ⅲ)의 상부단에서 분리되어 추출탑(EX)으로 재순환되는 순환 추출용매(SR)는 주생성물(P)의 생성 시에 2,3-부탄디올(BDO)과 함께 2-헵탄올이 혼합되어 분리되므로 2,3-부탄디올 분리장치 내를 순환하는 순환 추출용매(SR)의 순환량에 손실이 발생되므로, 이를 보충하기 위해 순환 추출용매(SR)가 추출탑(EX)으로 재순환되는 과정에서 손실되는 순환 추출용매(SR)의 손실량에 대응되는 양의 보충 추출용매(Mu)를 공급하여 순환 추출용매(SR)의 손실량을 채워준다.

[0034] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 2,3-부탄디올의 분리장치를 사용하여 2,3-부탄디올을 분리하는 방법을 도 3 및 도 4를 중심으로 구체적으로 설명하면 아래의 내용과 같다.

[0035] 본 발명에 따른 각 공정들의 구성 장치 및 화합물들에 대한 설명은 상기 2,3-부탄디올의 분리장치의 설명시 상세히 설명하였으므로, 아래에서는 각 공정들의 구성장치와 화합물 및 혼합물에 대한 구체적인 설명은 생략하기로 한다.

[0036] 본 발명에 따른 2,3-부탄디올의 분리 방법은 추출단계(P100), 분리단계(P200) 및 그 후속단계로서 주생성물 생성단계(P310)와 부생성물 생성단계(P320)로 이루어진다.

[0037] 추출단계(P100)는 추출탑(EX) 내에 유입된 원료(F)로부터 순환 추출용매(SR)를 이용하여 물(Ww)을 분리하고, 주생성물(P) 및 부생성물(Sp)이 혼합된 혼합물(C1+C2)을 추출하는 단계이다.

[0038] 분리단계(P200)는 상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내로 유입된 상기 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P) 함유 혼합물(C1)과 부생성물(Sp) 함유 혼합물(C2)로 분리하는 단계이다.

[0039] 주생성물 생성단계(P310)는 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제3 증류탑(DC Ⅲ) 내로 유입된 주생성물(P) 함유 혼합물(C1)을 증류하여 순환 추출용매(SR)를 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 주생성물(P)을 분리하는 단계이다.

[0040] 별도의 부생성물 생성단계(P320)는 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제2 증류탑(DC Ⅱ) 내로 유입된 부생성물(Sp) 함유 혼합물(C2)을 증류하여 순환액(RL)을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 부생성물(Sp)을 분리하는 단계이다.

[0041] 상기에서 설명드린 바와 같이, 본 발명에 따른 2,3-부탄디올의 분리장치 및 분리방법은 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 추출 분리 기술을 적용하여 추출탑에서 추출용매를 이용하여 해양 바이오매스 개질반응 생성물에 함유된 대량의 물을 저비용으로 효율적으로 제거하여 2,3-부탄디올을 분리함으로써, 2,3-부탄디올의 분리 효율이 높고, 분리조작 시 소비되는 에너지의 소비가 적어 경제적인 효과가 있다.

[0042] 이하 본 발명에 따른 추출 증류를 이용한 2,3-부탄디올의 분리방법을 하기의 실시 예를 통해 구체적으로 설명하면 다음과 같으며, 본 발명은 하기의 실시 예에 의해서만 반드시 한정되는 것이 아니다.

[0043] 1. 원료(F)의 조성

[0044] 본 실시 예에서 사용되는 원료(F)는 아래 [표 1]에 기재된 내용의 목질계 또는 해양 바이오매스 생성물을 사용하였다.

표 1

[0045]

항목	조성(kg/h)
2,3-부탄디올(BDO)	960
에탄올(EtOH)	290
물(Ww)	8,750

[0046] 2. 추출증류를 이용한 2,3-부탄디올의 분리

[0047] 본 실시예는 상기 1의 조건을 갖는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 사용하고, 도 3

에 도시된 바와 같은 2,3-부탄디올의 분리장치에서 원료(F)로부터 추출용매는 2-헵탄올(2HeptOH)을 사용하여 2,3-부탄디올(BDO)을 분리시켰다.

[0048] 아래 [표 2]는 본 발명에 따른 2,3-부탄디올의 분리장치의 공정설계 결과를 제시하였다.

[0049] 그리고, 원료(F)의 조성과 함께 2,3-부탄디올(BDO)을 생산하기 위해서는 장치의 운전조건을 계산하여야 한다. 운전조건을 계산하기 위하여 아래 [표 2]의 내용과 같은 추출탑(EX) 및 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내지 제3 증류탑(DC Ⅲ)으로 이루어진 2,3-부탄디올의 분리장치에 여러 가지 운전조건을 사용하였을 때의 증류계산을 반복 실시하여 요구되는 제품을 생산하면서 에너지 사용이 가장 적은 조건을 찾아야 한다. 이러한 계산을 위해 본 발명에서는 상업용 계산 프로그램인 하이시스(HYSYS)를 사용하였으며 아래 [표 2]의 운전조건에서 요구되는 생성물이 얻어진다.

표 2

[0050]

구분	추출탑	제1 증류탑	제2 증류탑	제3 증류탑
구 조				
단수	12	12	14	22
원료(F)	1	7	10	10
추출용매(SR)	12	-	-	-
순환액(RL)	3	-	-	-
조 작				
압력(MPa)-top	0.1	0.1	0.1	0.1
온 도(℃)				
상부	25	100.3	77.9	159.9
하부	25	162.2	94.2	180.5
F (kg/h)	10,000	4,168	350	3,818
SR (kg/h)	2,914	-	-	-
Mu (kg/h)	8.0	-	-	-
RL (kg/h)	294	-	-	-
생성물(kg/h)				
상부	4,168	350	56	2,914
하부	9,048	3,818	294	904
환류유량(kg/h)	-	770	1,064	17,776
증기유량(kg/h)	-	1,106	749	11,678
냉각용량(MW)	-	-1.31	-0.28	-1.98
가열용량(MW)	-	0.13	0.28	1.98
회수열용량(MW)	-0.09	0.60	-0.02	-0.31
원료 조성				
2,3-부탄디올	0.096	0.2527	0.1597/EtOH	0.2751
생성물	상부	하부	상부	하부
2,3-부탄디올	0.2527	0.2751	0.9338/EtOH	0.9914

[0051] 본 발명에 따른 2,3-부탄디올 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 2,3-부탄디올 분리장치에 대한 계산된 설비비와 운전경비에 대한 경제성 평가에 대하여 나타내었다.

표 3

[0052] (단위: 1,000 U.S.달러)

구분	추출탑	제1 증류탑	제2 증류탑	제3 증류탑
투자비				
컬럼	77.34	46.08	50.78	191.11
내부단	3.35	1.58	1.77	11.29
재비기	-	30.33	49.94	178.09
응축기	-	101.43	94.94	338.55
예열기	-	81.96	-	-

합계				1,258.5
운전 비용				
증기 비용	-	48.45	104.36	737.97
냉각수 비용	-	4.09	3.70	26.15
합계				924.7

[0053] 상기 [표 3]의 내용에 의하면, 본 발명에 따른 2,3-부탄디올 분리장치의 운전비용은 2,3-부탄디올 분리장치의 통상적인 내구연한 20년 이상인 점을 고려할 경우 경제적인 것을 확인할 수 있다.

[0054] 상술한 바와 같은, 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치 및 이 장치를 이용한 2,3-부탄디올의 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

[0055] EX : 추출탑

DC Ⅰ : 제1 증류탑 내지

DC Ⅱ : 제2 증류탑

DC Ⅲ : 제3 증류탑

F : 원료

SR : 순환 추출용매

RL : 순환액

P : 주 생성물

Sp : 부생성물

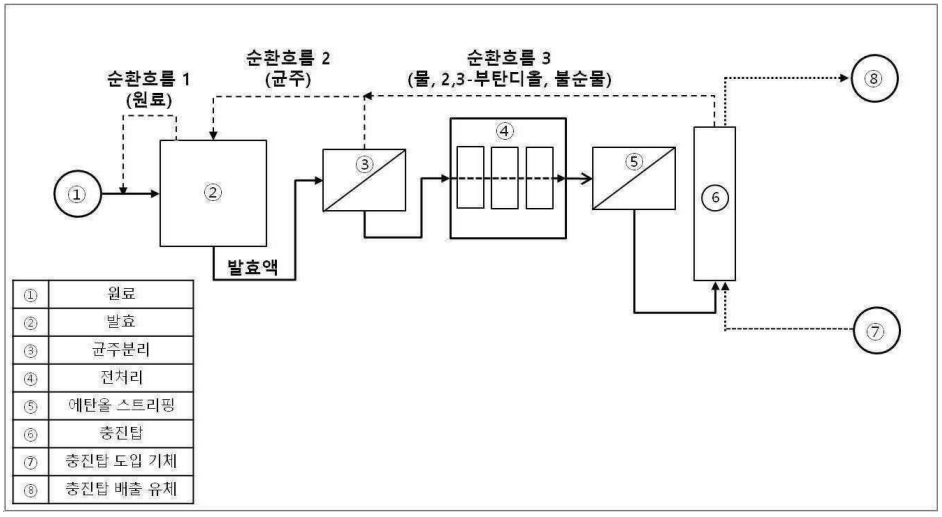
Mu : 보충 추출용매

C1 : 주생성물(P)이 함유된 혼합물

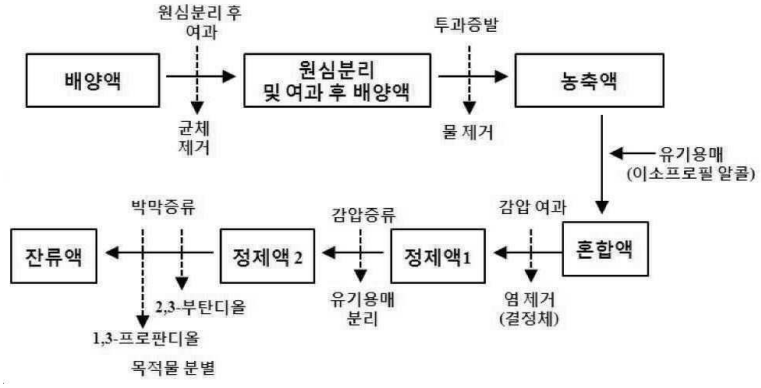
C2 : 부생성물(Sp)이 함유된 혼합물

도면

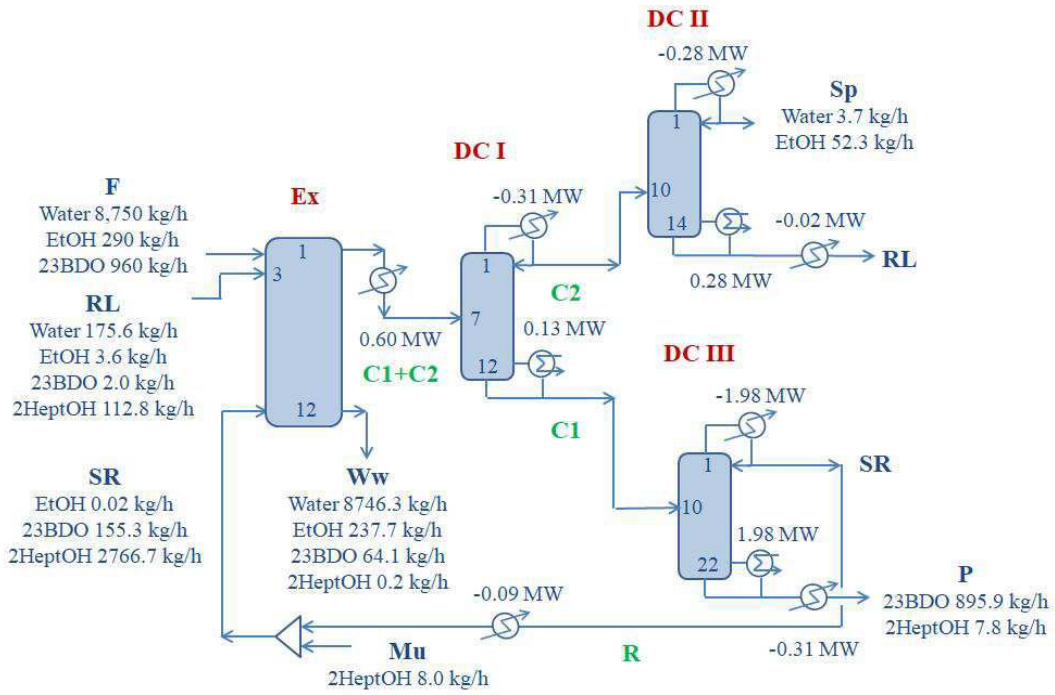
도면1



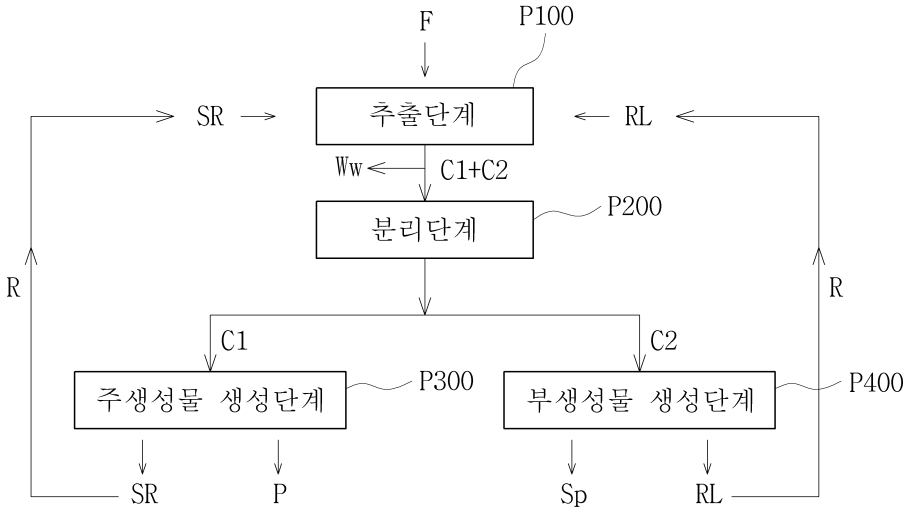
도면2


원심분리 후
여과
투과증발
배양액
원심분리
및 여과 후 배양액
농축액
균체
제거
물 제거
유기용매
(이소프로필 알콜)
박막증류
감압증류
감압 여과
잔류액
정제액 2
정제액1
혼합액
2,3-부탄디올
유기용매
분리
염 제거
(결정체)
1,3-프로판디올
목적물 분별

도면3


DC II
-0.28 MW
Sp
Water 3.7 kg/h
EtOH 52.3 kg/h
DC I
F
Water 8,750 kg/h
EtOH 290 kg/h
23BDO 960 kg/h
Ex
-0.31 MW
-0.02 MW
RL
0.28 MW
RL
Water 175.6 kg/h
EtOH 3.6 kg/h
23BDO 2.0 kg/h
2HeptOH 112.8 kg/h
C2
0.60 MW
0.13 MW
C1+C2
DC III
-1.98 MW
C1
SR
SR
EtOH 0.02 kg/h
23BDO 155.3 kg/h
2HeptOH 2766.7 kg/h
Ww
Water 8746.3 kg/h
EtOH 237.7 kg/h
23BDO 64.1 kg/h
2HeptOH 0.2 kg/h
1.98 MW
P
23BDO 895.9 kg/h
2HeptOH 7.8 kg/h
-0.09 MW
Mu
2HeptOH 8.0 kg/h
R
-0.31 MW

도면4



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1

【변경전】

탑 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 이용하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C1+C2)을 추출하고, 물(Ww)을 분리하는 추출탑(EX);

상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올이 함유된 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C2)로 분리하는 제1 증류탑(DC Ⅰ);

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C2)을 증류하여 부생성물(Sp)인 에탄올과 순환액(RL)으로 분리하는 제2 증류탑(DC Ⅱ); 및,

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올이 함유된 혼합물(C1)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올과 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올로 분리하는 제3 증류탑(DC Ⅲ);

으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치.

【변경후】

탑 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물을 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 이용하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C1+C2)을 추출하고, 물(Ww)을 분리하는 추출탑(EX);

상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올이 함유된 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C2)로 분리하는 제1 증류탑(DC Ⅰ);

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 부생성물(Sp)인 에탄올이 함유된 혼합물(C2)을 증류하여 부생성물(Sp)인 에탄올과 순환액(RL)으로 분리하는 제2 증류탑(DC Ⅱ); 및,

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 탑내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올이 함유된 혼합물(C1)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올과 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올로 분리하는 제3 증류탑(DC Ⅲ);

으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리장치.

【직권보정 2】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 4

【변경전】

제1항에 있어서,

상기 제2 증류탑(DC Ⅱ)에서, 탑저에서 분리되는 순환액(RL)은 추출탑(EX)으로 재순환되는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치.

【변경후】

제1항에 있어서,

상기 제2 증류탑(DC Ⅱ)에서, 탑저에서 분리되는 순환액(RL)은 추출탑(EX)으로 재순환되는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리장치.

【직권보정 3】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 5

【변경전】

제1항에 있어서,

상기 제3 증류탑(DC Ⅲ)에서,

상부단에서 분리되는 순환 추출용매(SR)는 추출탑(EX)으로 재순환되는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리장치.

【변경후】

제1항에 있어서,

상기 제3 증류탑(DC Ⅲ)에서,

상부단에서 분리되는 순환 추출용매(SR)는 추출탑(EX)으로 재순환되는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리장치.

【직권보정 4】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 6

【변경전】

추출탑(EX) 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로부터 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 이용하여 물(Ww)을 분리하고, 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 혼합된 혼합물(C1+C2)을 추출하는 추출단계(P100);

상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 제1 증류탑(DC I) 내로 유입된 상기 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 함유 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)인 에탄올 함유 혼합물(C2)로 분리하는 분리단계(P200)와;

상기 제1 증류탑(DC I)으로부터 이송되어 제3 증류탑(DC Ⅲ) 내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 함유 혼

합물(C1)을 증류하여 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 주생성물(P)인 2,3-부탄디올을 분리하는 주생성물 생성단계(P310); 및,

별도로 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제2 증류탑(DC Ⅱ) 내로 유입된 부생성물(Sp)인 에탄올 함유 혼합물(C2)을 증류하여 순환액(RL)을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 부생성물(Sp)인 에탄올을 분리하는 부생성물 생성단계(P320);

를 포함하는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 분리 효율이 높은 2,3-부탄디올 분리방법.

【변경후】

추출탑(EX) 내에 유입되는 원료(F)인 목질계 또는 해양 바이오매스 개질반응 생성물로부터 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 이용하여 물(Ww)을 분리하고, 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 및 부생성물(Sp)인 에탄올이 혼합된 혼합물(C1+C2)을 추출하는 추출단계(P100);

상기 추출탑(EX)으로부터 이송되어 제1 증류탑(DC Ⅰ) 내로 유입된 상기 혼합물(C1+C2)을 증류하여 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 함유 혼합물(C1)과 부생성물(Sp)인 에탄올 함유 혼합물(C2)로 분리하는 분리단계(P200)와;

상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제3 증류탑(DC Ⅲ) 내로 유입된 주생성물(P)인 2,3-부탄디올 함유 혼합물(C1)을 증류하여 순환 추출용매(SR)인 2-헵탄올을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 주생성물(P)인 2,3-부탄디올을 분리하는 주생성물 생성단계(P310); 및,

별도로 상기 제1 증류탑(DC Ⅰ)으로부터 이송되어 제2 증류탑(DC Ⅱ) 내로 유입된 부생성물(Sp)인 에탄올 함유 혼합물(C2)을 증류하여 순환액(RL)을 추출탑(EX)으로 재순환 이송하고, 부생성물(Sp)인 에탄올을 분리하는 부생성물 생성단계(P320);

를 포함하는 것을 특징으로 하는 2-헵탄올 추출에 의한 2,3-부탄디올 분리방법.