



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0039672
(43) 공개일자 2023년03월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 45/82 (2006.01) C07C 37/08 (2006.01)
C07C 39/04 (2006.01) C07C 45/53 (2006.01)
C07C 49/08 (2006.01)

(52) CPC특허분류
C07C 45/82 (2013.01)
C07C 37/08 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-7003826

(21) 출원번호 10-2023-7003826

(22) 출원일자(국제) 2021년07월15일

심사청구일자 **없음**

(85) 번역문제출일자 2023년02월01일

(86) 국제출원번호 PCT/US2021/041877

(87) 국제공개번호 WO 2022/016007

국제공개일자 2022년01월20일

(30) 우선권주장

16/932,244

(71) 출원인
켈로그 브라운 앤드 루트 엘엘씨
미국 텍사스주 77002 휴스턴 제퍼슨 애브뉴 601

(72) **발명자**

미국 77002 텐

미국 77002 럭사드우 뉴드린 세파는 애미뉴 001
씨/오 켈로그 브라운 앤드 루트 엘엘씨
윙, 에릭, 윙-탁

미국 77002 텍사스주 휴스턴 제페슨 애비뉴 601
씨/오 켈로그 브라운 앤드 루트 엘엘씨

(74) 대리인

박영우

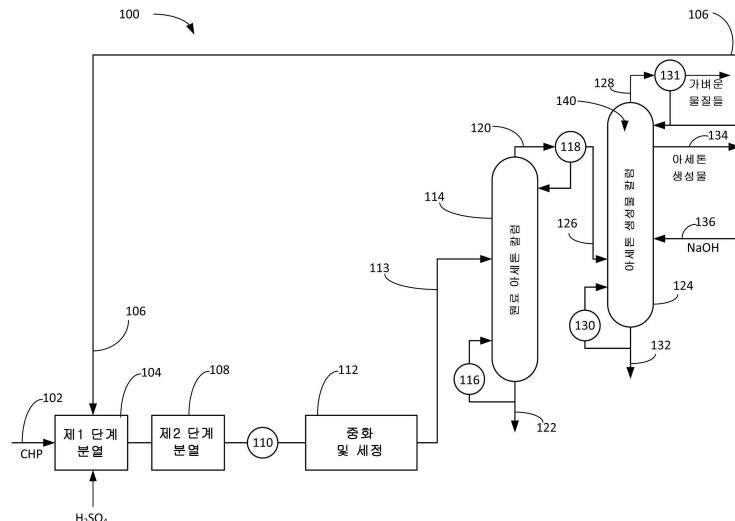
전체 정구항 주 : 송 24 항

(54) 발명의 명칭 낮은 알데하이드 함량을 가지는 아세톤의 생산 방법

(57) 요약

큐멘 하이드로페옥사이드(CHP)로부터 아세톤을 제조하기 위한 방법들과 시스템들이 개시된다. 상기 방법들과 시스템들은 생성물/반응물 스트림의 다른 상분들로부터 아세톤을 분리하도록 구성되는 아세톤 정제 칼럼을 수반한다. 상기 아세톤 정제 칼럼은 상기 칼럼 내용물의 일부를 가성 처리 용기로 보내도록 구성되는 측면 배출을 구비하며, 여기서 상기 내용물들은 아세톤 생성물로부터 알데히드들을 제거하기 위해 희석 수성 알칼리 용액과 반응한다. 상기 가성 처리 용기의 내용물들은 이후에 상기 아세톤 정제 칼럼으로 다시 보내진다. 상기 알데히드 제거를 위해 별도의 가성 처리 용기를 이용하는 것은 상기 아세톤 생성물 및 상기 수성 알칼리 용액 사이에 증가된 접촉 시간을 제공하며, 이에 따라 보다 많은 알데히드 제거를 가능하게 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C07C 39/04 (2013.01)

C07C 45/53 (2013.01)

C07C 49/08 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

아세톤 생산 프로세스에서 아세톤을 정제하는 방법에 있어서,

원료 아세톤 부분을 아세톤 정제 칼럼(APC) 내의 제1 공급 지점에 공급하는 단계를 포함하고;

상기 제1 공급 지점 상부에 위치하는 상기 APC의 제1 측면 배출을 통해 상기 APC로부터 상기 원료 아세톤 부분의 일부를 제거하는 단계를 포함하며;

상기 원료 아세톤 부분의 상기 제거된 부분을 가성 처리 용기로 공급하는 단계를 포함하고;

수성 알칼리 용액을 상기 가성 처리 용기에 공급하는 단계를 포함하며;

상기 가성 처리 용기로부터 저부 스트림들을 제2 공급 지점을 통해 상기 APC로 돌아가게 하는 단계를 포함하고, 상기 제2 공급 지점은 상기 제1 공급 지점 및 상기 제1 측면 배출 사이에 위치하며;

상기 제1 측면 배출 상부에 위치하는 제2 측면 배출로부터 정제된 아세톤을 얻는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 원료 아세톤 부분은 상기 APC의 업스트림(upstream)에서 원료 아세톤 칼럼(CAC)으로부터의 오버헤드 스트림으로 얻어지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 원료 아세톤 부분은 아세톤, 물, 큐멘(cumene), 알파-메틸 스티렌(alpha-methyl styrene: AMS), 페놀, 메탄올 및 알데히드(aldehyde)들을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 원료 아세톤 부분은 60ppm(vol) 내지 1000ppm(vol)의 알데히드들을 포함하며, 상기 알데히드들은 아세트알데히드(acetaldehyde) 및/또는 프로피온알데히드(propionaldehyde)를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 원료 아세톤 부분은 50ppm(vol) 내지 500ppm(vol)의 메탄올을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 수성 알칼리 용액은 알칼리 또는 알칼리 토금속 산화물, 수산화물, 또는 석탄산염(phenate)을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제4항에 있어서, 상기 수성 알칼리 용액은 수산화나트륨을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

제5항에 있어서, 상기 수산화나트륨은 약 0.1% 내지 약 15%의 농도를 가지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 약 45°C 내지 약 75°C의 온도를 가지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 내부 구조물들을 포함하지 않는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 정적 혼합(static mixing) 내부 구조물들을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 교반기를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 순환 펌프를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 약 3분 내지 약 60분의 체류 시간을 제공하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 15

제1항에 있어서, 상기 가성 처리 용기로 공급되기 이전에 상기 원료 아세톤 부분의 상기 제거된 부분으로부터 메탄올을 제거하도록 상기 원료 아세톤 부분의 상기 제거된 부분을 제올라이트 흡착제와 접촉시키는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 16

제1항에 있어서, 상기 정제된 아세톤은 약 20ppm(wt) 보다 작은 전체 알데하이드들을 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 17

제1항에 있어서, 상기 정제된 아세톤은 12시간 보다 큰 과망간산염 시간(permanganate time)을 가지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 18

제1항에 있어서, 상기 정제된 아세톤은 100ppm(wt) 보다 작은 메탄올 함량을 가지는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 19

정제된 아세톤의 회수를 위한 시스템에 있어서,

큐멘 하이드로퍼옥사이드(cumene hydroperoxide) 분열 반응의 생성물들을 원료 아세톤을 포함하는 오버헤드 부분 및 폐놀을 포함하는 저부 부분으로 분리하도록 구성되는 원료 아세톤 칼럼(CAC)을 포함하고,

아세톤 정제 칼럼(APC)을 포함하며, 상기 아세톤 정제 칼럼(APC)은,

상기 APC 내의 제1 공급 지점에서 상기 원료 아세톤을 수용하고,

상기 원료 아세톤을 정제된 아세톤 및 잔여의 무거운 화합물들로 분리하며,

상기 제1 공급 지점 상부에 위치하는 제1 측면 배출에서 상기 정제된 아세톤을 제공하도록 구성되고,

가성 처리 용기를 포함하며, 상기 가성 처리 용기는,

상기 제1 공급 지점의 상부 및 상기 APC의 상기 제1 측면 배출의 아래에 위치하는 상기 APC의 제2 측면 배출로부터 상기 원료 아세톤의 일부를 수용하고,

수성 알칼리 용액의 공급을 수용하며,

상기 원료 아세톤의 일부와 상기 수성 알칼리 용액을 혼합하고,

상기 가성 처리 용기의 내용물을 상기 APC의 제2 공급 지점으로 돌아가게 하도록 구성되며, 상기 제2 공급 지점은 상기 제1 공급 지점 및 상기 제2 측면 배출 사이에 위치하는 것을 특징으로 하는 시스템.

청구항 20

제15항에 있어서, 상기 원료 아세톤 부분은 아세톤, 물, 큐멘, 알파-메틸 스티렌(AMS), 페놀, 메탄올 및 알데히드들을 포함하는 것을 특징으로 하는 시스템.

청구항 21

제15항에 있어서, 상기 수성 알칼리 용액은 수산화나트륨을 포함하는 것을 특징으로 하는 시스템.

청구항 22

제15항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 약 3분 내지 약 60분의 체류 시간을 제공하는 것을 특징으로 하는 시스템.

청구항 23

제15항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 어떠한 내부 구조물들도 없는 것을 특징으로 하는 시스템.

청구항 24

제15항에 있어서, 상기 가성 처리 용기는 정적 혼합 내부 구조물들, 교반기, 또는 순환 펌프 중에서 하나 또는 그 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 시스템.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 큐멘(cumene)으로부터 아세톤을 생산하기 위한 방법들과 시스템들에 관한 것이다. 보다 상세하게는, 실시예들은 생성된 아세톤의 순도를 향상시키는 것과 관련된다.

배경 기술

[0002] 페놀과 아세톤은 다양한 프로세스들에서 생산되며, 이들 중에서 가장 통상적인 것은 호크 프로세스(Hock Process), 호크 및 랑 프로세스(Hock and Lang Process), 또는 큐멘-페놀 프로세스로 다양하게 알려져 있다. 이러한 프로세스는 큐멘 하이드로퍼옥사이드(cumene hydroperoxide: CHP)를 형성하기 위해 큐멘(이소프로필 벤젠)의 산화로부터 시작된다. 상기 CHP는 이후에 페놀, 아세톤 및/또는 알파-메틸 스티렌("AMS") 혼합물을 형성하도록 산 촉매의 존재에서 분열된다. 상기 혼합물을 후속하여 중화되며, 최종 생성물들인 페놀, 아세톤 및/또는 AMS를 회수하기 위해 분별된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 이러한 프로세스들이 십여 년간 이용되어 왔지만, 생성된 알데히드(aldehyde)들의 순도를 최적화하기 위한 지속적인 요구가 존재한다.

과제의 해결 수단

[0004] 아세톤 생산 프로세스에서 아세톤을 정제하는 방법이 여기에 개시되며, 상기 방법은 원료 아세톤 부분을 아세톤 정제 칼럼(acetone purification column: APC) 내의 제1 공급 지점에 공급하는 단계를 포함하고, 상기 제1 공급 지점 상부에 위치하는 상기 APC의 제1 측면 배출을 통해 상기 APC로부터 상기 원료 아세톤 부분의 일부를 제거하는 단계를 포함하며, 상기 원료 아세톤 부분의 상기 제거된 부분을 가성 처리 용기(caustic treating vessel)로 공급하는 단계를 포함하고, 수성 알칼리 용액을 상기 가성 처리 용기에 공급하는 단계를 포함하며, 상기 가성 처리 용기로부터 저부 스트림들을 제2 공급 지점을 통해 상기 APC로 돌아가게 하는 단계를 포함하고,

상기 제2 공급 지점은 상기 제1 공급 지점 및 상기 제1 측면 배출 사이에 위치하며, 상기 제1 측면 배출 상부에 위치하는 제2 측면 배출로부터 정제된 아세톤을 얻는 단계를 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 원료 아세톤 부분은 상기 APC의 업스트림(upstream)에서 원료 아세톤 칼럼(crude acetone column: CAC)으로부터의 오버헤드 스트림으로 얻어진다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 원료 아세톤 부분은 아세톤, 물, 큐멘(cumene), 알파-메틸 스티렌(alpha-methyl styrene: AMS), 페놀, 메탄올 및 알데하이드(aldehyde)들을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 원료 아세톤 부분은 60ppm(vol) 내지 1000ppm(vol)의 알데하이드들을 포함하며, 상기 알데하이드들은 아세트알데하이드(acetaldehyde) 및/또는 프로피온알데하이드(propionaldehyde)를 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 원료 아세톤 부분은 50ppm(vol) 내지 500ppm(vol)의 메탄올을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 수성 알칼리 용액은 알칼리 또는 알칼리 토금속 산화물, 수산화물, 또는 석탄산염(phenate)을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 수성 알칼리 용액은 수산화나트륨을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 수산화나트륨은 약 0.1% 내지 약 15%의 농도를 가진다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 약 45°C 내지 약 75°C의 온도를 가진다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 내부 구조물들(internal)을 포함하지 않는다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 정적 혼합(static mixing) 내부 구조물들을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 교반기를 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 순환 펌프를 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 약 3분 내지 약 60분의 체류 시간을 제공한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 방법은 상기 가성 처리 용기로 공급되기 이전에 상기 원료 아세톤 부분의 상기 제거된 부분으로부터 메탄올을 제거하도록 상기 원료 아세톤 부분의 상기 제거된 부분을 제올라이트 흡착제와 접촉시키는 단계를 더 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 정제된 아세톤은 약 20ppm(wt) 보다 작은 전체 알데하이드들을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 정제된 아세톤은 12시간 보다 큰 과망간산염 시간(permanganate time)을 가진다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 정제된 아세톤은 100ppm(wt) 보다 작은 메탄올 함량을 가진다.

[0005] 또한, 정제된 아세톤의 회수를 위한 시스템이 여기에 개시되며, 상기 시스템은 큐멘 하이드로퍼옥사이드(cumene hydroperoxide) 분열 반응의 생성물들을 원료 아세톤을 포함하는 오버헤드 부분 및 페놀을 포함하는 저부 부분으로 분리하도록 구성되는 원료 아세톤 칼럼(CAC)을 포함하고, 아세톤 정제 칼럼(APC)을 포함하며, 상기 아세톤 정제 칼럼(APC)은 상기 APC 내의 제1 공급 지점에서 상기 원료 아세톤을 수용하고, 상기 원료 아세톤을 정제된 아세톤 및 잔여의 무거운 화합물들로 분리하며, 상기 제1 공급 지점 상부에 위치하는 제1 측면 배출에서 상기 정제된 아세톤을 제공하도록 구성되고, 가성 처리 용기를 포함하며, 상기 가성 처리 용기는 상기 제1 공급 지점의 상부 및 상기 APC의 상기 제1 측면 배출의 아래에 위치하는 상기 APC의 제2 측면 배출로부터 상기 원료 아세톤의 일부를 수용하고, 수성 알칼리 용액의 공급을 수용하며, 상기 원료 아세톤의 일부와 상기 수성 알칼리 용액을 혼합하고, 상기 가성 처리 용기의 내용물을 상기 APC의 제2 측면 배출 사이에 위치한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 원료 아세톤 부분은 아세톤, 물, 큐멘, 알파-메틸 스티렌(AMS), 페놀, 메탄올 및 알데하이드들을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 수성 알칼리 용액은 수산화나트륨을 포함한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 약 3분 내지 약 60분의 체류 시간을 제공한다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기는 정적 혼합 내부 구조물들, 교반기, 또는 순환 펌프 중에서 하나 또는 그 이상을 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0006] 도 1은 큐멘 하이드로퍼옥사이드(CHP)로부터 아세톤 및 페놀을 생산하기 위한 시스템의 실시예를 도시한다.

도 2는 아세톤을 정제하기 위한 개선된 시스템의 실시예를 도시하며, 여기서 생성된 아세톤의 일부는 가성 반응 용기 내의 가성 물질과 반응한다.

도 3은 아세톤을 정제하기 위한 개선된 시스템의 실시예를 도시하며, 여기서 생성된 아세톤의 일부는 상기 생성된 아세톤으로부터 알킬 알코올을 제거하기 위해 흡착 용기를 통해 보내진다.

도 4는 아세톤을 정제하기 위한 개선된 시스템의 다른 실시예를 도시하며, 여기서 생성된 아세톤의 일부는 상기 생성된 아세톤으로부터 알킬 알코올을 제거하기 위해 흡착 용기를 통해 보내진다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0007] 도 1은 큐멘 하이드로퍼옥사이드(cumene hydroperoxide: CHP)로부터 아세톤 및 페놀을 생산하기 위한 시스템(100)을 예시한다. 본 발명과 특별히 관련되지는 않지만 이와 같은 시스템의 실제 동작에서 수행되는 상기 시스

템(100)(및 본 발명에서 설명되는 다른 시스템들)의 일부 측면들과 장비는 여기에 언급되지 않는 점이 이해될 것이다. 이러한 측면들과 장치들은 해당 기술 분야에 알려져 있으며, 여기에 포함되는 참조 문헌들에 기재될 수 있다.

[0008] 농축된 CHP는 라인(102)을 통해 상기 시스템으로 들어간다. 상기 라인(102) 내의 CHP의 농도는 약 65wt.%~90wt.% 정도가 될 수 있고, 보다 통상적으로는 약 80wt.%~85wt.%, 예를 들면 약 82wt.%가지이다. 상기 CHP는, 예를 들면, 전체 개시 사항들이 여기에 참조로 포함되는 미국 특허 제8,697,917호에 기재되어 있는 바와 같이 큐멘의 산화에 의해 생성될 수 있다. 상기 큐멘 산화(도시되지 않음)로부터의 산화 생성물은 CHP를 포함하며, 알파-메틸 스티렌(alpha-methyl styrene: AMS), 디메틸 벤질 알코올(dimethyl benzyl alcohol: DMBA) 및/또는 아세토페논(acetophenone: ACP) 중에서 하나 또는 그 이상도 포함할 수 있다.

[0009] 상기 농축된 CHP는, 예를 들면, 미국 특허 제5,371,305호에 기재되어 있는 바와 같이 직렬인 하나 또는 둘의 분열 반응기(분열 반응기)들로 제공된다. 상기 예시한 시스템(100)에서, 직렬인 둘의 분열 반응기들이 도시된다. 상기 CHP는 제1 분열 반응기(104)로 제공되며, 여기서 산 촉매 분열을 겪는다. 상기 산 촉매는, 예를 들면, 황산(H_2SO_4)이 될 수 있다. 예시한 실시예에서, 상기 제1 분열 반응기는, 예를 들면, 역혼합 반응기(back-mixed reactor)가 될 수 있으며, 50°C 내지 80°C에서 동작할 수 있다. 상기 제1 분열 반응기에서, CHP는 부분적으로 두 가지 반응들로 반응하며, i) CHP는 페놀 및 아세톤을 형성하도록 분열되고, ii) CHP는 중간 생성물인 디큐밀 퍼옥사이드(dicumyl peroxide: DCP) 및 물을 생성하도록 평형 반응으로 부분적으로 DMBA와 반응한다. DMBA는 AMS로 부분적으로 탈수되고, 페놀로부터 높은 비등점의 큐밀페놀(cumylphenol)들로 연속적인 반응들로 반응한다. 또한, AMS는 높은 비등점의 이합체(dimer)들을 형성할 수 있다. 하이드록시아세톤(hydroxyacetone: HA), 2-메틸벤조푸란(methylbenzofuran: 2-MBF) 및 메시틸 옥사이드(mesityl oxide: MO)와 같은 추가적인 부산물들도 생성될 수 있다. 상기 분열 반응은 매우 발열성이며, 이에 따라 재순환되는 아세톤이 적절한 희석을 유지하도록 상기 분열 반응기(들)로 제공될 수 있음으로써, 원하지 않는 부산물들의 형성을 최소화할 수 있다. 예시한 실시예에서, 재순환되는 생성물 아세톤은 라인(106)을 통해 상기 제1 분열 반응기로 제공된다. 또한, 물이 최적의 분열 수율을 위해 추가될 수 있다.

[0010] 예시한 실시예에서, 상기 제1 분열 반응기(104)의 생성물은 제2 분열 반응기(108)로 공급되며, 여기서 i) 제1 분열 반응기로부터의 잔여 CHP가 페놀 및 아세톤으로 분열되고, ii) 제1 분열 반응기로부터의 잔여 DMBA가 AMS로 탈수되며, iii) DCP가 AMS, 페놀 및 아세톤으로 전환되는 세 가지 주요 반응들이 일어난다. 상기 제2 단계 분열 반응기는, 예를 들면, 약 105°C 내지 145°C의 온도이고, 증기 가열될 수 있는 플러그 플로 반응기(plug flow reactor)가 될 수 있다.

[0011] 예시한 시스템(100)에서, 상기 제2 분열 반응기(108)로부터의 분열 생성물은 냉각기(110)를 이용하여 냉각되며, 하나 또는 그 이상의 중화 및 세정 유닛들(112)로 향해진다. 분열 유출물(effluent)은 상기 분열 반응을 위해 촉매로 사용된 황산을 함유한다. 다운스트림(downstream) 장비 내의 부식 문제를 회피하기 위해, 산들이 추출되어야 하며, 수산화나트륨 및/또는 하나 또는 그 이상의 염 용액들과 같은 하나 또는 그 이상의 염기들을 이용하여 중화되어야 한다. 예를 들면, 상기 염 용액은 석탄염나트륨(sodium phenate)이 될 수 있거나, 이를 포함할 수 있다. 상기 염 용액은 상기 분열 생성물 내의 임의의 계속되는 분열 반응들을 감소시킬 수 있거나, 중단시킬 수 있다. 이에 따라, 상기 중화 및 세정 유닛들(112)은 중화된 분열 생성물을 생성할 수 있다.

[0012] 상기 분열 및 중화에 이어지는 단계들(즉, 아세톤 분별)은 주로 생성물들(아세톤 및 페놀)의 정제 및 부산물들과 재활용 가능한 큐멘의 회수를 목적으로 한다. 상기 아세톤 분별 시스템은 (1) 상기 분별 공급물 내의 가벼운 물질들 및 무거운 물질들의 원료 분리 및 (2) 아세톤 생성물의 정제의 목적에 기여한다. 상기 중화 유닛(들)(112)로부터의 유기 유출물은 라인(113)을 통해 제1 증류 칼럼으로 흐른다. 상기 제1 증류 칼럼은 여기에서 원료 아세톤 칼럼(crude acetone column: CAC)(114)으로 지칭된다. 상기 CAC의 기능은 상기 중화 생성물을 페놀 부분 및 아세톤 부분으로 분리하는 것이다. CAC의 측면들은 전체적인 내용이 여기에 참조로 포함되는 미국 특허 제8,889,915호에 기재되어 있다. 증기 증류물(라인(120))은 상기 공급물 내의 아세톤, 물, 큐멘, AMS, 적은 양의 페놀 및 다른 가벼운 물질들을 함유한다. 상기 CAC는 CAC 리보일러(reboiler)(116) 및 CAC 응축기(condenser)(118)를 구비할 수 있다. 상기 CAC 리보일러(116)는, 예를 들면, 높은 압력의 스트림에 의해 가열되는 강제 순환 방식의 교환기가 될 수 있다. 페놀이 풍부한(phenol-rich) 저부 물질(라인(122))은 페놀 분별 유닛(도시되지 않음)으로 향하게 될 수 있다. 오버헤드(overhead) 증기(라인(120))는 상기 CAC 응축기(118) 내에서 부분적으로 응축된다. 응축된 액체는 상기 CAC(114)로 돌아가는 반면, 상기 증기 증류물은 라인(126)을 통해 여기서 아세톤 생성물 칼럼 또는 아세톤 정제 칼럼(acetone purification column: APC)(124)으로 언급되는 제2

의 증류 칼럼으로 보내진다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 라인(126)을 통해 상기 APC(124)로 제공되는 증기 증류물은 약 7vol% 내지 약 12vol%의 큐멘, 약 0.1vol% 내지 약 0.2vol%의 폐놀, 약 40vol% 내지 약 50vol%의 아세톤, 약 1vol% 내지 약 2vol%의 AMS, 약 200ppm(vol) 내지 약 500ppm(vol)의 메탄올, 그리고 약 100ppm(vol) 내지 약 1000ppm(vol)의 전체 알데히드(aldehyde)들을 포함할 수 있다.

[0013]

상기 APC(124)의 목적은 아세톤 생성물로부터 가벼운 최종 물질들(라인(128))을 통해 주로 아세탈데히드(acetaldehyde))을 제거하고, 물, 큐멘, AMS 및 다른 무거운 유기물들로부터 아세톤을 분리하는 것이다. APC의 측면들은 그 개시 사항들이 여기에 참조로 포함되는 미국 특허 제4,340,447호(이하, "'447 특허"로 언급함)에 기재되어 있다. 상기 APC는 APC 리보일러(130) 및 APC 응축기(131)를 구비한다. 상기 APC 리보일러(130)는 상기 APC(124)의 저부 트레이 외부의 액체 트랩으로부터와 상기 칼럼의 저부로부터 재순환 스트림이 공급될 수 있으며, 낮은 압력의 스트림에 의해 가열될 수 있다.

[0014]

상기 APC(124)의 내부 체적(140)은 비워질 수 있거나, 하나 또는 그 이상의 충진 물질들(도시되지 않음)로 부분적으로 채워질 수 있거나, 완전히 채워질 수 있다. 예시적인 충진 물질들은, 이에 한정되는 것은 아니지만, 트레이들, 패킹들 또는 이들의 결합을 포함할 수 있다. 여기에 사용되는 바에 있어서, "트레이들(trays)"이라는 용어는, 이에 한정되는 것은 아니지만, 상기 APC(124) 내의 기상과 액상 사이의 접촉을 향상시킬 수 있는 하나 또는 그 이상의 유형들의 트레이들을 포함할 수 있다. 예시적인 트레이들은, 이에 한정되는 것은 아니지만, 천공된 트레이들, 체(sieve) 트레이들, 버블 캡(bubble cap) 트레이들, 플로팅 밸브(floating valve) 트레이들, 고정 밸브 트레이들, 카트리지 트레이들, 이중 유동(dual flow) 트레이들, 배플(baffle) 트레이들, 샤워 데크(shower deck) 트레이들, 침니(chimney) 트레이들, 슬럿 트레이들, 또는 이들의 임의의 결합을 포함할 수 있다. 여기에 사용되는 바에 있어서, "패킹 물질(packing material)" 또는 "패킹"이라는 용어는, 이에 한정되는 것은 아니지만, 상기 APC(124) 내에 배치되는 하나 또는 그 이상의 유형들의 구조화되거나 및/또는 임의의 형상으로 된 물질을 포함할 수 있다. 상기 패킹 물질은 상기 APC(124) 내의 유효 표면적을 증가시킬 수 있으며, 이는 상기 APC(124) 내부의 액상 및 기상 사이의 물질 이동을 향상시킬 수 있다. 상기 패킹 물질은 임의의 적합한 물질, 예를 들면, 금속들, 비금속들, 폴리머들, 세라믹들, 글라스들, 또는 이들의 임의의 결합으로 이루어질 수 있다. 임의의 패킹 물질의 예시적인 예들은, 이에 한정되는 것은 아니지만, 라시히 링(Raschig ring)들, 넥스링(NeXRing)TM, 누터 링스(Nutter Rings)TM, 아이-링스(I-Rings)TM, C-링스(C-Rings)TM, P-링스(P-Rings)TM, R-링스(R-Rings)TM와 S-링스(S-Rings)TM, 인탈록스(Intalox)[®] 울트라(ULTRA), IMTP[®], 하이-팩(HY-PAK)[®], 캐스케이드 미니 링스(CASCADE MINI RINGS)[®], 플렉스링(FLEXIRING)[®], AHPP 새들-링스(Saddle-Rings), 폴 링스(Pall rings), 슈퍼블렌드(SuperBlend)TM 2-Pac, 또는 이들의 임의의 결합을 포함할 수 있다. 상업적으로 입수 가능한 구조화된 패킹의 예시적인 예들은, 이에 한정되는 것은 아니지만, 구조화 패킹, 주름 시트들, 물결 시트들, 거즈들, 격자들, 와이어 메시, 또는 이들의 임의의 결합을 포함할 수 있다. 상기 충진 물질은 물질 이동 및/또는 다중 성분의 유체의 분리를 향상시킬 수 있다. 상기 내부 체적(140) 내의 충진 물질 및/또는 충진 패턴은 하나 또는 그 이상의 구조화되거나 및/또는 임의의 팩 물질들을 포함할 수 있다. 둘 또는 그 이상의 유형들의 충전 물질들이 상기 내부 체적(126) 내에 배치될 수 있다. 상기 APC(124)는 상기 APC(124)의 온도, 압력 및 내용물들과 물리적 및 화학적으로 양립 가능한 하나 또는 그 이상의 금속성 물질들로 이루어질 수 있다. 적합한 금속성 물질들은, 이에 한정되는 것은 아니지만, 클래딩 탄소강(cladded carbon Steel)과 304 및 316 스테인리스 스틸들과 같은 카본 및 스테인리스 스틸들을 포함하는 비철 합금들, 듀플렉스(duplex) 스테인리스 스틸, 그리고 이들 금속성 물질들의 결합을 포함할 수 있다. 또한, 상기 APC(124)는 약 40kPa, 약 50kPa, 또는 약 60kPa의 하한으로부터 약 80kPa, 약 90kPa, 또는 약 100kPa의 상한까지의 범위인 압력에서 동작될 수 있다.

[0015]

상기 APC(124)로부터의 순(net) 저부 스트림(132)이 원료 AMS 섹션(도시되지 않음)으로 공급될 수 있다. 아세톤 생성물은 측면 배출(side draw)(134)로부터 얻어질 수 있다. 상기 APC(124) 환류의 일부는 라인(106)을 통해 상기 분열 반응기 섹션으로, 예를 들면, 앞서 언급한 바와 같은 상기 제1 분열 반응기(104)로 재순환될 수 있다. 상기 재순환되는 아세톤의 양은 상기 분열 반응기에 대한 상기 CHP의 공급물에 기초하는 비율로 결정될 수 있다. 예를 들면, 상기 분열 반응기(들)로 재순환되는 아세톤의 양은 상기 분열 반응기(들)에 대한 상기 CHP의 공급물에 기초하여 약 0.1중량퍼센트 내지 약 0.5중량퍼센트가 될 수 있다.

[0016]

상기 APC(124)에는 수산화나트륨(NaOH)과 같은 가성 물질(caustic material)의 첨가를 위해 하나 또는 그 이상의 가성 첨가 지점들(138)이 제공될 수 있다. 상기 가성 물질은, 예를 들면, 알칼리 또는 알칼리 토금속 산화물, 수산화물, 또는 석탄산염이 될 수 있다. 적합한 가성 물질의 하나의 예는 수산화나트륨이다. 상기 가성 첨가 지점(136)은 상기 공급물 스트림(126)과 상기 생성물 측면 배출(134) 사이에 있을 수 있다. 상기 가성은

상기 아세톤 생성물 내의 알데히드의 양을 감소시키기 위해 상기 APC(124)에 첨가된다. 상기 알데히드들은 상기 가성의 존재 하에서 알돌 축합 반응(aldo condensation reaction)을 통해 무거운 케톤(ketone)을 형성하며, 이에 따라 상기 아세톤 생성물을 정제한다. 상기 아세톤 생성물 내의 알데히드의 양을 감소시키기 위한 상기 APC(124) 내의 가성의 이용은 여기에 포함되는 상기 '447 특허에 기재되어 있다.

[0017] 해당 기술 분야에 알려져 있는 바와 같이, 상기 아세톤 생성물의 순도를 결정하기 위한 한 가지 테스트는 과망간산염 시간(permanganate time: PMT) 테스트이며, 이는 아세톤의 샘플에 작은 양의 과망간산칼륨을 첨가하는 과정 및 색상이 소멸되는 데 요구되는 시간을 결정하는 단계를 수반한다. 보다 긴 색상 소멸 시간(상기 PMT)은 상기 샘플 내의 알데히드들과 같은 감소되는 물질들의 보다 적은 양과 보다 높은 품질의 아세톤을 나타낸다. 상기 '447 특허에 기재되어 있는 방법들은 약 4시간의 PMT를 가지는 아세톤을 생성할 수 있으며, 이는 약 60ppm(vol) 내지 약 120ppm(vol)의 전체 알데히드 불순물에 대응된다.

[0018] 도 1에 예시되고 상기 '447 특허에 기재되어 있는 바와 같은 실시예들에서, 알데히드들 및 다른 감소되는 물질들이 상기 APC 칼럼 내에서 상기 가성 물질과 반응하여 제거되는 정도는 상기 칼럼 내부에서 상기 알데히드들과 접촉되는 상기 가성의 시간에 의해 제한된다. 상기 알돌 축합은 상기 APC의 증류 트레이들 상에서 상기 알데히드들 및 상기 가성 사이의 접촉 시간에 의존한다. 상기 증류 트레이들 상의 체류 시간은, 예를 들면, 몇 분으로 짧아질 수 있고, 이에 따라 상기 알데히드들의 알돌 축합이 완료되지 않을 수 있으며, 상기 칼럼의 동작 처리량에 크게 의존한다.

[0019] 본 발명자들은 상기 가성과 상기 알데히드들의 접촉 시간이 도 2에 예시한 바와 같은 시스템(200)을 이용하여 개선될 수 있는 점을 이해하였다. 도 2에서, 도 1에 예시한 시스템(100)과 동일한 구성 요소들은 동일한 참조 부호들로 나타낸다. 도 2는 CAC(114) 및 APC(124)를 예시하며, 이를 모두는 상기 시스템(100)(도 1)의 대응되는 장비들과 유사하다. 또한, 상기 시스템(200)은 도 1에 예시한 업스트림(upstream) 장비들, 즉 상기 분열 반응기들(104, 108), 냉각기(110), 그리고 중화 및 세정 유닛들(112)을 포함하지만, 상기 장비들은 명료성을 위해 도 2에서 생략된다. 상기 시스템(100)(도 1)에서와 같이, 상기 시스템(200)(도 2)에서 상기 유기 유출물은 상기 중화 유닛(들)로부터 라인(113)을 통해 상기 CAC(114)로 흐른다. 상기 CAC로부터의 상기 증기 증류물(여기서는 "원료 아세톤 부분(crude acetone fraction)"으로 언급됨)은 라인(126)을 통해 상기 APC(124)로 제공되며, 상기 페놀이 풍부한 저부 물질은 라인(122)을 통해 상기 CAC를 떠난다. 일부 실시예들에 따르면, 라인(126)을 통해 상기 APC(124)로 제공되는 상기 원료 아세톤 부분은 약 12vol%의 큐멘, 약 0.1vol% 내지 약 0.2vol%의 페놀, 약 40vol% 내지 약 50vol%의 아세톤, 약 1vol% 내지 약 2vol%의 AMS, 약 50ppm(vol) 내지 약 500ppm(vol)의 메탄올, 그리고 약 60ppm(vol) 내지 약 1000ppm(vol)의 전체 알데히드들을 포함할 수 있다. 보다 상세하게는, 상기 원료 아세톤 부분은 약 60ppm(vol) 내지 1000ppm(vol)의 알데히드들을 포함할 수 있으며, 여기서 상기 알데히드들은 아세트알데히드 및/또는 프로피온알데히드(propionaldehyde)를 포함한다.

[0020] 상기 시스템(200)의 APC(124)의 내부 체적(140)은 상술한 바와 같다. 상기 시스템(200)의 APC(124)는 상기 칼럼 내의 물질의 일부가 얻어질 수 있고, 가성 처리 용기(caustic treating vessel)(204)로 제공될 수 있는 측면 배출(202)을 구비한다. 상기 측면 배출은 상기 APC(124) 상의 임의의 지점에 구성될 수 있지만, 가장 바람직한 실시예에 따르면 도 2에 예시한 바와 같이 상기 CAC로부터의 유입 라인(126) 및 상기 아세톤 생성물 라인(134) 사이에 구성된다. 가성 물질은 라인(206)을 통해 상기 가성 처리 용기(204)로 제공된다. 상기 시스템(100)(도 1)에서와 같이, 상기 가성 물질은, 예를 들면, 알칼리 또는 알칼리 토금속 산화물, 수산화물, 혹은 석탄산염이 될 수 있다. 적합한 가성 물질의 하나의 예는 수산화나트륨이다. 상기 가성 처리 용기(204)로부터의 저부 스트림들은 라인(208)을 통해 상기 APC(124)로 돌아가며, 이는 다시 통상적으로 라인들(126, 134) 사이의 위치에서 상기 APC에 공급되도록 구성된다.

[0021] 상기 APC로 상기 가성 처리 용기의 내용물들이 돌아가기 이전에 상기 APC로부터 물질의 일부를 제공하는 과정 및 이를 상기 가성 처리 용기(204) 내의 상기 가성 물질과 반응시키는 과정은 상기 가성 물질과의 접촉 시간을 증가시킨다. 이는 상기 시스템(100)(도 1)에 비하여 보다 효율적인 알데히드 제거를 가져온다. 또한, 시스템(200)은 상기 원료 증기 아세톤 공급물(즉, 라인(126)을 통해 상기 APC로 들어가는 공급물) 내에서 보다 높은 알데히드 함량을 처리할 수 있다. 알데히드들의 높은 레벨들은 1) 상기 플랜트에 대한 상기 큐멘 공급 원료 내의 높은 불순물들 및/또는 2) 상기 페놀 플랜트의 아세톤 다운스트림을 이용하는 다른 처리 유닛들로부터의 재순환 아세톤 스트림의 존재에 기인할 수 있다. 시스템(200)에서, 상기 가성 처리되는 스트림(즉, 스트림(202))은 페놀이 없으며, 큐멘 및 AMS와 같은 다른 유기 불순물들의 낮은 레벨들을 가진다.

[0022] 상기 가성 처리 용기(204)는, 예를 들면, 내부 구조물들(internals)을 구비하지 않는 용기가 될 수 있다. 일부

실시예들에 따르면, 결합되는 상기 스트림들이 두 가지의 액상들에 있기 때문에 혼합 과정이 상기 가성 처리 용기(204) 내에 제공될 수 있다. 다시 말하면, 스트림(202)은 주로 아세톤, 큐멘 및 AMS를 포함하는 유기 상이며, 스트림(206)은 수성 상이다. 상기 혼합은, 예를 들면, 상기 용기 내부에 설치되는 정적 혼합(static mixing) 형의 내부 구조물들, 상기 용기와 함께 설치되는 교반기(agitator) 및/또는 상기 두 가지 상들의 혼합 및 접촉을 증진시키기 위한 순환 펌프를 이용하여 구현될 수 있다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기 내의 내용물들의 체류 시간은 약 3분 내지 약 60분, 예를 들면, 약 5분 내지 30분이 될 수 있다.

[0023] 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기(204)내의 상기 가성의 농도는 약 0.1% 내지 약 15%의 가성이 될 수 있다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기 내의 온도는 약 45°C 내지 약 75°C, 예를 들면, 50°C 내지 65°C이다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 가성 처리 용기 내의 온도는 상기 APC로부터 절단되는 물질의 열로 유지되며, 추가적인 가열이 요구되지는 않는다. 선택적으로, 추가적인 열이, 예를 들면, 스트림 가열에 의해 상기 가성 처리 용기로 공급될 수 있다.

[0024] 상술한 바와 같이, 상기 가성 처리된 스트림은 라인(208)을 통해 상기 APC로 돌아가며, 예를 들면, 상기 증기 공급 라인(126) 바로 위에서 상기 APC로 들어갈 수 있다. 상기 APC 내의 폐놀은 상기 가성 처리 용기로부터의 가성 공급물 내의 유리 가성의 존재로 인해 석탄산염나트륨으로 전환된다. 잔여 알데히드들도 폐놀/석탄산염나트륨 반응과 함께 상기 APC의 트레이들 상에서 무거운 케톤들로 전환된다. 큐멘 및 AMS과 같은 다른 보다 무거운 유기 불순물들은 상기 증기가 상기 칼럼까지 나아가면서 상기 아세톤으로부터 제거된다.

[0025] 본 발명자들은 개시된 방법들 및 시스템(200)과 같은 시스템들이 약 5ppm(wt) 내지 약 40ppm(wt)의 전체 알데히드 함량을 가지는 아세톤을 생산할 수 있는 것을 발견하였다. 일부 실시예들에 따르면, 상기 알데히드 함량은 40ppm(wt) 보다 작거나, 20ppm(wt) 보다 작거나, 10ppm(wt) 보다 작다. 결과적인 아세톤은 종래 기술의 시스템들에 비해 현저하게 향상된 약 12시간 내지 약 24시간의 과망간산염 시간을 구현할 수 있다. 예를 들면, 일부 실시예들에 따르면, 상기 과망간산염 시간은 12시간보다 크거나, 18시간보다 크거나, 24시간보다 크다.

[0026] 도 3 및 도 4는 APC 내의 아세톤을 정제하기 위한 다른 실시예들을 도시한다. 도 3 및 도 4에서, 상기 APC 및 연관 장비만이 예시된다. 상기 시스템(300)(도 3) 및 상기 시스템(400)(도 4)이 각기 도 1 및 도 2에 예시한 업스트림 장비를 포함하지만, 상기 장비가 명확성을 위해 도 3 및 도 4에서는 생략되는 점이 이해되어야 할 것이다. 도 3 및 도 4에서, 도 1 및 도 2에 예시한 시스템들(100, 200)과 동일한 구성 요소들은 각기 동일한 참조부호들로 나타낸다.

[0027] 도 3 및 도 4에 예시한 바와 같이, 본 발명자들은 상기 APC(140) 내에서 정제된 아세톤이 상기 APC 내용물의 일부를 제올라이트(zeolite)와 같은 흡착제, 예를 들면, 분자체(molecular sieve) 물질로 보내어 알킬 알코올들을 제거하여 더 정제될 수 있는 것을 이해하였다. 도 3을 참조하면, 상기 APC(140)는 제1 측면 배출(202)을 구비하며, 이는 상기 APC 내용물의 일부를 시스템(200)(도 2)에서와 같이 상기 가성 처리 용기(204)로 보내진다. 또한, 상기 APC(140)는 다른 측면 배출(302)을 구비하며, 이는 흡착제를 포함하도록 구성되는 흡착 용기(adsorbent vessel)(304)로 보내진다. 적합한 제올라이트 분자체 물질들의 예들은 약 4A 내지 약 5A의 공극 크기를 가지는 분자체들을 포함한다. 상기 흡착 용기(304)로부터의 내용물들은 이후에 라인(306)을 통해 상기 가성 처리 용기(204)로 제공된다. 알데히드들은 상술한 바와 같이 상기 가성 처리 용기(204) 내에서 제거된다. 상기 가성 처리 용기로부터의 유출 스트림은 시스템(200)(도 2)에 대해 앞서 설명한 바와 같이 라인(208)을 통해 상기 APC(140)로 돌아간다.

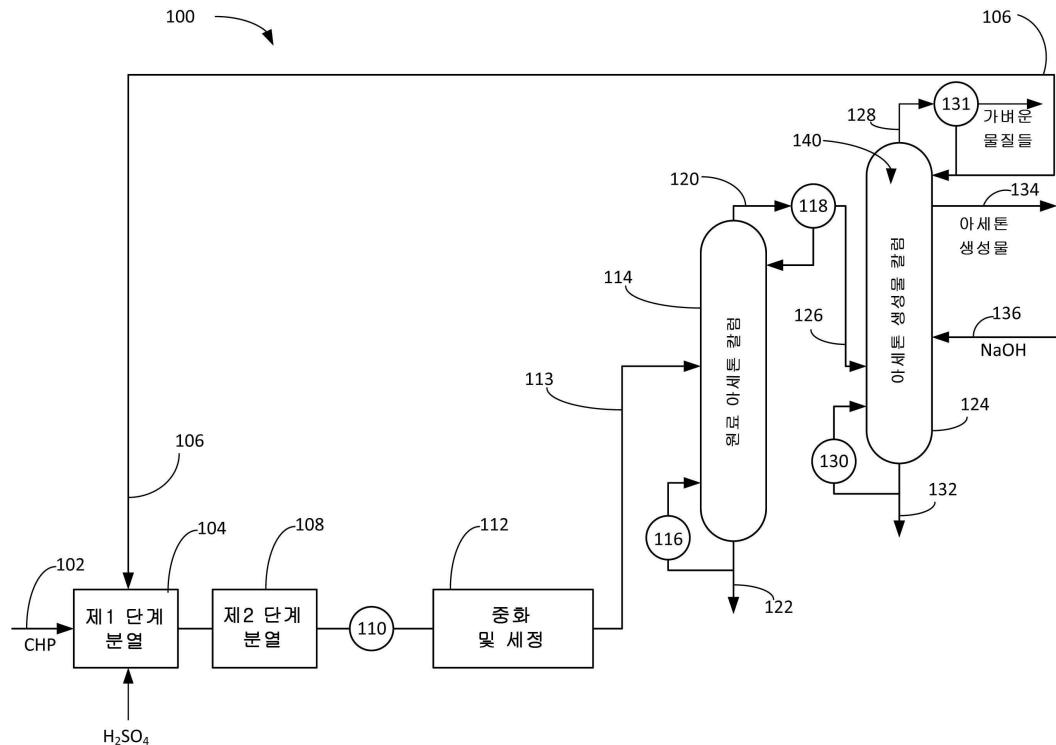
[0028] 도 4는 아세톤으로부터 알킬 알코올들을 제거하기 위해 분자체 물질과 같은 흡착제를 포함하는 흡착 용기(304)를 구비한 APC(140)를 가지는 시스템(400)의 선택적인 실시예를 예시한다. 상기 시스템(400)은 상기 APC(140)로부터 상기 가성 처리 용기(204)로 보내지는 상기 APC 내용물을 모두가 상기 흡착 용기(304)로 통과되는 점에서 상기 시스템(300)(도 3)과 다르다. 다시 말하면, 상기 APC 내용물의 일부는 라인(302)을 통해 상기 흡착 용기(304)로 향하게 된다, 상기 흡착 용기(304)의 내용물은 이후에 라인(306)을 통해 상기 가성 처리 용기(204)로 향하게 된다. 상기 APC의 내용물을 상기 가성 처리 용기(204)로 직접 제공하기 위해 측면 배출(202)(도 3)과 같은 다른 측면 배출은 존재하지 않는다. 다른 측면들에서, 상기 시스템(300)(도 3)과 상기 시스템(400)은 동일하다. 본 발명자들은 시스템(300)(도 3) 및 시스템(400)(도 4)과 같은 시스템들이 20ppm(wt) 보다 작거나, 10ppm(wt) 보다 작은 알데히드 함량, 12시간 보다 크거나, 18시간 보다 크거나, 24시간 보다 큰 과망간산염 시간, 그리고 100ppm(wt) 보다 작거나, 50ppm(wt) 보다 작은 메탄올 함량으로 아세톤을 생산할 수 있는 점을 발견하였다.

[0029] 비록 본 발명의 특정한 실시예들을 도시하고 설명하였지만, 앞서의 논의와 설명이 본 발명을 이들 실시예들에

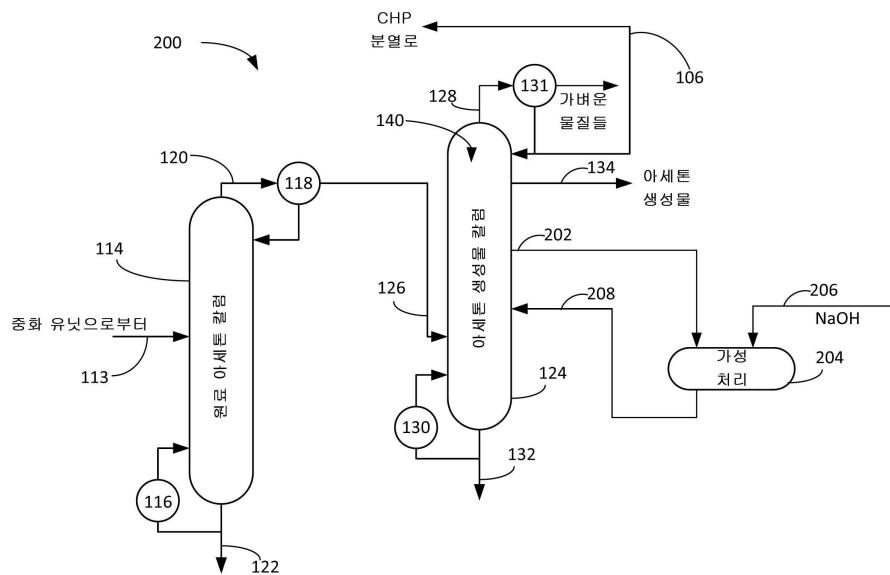
한정하려는 의도는 아닌 점이 이해되어야 할 것이다. 해당 기술 분야의 숙련자에게는 본 발명의 사상과 범주를 벗어나지 않고 다양한 변화들과 변형들이 이루어질 수 있는 점이 분명해질 것이다. 이에 따라, 본 발명은 특히 청구 범위에 의해 정의되는 바와 같은 본 발명의 사상과 범주 이내에 해당될 수 있는 변경들, 변형들 및 균등물들을 포괄하도록 의도된다.

도면

도면1

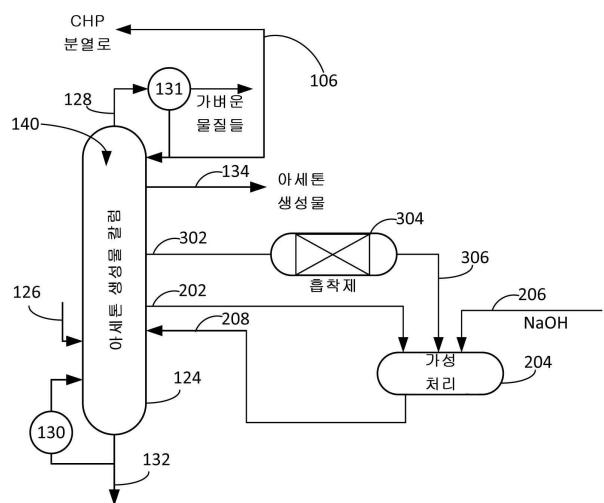


도면2



도면3

300



도면4

400

