

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
B01D 15/08

(45) 공고일자 1989년03월20일
(11) 공고번호 특1989-0000511

(21) 출원번호	특1983-0003782	(65) 공개번호	특1984-0006132
(22) 출원일자	1983년08월12일	(43) 공개일자	1984년11월22일
(30) 우선권주장	407680 1982년08월12일 미국(US)		
(71) 출원인	유오피 인코오포레이티드 로버트 엠.바라타 미합중국, 일리노이스, 데스 플레인스 알콘 앤드 마운트 프로스펙트 로우드스 텐 유오피 플라자		
(72) 발명자	클래런스 조오지 거홀드 미합중국, 일리노이스, 파라틴, 인버니스 노오스 쿡 녹 로우드 516		
(74) 대리인	나영환		

심사관 : 신진균 (책자공보 제1522호)

(54) 추잔물 성분으로부터 추출물 성분을 분리시키는 방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

추잔물 성분으로부터 추출물 성분을 분리하는 방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명에 따른 농도구배도이고,

제2도는 본 발명의 특히 바람직한 실시예에 있어서의 각종 유입 및 유출 스트림 및 이들 스트림의 상관관계를 나타내는 본 발명의 분리장치들의 플로우 다이어그램이며,

제3도-제18도는 실시예 I 및 II에서 보다 상세히 설명하는, 본 발명 공정의 컴퓨터 모의 실험으로부터 산출된 데이터를 그래프로 나타낸 것이고,

제19도-제24도는 대역쌍들을 이용한 본 발명의 각종 실시예들에 있어서의 각종 유입 및 유출 스트림들의 바람직한 배열 및 이들 스트림의 상관관계를 나타내는 본 발명에 따른 플로우 다이어그램이며,

제25-제31도는 이하의 실시예 III-IX에서 보다 상세히 설명하는, 각각의 바람직한 배열 및 상응하는 본 발명 공정의 구체예를 컴퓨터 모의 실험하여 산출된 데이터를 그래프로 나타낸 것이다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 각종 성분들의 유체 혼합물로부터 한 성분을 분리하는 기술에 관한 것이다.

유체 혼합물로부터 성분들을 분리하기위한 많은 분리 방법들이 공지되어 있다. 예를 들면, 분별 증류 또는 결정화는 각각 다른비점 또는 어느점을 갖는 성분들의 액체 혼합물을 분리하는데 있어서 이 상적인 수단이다. 기체 또는 액체 크로마토그래피는 유체 혼합물의 이종 성분들에 대하여 각기 다른 친화도를 지닌 물질 또는 흡착제를 이용함으로써, 그로부터 성분들이 상기 물질을 거쳐 흐르면서 분리되도록 하는 것이다. 마찬가지로, 분자체(Molecular sieves)로서 공지된 물질들은 이종 성분이 아니라 특정한 성분들의 분자들만을 물질의 기공 구조내에 받아들임으로써 유체 혼합물의 각각의 성분들이 분자체를 통과하는 속도에 영향을 미치며, 그 결과 사용하는 분자체가 보다 큰 친화도 또는 잔류활성을 갖는 성분을 탈착제를 이용하여 회수 또는 "탈착"시킬 수 있다.

크로마토그래피 유형의 분리에 있어서 흡착제 또는 분자체를 사용하여 원료 혼합물로부터 성분들을 분리하는 매우 성공적인 방법은 역류이동상 또는 모의이동상 역류계이다. 역류이동상 또는 모의이동상 방법에서는 흡착 및 탈착 공정의 연속적으로 진행되어서 추출물(보다 선택적으로 흡착된 성분)과 추잔물(선택적으로 흡착되지 않은 성분)스트림이 연속적으로 생산되도록 하고 또한 원료와 탈착제 스트림이 연속적으로 사용되도록 한다. 상기 공정의 유동계의 서열 순서는 브로우튼(Broughton)등의

미합중국 특허 제2,985,589호에 기술되어 있다. 상기 계에서는 흡착실내에 함유된 흡착제의 상방운동을 도모하는 흡착실 아래의 다중 액체들의 도달위치로의 점진적 운동이 일어난다.

단지 4개의 접근선만은 어떤 시간에서도 활동적이다. 즉, 원료 유입 스트림, 탈착제 유입 스트림, 추잔물 유출 스트림 및 추출물 유출 스트림들의 접근 라인이 활동적이다. 이와 같은 고체 흡착제의 모의 상방운동과 동시에 흡착제 패킹층의 공극부피를 차지하는 액체의 운동이 일어난다. 그에따라 역류접촉이 유지되면서 펌프에 의해 흡착실 아래로 액체가 흐르게 된다. 활성액체 접근위치는 실정부로부터 실저부로 순환이동하며, 실순환 펌프가 각기 다른 유속을 요구하는 다른 대역들을 거쳐 이동한다. 계획된 유속제어기를 설치하여 이들 유속을 고정시키거나 또는 조절할 수도 있다.

활성액체 접근 위치는 흡착실을 분리 대역들로 효율적으로 구분하게 되며, 분리대역들 각각은 다른 기능을 갖게 된다. 이러한 방법을 수행하기 위해서는 일반적으로 3개의 분리 공정대역이 존재할 것이 필요하며, 일부 경우에 따라서는 임의로 네번째 대역도 사용된다.

상기 흡착대역, 즉 대역 1은 원료도입 스트림과 추잔물 유출 스트림 사이에 위치하는 흡착제로서 정의한다. 상기 대역에서는 원료가 흡착제와 접촉하여 추출물 성분이 흡착되고 추잔물 스트림은 회수된다. 대역 1을 거치는 일반적인 흐름은 이 대역내로 유입되는 원료 스트림으로부터 이 대역을 빠져나오는 추잔물 스트림까지이기 때문에, 이 대역에서의 흐름은 원료 도입 스트림으로부터 추잔물 유출 스트림까지 진행되는 하방 스트림인 것으로 간주된다.

대역 1의 유체 흐름으로부터 빠져나온 상방스트림이 곧바로 정제대역, 즉 대역 2로 가게된다. 상기 정제 대역은 추출물 유출 스트림과 원료 유입 스트림간의 흡착제로서 정의된다. 대역 2에서 진행되는 기본 공정은 흡착제가 대역 2로 이동함으로써 대역 2에 운반된 모든 추잔물을 흡착제의 비선택적 공극부피에 흡수시키는 공정 및 흡착제의 기공내에 선별적으로 흡착되었거나 또는 흡착제 입자 표면에 흡착된 추잔물의 탈착 공정이다. 정제공정은 대역 3을 빠져나와 대역 2로 들어가는 추출물 스트림의 일부가 대역 2'의 상방경계에서 추출물 유출 스트림을 통과하면서 추잔물과 변위됨으로써 수행된다. 대역 2에서의 유체흐름으로부터 빠져나온 대역 2의 상방스트림은 탈착대역 또는 대역 3으로 간다. 상기 탈착대역은 탈착제 유입 및 추출물 유출 스트림 사이의 탈착제로서 정의된다. 이 탈착대역의 기능은 상기 대역내로 통과하는 탈착물질로 선행공정 주기에서 대역 1의 원료와 미리 접촉하는 동안 흡착제에 흡착된 추출물 성분을 변위시키는 것이다. 대역 3에서의 유체흐름은 필수적으로 대역 1 및 2의 유체흐름과 동일한 방향이다. 일부 경우에 따라서는 임의의 완충대역 즉, 대역 4가 이용되기도 한다. 이 대역은 추잔물 유출 스트림과 탈착제 유입 스트림간의 흡착제로서 정의되며, 이와 같은 대역 4를 사용하는 경우, 대역 3의 유체흐름으로부터 빠져나온 상방스트림이 위치하게 된다.

대역 4는 탈착단계에서 사용되는 탈착제의 양을 보존하기위해 이용되며, 왜냐하면, 대역 1로부터 제거되는 추잔물 스트림의 일부가 대역 4를 통과하면서 대역 4에 존재하는 탈착물질을 상기 대역으로부터 빼내어 탈착대역으로 보내기 때문이다. 대역 4는, 대역 1로부터 빠져나와 대역 4로 유입되는 추잔물 스트림내에 존재하는 추잔물질이 대역 3으로 유입되어 대역 3으로부터 회수되는 추출물 스트림을 오염시키는 것을 방지할 수 있도록 충분한 흡착제를 함유한다. 대역 4를 사용하지않는 경우 있어서, 대역 1로부터 대역 4로 흐르는 추잔물 스트림을 점검하여 대역 1로부터 대역 3으로 흐르는 추잔물 스트림내에 존재하는 추잔물질의 양이 심각하게 많을 경우 추출물 유출 스트림이 오염되지 않도록 대역 1로부터 대역 3으로의 직접적인 흐름을 정지시킬 수 있다.

흡착제의 고정상을 통과하는 유입 및 유출 스트림의 순환공정은 다중 기관내의 밸브들을 연속방식으로 작동시켜 유입 및 유출 스트림을 이동시킴으로써 고체흡착제에 대하여 유체흐름이 역류 방식으로 진행되도록 하는 다기관계를 이용하여 수행할 수 있다. 유체에 대하여 고체흡착제의 역류흐름을 일으킬 수 있는 또 다른 공정방식은 유입 및 유출 스트림을 밸브 및 원료유입, 추출물 유출, 탈착제 유입, 추잔물 유출 스트림이 흡착제상을 거쳐서 동일한 방향으로 통과하는 라인에 연결시키는 회전 디스크 밸브를 사용하는 것이다. 이와 같은 다기관 배열 및 디스크 밸브는 공지된 기술이다. 구체적으로 설명하면 상술한 선행 기술공정에서 이용되는 회전디스크 밸브는 카-슨(Carson)등에게 허여된 미합중국 특허 제3,040,77호 및 리브만(Lievman)등에게 허여된 미합중국 특허 제3,422,848호에서 찾아볼 수 있다.

상기 두가지 특허 모두에서는 고정된 출발원(source)으로부터 각종 유입 및 유출 스트림이 별다른 어려움 없이 적당하게 진행될 수 있는 회전식 연결밸브를 기술하고 있다.

많은 경우에 있어서, 1가지 공정대역이 일부 다른 공정대역보다 더 많은 양의 흡착제를 함유하게 된다. 예를 들면, 일부 공정들에 있어서, 완충제 대역은 흡착 및 정제대역에서 필요한 흡착제와 비교하여 극소량의 흡착제를 함유할 수 있다. 또한, 흡착제로부터 추출물질을 용이하게 탈착시킬 수 있는 탈착제를 사용하는 경우에 있어서 탈착대역에서는 흡착제가 완충제대역, 흡착대역 또는 정제대역 또는 이들 모든 대역들에서 필요한 흡착제의 양에 비해서 비교적 소량으로 요구된다. 왜냐하면 흡착제가 단일 컬럼내에 위치할 필요가 없으며, 그에 따라 다중실 또는 일련의 컬럼을 사용하는 것도 본 발명 공정의 범위내에 속한다.

유입 또는 유출 스트림 모두가 동시에 이용될 필요가 없으며, 많은 경우에 있어서 스트림들중 일부는 차단되고, 반면에 나머지 것들은 물질의 유입 및 유출에 작용한다. 또한 이와 같은 종래 기술의 방법을 수행하는데 이용될 수 있는 장치는 각종 유입 또는 유출 스트림들이 부착될 수 있고 공정이 연속적으로 수행되도록 교대로 및 주기적으로 이동될 수 있는 유입 또는 유출탭(Tap)이 설치된 연결도관들에 의해 연결된 일련의 개별적인 상들을 함유할 수도 있다. 일부 경우에 따라서는, 정상적인 공정동안 물질이 공정내로 유입되거나 또는 공정으로부터 빠져나올때 거치는 도관과 같은 기능을 갖지 않는 이동탭을 연결도관과 연결시킬 수 있다.

통상적으로 종래의 기술에 있어서는, 최소한 추출물 유출 스트림의 일부가 분리장치내로 유입되어, 그곳에서 탈착물질의 최소한 일부를 분리시켜 농도가 저하된 탈착물질을 함유하는 추출 생산물을 생성시키는 모의이동상(simulated moving bed) 공정이 필수적이다. 바람직하기로, 추잔물 유출 스트림의 최소한 일부가 또한 분리 장치를 통과하며, 그곳에서 탈착 물질의 최소한 일부가 분리되어 공

정에서 재사용될 수 있는 탈착스트림 및 감소된 농도의 탈착물질을 함유하는 추잔물 생성물이 회수 되도록 한다. 상기 분리 장치는 통상적으로 분별 컬럼으로서, 그 설계 및 조작방법은 분리 기술분야에 주지되어 있다.

그밖에, 디.비.브로우튼(D.B. Broughton)에게 허여된 미합중국 특허 제2,985,589호 및 "연속흡수방법-새로운 분리기술"이란 표제로 디.비.브로우튼이 1969년 4월 2일 일본국, 도쿄에서 열린 화학공학 회 제34회 연례회의에서 발표한 논문 등에는 모의 이동상 역류공정의 유동계에 대한 보다 상세한 설명이 기술되어 있다.

상술한 브로우튼등에 의한 발명도 또한 한가지 성분에 대하여 다른 성분들보다 높은 흡착 선택성을 갖는 흡착제의 상(들)에서 원료스트림 성분들의 농도구배를 이용하여 상기 원료 스트림 성분들을 크로마토그래피 분리하는 방법에 어느 정도 기초를 두고 있음에 기인하여, 또 다른 유동계가 제안된 바 있다. 예를 들면, 미야하라(Miyahara)등에게 허여된 일본국 공보 118400/800(공고일 1980. 9. 11)에는 원료스트림, 탈착제 스트림 및 중간 저장물내에 함유된 각종 유출 스트림을, 각각의 스트림을 컬럼내의 농도구배와 관련지어, 적절한 시기에 도입하여 알맞은 서로 연속적으로 컬럼내에 통과 시킴으로써 과당(프룩토오스)으로부터 포도당(글루코오스)을 분리하기 위한 이온교환 수지의 단일(모의하지 않은 이동상)컬럼(정부에는 입구, 저부에는 출구를 가짐)의 이용을 기술하고 있다.

유사하게, 요리토미(Yoritomi)등에게 허여된 미합중국 특허 제4,267,054호의 방법에서는 농도구배가 교란되도록 원료 및 탈착제 스트림을 불연속 및 간헐적으로 도입하여 한개 또는 그 이상의 컬럼(모의된 이동상)내에 농도구배를 형성시키고, 이어서 중간 저장물 보다는 유출물로부터의 각종 재순환 스트림들을 알맞게 도입하여 농도구배를 다시 조정한다. 상술한 기술자들과 유사하되 본 발명과 관련이 없는 유동계를 갖는 공정들의 다른 예들로서는 루드로우(Ludlow)등에게 허여된 미합중국 특허 제3,205,166(활성 이동상) : 브로우튼에게 허여된 미합중국 특허 제3,291,726 : 브로우튼등에게 허여된 3,310,486 : 마운트포트(Mountfort)등에게 허여된 3,416,961 : 픽켈(Fickel)에게 허여된 3,455,815 : 라우어(Lauer)등에게 허여된 3,686,117 : 브로우튼에게 허여된 3,715,409 : 노박(Novak)등에게 허여된 4,155,846 : 오다와라(Odawara)등에게 허여된 4,157,267 : 슈트호프(Sutthoff)등에게 허여된 4,022,637 : 힐리(Healy)등에게 허여된 4,031,155 : 및 안도(Ando)등에게 허여된 4,332,623호에 발표된 것들을 들 수 있다.

전술한 종래 기술들과 비교하여, 본 발명은 특히 브로우튼 등이 발표한 (미합중국 특허 제2,985,589호)정제 또는 완충 대역, 미야하라 등이 발표한 중간 저장물 또는 요리토미등이 발표한 불연속 및 간헐적 도입 특성을 이용함이 없이 모의 이동상 병류계를 이용하여 원료혼합물의 성분들을 크로마토그래피 분리한다.

가장 광범위한 면에서 볼때 본 발명은 다음과 같은 단계들로 구성되는, 원료혼합물내에 함유된 추잔물 성분으로부터 추출물 성분을 분리하는 방법에 관한 것이다.

(a) 유입구 및 유출구를 갖는 각각의 장치내에서의 성분들의 선택적 잔류 또는 가속화로 인하여 각 성분들이 차동적인 이동속도를 갖게 되는 일련의 분리 장치들을 통하여 단일방향 유체흐름계를 유지시킨다.

(b) 원료 혼합물을 유체 유입구들중 어느 하나에 통과시키고, 변위유체를 또다른 유체 유입구에 도입하여 상기 변위유체가 분리 장치들로부터 상기 성분들과 변위될 수 있도록 한다.

(c) 유체 흐름계를 구성하는 계내에 최고 순도 변위유체(대역 I), 변위유체로 희석된 추출물 성분(대역 II), 농축된 추출물 성분(대역 III), 주성분이 추출물 성분인 추출물 성분과 추잔물 성분의 혼합물(대역 IV), 주성분이 추잔물 성분인 추출물 성분과 추잔물 성분의 혼합물(대역 V), 농축된 추잔물 성분(대역 VI) 및 변위 유체로 희석된 추잔물 성분(대역 VII)의 연속적인 대역들로 성분농도 분포를 설정한다. 상기 대역들중 특정한 것들은 서로 결합되어 하나 또는 두쌍의 대역을 형성한다. 즉, 대역 II와 III 또는 III과 IV 및 V와 VI 또는 VI와 VII이 쌍을 이루고 각각의 쌍은 하나의 연속대역으로 간주된다. 각각의 대역은 단지 한쌍의 일부만을 형성할 수 있으며, 다른 대역과 쌍을 이루지 않는 경우에는 대역 II, IV, V 및 VII 각각은 1개의 유입구 및 1개의 유입구 및 1개의 유출구를 갖는다. 대역 I은 변위유체 유입구를 가지며, 대역 III 및 VI 각각, 또는 대역상 II와 III 또는 III과 IV, 그리고 대역쌍 V와 VI 또는 VI과 VII은 생성물 유출 스트림의 유출구를 갖는다. 원료혼합물은 유체 유입구를 거쳐 통과하게 되며, 상기 유체 유입구의 위치는 최소한 추출물 및 추잔물 성분들의 상대비율이 원료 혼합물내에서와 동일한 성분 농도로 분포하는 위치와 가까운 곳이도록 한다.

(d) 전체흐름으로부터 추출물 스트림은 대역 III 또는 대역쌍 II와 III 또는 III과 IV중 어느 한곳의 유출구로부터 회수되며, 추잔물 스트림은 대역 VI 또는 대역쌍 V와 VI 또는 VI과 VII중 어느 한곳의 유출구로부터 회수된다.

(e) 전체 스트림은 각각의 대역 II, IV, V 및 VII의 유출구 각각을 통과하여, 각 대역이 또다른 대역과 결합되어 있지않는 경우, 상응하는 유입구로 흐르게 되며, 각각의 유출구 및 상응하는 유입구는 성분농도 분포가 동일한 대역내에 위치하게 된다.

(f) 주기적으로, 다음과 같은 유입물 및 유출물의 이동이 동시에 일어난다 : 도입되는 원료 혼합물은 이동에 앞서 대역 V와 VI이 결합된 경우 대역 V 또는 VII의 유입물로 이동하고, 결합되지 않은 대역 V의 유입물은 대역 VII 또는 대역 I의 유입물(대역 VI과 VII이 결합된 경우)로, 결합되지 않은 대역 VII의 유입물은 대역 I의 유입물로, 대역 I의 유입물은 대역 II 또는 대역 IV의 유입물(대역 II와 III이 결합된 경우)로, 결합되지 않은 대역 II의 유입물은 대역 IV의 유입물로, 또는 대역 III과 IV가 결합된 경우 원료혼합물 유입물로, 결합되지 않은 대역 IV의 유입물은 원료 혼합물 유입물로, 결합되지 않은 대역 II의 유출물은 대역 III과 IV의 유출물로 이동하며, 대역 III 또는 대역쌍 II와 III의 유출물은 결합되지 않은 대역 IV의 유출물로, 대역 IV 또는 대역쌍 III과 IV의 유출물은 대역 V 또는 대역쌍 V와 VI의 유출물로, 결합되지 않은 대역 V의 유출물은 대역 VI 또는 대역쌍 VI과 VII의 유출물로, 대역 VI 또는 대역쌍 V와 VI의 유출물은 결합되지 않은 대역 VII의 유출물로, 및 대역 VII 또는 대역쌍 VI과 VII의 유출물은 대역 II 또는 대역쌍 II와 III의 유출물로 이동하

며, 이와같은 이동은 진행에 앞서 임의의 대역 또는 대역쌍으로 유입되거나 또는 그로부터 유출되는 유입 또는 유출스트림의 조성이 당해 대역 또는 대역 쌍에서 요구되는 조성과 일치하지 않게되는 성분 농도 분포가 설정될때 상술한 각 장치들을 거쳐서 일어나게 된다.

이하에서는 본 발명에 따른 유동계의 특이한 배열뿐만 아니라 유속, 조건 및 공정과 관련된 본 발명의 다른 구체예들을 설명하고자 한다.

먼저, 본 발명은 사용하는 분리장치와 관계없이 유효하다는 것을 밝혀두고자 한다. 일반적인 제한 요건들만을 살펴보면 유동스트림이 유체이고, 사실상 분리하는 해당 분리장치에 의해 수행된다는 것이다. 따라서, 분리 장치는, 예를 들면 부분기화, 선택적 투석, 전기 영동, 선택적 확산, 또는 분자체 또는 다른 선택적 흡착제상의 통과로부터 선택된 성분의 가속화 또는 잔류가 일어나도록 하는 장치들로 이루어진다. 편의상, 이하에서는 상기 마지막에 언급한 분리장치를 사용하는 것으로 기술할 것이나, 본 발명이 상기장치를 사용하는 것으로만 제한되지 아니하며, 또한 흡착분리 장치의 각종 성분들이 다른 장치들에서도 동일한 기능을 갖는다는 것을 밝혀두는 바이다. 원료 혼합물과 흡착제와의 접촉은 흡착조건에서 일어나고, 탈착제와의 접촉은 탈착조건에서 일어나며, 이러한 모든 조건으로서는 액상을 형성하는 온도 및 압력이 바람직하다.

먼저 본 명세서에서 사용하는 각종 용어들의 정의를 설명하고자 한다. "원료 혼합물"은 본 발명 방법으로 분리하고자 하는, 1종 이상의 추출물 성분과 추잔물 성분을 함유하는 혼합물이다. 용어"원료 스트림"은 본 발명방법에서 사용하는 흡착제를 통과하는 원료 혼합물의 스트림을 나타낸다. "추출물성분"은 흡착되어 계를 보다 느리게 이동하는 성분이고, "추잔물성분"은 선택적으로 흡착되지 아니하므로 계를 보다 빠르게 이동하는 성분이다. 용어"탈착물질"은 일반적으로 추출물 성분과 추잔물성분 둘 다를 각기 다른 속도로 탈착 및 변위시킬 수 있는 변위유체를 의미한다. 용어"탈착 스트림" 또는 "탈착제 도입 스트림"은 탈착물질이 계를 통과할때 거치는 스트림을 말한다.

"추잔물 스트림" 또는 "추잔물 유출 스트림"은 추잔물 성분이 계로부터 제거될때 거치는 스트림을 말한다. "추출물 스트림" 또는 "추출물 유출 스트림"은 탈착물질에 의해 탈착된 추출물질이 계로부터 제거될때 통과하는 스트림을 의미한다. 실제적으로, 추출물 및 추잔물 유출스트림은 탈착물질에 의해 어느정도까지는 희석되거나, 브로우톤 등에게 하여된 상술한 미합중국 특허 제2,985,589호의 방법에서 일어나는 희석에 비해서는 현저히 낮다. 따라서, 최종 분리공정에서는 통상적으로 각각 분리된 생성물 스트림으로부터 탈착물질을 회수 및 제거하기 위한 단계들이 요구된다.

흡착제의 "선택적 기공부피"는 원료 혼합물로부터 추출물 성분을 선택적으로 흡착시키는 흡착제의 부피를 의미한다. 용어, 흡착제의 "비선택적 기공부피"는 원료 혼합물로부터 추출물 성분을 선택적으로 잔류시키지 못하는 흡착제의 부피이다. 상기 부피는 흡착부분을 함유하지 않는 흡착제의 공동 및 흡착제 입자들간의 공극 공간을 포함한다.

선택적 기공부피 및 비선택적 기공부피는 일반적으로 용적량을 말하는 것으로서, 주어진 양의 흡착제를 사용하여 효율적으로 공정을 수행하는데 있어서 대역내로 통과하는데 필요한 유체의 알맞은 유속을 결정하는데 있어서 중요하다. 흡착제의 대역(이하에 정의 및 기술함) 통과시, 흡착제의 비선택적 기공부피가 선택적 기공부피와 함께 유체를 상기 대역내로 운반한다. 흡착제의 선택적 기공부피는 특정한 경우에 있어서는 흡착제 주변의 유체로부터 추잔물질의 일부를 흡수할 수도 있으며, 이는 특정한 경우에 있어서 선택적 기공 부피내의 흡수 부위에 대하여 추출물질과 추잔 물질간에 경쟁이 일어나기 때문이다. 추출물질과 비교하여 보다 다량의 추잔물질이 흡착제 주변에 존재할 경우, 추잔물질은 흡착제에 의해 흡착될 수 있을 정도로 충분한 경쟁력을 갖는다.

각종 선행기술의 흡착분리 공정에서 사용되는 탈착물질은 이용하는 공정유형과 같은 변수에 따라 변화한다. 스윙(진동)상 계에서 선택적으로 흡착된 원료성분이 세정 스트림에 의해 흡착제로부터 제거되고, 이때 탈착제 선택은 결정적인 것이 아니며, 흡착된 원료성분이 휘발성인 경우 메탄, 에탄등과 같은 기체 탄화수소, 또는 질소 또는 수소 등과 같은 다른 종류의 기체로 이루어진 탈착물질을 상온 또는 감압하에, 또는 이들 두 가지 조건하에서 사용하여 흡착제로 부터 흡착원료 성분을 효과적으로 세정한다. 그러나, 일반적으로 실질적으로 일정압력 및 온도에서 지속적으로 공정이 수행되어 액상을 형성시키는 흡착분리 방법에 있어서 탈착물질은 많은 기준들을 만족시키도록 엄격하게 선택해야 한다. 첫째, 탈착물질은 계속되는 흡착 순환과정에서 추출물 성분으로부터 탈착물질을 과도하게 제거할 필요가 없도록 자체가 강하게 흡착됨이 없이 적합한 질량유속으로 흡착제로부터 추출물 성분을 변위시켜야 한다. 선택성(이하에서 보다 상세히 설명함)과 관련지어서는, 흡착제는 추잔물 성분과 비교하여 탈착물질에 대해 갖는 선택성보다 추잔물 성분과 비교하여 모든 추출물 성분에 대하여 보다 큰 선택성을 갖는 것이 바람직하다. 둘째로, 탈착물질은 특정한 한 흡착제 및 특정한 원료 혼합물과 상용성을 가져야 한다. 보다 상세히 설명하자면, 이들은 흡착제의 추잔물 성분이 아닌 추출물 성분에 대한 임계 선택성을 감소시키거나 파괴시켜서는 안된다.

부가적으로, 탈착물질은 추출물성분 또는 추잔물 성분과 화학적으로 반응하거나 또는 화학반응을 유발하는 것이 아니어야 한다. 통상적으로, 추출물 스트림 및 추잔물 스트림 둘다가 탈착물질과의 혼합물 상태로 흡착제로부터 제거되며, 탈착물질과 추출물 성분 또는 추잔물 성분의 임의의 화학반응에 의해서 추출생성물 또는 추잔 생성물 또는 이들 모두의 순도를 감소시킨다. 통상적으로 추잔물 스트림 및 추출물 스트림 모두가 탈착물질을 함유하고 있으므로, 탈착물질은 또한 공정을 거치는 원료혼합물로부터 쉽게 분리될 수 있는 물질이어야 한다. 추출물 스트림 및 추잔물 스트림내에 존재하는 탈착물의 최소한 일부라도 분리할 수 있는 공정이 없는 상태에서는, 추출 생성물내의 추출물 성분의 농도 및 추잔 생성물내의 추잔물 성분의 농도가 목적하는 바대로 높지않게 되며, 나아가 탈착물질을 공정에서 재사용할 수 없게 된다. 최소한 탈착물질의 일부를 증류 또는 증발에 의해 추출물 및 추잔물 스트림으로부터 분리하거나, 또는 삼투압과 같은 다른 분리법을 단독으로 또는 증류 또는 증발과 병행시켜 이용할 수도 있다. 아울러, 추잔 및 추출 생성물들이 인체 소비용 식품료인 경우에 있어서의 탈착 물질은 독성이 없는 것이어야 한다. 마지막으로, 탈착물질은 또한 구입이 용이한, 즉 경제성을 지닌 물질이어야 한다.

종래의 기술에 있어서는, 절대적으로 필요치는 않으나, 특정한 흡착제의 특성이 선택적 흡착 공정을 성공적으로 수행하는데 있어서 고도로 바람직하다고 인식되어 왔다. 이와같은 특성들은 본 발명의 공정에 있어서도 똑같이 중요하다. 상기 특성들로서는 : 흡착제 단위 부피당 추출물 성분을 어느 부피만큼 흡착시키는가하는 흡착용량 ; 추출물 성분 및 탈착물질과 비교하여 추출물 성분에 대한 선택적인 흡착능력 ; 및 흡착제에 대한/로부터의 추출물 성분의 충분히 신속한 흡착 및 탈착속도 등을 들 수 있다. 물론, 추출물 성분의 특정한 부피를 흡착할 수 있는 흡착제의 용량은 필수요건이며, 이와같은 기능을 갖지 못하면 흡착분리용으로서 유용치 못하다. 나아가, 추출물 성분에 대한 흡착제의 흡착능력이 강화될수록 흡착제는 보다 유용해진다. 특정한 흡착제의 기능이 강화될수록, 특정한 충전비율로 원료혼합물 내에 함유되어있는 공지 농도의 추출물 성분을 분리하는데 필요한 흡착제의 양을 감소시키는 것이 가능하다. 특정한 흡착 분리에 필요한 흡착제 사용량의 감소는 분리 공정의 비용을 절감시켜 준다. 실제적인 분리공정에서 실제 사용하는 동안 흡착제의 우수한 초기기능이 경제적으로 바람직한 어느정도의 수명까지 유지되는 것도 중요하다. 두번째로 필요한 흡착제의 특성은 원료의 성분들을 분리하는 흡제의 기능, 즉, 다시 말하면 흡착제가 또 다른 성분과 비교해서 한 성분에 대한 흡착선택성(B)을 갖는 것이다. 이와같은 상대선택성은 또 다른 성분과 비교해서 1가지 원료 성분, 뿐만 아니라 임의의 원료 혼합물 성분과 탈착물질사이에도 나타날 수 있다. 본 명세서 전면에서 걸쳐 사용하는 선택성(B)은 평행조건에서 흡착되지 않은 상의 동일한 두성분의 비율에 대한 흡착된 상의 두 성분의 비율로서 정의된다. 상대 선택성은 이하의 방정식 1로 나타내어 진다.

[방정식 1]

$$\text{선택성} = (B) = \frac{(\text{부피}\%^C / \text{부피}\%^D)^A}{(\text{부피}\%^C / \text{부피}\%^B)^U}$$

식중, ^C 및 ^D 는 부피%로 나타낸 원료의 두 성분이고, 첨자 ^A 및 ^U 는 각각 흡착 및 비흡착상을 나타낸다. 상기 평형조건은 흡착제상을 통과하는 원료가 흡착제상과 접촉한후 조성을 변화시키지 않을 때 결정된다.

다시 말하면, 비흡착상과 흡착상간에 일어나는 순물질 이동이 없다. 두 성분의 선택도가 1.0에 도달하는 곳에서는 다른 성분과 비교하여 한 성분에 대한 흡착제의 우선적인 흡착이 일어나지 않으며 ; 이들은 둘다 서로에 대하여 거의 동일한 정도로 흡착 또는 비흡착시킨다.

(B)가 1.0보다 작거나 또는 커짐에 따라 한가지 성분에 대하여 다른 성분들 보다 우선적인 흡착이 일어난다. 성분 D에 대한 C의 흡착선택도를 비교해 볼때, (B)가 1.0보다 클 경우 흡착제 내에서 성분 C의 우선적인 흡착이 일어난다는 것을 지칭한다.

(B)가 1.0보다 작은 것은 성분 C는 보다 풍부한 비흡착상을 갖고 및 성분 D는 보다 풍부한 흡착상을 남기도록 성분 D가 우선적으로 흡착됨을 나타낸다.

이상적으로, 탈착물질은 모든 추출물 성분들에 대하여 약 1 또는 1보다 약간작은 선택도를 가져서 모든 추출물 성분들이 적당한 유속으로 갖는 탈착물질과 함께 탈착되고 또한 뒤이은 흡착단계에서 탈착물질로부터 추출물 성분들이 치환될 수 있어야 한다.

추진물 성분으로부터 추출물 성분을 분리하는 것은 이론적으로 흡착제의 추진물 성분에 대한 추출물 성분의 선택성이 1.0보다 커야 가능한 반면에, 2.0보다 큰 것이 바람직하다. 상대휘발성과 마찬가지로 선택성이 높을수록 분리공정을 용이하게 행할 수 있다. 선택성이 보다 높을수록 흡착제의 사용량을 감소시킬 수 있다. 세번째로 중요한 특성은 원료 혼합물질과 추출물 성분의 교환율, 즉 다시 말하면 추출물의 상대 탈착속도이다. 이와같은 특성은 흡착제로부터 추출물성분을 회수하는 공정에서 사용하여야 하는 탈착물질의 양과 직접 관련된 것으로서, 즉, 교환 속도가 빠를수록 추출물 성분을 제거하는데 필요한 탈착물질의 양이 감소되며, 그에따라 공정 수행비용을 절감할 수 있다. 교환 속도가 빨라질수록, 보다 적은 양의 탈착물질이 공정에 펌프식으로 도입되어 공정에 재사용되기 위해 추출물 스트림으로부터 분리된다.

상술한 배경기술에 대한 정보를 염두에 두고, 이하에서는 본 발명에 관하여 보다 구체적으로 기술하고자 한다. 제1도를 참고하면, 2개의 중첩곡선들이 도시되어 있으며, 도면내에 나타나있는 바와같이 1개의 곡선은 계(이하에서 정의함) 전체에 걸쳐 상대적으로 잔류된 성분의 농도구배곡선이고, 다른 1개의 곡선은 상대적으로 잔류되지 않았거나 또는 가속화된 성분에 대한 상응하는 농도구배곡선이다. 잔류 또는 가속화는 해당 분리장치에 좌우되어 각종 성분들의 선택적 흡수, 휘발성, 확산 또는 외부 응용분야에 대한 반응으로부터 야기된다. 상기 도면의 세로좌표는 곡선상의 해당되는 점에서의 성분의 농도크기를 나타내고 있는 반면에 가로좌표는 순간에서 상기 점의 계내위치를 나타내고 있다. 제1도는 성분들의 혼합물로 이루어진 원료슬러그(slug)를 흡착제 상내에 도입하고, 이어서 흡착제로부터 성분 1을 탈착시킬 수 있는 변위액(탈착제)을 계속적으로 흘려보낸후, 주어진 시간에 패킹층을 통과하여 보다 선택적으로 흡착된 성분(성분 1)과 보다 덜 선택적으로 흡착된 성분(성분 2)의 농도구배가 고체상 흡착계내에서 어떻게 나타나는지를 보여준다. 성분 1과 2는 성분 1의 선택적 흡착으로부터 생성된 성분 1의 선택적 잔류에 기인하여 최소한 부분적으로나마 분리된다.

제1도에 나타난 바와같이, 본 발명의 목적을 위해 상기 도면은 7개의 구체적인 대역들로 구분되어진다. 제1대역(대역 I)은 계내에서 탈착제가 도입되는 곳인 순수한(또는 최고 속도) 변위유체(탈착제)의 대역이다. 제2대역(대역 II)은 탈착제로 희석된 추출물 성분(성분 1)의 대역이다. 제3대역(대역 III)은 농축된 추출물 성분의 대역이다. 제4대역(대역 IV)은 순수하지 않은 추출물 또는 주성분인 추출물 성분과 추진물 성분(성분 2)의 혼합물의 대역이다. 제5대역(대역 V)은 순수하지 않은 추진물 또는 주성분이 추진물 성분인 추출물과 추진물 성분의 혼합물 대역이다. 제6대역(대역 VI)은 농축된 추진물 성분의 대역이다. 제7대역(대역 VII)은 탈착제로 희석된 추진물 성분의 대역이다.

본 발명의 특징은 제1도의 대역들을 역학계로서 일련의 분리장치들로 구분한 제1도의 도면을 기초로

하는 독특한 공정에 있다. 본 발명을 완성하는데 있어서, 본 발명자는 제1도의 대역들로의 유입물들과 동일한 순서로 배열된 장치들의 유입 스트림을 갖는 일련의 분리 장치들의 유입 스트림들과 유사하게 되도록 각각의 대역으로의 유입스트림 및 도입되는 원료스트림 상상했다. 따라서, 임의적으로 제 1분리장치(좌로부터 우측으로 연속적으로 번호를 매긴 분리장치)로의 유입 스트림으로서의 원료 스트림으로부터 시작하여 제1도의 우측으로부터 좌측으로 살펴보면, 다음 또는 제2분리 장치로의 유입스트림이 대역 IV의 유입 스트림이고, 제3분리 장치로의 유입스트림은 대역 II의 유입 스트림(대역 III은 농축된 추출물, 즉, 생성물 스트림의 대역으로써 그 자체와 관련된 유입 스트림은 없다.)이고, 제4분리 장치로의 유입 스트림은 대역 I의 유입 스트림이고, 제5분리 장치로의 유입스트림은 대역 VII의 유입스트림(도면의 반대편 끝에서 계속되어 다시 우측으로 부터 좌측으로 계속되는)이고 및 제6분리 장치로의 유입 스트림은 대역 V의 유입 스트림(대역 VI은 농축된 추출물, 즉, 생성물 스트림의 대역으로서, 그 자체와 관련된 유출 스트림은 갖지 않는다)이다.

마찬가지로, 상기 장치들의 유출 스트림들은 제1도의 대역들로의 유출물과 동일한 순서로 배열된다. 따라서, 임의적으로 제1분리 장치로의 유출 스트림으로서의 역 IV의 유출 스트림으로부터 시작하여 제1도의 우측으로부터 좌측으로 살펴보면, 제2분리 장치로의 유출 스트림이 대역 III의 유출 스트림(추출액 생성물)이고, 제3분리 장치로의 유출스트림이 대역 II의 유출 스트림이고, 제4분리 장치로의 유출 스트림 대역 VII의 유출 스트림(대역 I은 탈착제 유입물, 즉, 유입 스트림으로서 그 자체와 관련된 유출 스트림은 없다)이고, 제5분리 장치로의 유출 스트림은 대역 VI의 유출 스트림이고, 및 제6분리 장치로의 유출 스트림은 대역 V의 유출 스트림이다.

제 2도는 상술한 6개의 분리 장치(각각의 분리장치는 전술한 바에 따라 좌로 부터 우측으로 연속적으로 번호를 매겼다) 및 전술한 바와같이 관련된 유입 및 유출 스트림을 도식적으로 나타낸 것이다. 도면내에 나타난 바와같이 유입 스트림의 서열은 제1도의 도면에 따라 각각 고정된 것으로서 변경되지 않는다. 변경 가능한 것은 분리 장치들의 유입물 및 유출물간의 상응관계이며, 전술한 바와같이 유입 및 유출 스트림을 연속적으로 통과하는 출발위치는 임의적으로서, 예를 들면 상술한 내용 중에서 대역 III(농축 추출물)의 유출물을 제1분리 장치의 유출물로 규정하는 경우, 제2도에 나타난 바와 같이 각각의 유출물은 하나씩 좌측으로 이동하여, 결국 대역 IV의 유출물이 제6분리 장치의 유출물이 된다. 따라서, 본 발명에 따른 6개의 탱(vessel)을 사용하는 6가지 공정의 구체예가 있으며 그 중 하나가 제2도에 나타난 것이다.

본 발명의 또다른 기본적인 특징은 동일 대역내에 위치하는 유입구 및 유출구들이 제2도에 나타난 바와같이 결합되어 있다는 것, 예를 들면 제1분리 장치의 유출구는, 입구 및 출구 모두가 대역 IV내에 존재하기 때문에 제2분리 장치의 유입구와 결합되어 있다. 제2도에 나타난 본 발명 공정의 구체예에 있어서 대역 II와 V는 제3및 제6분리 장치로서 각각 온전한 독립체로 존재하는 것을 볼 수 있다. 따라서, 이들 2가지 분리장치의 각각의 유입구 및 유출구들은 연결되어 있으며, 이들 2가지 분리 장치에서 일어나는 유출구로부터 유입구로의 흐름을 "펌프어라운드(pumparound)"로 칭하기로 한다. 이하에 기술하는 이유들로 인하여 6개의 분리장치를 갖는 본 발명 공정의 2가지 구체예들 중에서 펌프어라운드가 일어나는 것이 바람직한 구체예이다.

제2도에 나타난 바와같이 분리장치들의 통과하는 유체들이 흐름은 연속적이며, 단일 방향성을 갖는다. 이와같은 흐름과정에 있어서, 실제 계내에서 일어나는 제1도의 농도구배는 결코정적이 아니고, 파(wave)(우측으로 이동하는)로써 계를 진행하는 경향이 있으므로 따라서 대역들도 마찬가지로 방법으로 진행된다. 따라서 각종 유입 및 유출 스트림들은 임의의 보충 장치를 사용하지 않을 경우 알맞은 대역들과 곧바로 결합되지 못한다. 사용하는 상기 보충장치는 브로우튼 등에게 허여된 전술한 미합중국 특허 제2,985,589호에 기술되어있는 모의 이동상과 유사한 것으로서 즉, 유입물 및 유출물들이 곡선들의 진행과 보조를 맞추어 주기적으로 동시에 이동된다. 그러나, 브로우튼등에 의한 모의이동상 역류계와는 달리, 본 발명에서의 이동은 상과 유체 흐름과의 병류운동에 의해 일어난다. 상기 이동은 다음과 같이 수행된다 ; 즉, 도입되는 원료 혼합물은 이동전의 대역 V의 유입물로, 대역 V의 유입물은 대역 VII의 유입물로, 대역 VII의 유입물은 대역 I의 유입물로, 대역 I의 유입물은 대역 II의 유입물로, 대역 II의 유입물은 대역 IV의 유입물로, 대역 IV의 유입물은 원료 혼합물 유입물로 이동되고, 대역 II의 유출물은 대역 III의 유출물로, 대역 III의 유출물은 대역 IV의 유출물로, 대역 IV의 유출물은 대역 V의 유출물로, 대역 V의 유출물은 대역 VI의 유출물로, 대역 VI의 유출물은 대역 VII의 유출물로, 대역 VII의 유출물은 대역 II의 유출물로 이동된다. 전술한 이동은 진행되기에 앞서 매회, 임의의 대역으로의 또는 그로부터의 유입 또는 유출 스트림의 조성이 당해대역의 목적하는 조성과 일치하지 않게 되도록 장치내에 성분농도 분포가 설정됨으로써 일어난다.

브로우튼 등에게 허여된 상기 특허의 공정과 본 발명의 공정간에는 강조되어야 할 근본적인 차이점이 있다. 브로우튼 등에게 허여된 상기 특허의 공정에 있어서는, 각종 대역들이 위치하는 연속 흡착제상을 통과하는 유체의 일정한 재순환이 일어나고 있으며 유입 및 유출 스트림들은 그들의 도입 또는 제거 위치에서 상을 통과하는 흐름의 일부밖에는 차지하지 않는다. 상의 모의이동 결과로서, 상내에 조성계면을 형성시킴으로써 상에의해 탈착대역으로 추출물이 운반되는 것 및 흡착대역으로 추출물이 운반되는 것을 방지할 필요가 있다. 따라서, 정제대역의 목적은 상술한 계면을 형성시키고, 아울러 탈착대역의 일부를 차지하는 상기 부분에앞서 위치하는 탈착대역으로부터의 유체를 함유하는 일부상으로부터 추출물 성분을 제거하는 것이고, 완충대역의 목적은 또 다른 계면을 형성시키고, 아울러 흡착대역의 일부를 차지하는 상기 부분에앞서 위치하는 흡착대역으로부터의 유체를 함유하는 일부상으로부터 추출물 성분을 제거하는 것이다. 따라서 종래의 기술에서는 이미 분리된 추출물 및 추출물 성분이 일정하게 재혼합 됨으로써 공정 자체의 피할 수 없는 비효율이 초래된다.

본 발명 공정에 있어서는 종래 기술 공정의 연속 흡착제상과 비교하여, 불연속 분리 장치들을 사용함으로써 개별적인 상의 유체조성이 농도구배의 진행과 보조를 맞출 수 있도록 하여, 또한 주어진 상이 이미 적합한 조성을 갖고 있으므로 특정한 대역으로 이동하기에 앞서 상기 상을 제거, 정제 또는 완충시킬 필요가 없다. 전술한 6개의 탱을 사용하는 공정의 구체예에서 농축된 추출물 및 추출물 대역내를 흐르는 전체 유체가 이들 대역들내의 분리장치들로부터 유출 스트림으로서 계로부터 제거되므로 순수하지 않은 유체 조성물과 농축 추출물 또는 추출물이 혼합되지 않는다. 순수하지 않

은 스트림과 묶은 스트림은 보다 정제 및 농축시키기 위해 계내에서 잔류시킨다. 이하에서 기술하는 바와같이, 본 발명의 계는 다소 변형이 가해져서 6개미만의 탭을 가질 수도 있다.

브로우튼 등에 의한 기술의 공정에서 요구되는 정제 및 완충 공정을 수행하기 위해서는 다량의 탈착 물질을 대역들을 통과하는 재순환용으로 계내에 주입하여야 한다. 상기 탈착 물질은 궁극적으로 생성물 스트림의 실질적인 희석제로서 제거되어야하며, 이어서 통상적인 증류법 등에 의해 생성물 스트림으로부터 다시 제거됨으로써 농축생성물이 수득된다. 본 발명의 생성물 스트림도 또한 탈착물질로 희석되기는 하나, 훨씬 적은 정도로 희석됨으로써 종래 기술의 공정과 비교하여 상기 생성물 스트림으로부터 탈착 물질을 회수하는데 요구되는 에너지보다 상당량 절약할 수 있도록 한다.

종래 기술들의 공정, 특히 브로우튼등에 의한 공정과 비교해볼때 본 발명은 또 다른 고유한 이점들을 지니고 있다. 본 발명의 공정에서 요구되는 분리 장치들을 통과하는 유체 특히 액체 순환속도의 저하는 흡착제 계내의 패킹 밀도를 보다 크게 해주며, 속도가 낮아질수록 압력 강하가 비례적으로 감소됨에 기인하여, 이어서 공극 부피 최소화 뿐만 아니라 흡착제상을 통과하는 채널링(channeling)이 최소화되고, 또한 상기 공극 부피 최소화는 분리를 보다 신속하게 진행시킨다. 본 발명의 분리 장치들에서 중간유입 및 유출 스트림의 결손은 이들 스트림들을 수용하는데 필요한 내부 구조에 대한 필요성을 배제시켜 준다.

본 발명을 이용한 최적 분리는 단계 또는 이동시기 및 원료 장치의 회수 및 상호- 내부 장치의 순환 속도와 더불어 분리 장치들을 통과하는 차등된 성분 이동 속도등에 복합적으로 좌우된다. 따라서, 유체 유입구로의 및 유체출구로부터의 유체 스트림의 유속들을 조절함으로써 각각의 이동간의 각각의 흐름주기의 초기와 말기에 각각의 유입 및 유출 스트림의 목적하는 전이 조성을 얻을 수 있다. 상기 전이 조성을 능가하는 또 다른 조절책은 전술한 펌프어라운드를 갖는 본 발명 공정의 예로부터 제공되며, 이때 상기 펌프어라운드는 나머지 계와는 무관하게 펌프어라운드 속도를 변화시킴으로써 펌프어라운드를 갖는 각각의 분리장치내에서 조성분포를 조절할 수 있도록 한다. 생각컨대, 이들 공정에서의 주어진 펌프어라운드 속도는, 잔존대역들 내에서 이상적인 농도구배 보다는 못미치는 결과로 수용될 수 있다면, 제로가 될 것이며, 그리할 경우 펌프어라운드 기능을 갖는 장치를 사용할 필요가 없게 된다. 이처럼 한개의 분리 장치가 필요없게 될 경우 자본 및 공정 시행비용을 절감할 수 있다.

또한, 한 분리 장치가 다른 분리 장치와 상호 연결되어 있다 할지라도, 상기 장치를 구성하는 컬럼 정부에 압축성 기상을 가짐으로써 상기 컬럼의 액체를 축적시키거나 또는 감소시켜 속도를 조절할 수 있도록 하므로 한 분리 장치내에서의 액체 유속에 대한 독립성을 가질 수 있으며, 목적하는 바대로의 조절은 해당 시간에 컬럼의 일부분을 차지하는 성분 농도분포가 설정된 특정한 일부분에 좌우된다. 전술한 바와같이, 제2도에 나타난 6개의 탭을 갖는 본 발명의 공정의 구체에 외에도, 장치들의 유입물 및 유출물간에 특이한 이동이 일어나는 것으로 정의되는 6단계에 대한 또 다른 5가지 구체예들이 있다. 2개의 펌프어라운드를 갖는 다른 공정의 구체예는 다음과 같다.

(a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역 V의 유출물을 구성한다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 II로의 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성한다. (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각, 대역 I로의 유입물 및 대역 II의 유출물을 구성한다. (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 V로 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성하며, 한편, 유체흐름을 갖는 최소한 1개의 부가적인 분리장치가 존재하는데, 이는(e)유입 및 유출 스트림이 각각, 대역 IV로의 유입물 및 유출물을 구성하는 장치, 또는 (f)유입 및 유출 스트림이 각각 대역 VII로의 유입물 및 유출물을 구성하는 장치이다.

상술한 (e) 또는 (f)장치내의 유체유속은 0이 될 수도 있다.

세번째 구체예는 다음과 같다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 원료 혼합물 및 대역 II의 유출물을 구성한다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림들은 각각 대역 IV로의 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성한다. (c)제 3분리 장치의 유입 및 유출 스트림들은 각각 대역 II로의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성한다. (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 V의 유출물을 구성한다. (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 VII로의 유입물 및 대역 IV의 유출물을 구성한다. (f)제6분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 V로의 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성한다.

네번째 구체예는 다음과 같다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 원료혼합물 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성한다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 IV로의 유입물 및 대역 II의 유출물을 구성한다. (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 II로의 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성한다. (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성한다. (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 VII로의 유입물 및 대역 V의 유출물을 구성한다. (f)제6분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 V로의 유입물 및 대역 IV의 유출물을 구성한다.

다섯번째 구체예는 다음과 같다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 원료혼합물의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성한다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 IV로의 유입물 및 대역 V의 유출물을 구성한다. (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 II로의 유입물 및 대역 IV의 유출물을 구성한다. (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성한다. (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 VII로의 유입물 및 대역 II의 유출물을 구성한다. (f)제6분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 V로의 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성한다.

여섯번째 구체예는 다음과 같다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 원료 혼합물 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성한다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 IV로의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성한다. (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 II로의 유입물 및 대역 V의 유출물을 구성한다. (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이

각각 대역 I로의 유입물 및 대역 IV의 유출물을 구성한다. (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 VII로의 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성한다. (f)제6분리 장치의 유입 및 유출 스트림들이 각각 대역 V로의 유입물 및 대역 II의 유출물을 구성한다.

나아가, 제1도로부터 생성물의 순도, 회수율 또는 농도의 조절이 가능한 경우, 대역들을 결합하거나 짝지어서 계내에서 필요한 분리장치들의 수, 복잡성 및 설비비용을 감소시킬 수 있다는 것을 알 수 있다. 특정한 대역들은 사실상 결합되어, 특히 대역(II)와 (III) 또는 (III)과 (IV), 및 (V)와 (VI) 또는 (VI)와 (VII)과 같이 1개 또는 2개의 쌍을 이루고, 이들 각각의 쌍이 한개의 연속적인 대역으로 간주될 수 있다. 각각의 대역이 단지 한쌍의 일부만을 구성할 수도 있다. 각각의 대역쌍 (II)와 (III) 또는 (III)과 (IV), 및 대역쌍 (V)와 (VI) 또는 (VI)와 (VII)은 생성물 즉, 대역쌍 (II)와 (III) 또는 (III)과 (IV)를 경유하는 추출물 생성물, 및 대역쌍 (V)와 (VI) 또는 (VI)와 (VII)을 경유하는 추출물 생성물의 유출스트림과 결합되어 있다.

분리장치의 유입물 및 유출물의 이동은 온-스트림 분석기(on-stream analyzer)를 이용하여 수행하는 것이 가장 유리하며, 상기 분석기는 유출되는 생성물 스트림의 조성을 계속 점검하고, 내정된 최적값에 도달하도록 조성물을 이동시키는 기능을 발휘한다. 점검하는 조성은 대역(III), 대역쌍(II)와 (III), 또는 대역쌍(III)과 (IV)의 유출 스트림내의 추출물 성분의 농도를 의미하며, 내정된 최적값이란 목적하는 추출물 성분의 농도를 의미한다.

프룩토오스와 글루코오스의 수용액으로부터 프룩토오스에 대하여 선택적인 흡착제를 사용하여 프룩토오스를 흡착분리하고, 이어서, 탈착제로 탈착시켜 프룩토오스를 회수하는 경우에 있어서, 분리장치들은 최소한 부분적으로나마 흡착제로 채워진 컬럼들로 구성되며, 각각의 분리장치는 최소한 1개의 컬럼을 갖게 된다. 흡착조건에서 원료혼합물을 흡착제와 접촉시키고 이어서 탈착조건에서 탈착제를 흡착제와 접촉시켜 추출생성물 스트림을 습득한다. 흡착 및 탈착 조건은 20°C-200°C의 온도 조건과 액체 상태를 유지시키기에 충분한 압력이다. 이와같은 분리에 효과적인 것으로 공지된 흡착제로서는 미합중국 특허 제4,014,711호에 기술된 각종 양이온 교환 X 및 Y형 제올라이트를 들 수 있다. 가장 널리 사용되는 탈착제는 물이다.

추출 생성물 스트림내의 프룩토오스의 농도를 점검하고, 진행되는 각각의 단계에서 추출 생성물 스트림내의 슈가의 평균 농도 수준으로 조절되는 프룩토오스의 농도가 원료내의 프룩토오스의 농도와 같게 될때 이동이 일어난다. 이와같이 조절은 굴절계와 미세 처리장치가 수반되어야 하며, 이들 장치는 추출물 스트림내의 슈가의 농도를 계속적으로 측정하고, 적합한 수치로 조정하며, 적절한 시기에 밸브 개폐 메카니즘을 활성화시킨다. 프룩토오스/글루코오스 분리에 있어서의 본 발명의 바람직한 6개 탐공정의 구체예는 제2도에 나타낸 것이다.

이하의 실시예 I과 II는 제2도에 나타낸 본 발명의 구체예를 기초로 한 것으로서 프룩토오스와 파라크실렌에 대하여 각각 선택성을 갖는 제올라이트 흡착제를 패킹한 컬럼으로 구성된 분리장치를 사용하여 프룩토오스와 글루코오스의 수용액으로부터 프룩토오스를 분리하고, 및 파라크실렌과 에틸벤젠의 용액으로부터 파라크실렌을 분리하고, 컴퓨터 시뮬레이션에 관한 것이다.

[실시예 I]

본 실시예는 프룩토오스와 글루코오스의 수용액으로부터 프룩토오스를 분리하기 위한 것으로서 다음과 같은 변수들을 적용시켜 수행한다. 원료조성물 : 21중량%의 프룩토오스 29중량%의 글루코오스 50중량%의 물 탈착제 : 100% 물.

유속 : 원료/추출물 1.25 cc/분, 탈착제/추출물 1.31 cc/분, 재순환 I 1.07 cc/분, 재순환 II 1.13 cc/분, 흡착제 용량 : 600cc, 순환시간 : 60분.

순환시간은 주어진 컬럼 또는 분리장치가 모든 대역들을 완전히 1회 순환하는데 소용되는 시간이다. 1회의 순환은 각각의 단계당 10분이 소요되는 6단계를 거쳤을때 완결되며, 유입 및 유출 스트림의 이동은 각 단계의 끝에서 1회 일어난다. 상술한 흡착제의 용량은 모든 6개의 분리장치들에서의 총량이다.(각 단위당 100cc). 재순환 I과 재순환 II는 제2도에 나타낸 바와같이 분리장치 3과 6 각각의 펌퍼라운드 유속이다. 글루코오스에 대한 프룩토오스의 선택성 및 글루코오스에 대한 물의 선택성은 각각 5.8 및 5.4로 가정한다. 컬럼을 통과하는 액체의 플러그 흐름은 없다고 가정한다. 즉, 어느정도의 축상혼합(avalanche mixing)이 있다고 가정한다.

한 단계가 진행되는 동안 추출물 및 추출물 유출스트림의 조성이 제3도 및 제4도에 도시되어 있다. 상기 고체물 농도는 상응하는 종래기술의 모의 이동상 공정에서 예상되는 것 보다 약 25% 더 높다는 것에 유의해야 한다. 또한 종래의 기술 공정과는 달리, 원료내의 고체 함량이 지시된 50중량% 보다 더 높은 값을 가질 수도있으며, 그 이유는 본 발명의 진행과정에서, 상을 통과하는 유속이 낮을수록 주어진 액체 점도에서 보다 낮거나 또는 높은 내압 강하를 초래하기 때문이다.

또 다른 도면들, 제5도-제10는 분리장치(탑)(1)-(6)각각의 정부로부터 저부에 이르는 프룩토오스 및 글루코오스 공극 액체조성 프로필을 도시한 것이다. 이들 프로필들은 각각의 단계 완결후에 얻은 것들이다. 예를 들면, 제9도는 분리장치(탑)5에 해당되는 것으로서, 탑 5의 저부배출물이 추출물 배출 스트림이므로, 탑의 저부에서 어느한 순간에는 거의 순수한 무수 글루코오스 조성물만이 배출될 것이다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로 해서, 산출된 추출물의 평균순도는 91.4%이며, 추출물 배출스트림을 거쳐서 추출물이 회수되는 회수율은 91.5%이었다.

[실시예 II]

본 실시예는 파라크실렌과 에틸벤젠의 용액으로부터 파라크실렌을 분리하기 위한 것으로서, 다음과 같은 변수들을 적용시켜 수행한다.

원료 조성물 : 25중량%의 파라크실렌, 75중량%의 에틸벤젠, 탈착제 : 100% 파라디 에틸벤젠.

유속 원료/추출물 1.51cc/분, 탈착제/추출물 2.20cc/분, 재순환 I 2.75cc/분, 재순환 II 2.20cc/분,

흡착제 용량 900cc, 순환시간 60분. 에틸벤젠에 대한 파라크실렌의 선택성 및 에틸벤젠에 대한 P.51 파라디에틸벤젠의 선택성은 각각 2.0 및 1.5이다. 축상혼합이 없는 플러그 흐름이라고 가정한다. 실시예 I에서 각종 용어들에 대하여 기술한 정의와 설명이 본 실시예에서도 동일하게 적용된다.

한 단계가 진행되는 동안의, 추출물 및 추출물 유출 스트림의 조성이 제11도와 제12도에 각각 명시되어 있다. 제13도-제18도에는 각각의 분리장치(탑)1-6의 정부로부터 저부에 이르는 파라크실렌과 에틸벤젠 공극액체 조성 프로파일이다. 이들 프로파일은 각각의 단계 완결후에 얻은 것들이다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로 해서, 산출된 추출물의 평균 순도는 99.8%이고, 추출물 유출 스트림을 거쳐서 회수되는 추출물의 회수율은 82.9%이었다.

이하의 실시예 III-IX는 제2도 및 제19도-제24도에 나타낸 본 발명공정의 구체예를 기초로 한 것으로서, 프록토오스에 대한 선택성을 갖는 제올라이트 흡착제(다른 것들이 기재된 경우는 제외)를 패킹한 컬럼들로 구성된 분리장치를 이용하여 프록토오스와 글루코오스의 수용액으로부터 프록토오스를 분리하는 컴퓨터시뮬레이션이다. 모든 경우에 있어서, 원료는 21중량%의 프록토오스, 29중량%의 글루코오스 및 50중량%의 물로 이루어지고 ; 탈착제는 100%물로 구성되며 ; 순환시간은 60분이다. 또한, 모든 경우에 있어서 컬럼에서의 플러그 흐름이 존재하는 것으로 가정한다. 즉, 축상 혼합이 없는 것으로 가정한다. 이와같은 가정은 실제로 예상되는 프록토오스와 글루코오스 수용액의 흐름 특성과 가까운 것으로서, 또한 각 경우에 있어서 상대적인 비교를 용이하게 해준다. 그러나, 단지 정성적인 면에서만 비교가 가능하며, 이는 각각의 경우에 있어서 흐름이 유속 및 기타 다른 조건들에 대하여 최적 상태에 있지 않기 때문이다. 따라서, 이하의 실시예들에서 제시하는 순도 및 회수율과 같은 직접적인 비교는 거의 의미를 갖지 않는다. 이들 실시예들은 단지 관련된 각각의 흐름계의 예상되는 작동성을 나타내기 위한 것들로서, 현 시점에서 최적 상태가 아닌 계들간의 비교를 행하는 것은 아니다.

[실시예 III]

본 실시예는 제2도에 나타낸 본 발명에 따른 6개탑을 사용하는 공정을 이용하여 글루코오스와 프록토오스의 수용액으로부터 프록토오스를 분리하기 위한 것으로서, 다음과 같은 유속들로 수행한다.

원료/추출물 5.80cc/분, 탈착제/추출물 6.38cc/분, 재순환 I 5.80cc/분, 재순환 II 5.80cc/분, 흡착제의 용량 3,000cc, 순환시간 60분.

순환시간은 주어진 컬럼 또는 분리장치가 모든 대역들을 완전히 1회 순환하는데 소요되는 시간이다. 1회의 순환은 각 단계당 10분씩 소요되는 동일한 기간의 6단계로 나뉘며, 각종 유입 및 유출스트림의 이동은 각각의 단계 완결후에 일어난다. 이하의 실시예들 모두에서 순환시간은 60분이다. 상기 흡착제의 용량은(본 실시예 및 이하의 실시예들의 설명에서) 모든 분리장치들에 대한 총량이다. 재순환 I 과 재순환 II는 제2도에 도시된 바와같이, 각각의 분리장치 3 및 6의 펌프어라운드 유속이다.

글루코오스에 대한 프록토오스 및 물의 선택성은 별다른 언급이 없는한 이들 실시예들에서 2.0이 넘는 것으로 가정한다. 완전한 1회의 순환이 일어나는 동안에, 6개의 컬럼들중 어느한 컬럼의 유출물이 제25도에 도시되어 있다. 상기 특정한 컬럼은 대역(IV)의 순수하지 않은 추출물이 유출되어 순환이 개시되는 시기에 컬럼 1위치의 상태에 놓인다. 순환이 계속되는 동안 컬럼은 연속해서 2, 3, 4, 5 및 6의 상태로 진전된다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로 해서 산출된 추출물의 평균순도는 93.9%이고, 추출물 유출 스트림으로부터의 추출물의 회수율은 94.9%이었다.

[실시예 IV]

순도가 보다 낮은 추출생성물을 처리하기 위한 목적으로 본 발명공정의 구체예를 포함하는 또 다른 흐름계를 이용할 수도 있다. 따라서 본 실시예의 공정에서는 순수한 농축추출물(대역 III)과 순도가 보다 낮은(그러나 고도로 농축된) 순수하지 않은 추출물(대역 IV)을 결합시켜 단지 5개의 탑만이 필요하다. 이와같은 공정은 6개의 탑을 사용하는 계에 비해 기계적으로 보다 덜 복잡할 뿐만 아니라, 흡착제 성분의 회수율을 보다 높일 수 있다. 본 실시예의 공정은 높은 순도를 얻기 보다는 추출물 성분(프록토오스)의 회수율을 높이고자 할 때 권장되는 공정이다.

본 실시예의 가장 바람직한 5개탑 공정의 구체예가 제19도에 도시되어 있다. 본 실시예는 다음과 같은 유속으로 수행한다.

원료/추출물 5.80cc/분, 추출물/탈착제 6.38cc/분, 재순환 5.80cc/분 재순환 속도는 제19도에 나타낸 분리장치 4의 펌프어라운드 유속이다. 완전한 1회 순환을 하는 동안의, 5개의 컬럼들중 어느 한 컬럼의 유출물 조성이 제26도에 도시되어 있다.

본 실시예 및 이하의 실시예들에서 편리를 기하기 위해 제19도-제24도에 나타내는 각종 대역들은 로마숫자로 표기하였다.

제19도에 도시된 바와 같이, 장치들의 유입물 및 유출물들은 다음과 같이 구성된다 : (a)제1분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료혼합물 및 대역(V)로의 유출물로 구성된다 ; (b)제2분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (II)로의 유입물 및 대역쌍(III)과 (IV)로의 유출물로 구성된다 ; (c)제3분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (I)로의 유입물 및 대역(II)로의 유출물로 구성된다 ; (d)제 4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (VII)로의 유입물 및 유출물로 구성된다 ; 및 (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (V)로의 유입물 및 대역 (VI)으로의 유출물로 구성된다.

이와같은 특정한 컬럼은 추출물 유출스트림이 유출되어 순환이 시작되는 위치를 그 컬럼에서 컬럼 1 위치라 한다. 순환이 진행됨에 따라 컬럼은 연속적으로 2, 3, 4, 및 5위치로 진행된다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로 하여 산출된 추출물의 평균 순도는 89.8%이고, 추출물 유출스트림으로부터 회수되는 추출물의 회수율은 97.8%이었다.

[실시예 V]

보다 덜 농축된 추잔 생성물을 처리하기위한 목적으로, 본 실시예에서는 본 발명 공정의 구체예를 포함하는 또다른 흐름계를 이용한다. 순수한 농축된 추잔물(대역 VI)과 보다 덜 농축된 순수한 추잔물(대역 VII)을 결합시키므로 5개의 탭이 필요하다. 본 실시예의 공정은 추잔물의 회수 또는 추잔 생성물의 농도와 더불어 높은 수준의 추잔물을 처리하고자 하는 경우에 있어서 권장된다.

본 실시예를 따른, 5개의 탭을 갖는 가장 바람직한 공정의 구체예가 제20도에 도시되어 있다. 제20도에 도시된 바대로, 장치들의 유입물 및 유출물들은 다음과 같이 구성된다 : (a)제1분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료혼합물 및 대역 (III)으로의 유출물로 구성된다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(IV)로 부터의 유입물과 대역 (II)로의 유출물로 구성된다. (c)제3분리 장치의 유입 및 유출스트림은 각각 대역(II)로부터의 유입물 및 대역상 (VI)과 (VII)로의 유출물로 구성된다. (d)제4분리 장치의 유입 및 유출스트림은 각각 대역(I)로부터의 유입물과 대역(V)로의 유출물로 구성된다. 및 (e)제5분리 장치의 유입 및 유출스트림은 각각 대역 (V)로부터의 유입물과 대역 (VI)로의 유출물로 구성된다.

본 실시예는 다음과 같은 유속으로 수행한다. 원료/추출물 6.98cc/분, 탈착제/추잔물 9.86cc/분. 본 실시예에서는 재순환(펌프어라운드)스트림을 이용하지 않는다.

완전한 1회 순환을 거치는 동안의, 첫번째 컬럼들중 1곳의 유출물의 조성이 제27도에 명시되어 있다. 상기 특정한 컬럼은 순수하지않은 추출물(대역 IV의 유출물)이 유출되어 순환이 시작되는 위치를 컬럼 1위치라 한다. 나머지의 순환이 이루어지는 동안, 상기 컬럼은 연속적으로 2,3, 4 및 5의 위치로 계속 진행된다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로하여 산출된 추출물의 평균순도는 85.7%이고, 추출물 유출 스트림으로부터 회수되는 추출물의 회수율은 98.9%이었다.

[실시예 VI]

대역(III)과 (IV) 및 대역 (VI)과 (VII)을 결합시켜 순수하지 않은 추출물 내부 스트림, 뿐만 아니라 묽은 추잔물 내부스트림 모두를 갖지않는 4개의 탭으로 구성된 계를 구조한다. 이와같은 계의 목적은 다음과 같다.

1. 추출 생성물과 비교하여 보다 높은 순도를 갖는, 상대적으로 묽은 추잔 생성물을 얻는다.
2. 비교적 고도로 농축된, 적당히 정제된 추출물 스트림을 얻는다.
3. 묽은 추출물과 순수하지않은 추잔물의 분획들을 계속 재순환시킨다.

본 발명에 따른 본 실시예의 공정은 특히 42중량%(무수 고체 중량을 기준으로 함) 내지 55중량%의 높은 프록토오스 함량을 갖는 옥수수시럽의 정제에 유용하다. 55중량 %의 높은 프록토오스 함량을 갖는 시럽은 당도가 훨씬 더 강하기 때문에 청량음료용으로서 적당하며, 그와같은 유용성이 시럽의 상업적 가치를 크게 증가시킨다.

본 실시예의 공정에 따른 4개의 탭을 갖는 공정의 가장 바람직한 구체예가 제21도에 도시되어 있다. 제21도에 도시된 바와같이, 각각의 유입물 및 유출물들은 다음과 같이 구성된다. (a)제1분리 장치의 유입 및 유출스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역상 (III)과 (IV)로의 유출물로 구성된다. (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (II)의 유입물 및 유출물로 구성된다 ; (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(I)로부터의 유입물 및 대역상 (VI)과 (VII)로의 유출물로 구성된다 ; 및 (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (V)의 유입물 및 유출물로 구성된다.

본 실시예는 다음과 같은 유속으로 수행한다.

원료/추출물 5.80cc/분, 탈착제/추출물 6.3cc/분, 재순환 I 12.18cc/분, 재순환 II 12.18cc/분. 재순환 (I)과 재순환(II)는 제21도에 도시된 바와같이 각각 분리 장치 2와 4의 펌프어라운드 유속이다.

완전한 1회의 순환을 거치는 동안의, 4개의 컬럼들중 하나의 컬럼에서 유출되는 유출물의 조성이 제 28도에 명시되어 있다. 상기 컬럼은 추출물 스트림(대역상 III과 IV의 유출물)이 유출되어 순환이 개시되는 위치를 컬럼 1위치라 한다. 나머지의 순환이 이루어지는 동안, 상기 컬럼은 연속적으로 2, 3 및 4의 위치로 진행된다. 탈착제가 제거되었을때를 기준으로하여 산출된 추출물의 평균 순도는 91.1%이고, 추출물 유출 스트림으로부터 회수되는 추출물의 회수율은 98.8%이었다.

[실시예 VII]

보다 낮은 농도의 추출 생성물을 처리하기위한 목적으로 대역(II)와 (III)을 결합시킬 수 있으며, 따라서 본 실시예의 공정에서는 5개의 탭을 사용한다. 본 실시예에 따른 5개의 탭을 필요로하는 가장 바람직한 공정의 예가 제22도에 도시되어 있다. 제22도에 나타난 바와같이 장치들의 유입물 및 유출물들은 다음과 같이 구성된다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물과 대역(IV)로의 유출물로 구성된다 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 대역(IV)로부터의 유입물과 대역상 (II)와 (III)으로의 유출물로 구성된다 ; (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(I)의 유입물과 대역(VII)로의 유출물로 구성된다 ; (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 (VII)로부터의 유입물과 대역(VI)으로의 유출물로 구성된다 ; (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(V)의 유입 및 유출 스트림으로 구성된다.

본 실시예는 다음과 같은 유속으로 수행한다. 원료/추출물 5.80cc/분, 탈착제/추잔물 6.38cc/분, 재순환 12.18cc/분. 재순환 속도는 제22도에 도시된 바와같이 분리장치 5의 펌프어라운드 유속을 의미한다. 완전한 1회의 순환을 거치는 동안의, 5개의 컬럼들중 1개 컬럼의 유출물의 조성이 제29도에 명시되어 있다. 상기 컬럼은 대역 (IV)의 유출물이 유출되면서 순환이 시작되는 위치를 컬럼

1위치라 한다. 나머지의 순환을 거치는 동안, 상기 컬럼은 계속 2, 3, 4 및 5위치로 계속 진행된다. 2위치에 있을때의 추출물의 평균 농도는 비교적 낮다는 것을 알 수 있다. 탈착제가 제거되었을때 산출된 추출물의 평균순도는 99.6%이고, 추출물 유출 스트림으로부터 회수되는 회수율은 88.4%이다.

[실시예 VIII]

추출물과 추잔물 스트림 둘다의 고체함량이 일차적인 중요 관심대상이 아닐경우, 대역(VI)과 (VII), 뿐만 아니라 대역(II)와 (III)을 결합시킬 수 있으며, 따라서, 본 실시예의 공정에서는 그와같은 목적으로 단지 4개의 탐만을 사용한다.

본 실시예에 따른 가장 바람직한 4개의 탐을 갖는 공정의 예가 제23도에 도시되어 있다. 제23도에 도시된 바와같이 장치들의 유입물 및 유출물들은 다음과 같이 구성된다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역(IV)로의 유출물로 구성된다 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(IV)로부터의 유입물과 대역쌍(II)와 (III)으로의 유출물로 구성된다 ; (c)제3분리 장치의 유입 및 유출스트림은 대역(I)로부터의 유입물과 대역쌍 (VI)과 (VII)로의 유출물로 구성된다 ; 및 (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(V)의 유입 및 유출 스트림으로 구성된다.

본 실시예는 다음과 같은 유속으로 수행한다. 원료/추출물 5.80cc/분, 탈착제/추잔물 6.38cc/분, 재순환 18.56cc/분.

재순환 속도는 제23도에 도시된 바대로 분리장치 4의 펌프 어라운드 유속을 의미한다. 완전한 1회의 순환을 거치는 동안 4개의 컬럼들중 한 컬럼에서의 유출물의 조성이 제30도에 명시되어 있다. 상기 컬럼은 대역(IV)의 유출물이 유출되면서 순환이 개시되는 위치를 컬럼 1위치라 한다. 나머지의 순환이 진행되는 동안, 컬럼은 계속 2, 3 및 4위치로 진행된다. 장치가 2 및 3위치에 존재할때의 추출물 및 추잔물의 농도는 비교적 낮다는 것을 알 수 있다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로 하여 산출된 추출물의 평균순도는 93.7%이고, 추출물 유출 스트림으로부터 회수되는 추출물 회수율은 86.9%이었다.

[실시예 IX]

추잔물의 순도가 일차적으로 중요한 문제가 아니라, 보다 높은 회수율 및 탈착제 소비의 최소화가 요구되는 경우 ; 대역(V)와 (VI)을 결합시킬 수 있으며, 따라서 본 실시예에 따른, 5개의 탐을 사용하는 가장 바람직한 공정의 예가 제24도에 도시되어 있다. 제24도에 도시된 바와같이, 각각의 장치들의 유입물 및 유출물은 다음과 같이 구성된다 : (a)제1분리 장치의 유입 및 유출스트림은 각각 도입 되는 원료 혼합물 및 대역(IV)로의 유출물로 구성된다 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 대역(IV)로 부터의 유입물과 대역(III)으로의 유출물로 구성된다 ; (c)제 3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(II)의 유입물 및 유출물로 구성된다 ; (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(I)의 유입물과 대역(VII)로의 유출물로 구성된다 ; 및 (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역(VII)로부터의 유입물과 대역쌍(V)와 (VI)으로의 유출물로 구성된다.

본 실시예는 다음과 같은 유속으로 수행한다. 원료/추출물 5.80cc/분, 탈착제/추잔물 6.30cc/분, 재순환 11.60cc/분. 순환속도는 제24도에서 도시된 바대로 분리장치 3의 펌프 어라운드 유속이다.

완전한 1회의 순환을 거치는 동안의, 5개의 컬럼들중 한 컬럼에서의 유출물의 조성이 제31도에 명시 되어 있다. 상기 컬럼은 대역(IV)의 유출물이 유출되면서 순환이 개시되는 위치를 컬럼 1위치라 한다. 순환이 계속 진행되는 동안, 컬럼은 계속 2, 3, 4 및 5의 위치로 진행된다. 장치가 5위치에 존재할때, 추잔물의 평균순도는 비교적 낮다는 것을 알 수 있다.

성분 #10이 흡착제에 의해 흡착되지 않는 성분이라는 것에 특히 주의하여야 한다. 탈착제가 제거되었을 때를 기준으로하여 산출된 추잔물의 평균순도는 86.2%이고, 추잔물 배출 스트림으로부터 회수되는 추잔물 성분의 회수율은 97.3%이었다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

(a)유입구 및 유출구를 갖는 각 분리 장치에서 원료 혼합물 내에 함유되어 있는 추잔물 성분 (raffinate component) 및 추출물성분 각각에 대한 선택적 잔류 또는 가속화로 인하여 각각의 성분들이 차등적인 이동속도를 갖는 일련의 분리장치들을 통하여 단일방향 유체흐름계를 유지시키고 ; (b)상기 원료 혼합물을 상기 유입구 중의 하나에 통과 시키고, 상기 분리장치들로부터 상승한 성분들을 변위시킬 수 있는 변위 유체를 또 다른 유입구에 통과시키고 ; (c)상기 유체 흐름계내에서 성분농도 분포를 설정하고, 이계의 대역을 고순도 변위유체(대역 I), 변위유체로 희석된 추출물(대역 II), 농축된 추출물 성분(대역 III), 주성분이 추출물 성분인 추출물과 추잔물의 혼합물 (대역IV), 주성분이 추잔물성분인 추출물과 추잔물의 혼합물(대역 V), 농축된 추잔물 성분 (대역 VI), 변위유체로 희석된 추잔물 성분(대역 VII)을 연속적으로 포함하여 상기 대역중의 어느 하나는 서로 결합되어 대역 II와 III 또는 III과 IV 및 V와 VI 또는 VI과 VII등이 1 또는 2개의 대역쌍을 형성함으로써 각각의 쌍이 하나의 연속대역으로 간주되며, 각각의 대역은 단지 한쌍의 일부만을 구성할 수도 있고, 또 다른 대역과 쌍을 이루지 않는 경우에는 대역 II, IV, V 및 VII 각각은 1개의 유입구 및 1개의 유출구를 갖고 대역 I은 변위유체의 유입구를 가지며, 각각의 대역 III 및 VI 또는 대역쌍 II와 III 또는 III과 IV 및 대역쌍 V와 VI 또는 VI과 VII은 생성물 유출 스트림의 유출구를 갖고, 원료 혼합물은 유입구를 거쳐 통과하며, 상기 원료혼합물의 유입구는 추출물 및 추잔물 성분들의 상대비율이 원료 혼합물 내에서와 동일하게 성분들의 농도가 분포되는 곳과 근접하고 ; (d)전체흐름을 구성하는 추출물 스트림을 대역 III 또는 대역쌍 II와 III 또는 III과 IV중 어느 한곳의 유출구로부터 회수하고, 추잔물 스트림은 대역 VI 또는 대역쌍 V와 VI 또는 VI과 VII중 어느 한곳의 유출구로부터

회수하고 ; (e)각각의 대역 II, IV, V 및 VII(다른 대역과 결합되지 않은 경우)의 각 유출구로부터의 모든 스트림을 상응하는 유입구(이들 각각의 유출구 및 상응하는 유입구의 위치는 성분의 농도분포가 동일한 대역내에 존재한다)로 통과시키고 ; (f)다음과 같이 주기적으로 동시에 유입물 및 유출물을 이동시킨다 : 도입되는 원료 혼합물은 이동에 앞서, 대역 V와 VI이 결합된 경우 대역 V 또는 대역 VII의 유입물로, 결합되지 않은 경우 대역 V의 유입물은 대역 VII 또는 대역 I(대역 VI과 VII이 결합된 경우)의 유입물로, 결합되지 않은 대역 VII의 유입물은 대역 I의 유입물로, 대역 I의 유입물은 대역 II 또는 대역 IV의 유입물(대역 II와 III의 결합된 경우)로, 결합되지 않은 대역 II의 유입물은 대역 IV의 유입물 또는 원료혼합물 유입구(대역 III과 IV가 결합된 경우)로, 결합되지 않은 대역 IV의 유입물은 원료혼합물 유입구로 이동하고, 결합되지 않은 대역 II의 유출물은 대역 III 또는 대역쌍 III과 IV의 유출물로 이동하고, 대역 III 또는 대역쌍 II와 III의 유출물은 결합되지 않은 대역 VI의 유출물로, 대역 VI 또는 대역쌍 III과 IV의 유출물은 대역 V 또는 대역쌍 V와 VI의 유출물로, 결합되지 않은 대역 V의 유출물은 대역 VI 또는 대역쌍 VI과 VII의 유출물로, 및 대역 VI 또는 대역쌍 V와 VI의 유출물은 결합되지 않은 대역 VII의 유출물로, 및 대역 VII 또는 대역쌍 VI과 VII의 유출물은 대역 II 또는 대역쌍 II와 III의 유출물로 이동하며, 이와같은 이동은 진행에 앞서 임의의 대역 또는 대역쌍으로의 또는 그로부터의 유입 또는 유출 스트림의 조성이 당해 대역 또는 대역쌍에서 요구되는 조성과 일치하지않게 성분농도가 분포될때 상술한 각각의 장치를 거쳐 수행되는 단계들을 포함하는 원료 혼합물내에 함유되어 있는 추잔물 성분으로부터 추출물 성분을 분리하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 유입구로의 및 유출구로부터의 유체스트림의 유속으로 조절함으로써 상술한 이동간의 각각의 흐름주기의 개시 및 말기에 각각의 유입 및 유출 스트림의 목적하는 전이 조성을 형성시키는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 분리장치들이 추잔물 성분과 비교하여 추출물 성분에 대하여 흡착 선택성을 갖는 흡착제로 최소한 부분적으로나마 패킹된 컬럼으로 구성되며, 상술한 각각의 분리장치들이 최소한 한 개의 상기 컬럼으로 구성되어 있고, 변위유체는 흡착제로부터 추출물 성분을 탈착시킬 수 있는 탈착제를 함유하며, 원료 혼합물을 흡착조건에서 상기 흡착제와 접촉시키고, 및 탈착제를 탈착조건에서 상기 흡착제와 접촉시키는 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 유체흐름계가 역상이며, 흡착 및 탈착조건이 상기 역상에 영향을 미치는 온도 및 압력인 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 각각의 컬럼의 정부가 압축성 기상으로 이루어져 있으며, 그리하여 해당시간에 컬럼의 일부를 차지하는 특정한 성분의 분포비에따라 컬럼의 액체를 목적하는 바대로 축적시키거나 또는 감소시킬 수 있도록 하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역 IV의 유출물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 IV로의 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성하고 ; (c) 제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성하고 ; (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 VII로의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성하며 ; 아울러 (e)유입 및 유출 스트림이 각각 대역 II의 유입물 및 유출물인 장치, 또는 (f)유입 및 유출 스트림이 각각 대역 V의 유입물 및 유출물인 장치로 구성되는 유체흐름을 갖는 최소한 1개의 또 다른 분리장치가 존재하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 대역 III과 IV가 대역쌍 III과 IV로서 결합된 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역 II의 유입물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 IV유입물 및 대역쌍 III과 IV의 유출물을 구성하고 ; (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 II의 유출물을 구성하고 ; (d)제 4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 VII의 유입물 및 유출물을 구성하고 ; 및 (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 V로의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성하는 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 대역 VI과 VII이 대역쌍 VI과 VII로서 결합된 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료혼합물 및 대역 III의 유출물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 IV로의 유입물 및 대역 II의 유출물을 구성하고 ; (c)제3

분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 II의 유입물 및 대역쌍 VI과 VII의 유출물을 구성하고 ; (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I의 유입물 및 대역 V의 유출물을 구성하고 ; 및 (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 V로의 유입물 및 대역 IV의 유출물을 구성하는 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 대역 III과 IV 및 VI과 VII이 대역쌍 III과 IV 및 대역쌍 VI과 VII로서 결합된 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리장치 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료혼합물 및 대역쌍 III과 IV의 유출물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 II의 유입물 및 유출물을 구성하고 ; (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I로의 유입물 및 유출 대역쌍 VI과 VII의 유출물을 구성하고 ; 및 (d)제4분리 장치의 유입 및 스트림은 각각 대역 V의 유입물 및 유출물을 구성하는 방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 대역 II와 III이 대역쌍 II와 III으로서 결합된 방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역 IV의 유출물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 IV로부터의 유입물 및 대역쌍 II와 III의 유출물을 구성하고 ; (c)제 3분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성하고 ; (d)제 4분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 VII로 부터의 유입물 및 대역 VI의 유출물을 구성하고 ; 및 (e)제5분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 V의 유입물 및 유출 물을 구성하는 방법.

청구항 15

제1항에 있어서, 대역 II와 III이 대역쌍 II와 III으로서 결합되고, 및 대역 VI과 VII이 대역쌍 VI과 VII로서 결합된 방법.

청구항 16

제15항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료 혼합물 및 대역 IV의 유출물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 IV로부터의 유입물 및 대역쌍 II와 III의 유출물을 구성하고 ; (c)제3분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I로의 유입물 및 대역쌍 VI과 VII의 유출물을 구성하고 ; 및 (d)제4분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 V의 유입물 및 유출물을 구성하는 방법.

청구항 17

제1항에 있어서, 대역 V와 VI이 대역쌍 V와 VI으로서 결합된 방법.

청구항 18

제17항에 있어서, 상술한 장치들의 유입물 및 유출물들이 다음과 같이 구성되는, 즉 (a)제1분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 도입되는 원료혼합물 및 대역 IV의 유출물을 구성하고 ; (b)제2분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 IV로 부터의 유입물 및 대역 III의 유출물을 구성하고 ; (c)제3분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 II의 유입물 및 유출물을 구성하고 ; (d)제4분리 장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 I로의 유입물 및 대역 VII의 유출물을 구성하고 ; 및 (e)제5분리장치의 유입 및 유출 스트림은 각각 대역 VII로부터의 유입물 및 대역쌍 V와 VI의 유출물을 구성하는 방법.

청구항 19

제1항에 있어서, 생성 유출물의 조성을 온-스트림 분석기를 이용하여 계속적으로 감시하고, 상기 조성이 내정된 최적치에 도달될때 상술한 이동이 자동적으로 수행되는 방법.

청구항 20

제19항에 있어서, 감시하는 조성이 대역 III, 대역쌍 II와 III 또는 대역쌍 III과 IV의 추출물 성분의 농도이고, 및 내장된 최적치는 상술한 추출물 성분의 목적하는 농도인 방법.

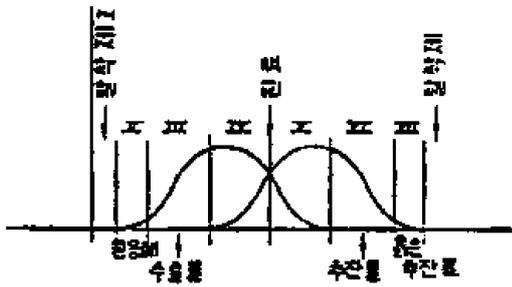
청구항 21

제19항에 있어서, 분리장치들이 추잔물 성분과 비교하여 추출물 성분에 대하여 흡착선택성을 갖는 흡착제로 최소한 부분적으로나마 패킹된 컬럼으로 구성되며, 각각의 분리장치들이 이들 컬럼들중 최소한 한개로 되어있고, 변위유체가 흡착제로 부터 상기 추출물 성분을 탈착시킬 수 있는 탈착제로 구성되며, 원료 혼합물은 흡착조건에서 상기 흡착제와 접촉시키고, 탈착제는 탈착조건에서 상기 흡착제와 접촉시키며, 원료 스트림은 프록토오스와 글루코오스의 수용액으로서 더프록토오스가 보다 선택적으로 흡착되는 추출물 성분이고, 추출물 생성스트림의 프록토오스 농도를 점검하여 프록토오

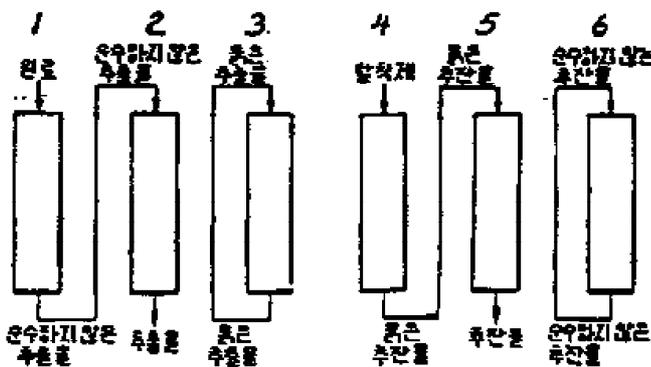
스의 농도가, 원료내의 프룩토오스 농도와 동일하게 되도록 진행되는 단계에서, 상기 추출물생성 스트림내의 평균 농도수준에 도달될때 이동이 일어나는 방법.

도면

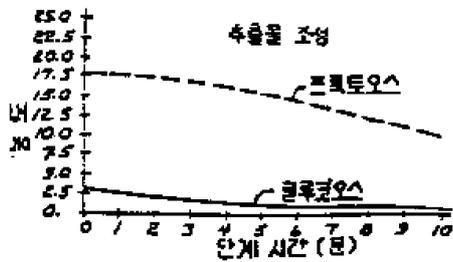
도면1



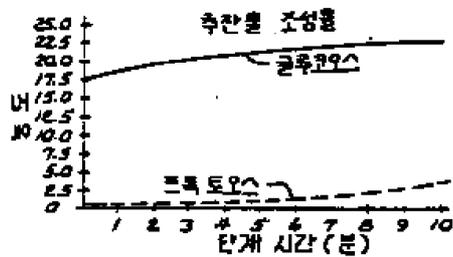
도면2



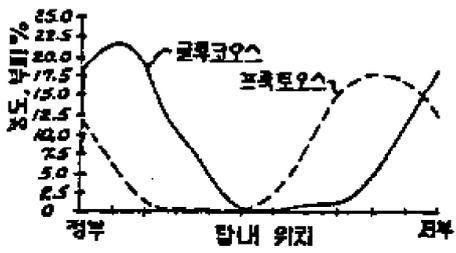
도면3



도면4



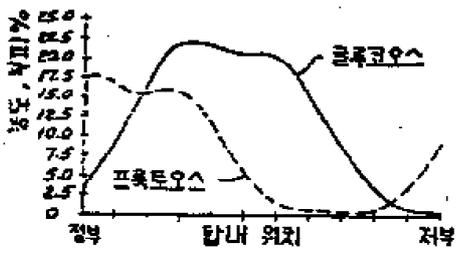
도면5



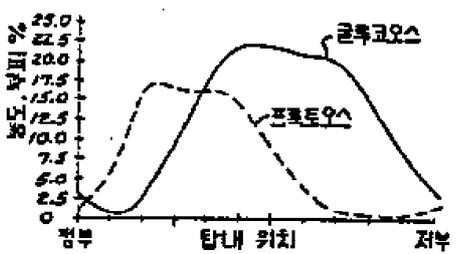
도면6



도면7



도면8



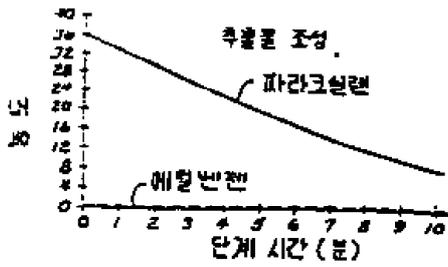
도면9



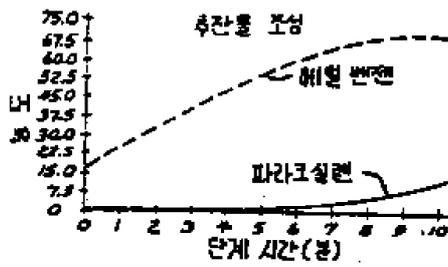
도면10



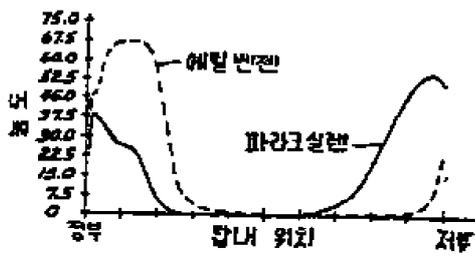
도면11



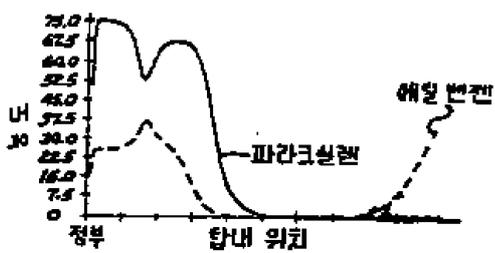
도면12



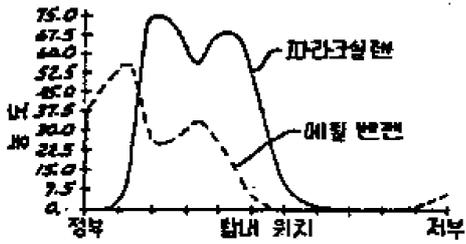
도면13



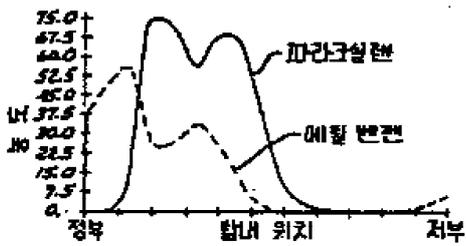
도면14



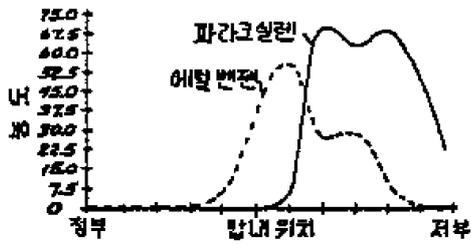
도면 15



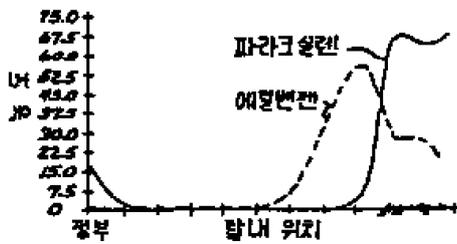
도면 16



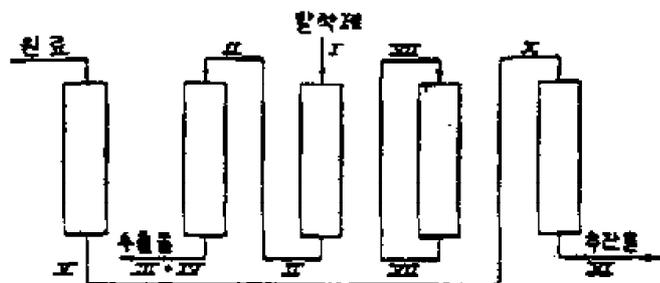
도면 17



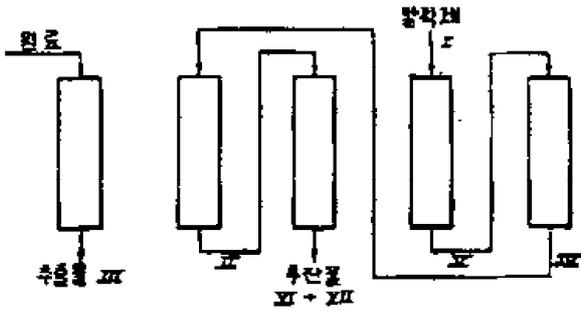
도면 18



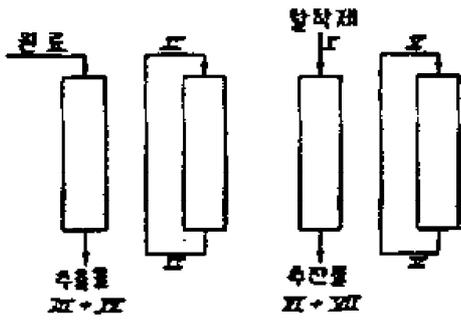
도면 19



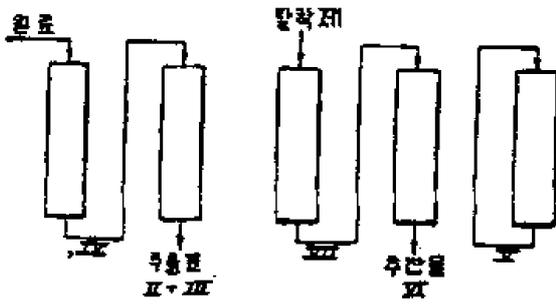
도면20



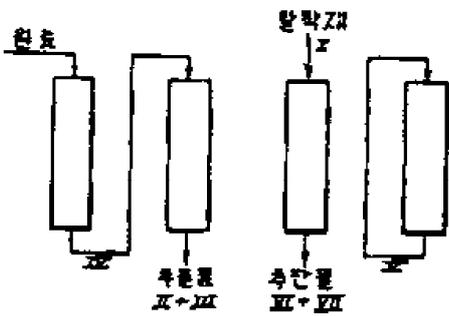
도면21



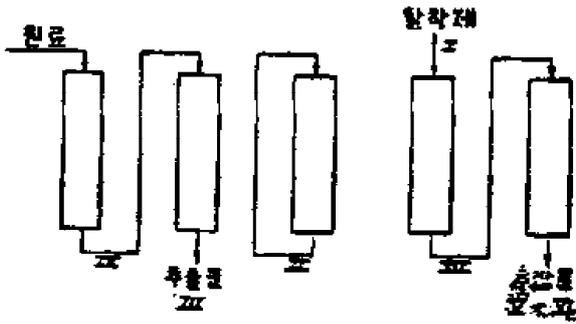
도면22



도면23

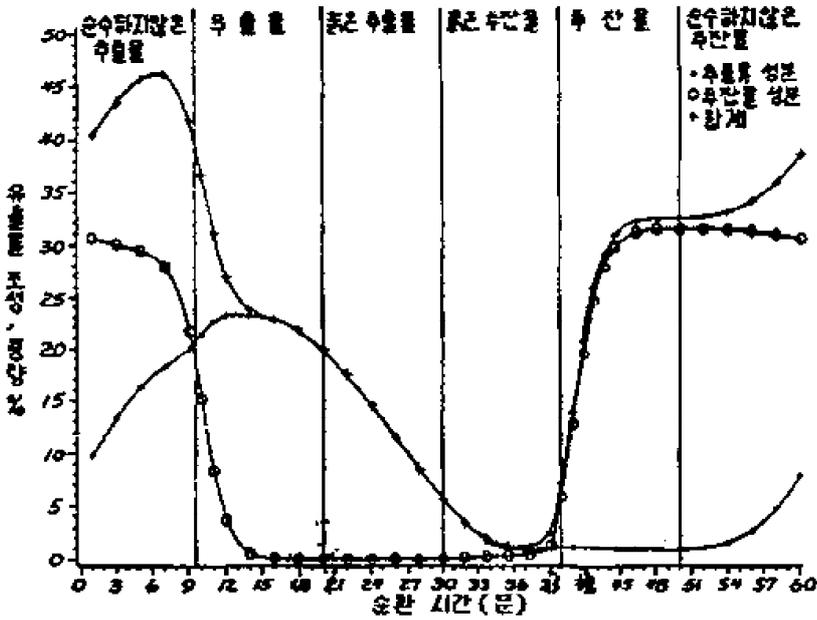


도면24



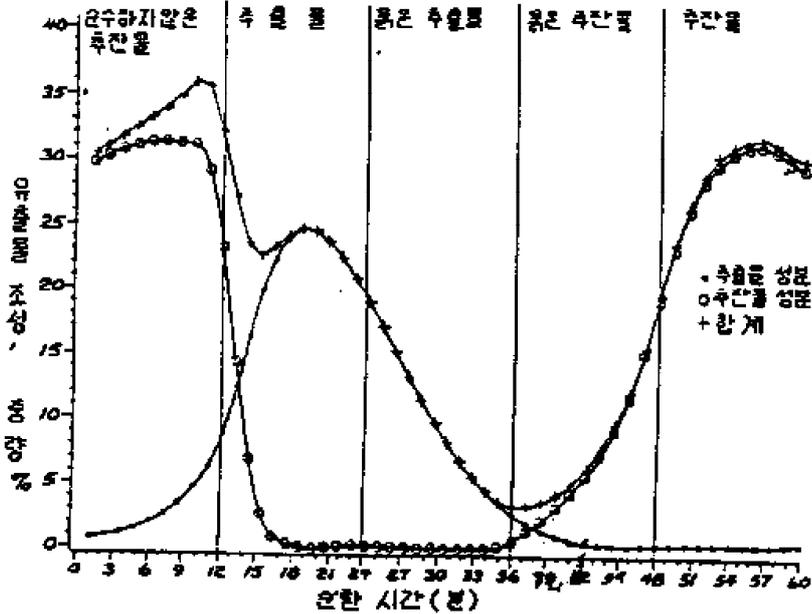
도면25

시간에 따른 유출물의 조성



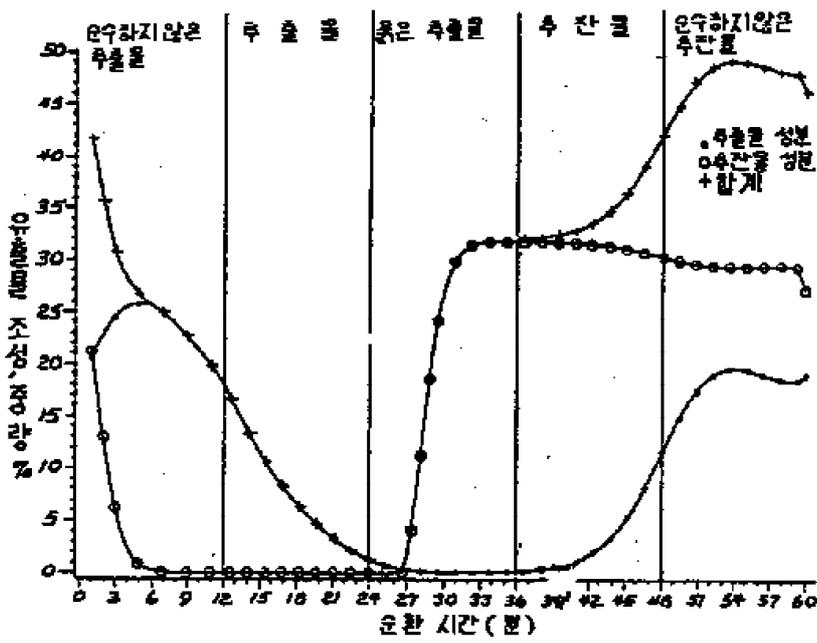
도면26

시간에 따른 유출물의 조성



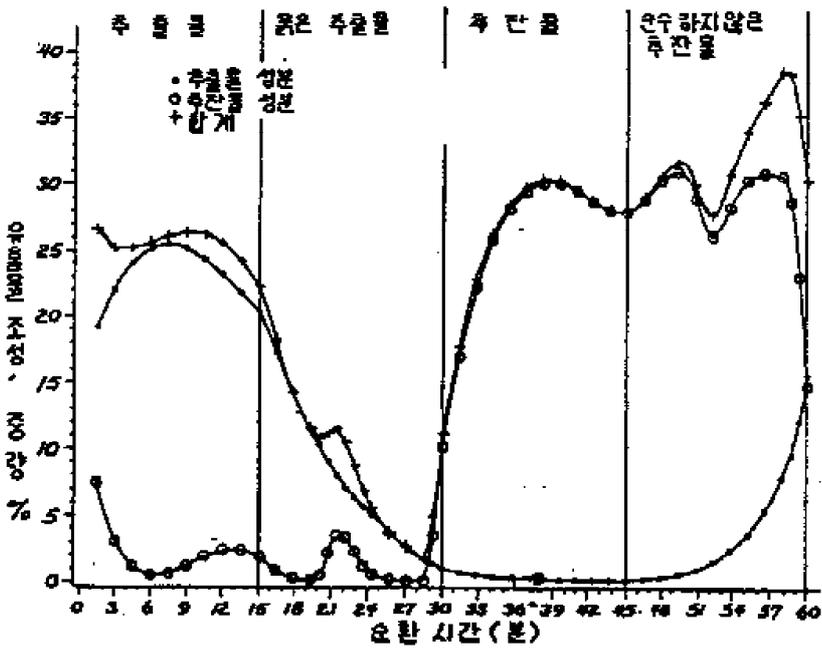
도면27

시간에 따른 유출물의 조성

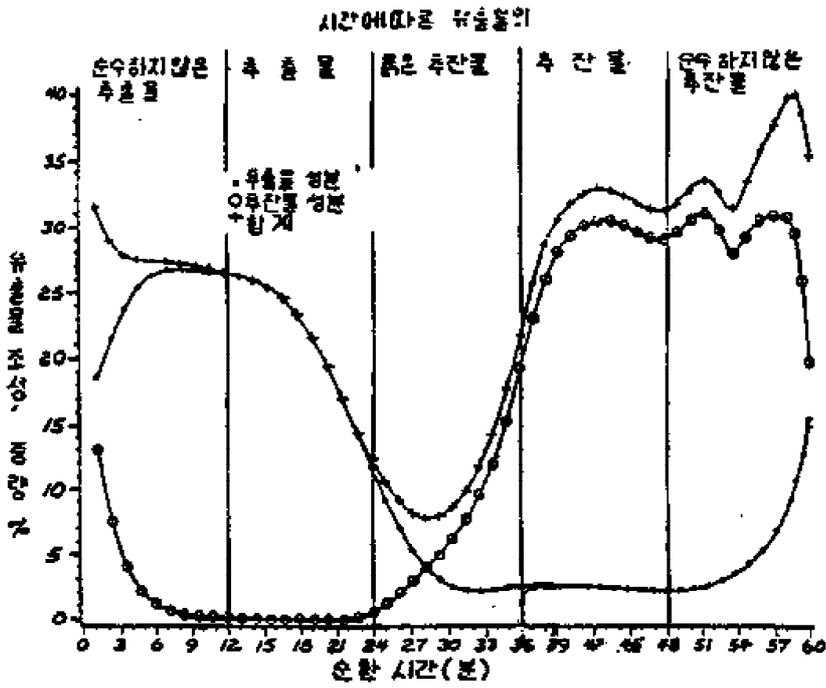


도면28

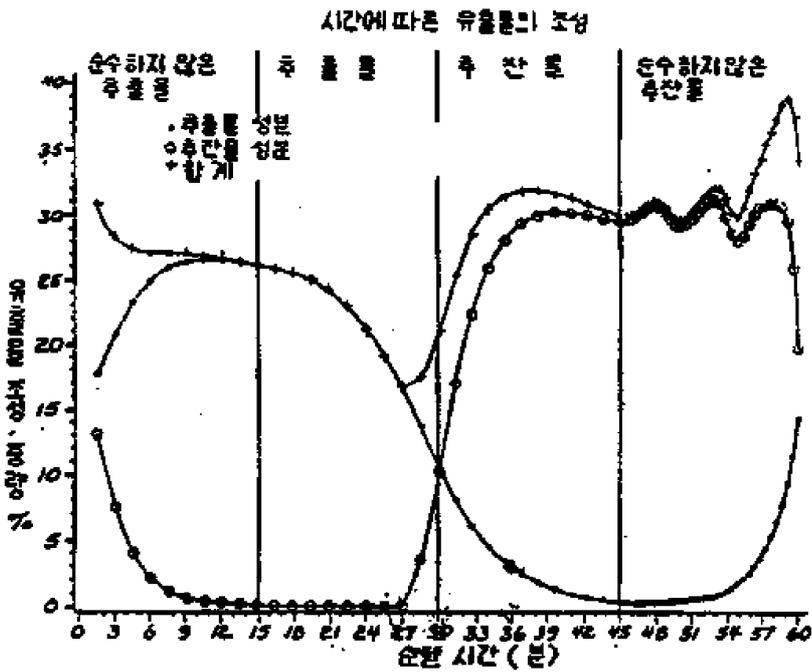
시간에 따른 유출물의 조성



도면29



도면30



도면31

시간에 따른 유출량 조성

