



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년07월26일  
(11) 등록번호 10-2425879  
(24) 등록일자 2022년07월22일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C07C 51/44 (2006.01) C07C 51/15 (2006.01)  
C07C 53/08 (2006.01) C07C 53/122 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
C07C 51/44 (2013.01)  
C07C 51/15 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7036691
- (22) 출원일자(국제) 2015년08월04일  
심사청구일자 2020년08월03일
- (85) 번역문제출일자 2016년12월28일
- (65) 공개번호 10-2017-0039098
- (43) 공개일자 2017년04월10일
- (86) 국제출원번호 PCT/EP2015/068001
- (87) 국제공개번호 WO 2016/020410  
국제공개일자 2016년02월11일
- (30) 우선권주장  
14179893.4 2014년08월05일  
유럽특허청(EPO)(EP)
- (56) 선행기술조사문헌  
US20100063319 A1  
EP00849250 A1  
WO2009042078 A1

- (73) 특허권자  
이네오스 아세틸스 유케이 리미티드  
영국 에스오43 7에프지 햄프셔 린드허스트 채플  
레인 호크슬리스
- (72) 발명자  
헤니건 셴 앤소니  
영국 에이치유12 8디에스 이스트 요크셔 힐 헤드  
솔텐드
- (74) 대리인  
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 15 항

심사관 : 이경철

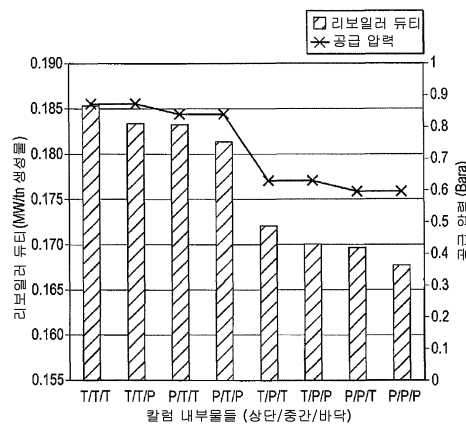
(54) 발명의 명칭 프로세스

(57) 요약

아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법에 관한 것으로, 상기 제조 유닛은 적어도 반응 섹션, 경질 분 증류 칼럼을 구비한 경질분 회수 섹션 및 증질분 칼럼을 포함하고, 상기 경질분 회수 섹션으로부터 수득된 아세트산 및 프로피온산을 포함한 스트림은 상기 증질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



상기 중질분 칼럼으로 공급되고, 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 위 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 프로피온산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 상기 공급물 입구 위 상기 중질분 칼럼 내 압력이 상기 중질분 칼럼으로 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮은 조건 하에 상기 중질분 칼럼은 작동되고, 상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 바람직하게 적어도 7 개, 보다 바람직하게 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 상기 중질분 칼럼의 부분에서 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이다.

(52) CPC특허분류

*C07C 53/08* (2013.01)

*C07C 53/122* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

아세트산 제조 유닛에서 중질분 (heavy ends) 칼럼을 작동하는 방법으로서,

상기 제조 유닛은 적어도 반응 섹션, 경질분 (light ends) 증류 칼럼을 구비한 경질분 회수 섹션 및 중질분 칼럼을 포함하고,

상기 경질분 회수 섹션으로부터 수득된 아세트산 및 프로피온산을 포함한 스트림은 상기 중질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 상기 중질분 칼럼에 공급되고, 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 위에서 사이드드로 (sidedraw) 생성물 출구 위치를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 프로피온산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고,

상기 공급물 입구 위의 상기 중질분 칼럼 내의 압력이 상기 중질분 칼럼에 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮게 하는 조건 하에서 상기 중질분 칼럼은 작동되고,

상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 0 초과 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 또는 적어도 7 개, 또는 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 상기 중질분 칼럼의 부분에서의 압력 강하는 이론적 분리 스테이지 마다 최대 10 mbar 인, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

공급물 입구 위치에서 상기 중질분 칼럼 내 압력은 0 초과 1.0 bara 미만인, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법.

#### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 중질분 칼럼은 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이에서 상기 중질분 칼럼의 부분에 패킹을 포함하는, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법.

#### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 중질분 칼럼은 상기 공급물 입구 아래의 상기 중질분 칼럼의 부분에 트레이들을 포함하는, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법.

#### 청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 중질분 칼럼은 상기 사이드드로 생성물 출구 위의 상기 중질분 칼럼의 부분에 트레이들을 포함하는, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법.

#### 청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 0 초과 0.9 bara 미만, 또는 0 초과 0.8 bara 미만, 또는 0 초과 0.7 bara 미만인, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 7**

제 1 항에 있어서,

상기 증질분 칼럼의 헤드 압력은 0.3 ~ 0.9 bara 의 범위, 또는 0.4 ~ 0.8 bara 의 범위, 또는 0.5 ~ 0.7 bara 의 범위에 있는, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 8**

제 1 항에 있어서,

상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 이론적 스테이지들의 수는 10 ~ 20 개의 범위, 또는 12 ~ 16 개의 범위에 있는, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 9**

제 1 항에 있어서,

상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 상기 증질분 칼럼의 부분에서 압력 강하는 최대 80 mbar, 또는 최대 60 mbar 인, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 10**

제 1 항에 있어서,

상기 증질분 칼럼은 상기 공급물 입구 아래의 상기 증질분 칼럼의 부분에 트레이들을 포함하고, 상기 증질분 칼럼의 베이스에서의 압력이 대기압보다 크도록 압력 강하를 가지는, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 11**

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 아세트산 제조 유닛의 상기 경질분 회수 섹션은 경질분 증류 칼럼 및 건조 칼럼을 포함하는, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 12**

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 아세트산 제조 유닛의 상기 경질분 회수 섹션은 조합된 경질분 증류 및 건조 칼럼을 포함하는, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 13**

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 아세트산 제조 유닛은 반응기와 경질분 회수 섹션 사이에 플래시 존 (flash zone) 을 포함하는, 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법.

**청구항 14**

아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림으로부터 아세트산을 분리하기 위한 방법으로서,

상기 방법에서, 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림은 증류 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 증류 칼럼에 공급되고, 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 위에서 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 상기 증류 칼럼으로부터 인출되고, 프로피온산을 포함하는 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 증질 생성물 출구를 통하여 상기 증류 칼럼으로부터 인출되고,

상기 공급물 입구 위의 상기 증류 칼럼 내의 압력이 상기 증류 칼럼에 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 상기 스트림의 압력보다 낮게 하는 조건 하에서 상기 증류 칼럼이 작동되고,

헤드 압력은 0 초과 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 이론적 분리

스테이지들의 수는 적어도 5 개, 또는 적어도 7 개, 또는 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 상기 증류 칼럼의 부분에서의 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이도록 상기 증류 칼럼이 구성되는, 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림으로부터 아세트산을 분리하기 위한 방법.

**청구항 15**

반응 섹션, 경질분 칼럼을 구비하는 경질분 회수 섹션 및 중질분 칼럼을 포함하는 아세트산 제조 유닛에서 아세트산을 제조하기 위한 방법으로서,

상기 방법은:

- (a) 상기 반응 섹션에서, VIII 족 금속 카르보닐화 촉매, 요오드화 메틸 조촉매 (cocatalyst), 아세트산, 물, 메틸 아세테이트, 프로피온산 부산물, 및 선택적으로 촉진제를 포함한 액체 반응 조성물에서 일산화탄소로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체를 카르보닐화하는 단계;
- (b) 물, 아세트산, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸, 및 프로피온산 부산물을 포함하는 증기 분획물, 및 촉매를 포함하는 액체 분획물을 생성하도록 상기 액체 반응 조성물의 적어도 일부를 상기 반응 섹션으로부터 인출하고 인출된 상기 액체 반응 조성물을 플래시 존으로 도입하는 단계;
- (c) 상기 플래시 존으로부터 상기 반응 섹션으로 상기 액체 분획물을 재순환시키는 단계;
- (d) 상기 플래시 존으로부터 수득된 증기 분획물을 상기 경질분 회수 섹션의 상기 경질분 칼럼에 공급하는 단계;
- (e) 상기 경질분 칼럼으로부터 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 제거하는 단계;
- (f) 선택적으로, 별도의 건조 칼럼에서 상기 경질분 칼럼으로부터 제거된 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 선택적으로 건조하는 단계; 및
- (g) 상기 중질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 상기 중질분 칼럼에 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 공급하고, 상기 공급물 입구 위에서 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 아세트산을 포함하는 생성물 스트림을 인출하고, 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 프로피온산을 포함한 생성물 스트림을 인출하는 단계를 포함하고,

상기 공급물 입구 위의 상기 중질분 칼럼 내의 압력이 상기 중질분 칼럼에 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮게 하는 조건 하에서 상기 중질분 칼럼은 작동되고,

상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 0 초과 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 또는 적어도 7 개, 또는 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이의 상기 중질분 칼럼의 부분에서의 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 인, 아세트산 제조 유닛에서 아세트산을 제조하기 위한 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 아세트산 제조 유닛에서 중질분 (heavy ends) 칼럼을 작동하는 방법에 관한 것이다. 본 발명은 또한 증류 칼럼에서 아세트산 및 프로피온산을 포함한 스트림으로부터 아세트산을 분리하기 위한 프로세스에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 아세트산은 많은 산업상 용도를 가지는 잘 알려진 화학품이다. 아세트산을 산업적으로 제조하기 위한 다양한 방법들이 잘 알려져 있고, 이러한 많은 프로세스들은 부산물 또는 공동 생성물 (co-product) 로서 프로피온산을 생성한다. 아세트산이 사용 및/또는 판매를 위한 필요한 사양을 충족시키도록, 종종 아세트산 생성물이 프로피온산 제거 프로세스를 부여받을 필요가 있다.

[0003] EP 0 849 250 A1 은 400 ppm 미만의 프로피온산과 1500 ppm 미만의 물을 포함하는 아세트산 프로세스 스트림의 제조 프로세스를 개시하고, 상기 프로세스는 다음 단계들을 포함한다:

- [0004] (a) 프로세스 중 이리듬 카르보닐화 촉매, 요오드화 메틸 조촉매, 루테늄, 오스뮴, 레늄, 카드뮴, 수은, 아연, 갈륨, 인듐 및 텅스텐, 약 8 중량% 미만의 농도로 한정된 양의 물, 메틸 아세테이트, 아세트산, 및 프로피온산 부산물과 그것의 전구체들로 구성된 군에서 선택된 선택적으로 하나 이상의 촉진제들을 포함하는 액체 반응 조성물이 유지되는 카르보닐화 반응기로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체 및 일산화탄소를 공급하는 단계;
- [0005] (b) 물, 아세트산 생성물, 프로피온산 부산물, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸 및 프로피온산 전구체들을 포함한 증기 분획물, 및 비휘발성 이리듬 촉매, 비휘발성 선택적 촉진제(들), 아세트산 및 물을 포함한 액체 분획물을 형성하도록 카르보닐화 반응기로부터 액체 반응 조성물을 인출하고, 열의 부가 여부에 관계 없이, 인출된 액체 반응 조성물의 적어도 일부를 플래시 존으로 도입하는 단계;
- [0006] (c) 플래시 존으로부터 카르보닐화 반응기로 액체 분획물을 재순환하는 단계;
- [0007] (d) 플래시 존으로부터 제 1 증류 존으로 증기 분획물을 도입하는 단계;
- [0008] (e) 플래시 존 증기 분획물의 도입 지점 위 지점에서 제 1 증류 존으로부터, 물, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸, 아세트산 및 프로피온산 전구체들을 포함한 경질분 (light ends) 재순환 스트림을 제거하는 단계로서, 상기 스트림은 카르보닐화 반응기로 전체적으로 또는 부분적으로 재순환되는, 단계, 및
- [0009] (f) 플래시 존 증기 분획물의 도입 지점 아래 지점에서 제 1 증류 존으로부터, 아세트산 생성물, 프로피온산 부산물, 및 1500 ppm 미만의 물을 포함한 프로세스 스트림을 제거하는 단계, 및
- [0010] (g) 단계 (f) 에서 제거된 프로세스 스트림이 400 ppm 보다 많은 프로피온산을 포함한다면, 상기 스트림을 제 2 증류 칼럼으로 도입하고, (f) 로부터의 스트림의 도입 지점 아래 지점으로부터 프로피온산 부산물을 제거하고 (f) 로부터의 스트림의 도입 지점 위 지점으로부터 400 ppm 미만의 프로피온산과 1500 ppm 미만의 물을 함유하는 아세트산 프로세스 스트림을 제거하는 단계.
- [0011] EP 0 849 250 A1 의 단계 (g) 에서 선택적 제 2 증류 칼럼의 구성 및 작동의 단지 제한된 세부사항만 제공된다.
- [0012] WO 2009/042078 A1 은 개선된 정제를 갖는 아세트산 제조 방법 및 장치를 개시한다. WO 2009/042078 A1 에서 제공된 정제 개선은 개시된 증질분 칼럼의 구성 및 작동에 직접 관련되지 않고, 증질분 칼럼의 구성 및 작동의 단지 제한된 세부사항만 제공된다.
- [0013] WO 2012/014393 A1 은 고순도를 갖는 아세트산 제조 프로세스를 제공한다. WO 2012/014393 A1 에, 칼럼의 바닥으로부터 더 높은 비등 성분 (예컨대, 프로피온산) 중 적어도 일부를 분리하는 제 2 증류 칼럼이 개시된다. WO 2012/014393 A1 의 제 2 증류 칼럼의 구성 및 작동의 단지 제한된 세부사항만 제공된다.
- [0014] US 2010/0063319 A1 은 아세트산 제조 프로세스를 제공하고, 상기 프로세스는 촉매, 촉매 안정제, 아세트산, 메탄올, 요오드화 메틸, 메틸 아세테이트, 물 및 일산화탄소를 포함한 반응 혼합물을 형성하도록 메탄올을 카르보닐화하는 단계, 및 촉매와 촉매 안정제를 포함한 바닥 스트림, 아세트산과 물을 포함한 사이드드로 (sidedraw) 스트림, 및 메탄올, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸 및 물을 포함한 오버헤드 스트림으로 분리하도록 반응 혼합물의 적어도 일부를 증류 칼럼에 도입하는 단계를 포함한다. US 2010/0063319 A1 에 의해 제공된 프로세스는 플래시 탱크의 사용을 제거한다. 증류 칼럼으로부터 제거된 사이드드로 스트림은 선택적으로 물을 제거하는 건조 증류, 및 프로피온산과 같은 중질 불순물들을 제거하는 증질분 증류와 같은 추가 정제를 부여받는다. US 2010/0063319 A1 은 선택적 증질분 증류의 구성 또는 작동에 관해 어떠한 세부사항도 제공하지 않는다.
- [0015] 아세트산 생성물로부터 프로피온산의 제거를 위한 증질분 칼럼의 작동은, 부산물 프로피온산이 아세트산보다 더 높은 비등점을 가진다는 사실 때문에 다량의 에너지를 요구한다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0016] 아세트산 제조 유닛의 증질분 칼럼의 작동 개선, 예로 증질분 증류 칼럼의 작동에서 에너지 사용 개선의 필요성이 본 기술분야에 여전히 존재한다.

**과제의 해결 수단**

- [0017] 본 발명은 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법을 제공하고, 상기 제조 유닛은 적어도 반응 섹션, 경질분 증류 칼럼을 구비한 경질분 회수 섹션 및 중질분 칼럼을 포함하고, 상기 경질분 회수 섹션으로부터 수득된 아세트산 및 프로피온산을 포함한 스트림은 상기 중질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 상기 중질분 칼럼으로 공급되고, 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 위 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 프로피온산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 상기 공급물 입구 위 상기 중질분 칼럼 내 압력이 상기 중질분 칼럼으로 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮은 조건 하에 상기 중질분 칼럼은 작동되고, 상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 바람직하게 적어도 7 개, 보다 바람직하게 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 상기 중질분 칼럼의 부분에서 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이다.
- [0018] 본 발명은 추가로 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림으로부터 아세트산을 분리하기 위한 프로세스를 제공하고, 상기 프로세스에서, 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림은 증류 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 증류 칼럼으로 공급되고, 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 위 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 상기 증류 칼럼으로부터 인출되고, 프로피온산을 포함하는 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 아래 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 상기 증류 칼럼으로부터 인출되고, 상기 공급물 입구 위 상기 증류 칼럼 내 압력이 상기 증류 칼럼으로 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 상기 스트림의 압력보다 낮은 조건 하에 상기 증류 칼럼이 작동되고, 상기 헤드 압력은 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 바람직하게 적어도 7 개, 보다 바람직하게 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 상기 증류 칼럼의 부분에서 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이도록 상기 증류 칼럼이 구성된다.
- [0019] 본 발명은 또한 추가로 반응 섹션, 경질분 칼럼을 구비하는 경질분 회수 섹션 및 중질분 칼럼을 포함하는 아세트산 제조 유닛에서 아세트산을 제조하기 위한 프로세스를 제공하고, 상기 프로세스는:
- [0020] (a) 상기 반응 섹션에서, VIII 족 금속 카르보닐화 촉매, 요오드화 메틸 조촉매, 아세트산, 물, 메틸 아세테이트, 프로피온산 부산물, 및 선택적으로 촉진제를 포함한 액체 반응 조성물에서 일산화탄소로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체를 카르보닐화하는 단계;
- [0021] (b) 물, 아세트산, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸, 및 프로피온산 부산물을 포함하는 증기 분획물, 및 촉매를 포함하는 액체 분획물을 생성하도록 상기 액체 반응 조성물의 적어도 일부를 상기 반응 섹션으로부터 인출하고 상기 인출된 액체 반응 조성물을 플래시 존으로 도입하는 단계;
- [0022] (c) 상기 플래시 존으로부터 상기 반응 섹션으로 상기 액체 분획물을 재순환시키는 단계;
- [0023] (d) 상기 플래시 존으로부터 수득된 증기 분획물을 상기 경질분 회수 섹션의 상기 경질분 칼럼에 공급하는 단계;
- [0024] (e) 상기 경질분 칼럼으로부터 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 제거하는 단계;
- [0025] (f) 선택적으로, 별도의 건조 칼럼에서 상기 경질분 칼럼으로부터 제거된 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 건조하는 단계; 및
- [0026] (g) 상기 중질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 상기 중질분 칼럼에 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 공급하고, 상기 공급물 입구 위에서 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 본질적으로 아세트산을 포함하는 생성물 스트림을 인출하고, 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 프로피온산을 포함한 생성물 스트림을 인출하는 단계를 포함하고,
- [0027] 상기 공급물 입구 위 상기 중질분 칼럼 내 압력은 상기 중질분 칼럼으로 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮은 조건 하에 상기 중질분 칼럼은 작동되고, 상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 바람직하게 적어도 7 개, 보다 바람직하게 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 상기 중질분 칼럼의 부분에서 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이다.

**도면의 간단한 설명**

- [0028] 도 1 은 아세트산 생성물의 톤당 MW 로 리보일러 듀티를 나타내고 또한 시뮬레이션된 증질분 칼럼의 모든 순열 (permutations) 에 대한 공급 압력을 나타낸다.
- 도 2 는 아세트산 생성물의 톤당 MW 로 리보일러 듀티를 나타내고 또한 시뮬레이션된 증질분 칼럼의 모든 순열 에 대한 칼럼 베이스 온도를 나타낸다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0029] 본 발명은 전형적으로 사용되는 증질분 칼럼 구성과 비교해 리보일러에 대해 감소된 에너지 요건들을 가지는 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 작동하는 방법을 제공한다. 본 발명은 또한 독립적으로 증류 칼럼으로서 본원에 규정된 대로 증질분 칼럼을 사용해 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림으로부터 본질적으로 아세트산을 포함한 스트림을 분리하기 위한 프로세스를 제공한다.
- [0030] 아세트산 제조 유닛에서 증질분 칼럼을 위한 리보일러 에너지 요건들은 분리의 이론적 스테이지마다 낮은 압력 강하를 가지는 칼럼 질량 전달 기기들 (분류를 개선하는데 사용된 증류 칼럼 내 구조물들, 예로 트레이들 및 패킹) 을 사용함으로써 감소될 수 있고, 놀랍게도 공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구 사이 칼럼의 부분에서 이론적 분리 스테이지마다 낮은 압력 강하를 가지는 칼럼 내부물들의 사용은 증질분 증류 칼럼의 다른 부분들에서 이런 칼럼 질량 전달 기기들의 사용보다 리보일러 에너지 요건들에서 훨씬 더 큰 감소를 제공하는 것을 발견하였다.
- [0031] 따라서, 놀랍게도, 1.0 bara 미만의 헤드 압력과 조합하여, 공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구 사이 증질분 칼럼의 부분에서 이론적 분리 스테이지마다 낮은 압력 강하를 가지고 증질분 칼럼을 작동함으로써, 여전히 동일한 분리 성능을 유지하면서 (에너지 면에서) 크게 낮은 리보일러 듀티가 사용될 수도 있음을 발견하였다. 또한, 놀랍게도, 공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구 사이 증질분 칼럼의 부분에서 이론적 분리 스테이지마다 낮은 압력 강하를 가지지 않는 구성들에 대해, 공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구 사이 부분과 비교해 사이드드로 생성물 출구 위와 공급물 입구 아래 증질분 칼럼의 부분들에서 더 많은 전체 수의 이론적 스테이지들이 존재할 때에도, 리보일러 듀티가 (에너지 면에서) 사이드드로 생성물 출구 위와 공급물 입구 아래 증질분 칼럼의 부분들에서 이론적 분리 스테이지마다 압력 강하 감소에 의해 크게 감소되지 않는 것으로 관찰되었다.
- [0032] 본 발명에서 사용된 바와 같은 용어 "아세트산 제조 유닛" 은 정제된 아세트산 생성물을 생성하는 유닛을 의미한다.
- [0033] 본 발명에서, 아세트산 제조 유닛은 반응 섹션, 경질분 칼럼을 포함하는 경질분 회수 섹션, 및 증질분 칼럼을 포함한다. 전형적으로, 플래시 존은 반응 섹션과 경질분 회수 섹션 사이에서 이용된다. 다른 반응기들 또는 증류 섹션들이 또한 존재할 수도 있다.
- [0034] 본 발명에서, 아세트산을 생성하는 프로세스는, 추후 아세트산 제조 유닛 내 프로피온산으로 변환되는 프로피온산으로 전구체 화합물들을 생성하는 프로세스들을 포함해, 프로피온산을, 부산물 또는 공동 생성물로서 또한 생성하는 프로세스이다. 본 발명의 일 특정 실시형태에서, 아세트산을 생성하는 프로세스는 VIII 족 금속 촉매 시스템의 존재 하에 일산화탄소로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체를 카르보닐화하는 것이다. VIII 족 금속 촉매 시스템의 존재 하에 일산화탄소로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체를 카르보닐화함으로써 아세트산을 제조하기 위한 제조 유닛 장비, 및 그것의 작동은 본 기술분야에 잘 알려져 있다.
- [0035] 본 발명에서 지칭되는 것으로서 아세트산 제조 유닛의 반응 섹션은 아세트산 함유 생성물 스트림을 생성하는데 사용될 수도 있는 임의의 적합한 반응 유닛일 수도 있다. 특정한 일 실시형태에서, 아세트산 제조 유닛의 반응 섹션은 반응기 또는 1 개 초과 반응기이고 상기 반응기 내에서 아세트산은 VIII 족 금속 촉매 시스템의 존재 하에 일산화탄소로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체를 카르보닐화함으로써 생성될 수도 있다. 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 이용될 수도 있는 적합한 반응기들 및 다수 반응기들의 구성은 본 기술분야에 공지되어 있다.
- [0036] 아세트산 제조 유닛의 반응 섹션 내에서, 아세트산 제조를 위한 적합한 반응이 수행된다; 특정한 일 실시형태에서, VIII 족 금속 카르보닐화 촉매 및 요오드화 메틸의 존재 하에 일산화탄소를 이용한 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화는 아세트산을 생성하도록 수행된다. 메탄올의 카르보닐화를 위한 프로세스들 및



VIII 족 금속 촉매들은 본 기술분야에 잘 알려져 있다.

- [0037] VIII 족 금속 촉매 시스템의 존재 하에 일산화탄소를 이용한 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화를 위한 프로세스들은 균질한 프로세스 또는 불균질한 프로세스로서 구성될 수도 있다.
- [0038] 적합하게, 불균질한 카르보닐화 프로세스에서 로듐 및/또는 이리듐과 같은 VIII 족 금속 카르보닐화 촉매는 탄소 및 활성탄과 같은 불활성 담지체에 담지된다. 선택적으로, 촉매는 또한 적어도 하나의 금속 촉진제를 포함할 수도 있다. 적합한 금속 촉진제들은 루테튬, 철, 니켈, 리튬 및 코발트를 포함한다. 메탄올 반응물이 액체 및/또는 증기 상으로 프로세스에 공급될 수도 있다. 요오드화 메틸 및 선택적인 물은 바람직하게 증기 상으로 프로세스에 공급된다.
- [0039] 적합하게, 균질한 액체 상의 카르보닐화 프로세스는 VIII 족 금속 카르보닐화 촉매, 요오드화 메틸, 메틸 아세테이트와 물을 포함한 액체 반응 조성물을 이용하고, 액체 반응 조성물은 또한 다량의 프로피온산 부산물을 포함할 것이다.
- [0040] 적합하게, 액체 반응 조성물 중 VIII 족 금속 카르보닐화 촉매는, 액체 반응 조성물에서 가용성인 이리듐 및/또는 로듐-함유 화합물이다. 이리듐 및/또는 로듐 카르보닐화 촉매는, 액체 반응 조성물에서 용해되거나 가용성 형태로 변환가능한 임의의 적합한 형태로 액체 반응 조성물에 부가될 수도 있다.
- [0041] 액체 반응 조성물에서 사용될 수도 있는 적합한 이리듐 함유 화합물들의 예들은  $\text{IrCl}_3$ ,  $\text{IrI}_3$ ,  $\text{IrBr}_3$ ,  $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}]_2$ ,  $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{Cl}]_2$ ,  $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{Br}]_2$ ,  $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}]^-$ ,  $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{Br}]^-$ ,  $[\text{Ir}(\text{CO})_2\text{I}]^-$ ,  $[\text{Ir}(\text{CH}_3)_3\text{I}_3(\text{CO})_2]^-$ ,  $\text{Ir}_4(\text{CO})_{12}$ ,  $\text{IrCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{IrBr}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ir}_3(\text{CO})_{12}$ , 이리듐 금속,  $\text{Ir}_2\text{O}_3$ ,  $\text{IrO}_2$ ,  $\text{Ir}(\text{acac})(\text{CO})_2$ ,  $\text{Ir}(\text{acac})_3$ , 이리듐 아세테이트,  $[\text{Ir}_3\text{O}(\text{OAc})_6(\text{H}_2\text{O})_3][\text{OAc}]$ , 및 헥사클로로이리듐산  $[\text{H}_2\text{IrCl}_6]$ , 바람직하게, 아세테이트, 옥살레이트 및 아세토아세테이트와 같은 이리듐의 무염화물 착물들을 포함한다.
- [0042] 적합하게, 액체 반응 조성물 중 이리듐 촉매의 농도는 100 ~ 6000 중량ppm 범위의 이리듐이다.
- [0043] 액체 반응 조성물에서 사용될 수도 있는 적합한 로듐 함유 화합물들의 예들은  $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{Cl}]_2$ ,  $[\text{Rh}(\text{CO})_2\text{I}]_2$ ,  $[\text{Rh}(\text{Cod})\text{Cl}]_2$ , 염화 로듐(III), 염화 트리하이드레이트 로듐(III), 브롬화 로듐(III), 요오드화 로듐(III), 아세테이트 로듐(III), 로듐 디카르보닐아세틸아세토네이트,  $\text{RhCl}_3(\text{PPh}_3)_3$  및  $\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2$  를 포함한다.
- [0044] 적합하게, 액체 반응 조성물 중 로듐 촉매의 농도는 반응기 및/또는 생성물 회수 시스템에서 1 ppm ~ 가용성 한계까지의 범위, 전형적으로 10 ~ 1500 중량ppm 범위의 로듐이다.
- [0045] VIII 족 금속 카르보닐화 촉매가 이리듐 카르보닐화 촉매인 경우에, 액체 반응 조성물은 선택적으로 루테튬, 오스뮴 및 레늄으로 구성된 군에서 선택된 촉진제를 함유할 수도 있다.
- [0046] VIII 족 금속 카르보닐화 촉매가 로듐 카르보닐화 촉매인 경우에, 액체 반응 조성물은 선택적으로 알칼리 금속 및/또는 유기 요오드화물, 예로 제 4 급 암모늄 요오드화물로부터 선택된 촉진제를 함유할 수도 있다. 바람직하게, 촉진제는 요오드화 리튬이다.
- [0047] 로듐-촉매화 카르보닐화를 위한 액체 반응 조성물 중 메틸 아세테이트의 농도는 적합하게 0.1 ~ 70 중량% 의 범위에 있고 이리듐-촉매화 카르보닐화를 위한 농도는 적합하게 1 ~ 70 중량% 의 범위에 있다.
- [0048] 물은 액체 반응 조성물에 존재한다. 물은 메탄올과 아세트산 생성물 사이 에스테르화 반응에 의해 액체 반응 조성물에서 인 사이투 (in situ) 형성된다. 부가적 물은 액체 반응 조성물의 다른 성분들과 함께 또는 분리하여 카르보닐화 반응기로 도입될 수도 있다. 바람직하게, 액체 반응 조성물 중 물의 농도는 0.1 ~ 15 중량%, 보다 바람직하게 1 ~ 15 중량% 의 범위에 있다.
- [0049] 부산물 프로피온산은 또한 액체 반응 조성물에 존재한다. 액체 반응 조성물 중 프로피온산의 농도는 이용된 정확한 촉매 시스템 및 조건들에 의존하지만, 액체 반응 조성물 중 프로피온산의 전형적인 농도는 200 ~ 2500 ppmw 의 범위, 보다 전형적으로 400 ~ 2000 ppmw 의 범위, 예로 600 ~ 1400 ppmw 의 범위에 있을 수도 있다.
- [0050] 액체 반응 조성물에 사용된 요오드화 메틸의 농도는 바람직하게 1 ~ 20 중량% 의 범위에 있다.
- [0051] 용매, 바람직하게 아세트산이 액체 반응 조성물에서 사용될 수도 있다.

- [0052] 카르보닐화 프로세스는 일산화탄소를 이용한다. 일산화탄소는 본질적으로 순수할 수도 있고, 또는 이산화탄소, 메탄, 질소, 수소 및 비활성 가스들과 같은 불순물들을 함유할 수도 있다.
- [0053] 적합하게, 일산화탄소의 분압은 약 1 ~ 약 70 bar, 예를 들어 약 1 ~ 약 35 bar 이다.
- [0054] 적합하게, 카르보닐화 프로세스는 약 10 ~ 약 100 barg 의 전압에서 실시된다.
- [0055] 적합하게, 카르보닐화 프로세스는 약 100 ~ 약 300 °C 의 온도에서 실시된다.
- [0056] 카르보닐화 프로세스는 배치식 (batch) 또는 연속적, 바람직하게 연속적 프로세스로서 작동될 수도 있다.
- [0057] 플래시 존은 바람직하게 아세트산 제조 유닛의 반응 섹션과 경질분 회수 섹션 사이에서 이용된다. 플래시 존의 목적은, 반응 섹션으로부터의 액체 반응 조성물을, (i) 후에 경질분 칼럼으로 도입되는 물, 아세트산 생성물, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸 및 프로피온산을 포함하는 증기 분획물, 및 (ii) 촉매를 포함한 액체 분획물로 분리하는 것이다. 액체 분획물은 반응 섹션으로 재순환될 수 있다.
- [0058] 플래시 존에서 사용하기 위한 적합한 장비 및 조건들은 본 기술분야의 당업자들에게 잘 알려져 있을 것이다.
- [0059] 아세트산 제조 유닛의 경질분 회수 섹션은, 반응 섹션 (또는 플래시 존이 반응 섹션과 경질분 회수 섹션 사이에 위치결정될 때 플래시 존) 으로부터 경질분 회수 섹션으로 통과하는 스트림으로부터, 아세트산보다 더 휘발성이 있는 성분들을 적어도 분리하기 위한 목적을 제공한다.
- [0060] 아세트산 제조 프로세스가 VIII 족 금속 촉매 시스템의 존재 하에 일산화탄소를 이용한 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의한 실시형태에서, 아세트산 제조 유닛의 경질분 회수 섹션은 (반응 섹션으로부터 액체 반응 조성물 및/또는 플래시 존으로부터 증기 분획물의) 미가공 아세트산 정제 및 반응 섹션으로 요오드화 메틸과 메틸 아세테이트를 재순환하기 위한 이중 목적을 제공한다.
- [0061] 아세트산을 제조하는 프로세스가 VIII 족 금속 촉매 시스템의 존재 하에 일산화탄소를 이용한 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의한 실시형태에서, '경질분 칼럼' 은, 경질분들, 요오드화 메틸 및 메틸 아세테이트로부터 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 미가공 아세트산 생성물을 분리하는 증류 칼럼이다. 따라서, 본원에서 사용된 대로, 용어 '경질분 칼럼' 은, 본 기술분야에서 '경질분 증류 칼럼들' 및 '조합된 경질분 및 건조 칼럼들' 로서 지칭되는 이러한 증류 칼럼들을 포함할 것이다. 조합된 경질분 및 건조 칼럼은, 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 건조 아세트산 생성물을 생성하도록 물이 전술한 미가공 아세트산 생성물로부터 제거되는 경질분 칼럼이다.
- [0062] 아세트산과 선택적으로 또한 프로피온산을 포함하는 스트림들을 참조하여 사용된 대로 용어 "건조", "건조된" 등은, 최대 1500 ppmw 의 물을 함유한 스트림들을 의미한다.
- [0063] 전형적으로, 아세트산이 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의해 생성되었을 때, 경질분 칼럼으로의 공급 스트림은 아세트산, 물, 일산화탄소, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸 및 프로피온산을 포함하는 증기 스트림이다. 보다 전형적으로, 증기 스트림은 플래시 존으로부터 수득된 증기 분획물일 것이다.
- [0064] 경질분 칼럼에서, 보다 높은 비등 아세트산 및 프로피온산은 요오드화 메틸 및 메틸 아세테이트와 같은 보다 낮은 비등 성분들로부터 분리된다.
- [0065] 요오드화 메틸 및 메틸 아세테이트로부터 아세트산 및 프로피온산의 분리가 달성된다면, 경질분 칼럼이 작동되는 조건들 및 구성은 중요하지 않다. 적합하게, 경질분 칼럼은 최대 40 개까지의 이론적 스테이지들을 가질 수도 있다. 칼럼은 임의의 적합한 압력, 예를 들어, 1.0 ~ 3.0 barg, 전형적으로 1.0 ~ 2.5 barg 의 헤드 압력, 및 1.2 ~ 3.8 barg, 전형적으로 1.2 ~ 3.5 barg 의 베이스 압력에서 작동될 수도 있다. 경질분 칼럼의 작동 온도는, 공급물의 조성, 헤드들과 베이스 스트림들 및 작동 압력을 포함한, 다수의 인자들에 의존할 것이다. 전형적인 베이스 온도들은 125 °C ~ 180 °C 의 범위에 있을 수도 있고 전형적인 헤드 온도들은 105 °C ~ 140 °C 의 범위에 있을 수도 있다.
- [0066] 일반적으로, 적어도 2 개의 스트림들이 경질분 칼럼으로부터 제거되고, 스트림은 아세트산과 프로피온산을 포함하고, 칼럼으로부터의 오버헤드로서, 증기 분획물은 메틸 아세테이트, 물, 아세트산 및 일산화탄소를 포함하고, 아세트산이 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의해 생성되는 경우에, 또한 요오드화 메틸을 포함한다.
- [0067] 아세트산과 프로피온산을 포함하는 스트림은 경질분 칼럼의 임의의 적합한 지점으로부터, 예를 들어, 공급 지점

아래에서부터, 또는 액체 또는 증기로서 칼럼의 베이스로부터 제거될 수도 있다.

- [0068] 경질분 칼럼으로부터 제거된 아세트산 및 프로피온산을 포함한 스트림은, 예를 들어 건조 칼럼에서, 필요하다면, 건조될 수도 있다. 경질분 칼럼이 조합된 경질분 증류 및 건조 칼럼이라면 별도의 건조 칼럼은 일반적으로 요구되지 않는다.
- [0069] 분리된 물은 반응기로 재순환될 수 있고 그리고/또는 프로세스로부터 제거될 수 있다.
- [0070] 경질분 회수 섹션의 제 2 부분은 액체 분획물을 생성하도록 경질분 칼럼으로부터 오버헤드 증기 분획물을 응축하기 위해서 하나 이상의 응축기들 및/또는 냉각기들을 포함한 응축기 섹션으로 구성된다. 오버헤드 증기 분획물을 액체 상으로 응축하는데 공지된 임의의 적합한 방법이 이용될 수 있지만 전형적으로 이것은 예를 들어 적어도 하나의 열교환기를 냉각하고, 사용함으로써 달성된다. 열교환기(들)는 냉각 매체로서 물을 공급받을 수도 있다.
- [0071] 응축되지 않은 경질분 칼럼으로부터의 오버헤드 증기 분획물의 그런 성분들, 예를 들어 일산화탄소, 이산화탄소, 불활성 가스들, 반응 부산물 가스들은 오프-가스 스트림으로서 응축기 섹션으로부터 제거된다. 아세트산이 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의해 생성되었을 때, 이 오프-가스 스트림은 혼입 (entrained) 요오드화 메틸 및/또는 증발 요오드화 메틸로서 존재되는 요오드화 메틸을 포함하고, 일반적으로 또한 약간의 메틸 아세테이트와 물을 포함한다.
- [0072] 응축기 섹션으로부터의 액체 분획물은 주로 메틸 아세테이트, 물과 아세트산을 포함하고, 아세트산이 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의해 생성되었을 때, 요오드화 메틸을 포함하지만, 그것은 또한 일산화탄소, 이산화탄소와 불활성 가스들과 같은 혼입되거나 용해된 가스 성분들을 함유할 수도 있다.
- [0073] 응축기 섹션으로부터, 액체 분획물은 그것이 2 개의 층들, 메틸 아세테이트, 및 아세트산이 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체의 카르보닐화에 의해 생성되었을 때, 요오드화 메틸을 포함하는 하부 (유기) 층, 및 물을 포함하는 상부 (수성) 층으로 분리되는 디캔터로 통과될 수도 있다. 디캔터로부터 상부 (수성) 층의 적어도 일부, 바람직하게 전부는 전형적으로 환류 스트림으로서 경질분 칼럼의 상단 또는 그 가까운 지점으로 복귀된다. 디캔터로부터 하부 (유기) 층의 적어도 일부, 바람직하게 전부는 전형적으로 반응 섹션으로 재순환된다.
- [0074] 오프-가스는 또한 디캔터로부터 인출될 수도 있다.
- [0075] 경질분 칼럼 및 선택적으로 디캔터로부터 인출된 오프-가스는 전형적으로 처리 전 오프-가스 스크리빙 유닛으로 보내질 것이다.
- [0076] 본 발명에서, 중질분 칼럼으로 공급된 경질분 회수 섹션으로부터 수득된 아세트산과 프로피온산을 포함하는 스트림은 바람직하게 아세트산과 프로피온산을 포함한 건조 아세트산 생성물이다. 따라서, 경질분 회수 섹션으로부터 수득된 아세트산과 프로피온산을 포함하는 스트림이 1500 ppmw 보다 많은 물을 포함한다면, 그것은 바람직하게 중질분 칼럼으로 통과하기 전 별도의 건조 칼럼에서 건조된다. 1500 ppmw 보다 많은 물을 가지는, 프로피온산을 함유한 스트림들을 포함해, 아세트산 스트림들을 건조하기 위한 적합한 칼럼들 및 조건들은 본 기술분야에 잘 알려져 있고 임의의 이러한 적합한 프로세스가 사용될 수도 있다.
- [0077] 경질분 회수 섹션으로부터 수득된, 아세트산과 프로피온산을 포함한 스트림, 바람직하게 아세트산과 프로피온산을 포함한 건조 스트림은 그 후 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 중질분 칼럼으로 공급되고 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 사이드드로 생성물 출구를 통하여 중질분 칼럼으로부터 인출된다. 프로피온산을 포함한 생성물 스트림은 또한 중질 생성물 출구를 통하여 중질분 칼럼으로부터 인출된다. 아세트산을 포함한 부가적 스트림들은, 또한, 중질분 칼럼으로부터 오버헤드로서 제거되는 아세트산 스트림들과 같이, 중질분 칼럼으로부터 제거될 수도 있다.
- [0078] 본 발명에서 중질분 칼럼으로부터 인출된 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 전형적으로 최대 400 ppmw 의 프로피온산, 바람직하게 400 ppmw 미만의 프로피온산, 보다 바람직하게 300 ppmw 미만의 프로피온산, 예로 250 ppmw 이하의 프로피온산을 포함할 것이다. 바람직하게, 본 발명에서 중질분 칼럼으로부터 인출된 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 최대 400 ppmw 의 프로피온산, 바람직하게 400 ppmw 미만의 프로피온산, 보다 바람직하게 300 ppmw 미만의 프로피온산, 예로 250 ppmw 이하의 프로피온산, 최대 1500 ppmw, 바람직하게 1500 ppmw 미만의 물을 포함할 것이다.
- [0079] 본 발명의 일 특정 실시형태에서, 본 발명에서 중질분 칼럼으로부터 인출된 본질적으로 아세트산을 포함한 생성

물 스트림은 400 ppmw 미만의 프로피온산 (보다 바람직하게 300 ppmw 미만의 프로피온산, 예로 250 ppmw 이하의 프로피온산), 1500 ppmw 미만의 물을 포함할 것이고, 프로피온산과 물 양자의 조합된 총량은 최대 1500 ppmw 이다.

- [0080] 본 발명의 증질분 칼럼은, 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구, 공급물 입구 위 칼럼 상의 지점에 위치결정된 사이드드로 생성물 출구, 및 공급물 입구 아래에 있는 칼럼의 지점에 위치결정된 증질 생성물 출구를 포함하는 증류 칼럼이다. 본 발명의 증질분 칼럼은 공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구에 대해 규정된 3개의 부분들: 즉, 사이드드로 생성물 출구 위에 있는 증류 칼럼으로 구성되는 상단 섹션, 사이드드로 생성물 출구와 공급물 입구 사이에 있는 중간 섹션, 및 공급물 입구 아래에 있는 바닥 섹션에 규정될 수도 있다.
- [0081] 본 발명의 증질분 칼럼에서, 중간 섹션 (공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구 사이 부분) 에서 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 바람직하게 적어도 7 개, 보다 바람직하게 적어도 10 개이다. 본 발명의 특정 실시형태에서, 중간 섹션에서 이론적 분리 스테이지들의 수는 10 ~ 20 개의 범위에 있고, 바람직하게 12 ~ 16 개의 범위에 있다.
- [0082] 증질분 칼럼의 중간 섹션에서 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이고; 즉, 증질분 칼럼의 중간 섹션에서 전체 압력 강하는 증질분 칼럼의 중간 섹션에 존재하는 이론적 분리 스테이지들의 수와 10 mbar 의 곱셈에 의해 계산된 전압 강하 값을 초과하지 않을 것이고, 예를 들어, 증질분 칼럼의 중간 섹션이 15 개의 이론적 분리 스테이지들을 포함한다면, 증질분 칼럼의 중간 섹션에서 최대 압력 강하는 150 mbar 이다. 본 발명의 특정 실시형태에서, 증질분 칼럼의 중간 섹션에 걸쳐 압력 강하 (즉, 공급물 입구와 사이드드로 생성물 출구 사이 전압 강하) 는 최대 80 mbar, 바람직하게 최대 60 mbar 이다.
- [0083] 증질분 칼럼의 상단 섹션 및 바닥 섹션에서 이론적 분리 스테이지들의 수는 본 발명에 중요하지 않고 본 기술분야의 당업자에 의해 쉽게 결정될 수도 있다.
- [0084] 증질분 칼럼은 또한 응축기에 연결된 칼럼의 상단에 출구를 가지는 것과 같은 증류 칼럼의 다른 종래의 특징들을 포함할 것이고, 증질분 칼럼의 베이스는 리보일러이다. 부가적 입구들 및/또는 출구들은 또한 응축기에서 응축된 임의의 액체를 복귀시키도록 칼럼의 상단 또는 그 가까이에 위치결정된 환류 입구와 같은 증질분 칼럼에 존재될 수도 있고, 부가적 생성물 출구들은 또한 증질분 칼럼에 존재할 수도 있고, 리보일러가 증류 칼럼의 부분을 형성하지 않는 구성들에서, 입구는 칼럼의 베이스 또는 그 가까이에 존재할 수도 있다. 증질분 칼럼의 이러한 부가적 성분들의 구성 및 작동은 본 기술분야에 잘 알려져 있다.
- [0085] 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 사이드드로 출구를 통하여 증질분 칼럼으로부터 인출된다. 적합한 사이드드로 생성물 출구의 구성은 본 기술분야에서 잘 알려져 있고 임의의 이러한 적합한 사이드드로 출구 구성이 사용될 수도 있다.
- [0086] 사이드드로 생성물 출구의 특정한 일 구성에서, 사이드드로 생성물 출구는, 사이드드로 로케이션에서, 칼럼 질량 전달 기기, 바람직하게 트레이에 축적되는 액체 유동의 일부를 받아들인다. 액체는, 효과적으로 사이드드로 트레이의 주연에 위치한 섬프인 드로오프 박스에 수집되고, 그 후 칼럼의 측면에서의 사이드드로 노즐을 통하여 배출된다. 그리하여 인출되지 않은 액체 밸런스는 아래로 다음 이론적 분리 스테이지로 내부 환류를 제공하는데 사용된다. 유동이 증질분 칼럼에서 배출될 때 압력 손실이 사이드드로 노즐 위 드로오프 박스에서 이용가능한 액체의 정수두보다 크게 낮도록 보장하기 위해서 사이드드로 생성물 출구에서 이 사이드드로 노즐의 크기와 로케이션이 주의깊게 설정된다. 사이드드로 노즐 크기 및 그것이 당겨지는 트레이 아래 높이 (즉, 드로오프 박스의 길이) 는 2 상 유동을 회피하도록 구체적으로 계산된 방식으로 설정되어야 한다.
- [0087] 사이드드로 생성물 출구의 이 구성에서, 배출 압력 손실은 잠수 오리피스 방정식을 사용해 액체 생성물 배출 속도로부터 계산된다. 사이드드로 노즐의 상단으로부터 드로오프 박스의 상단까지 높이는, 잠수 오리피스 방정식으로부터 등가의 헤드 손실보다 더 큰 명확한 액체 정수두를 생성하도록 설정되고, 1.5 ~ 2.5 의 안전 계수는 또한 드로오프 박스에서 포말 (froth) 정도를 설명하는데 사용된다. 이런 식으로, 배출 사이드드로 노즐은, 액체를 포화 압력 미만으로 감소시키고 플래싱을 유발할 수 있는 압력 손실을 발생시키지 않도록 충분히 크다. 사이드드로 노즐의 상단으로부터 드로오프 박스의 상단으로 거리는 또한 상기 트레이로부터 액체 스트림으로 증기를 또한 유입시킬 수도 있는 와류 형성을 회피하도록 사이드드로 노즐의 직경보다 크도록 설정되고; 전형적으로 "격자 유형" 또는 "크로스 유형" 의 와류 브레이커는 또한 수직 공간이 제한된 상황에서 동일한 결과를 달성하도록 드로오프 박스에서 또한 사용될 수도 있다. 대안적으로, 사이드드로 노즐의 배출 (상단보다는) 중심선이 기준점으로서 설정되고 상기 기준점 위에서 와류 또는 플래싱을 회피하기 위해서 충분한 액체

높이가 이용가능해야 한다. 이런 조치를 사용하면, 단지 액체만 배출 사이드드로 노즐에 항상 존재하도록 효과적으로 보장할 수도 있어서, 2 상 유동이 초래할 수도 있는 임의의 제조 병목(bottlenecks) 과 불안정한 작동을 회피할 수도 있다.

- [0088] 이론적 분리 스테이지들의 수와 증질분 칼럼의 중간 섹션에 대한 압력 강하 기준이 실현된다면 증질분 증류 칼럼의 칼럼 질량 전달 기기들은 제한되지 않는다. 증류 칼럼들에 사용된 증래의 칼럼 질량 전달 기기들은 트레이들 및 패키징이다. 트레이들은 패키징과 비교해 이론적 분리 스테이지마다 더 큰 압력 강하를 가지는 경향이 있다. 하지만, 트레이들의 사용은, 그것이 패키징보다 더 두꺼운 재료들로 구성되는 경향이 있고 결과적으로 파괴 전 보다 높은 부식 정도를 견딜 수도 있다는 점에서, 특히 증질분 칼럼의 바닥 섹션에서 유리할 수도 있다.
- [0089] 증질분 칼럼의 중간 섹션이 요구되는 수의 이론적 분리 스테이지들을 포함하고 최대 규정된 압력 강하를 초과하지 않는다면, 증질분 칼럼의 중간 섹션은 트레이들, 패키징 또는 그것의 혼합물을 포함할 수도 있다. 본 발명의 바람직한 실시형태에서, 증질분 칼럼의 중간 섹션은 패키징을 포함한다.
- [0090] 패키징이 본 발명의 증질분 칼럼의 중간 섹션에서 사용될 때, 최대 허용된 압력 강하를 초과하지 않으면서 요구되는 수의 이론적 분리 스테이지들을 제공하는 임의의 적합한 유형의 패키징이 사용될 수도 있고; 사용될 수도 있는 적합한 유형들의 패키징의 예들은 폴 링 (Pall Rings), 새들 (Saddles), 라시히 링 (Raschig Rings), 파형 판 구조 패키징, 와이어-메시 구조 패키징 및 그리드 패키징을 포함하지만 이에 제한되지 않고; 사용될 수도 있는 패키징의 특정 예들은 Koch Glitsch IMTP (상표), ULTRA (상표), FLEXIRING (상표), HYPAK (상표), INTALOX 새들 (상표), CMR (상표), B-ETA 링 (상표), Sulzer I-링 (상표), C-링 (상표), P-링 (상표), Nutter 링 (상표), R-링 (상표), Sulzer Mellapak (상표) (또는 Mellapak Plus (상표)), Koch Glitsch Flexipac (상표) (또는 Flexipac HC (상표)), 및 Koch Glitsch INTALOX (상표) 을 포함한다.
- [0091] 증질분 칼럼의 상단 섹션은 트레이들, 패키징, 또는 그것의 혼합물을 포함할 수도 있다.
- [0092] 본 발명의 일 실시형태에서, 증질분 칼럼의 상단 섹션은 패키징을 포함한다. 이론에 얽매이지 않도록 희망하면서, 증질분 칼럼의 상단 섹션에서 패키징의 사용은 (에너지 면에서) 리보일러 듀티의 적은 감소를 제공할 수도 있는 것으로 생각된다.
- [0093] 본 발명의 다른 실시형태에서, 증질분 칼럼의 상단 섹션은 트레이들을 포함한다.
- [0094] 증질분 칼럼의 바닥 섹션은 트레이들, 패키징, 또는 그것의 혼합물을 포함할 수도 있다.
- [0095] 본 발명의 일 실시형태에서, 증질분 칼럼의 바닥 섹션은 패키징을 포함한다. 이론에 얽매이지 않도록 희망하면서, 증질분 칼럼의 바닥 섹션에서 패키징의 사용은 (에너지 면에서) 리보일러 듀티의 적은 감소와 리보일러 온도의 적은 감소를 제공할 수도 있는 것으로 생각된다.
- [0096] 본 발명의 다른 실시형태에서, 증질분 칼럼의 바닥 섹션은 트레이들을 포함한다.
- [0097] 본 발명의 일 실시형태에서, 증질분 칼럼에 공급되는 아세트산과 프로피온산을 포함하는 스트림은 적어도 부분적으로 증기 상이고, 바람직하게 그것은 혼합된 증기-액체 공급물로서 증질분 칼럼으로 공급된다. 바람직한 실시형태에서, 공급물 입구 위치에서 증질분 칼럼 내 압력은 1.0 bara 미만이다. 아세트산과 프로피온산을 포함하는 스트림이 증질분 칼럼으로 공급되는 공급물 입구 위치에서 압력은, 칼럼의 헤드와 공급물 입구 위치 사이 압력 강하 및 증질분 칼럼의 헤드 압력에 의해 결정된다. 증류 기술분야에 숙련된 당업자는 증질분 칼럼의 공급물 입구 위치에서 압력을 쉽게 결정하고 제어할 수 있을 것이다.
- [0098] 본 발명의 증질분 칼럼의 공급물 입구는 선택적으로 공급물 분배 기기를 포함할 수도 있고; 이러한 기기들 및 그것의 용도는 본 기술분야에 잘 알려져 있다.
- [0099] 본 발명의 증질분 칼럼은, 공급물 입구 위 증질분 칼럼 내 압력이 증질분 칼럼으로 공급되는 아세트산과 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮은 조건 하에 작동된다.
- [0100] 본 발명의 증질분 칼럼은, 헤드 압력이 1.0 bara 미만이도록 작동된다. 본 발명의 특정한 일 실시형태에서, 증질분 칼럼은, 헤드 압력이 0.9 bara 미만, 바람직하게 0.8 bara 미만, 보다 바람직하게 0.7 bara 미만이도록 작동된다. 본 발명의 다른 특정 실시형태에서, 증질분 칼럼은, 헤드 압력이 0.3 ~ 0.9 bara 의 범위, 바람직하게 0.4 ~ 0.8 bara 의 범위, 보다 바람직하게 0.5 ~ 0.7 bara 의 범위에 있도록 작동된다.
- [0101] 본 발명의 증질분 칼럼과 같은, 증류 칼럼들 내 헤드 압력의 제어는 본 기술분야에 잘 알려져 있고 증질분 칼럼

의 진공 작동을 위한 임의의 적합한 방법이 적용될 수도 있다.

- [0102] 1.0 bara 미만의 헤드 압력으로 작동하는 본 발명의 중질분 칼럼으로 인해, 대기압 미만인 칼럼의 부분들에서 공기 유입을 제한하거나 방지하는 예방책들, 예로 플랜지-유형 연결부들보다는 용접 연결부들의 사용을 취할 필요가 있을 수도 있다.
- [0103] 공급물 입구 위치에서 중질분 칼럼 내 압력이 1.0 bara 미만인 실시형태에서, 중질분 칼럼의 중간 섹션 및 상단 섹션에서 압력은 1.0 bara 미만일 것이고, 중질분 칼럼의 상단 섹션 및 중간 섹션에서 공기 유입을 제한하거나 방지하는 이런 예방책들, 예로 플랜지-유형 연결부들보다는 용접 연결부들의 사용을 취할 필요가 있을 수도 있다. 바람직하게, 공급물 입구를 포함한, 칼럼의 상단 섹션 및 중간 섹션에서 모든 연결부들이 용접된다.
- [0104] 중질분 칼럼의 베이스에서 압력이 1.0 bara 이하인 본 발명의 실시형태들에서, 중질분 칼럼의 바닥 섹션에서 공기 유입을 제한하거나 방지하는 예방책들, 예로 플랜지-유형 연결부들보다는 용접 연결부들의 사용을 취할 필요가 있을 수도 있다. 바람직하게, 칼럼의 바닥 섹션에서 모든 연결부들이 용접된다.
- [0105] 유리하게도, 칼럼의 베이스에서 압력이 대기압보다 크도록 충분한 압력 강하를 가지는 본 발명의 중질분 칼럼의 바닥 섹션에 칼럼 질량 전달 기기들을 사용함으로써, 중질분 칼럼의 바닥 섹션 내 압력이 공기 유입을 방지하기에 충분하므로 플랜지-유형 연결부들과 같은 종래의 연결부들이 중질분 칼럼의 바닥 섹션에서 이용될 수도 있다. 의심의 여지를 없애기 위해, 중질분 칼럼의 바닥 섹션은 공급물 입구를 포함하지 않지만 공급물 입구 아래에 중질분 칼럼의 부분을 포함한다. 플랜지-유형의 연결부들의 사용은, 용접 연결부들의 사용과 비교해 본 발명의 중질분 칼럼의 보다 비용 효과적이고 단순화된 구성을 제공할 수도 있다.
- [0106] 따라서, 본 발명의 바람직한 실시형태에서, 중질분 칼럼은 바닥 섹션에 트레이들을 포함하고, 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 10 mbar 초과, 바람직하게 적어도 15 mbar, 더욱더 바람직하게 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 적어도 20 mbar 의 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 압력 강하를 갖는다.
- [0107] 본 발명의 다른 바람직한 실시형태에서, 중질분 칼럼은 바닥 섹션에 트레이들을 포함하고, 중질분 칼럼의 베이스에서 압력이 대기압보다 크도록 압력 강하를 갖는다.
- [0108] 본 발명의 다른 바람직한 실시형태에서, 중질분 칼럼은 바닥 섹션에 트레이들을 포함하고, 중질분 칼럼의 베이스에서 압력이 적어도 1.05 bara, 바람직하게 적어도 1.1 bara 이도록 압력 강하를 갖는다.
- [0109] 본 발명의 다른 바람직한 실시형태에서, 중질분 칼럼은 바닥 섹션에 트레이들을 포함하고, 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 10 mbar 초과, 바람직하게 적어도 15 mbar, 더욱더 바람직하게 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 적어도 20 mbar 의, 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 압력 강하를 가지고, 중질분 칼럼의 베이스에서 압력은 대기압보다 크도록 압력 강하를 갖는다.
- [0110] 본 발명의 다른 바람직한 실시형태에서, 중질분 칼럼은 바닥 섹션에 트레이들을 포함하고, 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 10 mbar 초과, 바람직하게 적어도 15 mbar, 더욱더 바람직하게 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 적어도 20 mbar 의, 중질분 칼럼의 바닥 섹션의 이론적 분리 스테이지마다 압력 강하를 가지고, 중질분 칼럼의 베이스에서 압력은 적어도 1.05 bara, 바람직하게 적어도 1.1 bara 이도록 압력 강하를 갖는다.
- [0111] 본 발명의 제 1 양태에 따르면, 아세트산 제조 유닛에서 중질분 칼럼을 작동하는 방법이 제공되고, 상기 제조 유닛은 적어도 반응 섹션, 경질분 증류 칼럼을 구비한 경질분 회수 섹션 및 중질분 칼럼을 포함하고, 상기 경질분 회수 섹션으로부터 수득된 아세트산 및 프로피온산을 포함한 스트림은 상기 중질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 상기 중질분 칼럼으로 공급되고, 본질적으로 아세트산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 위 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 프로피온산을 포함한 생성물 스트림은 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 중질 생성물 출구를 통하여 상기 중질분 칼럼으로부터 인출되고, 상기 공급물 입구 위 상기 중질분 칼럼 내 압력이 상기 중질분 칼럼으로 공급되는 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림의 압력보다 낮은 조건 하에 상기 중질분 칼럼은 작동되고, 상기 중질분 칼럼의 헤드 압력은 1.0 bara 미만이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 이론적 분리 스테이지들의 수는 적어도 5 개, 바람직하게 적어도 7 개, 보다 바람직하게 적어도 10 개이고, 상기 공급물 입구와 상기 사이드드로 생성물 출구 사이 상기 중질분 칼럼의 부분에서 압력 강하는 이론적 분리 스테이지마다 최대 10 mbar 이다.

- [0112] 본 발명의 추가 양태에 따르면, 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림으로부터 아세트산을 분리하기 위한 프로세스가 제공되고, 상기 스트림은 위에서 규정된 대로 증질분 칼럼에 대응하는 특징들을 가지는 증류 칼럼으로 공급되고, 위에서 규정된 대로 증질분 칼럼의 작동에 따라 작동된다.
- [0113] 본 발명의 추가 양태에 따르면, 반응 섹션, 경질분 칼럼을 구비하는 경질분 회수 섹션 및 증질분 칼럼을 포함하는 아세트산 제조 유닛에서 아세트산을 제조하기 위한 프로세스가 제공되고, 상기 프로세스는:
- [0114] (a) 상기 반응 섹션에서, VIII 족 금속 카르보닐화 촉매, 요오드화 메틸 조촉매, 아세트산, 물, 메틸 아세테이트, 프로피온산 부산물, 및 선택적으로 촉진제를 포함한 액체 반응 조성물에서 일산화탄소로 메탄올 및/또는 그것의 반응성 유도체를 카르보닐화하는 단계;
- [0115] (b) 물, 아세트산, 메틸 아세테이트, 요오드화 메틸, 및 프로피온산 부산물을 포함하는 증기 분획물, 및 촉매를 포함하는 액체 분획물을 생성하도록 상기 액체 반응 조성물의 적어도 일부를 상기 반응 섹션으로부터 인출하고 상기 인출된 액체 반응 조성물을 플래시 존으로 도입하는 단계;
- [0116] (c) 상기 플래시 존으로부터 상기 반응 섹션으로 상기 액체 분획물을 재순환하는 단계;
- [0117] (d) 상기 플래시 존으로부터 상기 경질분 회수 섹션의 상기 경질분 칼럼으로 수득된 증기 분획물을 공급하는 단계;
- [0118] (e) 상기 경질분 칼럼으로부터 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 제거하는 단계;
- [0119] (f) 별도의 건조 칼럼에서 상기 경질분 칼럼으로부터 제거된 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 선택적으로 건조하는 단계; 및
- [0120] (g) 상기 증질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구를 통하여 상기 증질분 칼럼으로 아세트산 및 프로피온산을 포함하는 스트림을 공급하고, 상기 공급물 입구 위 사이드드로 생성물 출구 위치를 통하여 본질적으로 아세트산을 포함하는 생성물 스트림을 인출하고, 상기 공급물 입구 아래에 위치결정된 증질 생성물 출구를 통하여 프로피온산을 포함한 생성물 스트림을 인출하는 단계를 포함하고,
- [0121] 상기 증질분 칼럼은 위에서 규정된 대로 증질분 칼럼에 대응하는 특징들을 가지고, 위에서 규정된 대로 증질분 칼럼의 작동에 따라 작동되는 증질분 칼럼이다.
- [0122] 실시예
- [0123] 본 발명에 따른 증질분 칼럼들 및 본 발명의 범위 밖에 있는 증질분 칼럼들의 작동은 ASPEN PLUS (상표) (버전 7.3) 컴퓨터 모델을 사용해 시뮬레이션되었다. 시뮬레이션에서 증질분 칼럼은 증질분 칼럼에서 중간 지점에 위치결정된 공급물 입구, 공급물 입구 위 사이드드로 생성물 출구 위치, 및 공급물 입구 아래에 위치결정된 증질 생성물 출구를 포함하였고, 3 개의 섹션들, 사이드드로 생성물 출구 위 칼럼의 부분으로서 규정된 상단 섹션; 사이드드로 생성물 출구와 공급물 입구 사이 칼럼의 부분으로서 규정된 중간 섹션; 및 공급물 입구 아래 칼럼의 부분으로서 규정된 바닥 섹션으로 분리되었다. 칼럼의 각각의 섹션에 대해, 2 가지 다른 유형들의 칼럼 내부물들, 트레이들 및 패키지가 시뮬레이션되었다. 시뮬레이션된 증질분 칼럼의 3 개의 섹션들 각각에 사용된 파라미터들의 세부사항이 표 1 에 제공된다.

**표 1**

칼럼 섹션	이론적 분리 스테이지들의 수	압력 강하 (mBar)	
		트레이	패킹
상단	3	40	6
중간	12	270	25
바닥	18	500	55

[0124]

- [0125] 증질분 칼럼의 시뮬레이션된 작동은 아래 표 2 에 규정된 대로 고정된 공급물 입구 조성 및 고정된 사이드드로 생성물 출구 조성을 사용해 수행되었다.

표 2

	%w/w 유입물	%w/w 생성물
메탄올	0.003	0.002
메틸 아세테이트	0.002	0.001
아세트산	99.795	99.863
물	0.100	0.104
프로피온산	0.100	0.030
합계	100.000	100.000

[0126]

[0127]

중질분 칼럼의 모든 8 가지 가능한 순열의 작동은 156 °C 의 고정된 입구 온도, 6 Bara 의 고정된 입구 압력, 0.565 Bara 의 고정된 헤드 압력, 및 응축기에서 70 °C 의 서브쿨링된 온도 설정점을 사용해 시뮬레이션되었다. 시뮬레이션의 결과들은 아래 표 3 에 제공된다.

표 3

칼럼 내부물들 (상단/중간/바닥)*	리보일러 듀티 (생성물의 MW/tn)	응축기 듀티 (생성물의 MW/tn)	물 환류비	공급 압력 (bara)	베이스 압력 (bara)	베이스 온도 (°C)
T/T/T	0.185	0.231	33.39	0.875	1.375	129.3
T/T/P	0.183	0.229	33.11	0.875	0.93	116.3
P/T/T	0.183	0.230	33.26	0.841	1.341	128.5
P/T/P	0.181	0.228	32.98	0.841	0.896	115.1
T/P/T	0.172	0.217	31.42	0.63	1.13	122.7
T/P/P	0.170	0.216	31.14	0.63	0.685	106.7
P/P/T	0.170	0.216	31.24	0.596	1.096	121.6
P/P/P	0.168	0.214	30.95	0.596	0.651	105.1

\* - T = 트레이; P = 패킹

[0128]

[0129]

도 1 은 아세트산 생성물의 톤당 MW 로 리보일러 듀티를 나타내고 또한 시뮬레이션된 중질분 칼럼의 모든 순열에 대한 공급 압력을 나타낸다.

[0130]

도 2 는 아세트산 생성물의 톤당 MW 로 리보일러 듀티를 나타내고 또한 시뮬레이션된 중질분 칼럼의 모든 순열에 대한 칼럼 베이스 온도를 나타낸다.

[0131]

결과들로부터 분명히 알 수 있는 것처럼, 중질분 칼럼의 중간 섹션이 패킹을 포함할 때 요구되는 리보일러 듀티는, 중질분 칼럼의 중간 섹션이 트레이들을 포함할 때와 비교해 크게 감소된다. 공급 압력은 또한 모든 순열들에 걸쳐 리보일러 듀티에서 본 일반적인 경향을 따랐다 (즉, 공급 압력이 낮아짐에 따라, 리보일러 듀티는 감소한다).

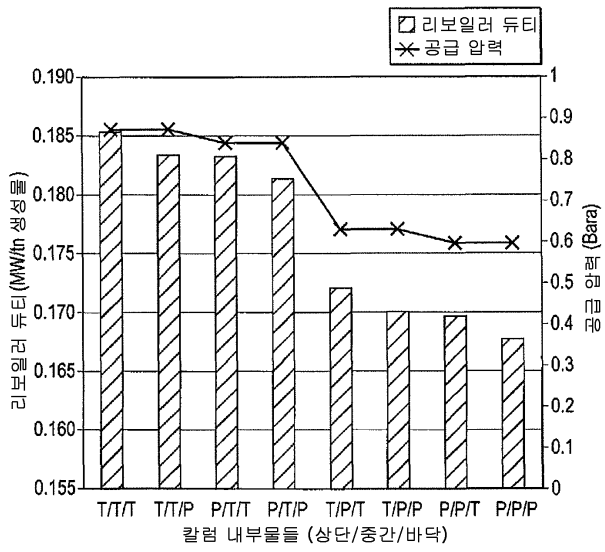
[0132]

패킹이 바닥 섹션에 사용되었을 때, 칼럼 베이스 온도에서 가장 큰 감소가 관찰되었고, 하지만, 바닥 섹션에서 패킹의 사용은 중간 섹션에서 패킹을 포함한 중질분 칼럼들에서 발생하는 것처럼 보다 낮은 공급 압력의 사용보다 리보일러 듀티를 감소시키는데 크게 덜 중요한 영향을 미쳤다.



도면

도면1



도면2

