

삼불화붕소-아니졸향류탑에서 순환되는 아니졸의 변화률과 회수특성

김영복, 조보행

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《원료와 연료, 동력을 극력 절약하고 합리적으로 리용하기 위한 과학연구사업도 강화 하여야 하겠습니다.》(《김정일선집》 증보판 제11권 135페이지)

삼불화붕소-아니졸향류탑을 통과하여 배출되는 아니졸에는 일정한 량의 불순물들이 포함되어있으므로 그것을 효과적으로 리용하자면 정제하여야 한다. 아니졸의 정제 및 회수특성은 아니졸의 불순물함량과 정제조건에 따라 변화된다.[2, 3]

론문에서는 우리가 구성한 삼불화붕소-아니졸향류탑에서 배출되는 아니졸의 변화률과 아니졸정제공정에서 그것의 회수특성을 고찰하였다.

실 험 방 법

기구 및 시약 기구로는 삼불화붕소-아니졸향류탑(직경 22mm, 높이 10.3m)과 라선형동 충전물이 채워진 아니졸정제장치(직경 22mm, 높이 2m인 유리탑, 가열용기체적 3L)[1], 기체크로마토그래프(《GC-14B》)를, 시약으로는 아니졸 C_7H_8O (분석순), NaOH(분석순)를 리용하였다.

아니졸의 순도분석 아니졸의 순도는 기체크로마토그래프법으로 분석하였다. 분석조건은 탑직경 0.25mm, 탑높이 30m, 막두께 0.25 μ m, 탑온도 60 $^{\circ}C$ (10 $^{\circ}C/min$)~260 $^{\circ}C$ (20 $^{\circ}C/min$)~300 $^{\circ}C$ (3min), 검출온도 300 $^{\circ}C$, 주입구온도 250 $^{\circ}C$, 수송기체 H_2 , 수송기체류속 0.8mL/min이다.

아니졸용액의 가성소다처리 삼불화붕소-아니졸향류탑을 통과하여 배출된 아니졸에 포함되어있는 부식성화합물들(BF_3 , HF, 페놀, 크레졸 등)을 중화시켜 아니졸정제장치의 부식을 방지하기 위하여 배출된 아니졸을 해당한 량의 2mol/L NaOH용액으로 처리하고 상분리하였다.

아니졸정류 삼불화붕소-아니졸향류탑을 통과하여 배출된 아니졸속에 남아있는 수분을 제거하기 위하여 배출된 아니졸에 적은 량의 금속나트륨을 넣고 1차정류하여 155 $^{\circ}C$ 까지의 류분(기본류분)과 남은 용액(후류분)을 각각 수집하였다. 그리고 아니졸회수률을 높이기 위하여 후류분을 다시 우와 같은 방법으로 가성소다처리하고 2차정류하여 기본류분과 후류분을 수집하였다.

실험결과 및 고찰

삼불화붕소-아니졸향류탑과 정제단계들에서 분취한 아니졸의 순도분석결과는 표와 같다.

표. 삼불화붕소-아니졸향류탑과 정제단계들에서 분취한 아니졸의 순도분석결과

시료	아니졸의 순도 (또는 함량)/%	불순물함량/%		아니졸 변화율/%
		페놀	기타	
정제아니졸	99.998	0.001	0.001	—
배출된 아니졸	99.107	0.765	0.128	0.891
가성소다로 처리한 아니졸	98.803	0.709	0.488	1.197
1차정류의 후류분	92.406	3.104	4.490	7.594
2차정류의 후류분	83.268	7.658	9.074	16.732

삼불화붕소-아니졸향류탑에 리용되는 아니졸에서 페놀을 비롯한 불순물들의 함량은 0.003%이하여야 한다. 그러나 표에서 보는바와 같이 탑에서 배출된 아니졸의 순도는 99.107%로서 아니졸의 0.891%가 탑을 통과하면서 페놀 및 기타 불순물들로 변화된다. 그러므로 배출된 아니졸을 삼불화붕소-아니졸향류탑에 재리용하자면 그것을 정제하여야 한다. 한편 배출된 아니졸을 가성소다로 처리하면 그것의 순도는 98.803%로 낮아지고 아니졸변화율은 0.306% 더 높아진다. 그리고 1차 및 2차정류의 후류분에서 아니졸의 함량은 각각 92.406, 83.268%로서 높으므로 아니졸을 보다 효과적으로 회수하기 위하여서는 후류분을 가성소다로 처리하고 정류하여야 한다.

가성소다처리과정에 페놀라트가 형성되는것으로 인한 회수율감소를 고려하면 정류전까지의 공정에서 아니졸의 회수율은 $\eta_{\text{전}} = 98.0\%$ 이다. 그리고 5 050mL의 아니졸을 1일동안 1차정류할 때 정제아니졸(99.998%)이 4 570mL 얻어지므로 회수율은

$$\eta_1 = \frac{R x_R}{F x_F} \times 100 = \frac{4\,570 \cdot 99.998}{5\,050 \cdot 98.803} \times 100 = 91.6\%$$

이다. 여기서 R 와 x_R , F 와 x_F 는 각각 정제아니졸과 가성소다처리한 아니졸의 체적(mL)과 순도(%)이다.

한편 1차정류의 후류분 1 750mL를 2차정류할 때에는 정제아니졸이 1 410mL 얻어지므로 2차정류의 회수율은 $\eta_2 = 80.6\%$ 이며 이로부터 전체 정류공정에서의 회수율은 다음과 같다.

$$\eta_{\text{정류}} = \eta_1 + \frac{\eta_2}{100}(100 - \eta_1) = 98.4\%$$

이상의 결과로부터 삼불화붕소-아니졸향류탑에서 순환되는 아니졸의 회수율은 다음과 같다.

$$\eta = \eta_{\text{전}} \eta_{\text{정류}} / 100 = 96.4\%$$

맺는 말

삼불화붕소-아니졸향류탑을 통과하여 배출된 아니졸의 순도는 99.107%로서 0.891%가 불순물로 변화되며 그것을 가성소다로 처리하면 아니졸의 순도가 98.803%로 낮아진다. 또한 1차 및 2차정류의 후류분에서 아니졸함량은 각각 92.406, 83.268%이다.

삼불화붕소-아니졸향류탑에서 순환되는 아니졸의 회수율은 96.4%로서 선행연구[3]에서 얻어진 결과(92%)보다 4%정도 더 높다.

참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보(자연과학), **59**, 5, 75, 주체102(2013).
- [2] S. G. Katalnikov; Separation Science and Technology, **36**, 8—9, 1737, 2001.
- [3] A. A. Palko; Ind. Eng. Chem., **51**, 121, 1959.

주체107(2018)년 7월 5일 원고접수

Change Ratio and Recovery Characteristics of Anisole Circulated in the Countercurrent Column for Boron Trifluoride-Anisole

Kim Yong Bok, Jo Po Haeng

The change ratio and the recovery characteristics of anisole circulated in the countercurrent column for boron trifluoride-anisole were considered.

Anisole of 0.891% is changed into impurities in the process of passing through the countercurrent column for boron trifluoride-anisole. The recovery percent of anisole circulated in the column is 96.4%.

Key words: anisole, recovery characteristics