(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0058912
(43) 공개일자 2009년06월10일

(51) Int. Cl.
C07C 7/17 (2006.01) *C07C 15/08* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2007-0125715
(22) 출원일자 2007년12월05일
심사청구일자 2007년12월05일

(71) 출원인
경희대학교 산학협력단
경기도 용인시 기흥구 서천동 1 경희대학교 국제캠퍼스내
(72) 발명자
김우식
서울특별시 광진구 자양동 695-1 한양아파트 2-401
이종협
서울 강남구 대치동 은마아파트 27동 1206호 135-778
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이종우

전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트를 이용한 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법

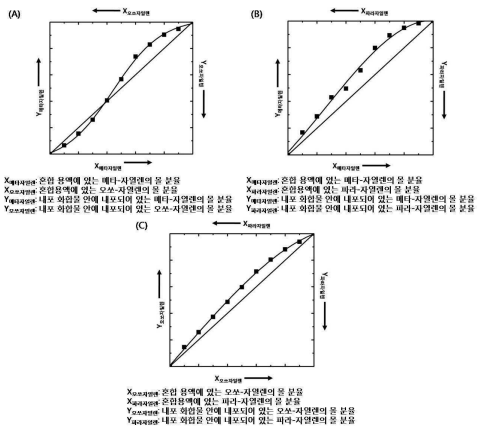
(57) 요 약

본 발명은 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 이용한 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법에 관한 것이다.

본 발명은 자일렌 이성질체 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 혼합하여 반응시켜서, 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 대한 친화력이 서로 다른 자일렌 이성질체를 분리하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법을 제공한다.

본 발명은 자일렌 이성질체별로 서로 다른 친화력을 나타내는 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 사용하여 자일렌 이성질체의 혼합물에서 단순공정을 통해 자일렌 이성질체들을 효율적으로 분리 정제할 수 있게 하였다.

대 표 도 - 도2



(72) 발명자

김진수

대전 동구 가양 2동 신도아파트 7동 401호

이상옥

서울 영등포구 대림2동 1061번지 문영칸타빌레 아파트 101동1806호

마이클 디 워드

화학과, 뉴욕 대학, 100 워싱턴 스퀘어 이스트, 룸1001, 뉴욕, NY10003-6688

황지환

서울 금천구 독산2동 1058-20

특허청구의 범위

청구항 1

자일렌 이성질체의 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 혼합하여 반응시켜서, 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 대한 친화력이 서로 다른 자일렌 이성질체를 분리하는 것을 특징으로 하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 자일렌 이성질체의 혼합물은 오쏘-자일렌과 메타-자일렌의 혼합물, 메타-자일렌과 파라-자일렌의 혼합물, 오쏘-자일렌과 파라-자일렌의 혼합물 또는 오쏘-자일렌, 메타-자일렌 및 파라-자일렌의 혼합물인 것을 특징으로 하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기 술 분 야

<1> 본 발명은 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 이용한 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 오쏘-자일렌, 메타-자일렌 및 파라-자일렌으로 이루어지는 자일렌 이성질체 간에 선택적으로 다른 친화력을 가지는 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트(guanidinium *m*-terphenyl 4,4'-disulfonate)를 숙주분자(host)로 사용하여 자일렌 이성질체 간의 혼합물로부터 친화력이 상대적으로 높은 자일렌 이성질체를 선택적으로 포접(inclusion)함으로써, 단순한 공정을 통해 고효율적으로 자일렌 이성질체를 고순도로 분리할 수 있는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

<2> 자일렌 이성질체들은 나프타 분해장치(naphtha craker)나 개질장치(reformer)로부터 생산되는 중요한 산업원료들로 일반적으로 오쏘-자일렌(*o*-xylene), 메타-자일렌(*m*-xylene), 그리고 파라-자일렌(*p*-xylene)의 혼합물로 수득되어진다. 그리고 특히, 이들 이성질체 혼합물 중에서 오쏘-, 메타-, 그리고 파라-자일렌은 프탈산(phthalic acid), 이소-프탈산(*iso*-phthalic acid), 그리고 폴리에스테르(polyester)를 만드는 원료로 각각 사용되어 산업적으로 널리 이용되고 있는 실정이다.

<3> 그러나 이들 자일렌 이성질체들은 물리화학적 특성이 매우 유사하기 때문에 통상적으로 사용되는 분별증류법과 같이 단순 끓는점의 차이를 이용한 방법들에 의해서는 그 분리가 매우 어렵다.

<4> 따라서, 이상에서와 같이 자일렌 이성질체 분리기술의 개발은 석유화학분야에서 매우 중요하게 검토되고 있으며, 이들 이성질체들의 분리방법을 개선하기 위한 많은 연구 및 선행기술들이 오래전부터 보고되어 오고 있다. 미국특허 제 5,445,715호와 제5,039,380호는 기존의 증류법을 발전시킨 공비 증류법을 사용하여 메타-자일렌을 분리하고자 하였고, 미국특허 제5,094,723호, 제5,094,725호, 제5,019,217호, 제4,822,947호, 제4,738,755호, 제4,676,875호, 제4,676,872호, 제4,673,465호, 제4,585,526호 및 제4,488,937호에서는 추출 증류법을 사용하여 메타-자일렌을 분리하고자 하였다. 이외에, 미국특허 제 5,900,523호와 제 5,382,747호는 제올라이트를 흡착제로 이용해 메타-자일렌을 분리하는 방법을 제안하고 있다. 그러나 이들 선행기술들은 상대적으로 설비 및 유지비용이 많이 들거나 공정이 복잡하고, 선택도가 낮은 단점이 있는 등 본 발명에서 이루고자하는 기술과는 상이하다 할 수 있다.

<5> 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트(guanidinium *m*-terphenyl 4,4'-disulfonate)는 본 저자에 의해 최초로 합성된 물질로, 이 숙주 분자가 자일렌 손님분자들의 혼합물로부터 각 손님분자의 선택성의 우위를 제시했거나 더욱이 본 발명에서 제안하고자 하는 것과 같이 자일렌 혼합물로부터 높은 선택성을 가지는 숙주 분자를 이용하여 메타-자일렌을 분리해내는 시도는 없었다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

<6> 이에, 본 발명자는 자일렌 이성질체 간의 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트(guanidinium *m*-terphenyl 4,4'-disulonfate)의 숙주 분자를 사용하여 자일렌 이성질체를 고효율로 선택적 분리를 할 수 있는 방법을 개발하고자 하였으며, 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트가 메타-자일렌, 오쏘-자일렌 및 파라-자일렌과 간에 서로 다른 친화력을 가지고 선택적으로 포접(inclusion)함을 입증함으로써, 자일렌 혼합물에서 자일렌 이성질체들을 고순도로 분리하는 방법을 완성하였다.

<7> 따라서 본 발명의 목적은 자일렌 이성질체 간 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 이용한 단순 공정을 통해 고효율로 고순도의 자일렌 이성질체를 정제해 낼 수 있는 선택적 분리방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

<8> 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 자일렌 이성질체 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 혼합하여 반응시켜서, 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 대한 친화력이 서로 다른 자일렌 이성질체를 분리하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법을 제공한다.

<9> 이하, 본 발명을 상세히 설명하기로 한다.

<10> 이때, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가진다.

<11> 또한, 종래와 동일한 기술적 구성 및 작용에 대한 반복되는 설명은 생략하기로 한다.

<12> 본 발명에서 자일렌 이성질체는 메타-자일렌, 오쏘-자일렌 및 파라-자일렌을 말한다.

<13> 본 발명은 자일렌 이성질체의 혼합물에 숙주분자로서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 혼합하여 결정화시키는 단순 공정을 통해, 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 대한 친화력이 서로 다른 자일렌 이성질체를 고순도로 분리할 수 있게 한 것이다. 구체적으로, 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트는 숙주분자로서 자일렌 이성질체의 종류에 따라 서로 다른 친화력의 포접능을 가지고 있기 때문에, 자일렌 이성질체의 혼합물에서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 혼합하여 반응시킴으로써, 상대적으로 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트와 친화력이 높은 자일렌 이성질체가 손님분자(guest)로서 선택적으로 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 포접되어, 상대적으로 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트와 친화력이 낮은 자일렌 이성질체와 효율적으로 분리될 수 있게 것이다. 이때, 본 발명은 자일렌 이성질체 중 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 대한 친화력이 메타-자일렌 > 오쏘-자일렌 > 파라-자일렌 순임을 세계 최초로 규명한 것이다.

<14> 따라서, 본 발명은 상술한 상대적인 친화력의 차이를 감안하여 두 종류 이상으로 이루어진 자일렌 이성질체의 혼합물에서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트에 포접되는 자일렌 이성질체와 포접되지 않는 자일렌 이성질체를 분리하여, 한 종류의 자일렌 이성질체로 이루어진 고순도 자일렌 이성질체를 수득할 수 있도록 한 것이다. 구체적인 실례로 메타-자일렌, 오쏘-자이렌 및 파라-자일렌로 이루어진 자일렌 이성질체의 혼합물에서 각각의 자일렌 이성질체를 분리하는 방법으로는 상기 자일렌 이성질체의 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 혼합하여 오쏘-자일렌과 파라-자일렌보다 친화력이 상대적으로 높은 메타-자일렌을 1차로 포접 및 결정화시킨 다음, 포접된 메타-자일렌을 결정화물로부터 회수하고, 남은 자일렌 이성질체 혼합물에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트를 다시 혼합하여 파라-자일렌보다 친화력이 높은 오쏘-자일렌을 2차로 포접 및 결정화시켜서 포접된 오쏘-자일렌을 결정화물로부터 회수함으로써, 메타-자일렌, 오쏘-자이렌 및 파라-자일렌을 각각 고순도로 분리할 수 있도록 한다.

<15> 본 발명에서 자일렌 이성질체의 혼합물은 메타-자일렌, 오쏘-자일렌 및 파라-자일렌으로 이루어지는 군에서 적어도 두 종이 선택된 자일렌 이성질체 혼합물을 말하는데, 구체적으로는 오쏘-자일렌과 메타-자일렌의 혼합물, 메타-자일렌과 파라-자일렌의 혼합물, 오쏘-자일렌과 파라-자일렌의 혼합물 또는 오쏘-자일렌, 메타-자일렌 및 파라-자일렌의 혼합물을 말한다.

<16> 본 발명에서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트는 결정 분말이나 자일렌 혼합물의 용매 종류에 따라 메탄올 또는 에탄올 등의 유기용매에 용해시킨 액상을 사용할 수 있다.

<17> 본 발명에서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트는 친수성을 갖고, 자일렌은 소수성을 갖기 때문에 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트에 포접된 자일렌 이성질체를 액-액 추출 등의 방법을 통하여 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트로부터 회수할 수 있다.하지만, 본 발명은 상술한 회수 방법 이외에도 본 발명에 부합되는 것이라면 어떠한 방법을 사용해도 무방하다.

<18> 도 1은 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 선택적 분리공정을 간략하게 도식화하여 나타낸 것으로, 자일렌 이성질체의 혼합물에 숙주 분자인 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트를 혼합하고 상대적으로 친화력이 높은 손님 분자인 자일렌 이성질체가 포접되어 결정화되도록 유도하고, 이를 여과하여 수득한 결정화물(고체)을 액-액 추출방법을 통해 손님 분자와 숙주 분자를 분리한 다음, 숙주분자를 재사용하는 것을 도식화한 것이다.

효 과

<19> 앞서 설명한 바와 같이, 본 발명은 자일렌 이성질체별로 서로 다른 친화력을 나타내는 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트를 사용하여 자일렌 이성질체의 혼합물에서 단순공정을 통해 자일렌 이성질체들을 효율적으로 분리 정제할 수 있게 하였다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<20> 이하, 본 발명을 구체적인 실시 예에 의해 보다 더 상세히 설명하고자 한다. 하지만, 본 발명은 하기 실시 예에 의해 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 사상과 범위 내에서 여러 가지 변형 또는 수정할 수 있음은 이 분야에서 당업자에게 명백한 것이다.

<21> **[실시 예]**

<22> **<숙주 분자 합성>**

<23> 메타-터페닐(*m*-terphenyl (99%), 시그마-알드리치사에서 구입) 2.24 g을 클로로포름 (chloroform) 10 mL에 녹인다. 여기서 클로로포름은 메타-터페닐을 녹이는 용매로 사용되었기 때문에, 메타-터페닐을 녹일 수 있고 반응에 참가하지 않은 용매는 무엇이든 가능하다.) 이 용액에 클로로술포닉 산 (chlorosulfonic acid) 2g을 천천히 첨가해야 한다. 이때 플라스크 안은 불활성 기체(inert gas)로 채워 넣어, 다른 반응이 일어나지 않게 해야 하며, 이 반응은 발열 반응이기 때문에 얼음물을 넣은 수조 안에서 반응시키는 것이 안전하다. 2시간 동안 마그네틱 바를 사용하여 혼합하면 기름질의 반응물이 생성된다. 이 때, 반응하지 않고 남은 클로로술포닉 산(chlorosulfonic acid)은 클로로포름을 사용하여 2-3번 정도 세척하여 완전히 제거해 준다. 다시, 남아있는 용매(클로로포름)는 로타리 증발기(Rotary evaporator)를 사용하여 완전히 제거한 후, 순수한 메타-터페닐 4,4'-디술포닉 산(*m*-terphenyl-4,4'-disulfonic acid)을 얻는다.

<24> 상기 제조된 메타-터페닐 4,4'-디술포닉 산(*m*-terphenyl-4,4'-disulfonic acid)을 아세톤에 녹인 다음, 상기 용액을 구아니디니움 테트라보레이트(guanidinium tetrafluroborate [G(BF_4)])를 아세톤에 녹인 용액에 천천히 넣고 반응시켜서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트를 합성하였다. 이때 메타-터페닐 4,4'-디술포닉 산과 구아니디니움 테트라보레이트는 1: 2 당량으로 맞추어 주었다.

<25> 상기 합성된 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트를 아세톤 용액에서 분리한 다음, 본 발명에서 숙주분자인 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트 내에 포접되어 있는 아세톤을 제거하기 위해서 진공 오븐에서 2일 동안 건조하였다. 이때, 건조한 숙주 분자에서 아세톤이 포함된 여부는 수소 핵자기 공명 분석을 통해서 아세톤 특성 피크를 이용하여 확인하였다.

<26> 그리고, 상기 구아니디니움 테트라보레이트는 구아니딘 카보네이트(guanidine carbonate (99%), 시그마 알드리치사에서 구입)염 22.5 g(0.5 mol)을 테트라보릭산(tetrafluroboric acid(48 wt. % in H_2O, 시그마 알드리치사)용액 182.9 g(1 mol)을 혼합하고 한 시간 정도 반응시키고, 상기 반응 용액을 로타리 증발기를 이용하여 용매를 건조시켜 수득한 구아니디니움 테트라보레이트 분말을 사용하였다.

<27> **<선택도 실험>**

<28> 부피 기준으로 0.1대 0.9로부터 0.9대 0.1의 비율별로 일정하게 혼합한 자일렌 이성질체 혼합물(각각 오쏘 자일렌과 메타 자일렌, 오쏘 자일렌과 파라 자일렌, 메타 자일렌과 파라 자일렌) 1mL를 1회용 시험관에 넣고, 상기 시험관에 고체 아포 구아니디움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트 숙주 분자를 메탄올로 용해시킨 용액을 상기 자일렌 혼합물의 층과 섞이지 않게 매우 천천히 넣어 포접반응을 수행하였다. 이때 숙주 분자를 용해시킨 메탄

올 용액은, 숙주 분자가 메탄올 용액에 더 이상 녹지 않을 때까지 용해시킨 다음, 녹지 않고 남아있는 숙주 분자는 여과하여 만든 포화 용액을 사용하였다.

<29> 반응이 종료되어 결정이 형성되면, 이를 여과하여 고형물과 액체를 분리한 다음, 상기 분리하여 수득한 고형물은 표면에 붙어 있는 손님 분자를 제거하기 위해 차가운 메탄올 용액을 사용하여 3번 세척해 주고 건조하여 결정물을 수득하였다.

<30> 상기 수득한 결정물을 가스크로마토그래프(gas chromatography)법을 이용하여 결정물(구아니디움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트)인 고체 안에 포함되어 있는 손님 분자(오쏘-자일렌, 메타-자일렌, 파라-자일렌)의 상대적 양을 결정하였다.

<31> 이의 결과를 표 1, 2 및 3과 도 2에 나타내었다. 이때, 표 1은 오쏘-자일렌과 메타-자일렌의 혼합물에 대한 결과를 나타낸 것이고, 표 2는 메타-자일렌과 파라-자일렌의 혼합물에 대한 결과를 나타낸 것이며, 표 3은 오쏘-자일렌과 파라-자이렌의 혼합물에 대한 결과를 나타낸 것이다. 또한, 도 2는 자일렌 혼합물을 구아니디움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트로 처리한 다음, 초기 반응 전 자일렌 혼합물의 몰 분율당 반응 후 구아니디움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트에 내포된 자일렌 이성질체의 몰 분율로 나타낸 것이다.

표 1

<32>

혼합물에 있는 이성질체의 몰 분율 (mol %)	메타-자일렌	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	오쏘-자일렌	90	80	70	60	50	40	30	20	10
내포화합물에 포함된 이성질체의 몰 분율 (mol %)	메타-자일렌	6.6	15.5	26	40.6	56.6	73.9	83	90.4	94.8
	오쏘-자일렌	93.4	84.5	74	59.4	43.4	26.1	17	9.6	5.2

표 2

<33>

혼합물에 있는 이성질체의 몰 분율 (mol %)	메타-자일렌	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	파라-자일렌	90	80	70	60	50	40	30	20	10
내포화합물에 포함된 이성질체의 몰 분율 (mol %)	메타-자일렌	16.7	28.7	43	49.5	63.1	79.9	89.3	94.9	98.3
	파라-자일렌	83.3	71.3	57	50.5	36.9	20.1	10.7	5.1	1.7

표 3

<34>

혼합물에 있는 이성질체의 몰 분율 (mol %)	오쏘-자일렌	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	파라-자일렌	90	80	70	60	50	40	30	20	10
내포화합물에 포함된 이성질체의 몰 분율 (mol %)	오쏘-자일렌	14.6	25.8	37.3	48.6	59.7	71.5	80.4	88.2	93.9
	파라-자일렌	85.4	74.2	62.7	51.4	40.3	28.5	19.6	11.8	6.1

<35> 상술한 표 1 내지 3 및 도 2에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법에서 구아니디니움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트는 자일렌 이성질체의 종류에 따른 선택적 포접 효과가 매우 우수함을 알 수 있었다.

<36> 즉, 본 발명에서 구아니디움 메타-터페닐 4,4'-디술포네이트는 자일렌 이성질체의 종류에 따라 서로 다른 친화력의 포접능을 가지고 있으며, 포접능의 친화력은 메타-자일렌, 오쏘-자일렌 및 파라-자일렌의 순임 알 수 있었다.

<37> 또한, 메타-자일렌과 오쏘-자일렌은 농도가 적어도 50%이상일 때, 그리고 메타-자일렌과 파라-자일렌 혼합물에서는 메타-자일렌의 농도가 10% 이상일 때부터 분리 효율이 우수하고, 오쏘-자일렌과 파라-자일렌의 혼합물에서도 오쏘-자일렌의 농도가 적어도 10% 이상일 때부터 분리 효율이 우수함을 알 수 있다.

<38> 한편 종래 메타 자일렌의 분리 방법에 있어서, 미국 특허에 추출 증류법을 이용한 분리 효과가 다음과 같이 기재되어 있다.

<39> 미국 특허 제 4,488,937호에서는 25 g의 메타-자일렌과 25 g의 오쏘-자일렌이 혼합된 용액을 오쓰머 기액 평형

법(Othmer type vapor-liquid equilibrium)을 이용하여 12 시간 동안 환류한 뒤 기체 크로마토그래프로 분석한 결과, 기상에는 51.8%의 메타-자일렌과 48.2%의 오쏘-자일렌이 존재하고 있었고, 액상에는 49%의 메타-자일렌과 51%의 오쏘-자일렌이 존재하고 있었다. 그리고, 이 기존의 방법을 향상시키기 추출 증류법으로서 25 g의 메타-자일렌과 25 g의 오쏘-자일렌이 포함된 혼합물에 17 g의 술포레인(sulfolane)과 17 g의 디엠에스오(DMSO)을 넣은 다음 14시간 환류한 결과, 기상에는 메타-자일렌이 54.8%였고 오쏘-자일렌이 45.2%로 기존의 증류법보다 3%(액상 기준으로는 1.7% 감소)로 향상된 메타-자일렌을 얻을 수 있었다.

<40> 상술한 종래 자일렌 이성질체의 분리 기술과 본 발명에 따른 분리방법에 따른 결과를 비교해 보면, 본 발명에 따른 메타-자일렌과 오쏘-자일렌으로부터 메타-자일렌의 분리 효율은 표 1에서 보는 바와 같이 몰 분율이 50%대 50%일 때의 포접 반응 결과에서 메타-자일렌이 56.6%이고 오쏘-자일렌이 43.4%로 분리되어, 미국 특허에 개시된 종래 분리 방법에 기재된 분리 효율보다 최소 1.8%이상 높은 것으로 나타났다.

<41> 그리고, 미국 특허 제 5,093,723에서는 50g의 파라-자일렌과 70g 메타-자일렌이 혼합된 용액에 메틸 바러레이트(methyl balerate)를 사용하여 2시간 동안 추출 증류법을 실시한 결과, 탑 위에는 79.3%의 파라-자일렌과 20.7%의 메타-자일렌을 얻었고 탑 아래에서는 36.7%의 파라-자일렌과 63.3%의 메타-자일렌을 얻을 수 있음이 공지되어 있다. 또한, 동일한 조건에서 8시간 동안 실시한 결과 탑 위에는 85.6%의 파라-자일렌과 14.4%의 메타-자일렌을 얻었고, 탑 아래에서는 35.9%의 파라-자일렌과, 64.1%의 메타-자일렌을 얻었다.

<42> 상술한 종래 자일렌 이성질체의 분리 기술과 본 발명에 따른 분리방법에 따른 결과를 비교해 보면, 본 발명에 따른 메타-자일렌과 파라-자일렌의 분리 효율은 표 2에서 보는 바와 같이, 몰 분율이 비슷한 범위인 60%(메타-자일렌) 대 40% (파라-자일렌)일 때의 포접 반응 결과에서 메타-자일렌이 79.9%이고 파라-자일렌이 20.1%인 것으로 볼 때, 미국 특허에 개시된 종래의 분리 방법보다 메타-자일렌 분리 정도가 최소 15.8% 높다는 것을 알 수 있었다.

<43> 따라서, 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 혼합물 중 메타-자일렌의 분리 방법은 종래 자일렌의 혼합물에서 메타-자일렌을 분리하는 방법과 비교하여 매우 우수한 분리 효율을 나타낸다는 사실을 입증하였다.

도면의 간단한 설명

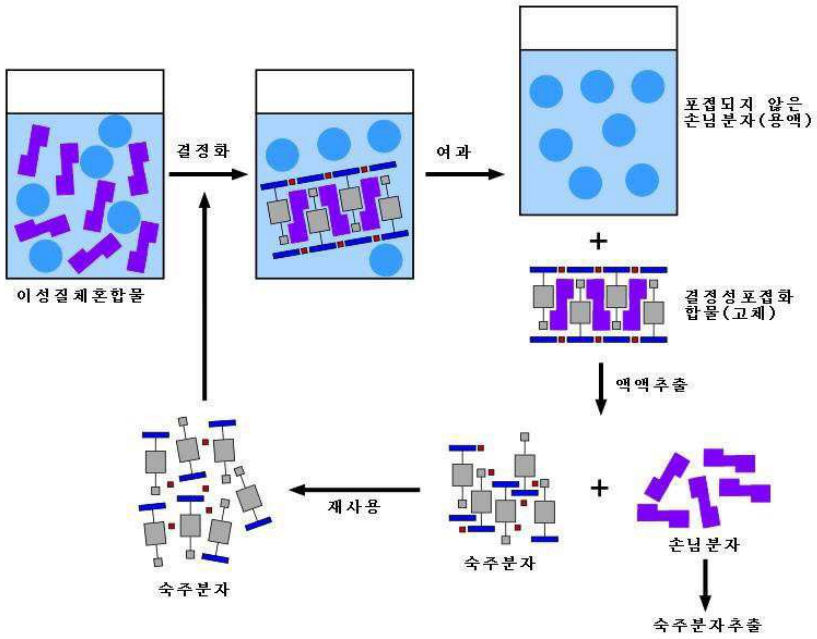
<44> 도 1은 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 선택적 분리공정을 간략하게 도식화하여 나타낸 것이고,

<45> 도 2는 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 혼합물과 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트의 혼합에 따른 포접 반응의 분리효과를 나타낸 것이고,

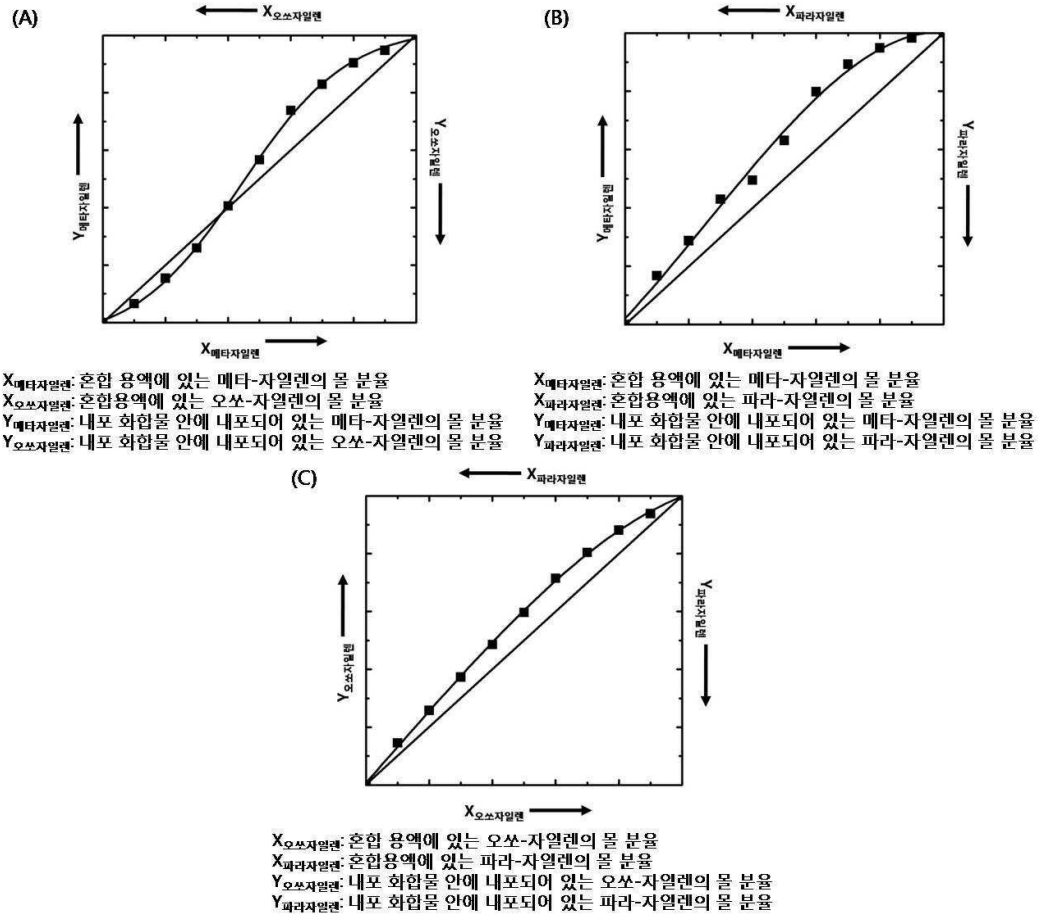
<46> 도 3은 구아니디니움 메타-터페닐 4,4’-디술포네이트의 분자구조를 나타낸 화학 구조식이다.

도면

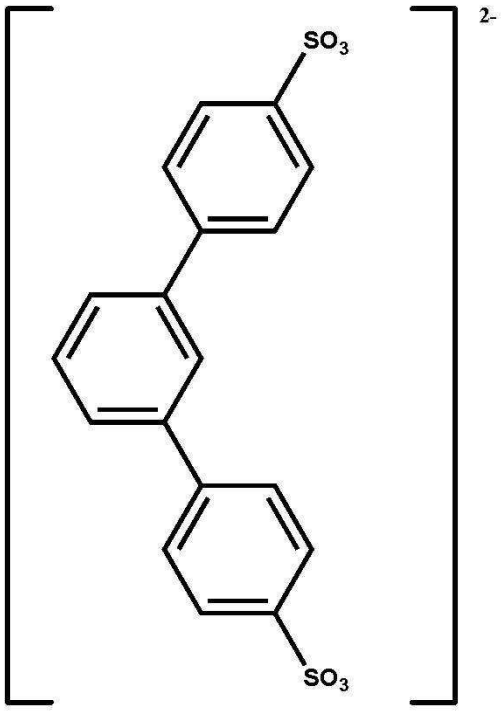
도면1


결정화
여과
포접되지 않은
손님분자(용액)
이성질체혼합물
결정성포접화
합물(고체)
액액추출
재사용
숙주분자
숙주분자
손님분자
숙주분자추출

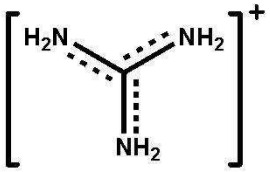
도면2


(A)
X오쏘자일렌
Y메타자일렌
Y오쏘자일렌
X메타자일렌
X메타자일렌: 혼합 용액에 있는 메타-자일렌의 몰 분율
X오쏘자일렌: 혼합용액에 있는 오쏘-자일렌의 몰 분율
Y메타자일렌: 내포 화합물 안에 내포되어 있는 메타-자일렌의 몰 분율
Y오쏘자일렌: 내포 화합물 안에 내포되어 있는 오쏘-자일렌의 몰 분율
(B)
X파라자일렌
Y메타자일렌
Y파라자일렌
X메타자일렌
X메타자일렌: 혼합 용액에 있는 메타-자일렌의 몰 분율
X파라자일렌: 혼합용액에 있는 파라-자일렌의 몰 분율
Y메타자일렌: 내포 화합물 안에 내포되어 있는 메타-자일렌의 몰 분율
Y파라자일렌: 내포 화합물 안에 내포되어 있는 파라-자일렌의 몰 분율
(C)
X파라자일렌
Y오쏘자일렌
Y파라자일렌
X오쏘자일렌
X오쏘자일렌: 혼합 용액에 있는 오쏘-자일렌의 몰 분율
X파라자일렌: 혼합용액에 있는 파라-자일렌의 몰 분율
Y오쏘자일렌: 내포 화합물 안에 내포되어 있는 오쏘-자일렌의 몰 분율
Y파라자일렌: 내포 화합물 안에 내포되어 있는 파라-자일렌의 몰 분율

도면3



메타-터페닐 4,4'-술포네이트



구아니디니움