(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년09월15일
(11) 등록번호 10-0982605
(24) 등록일자 2010년09월09일

(51) Int. Cl.
C07C 29/62 (2006.01) *C07C 31/36* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2007-7029658
(22) 출원일자(국제출원일자) 2006년05월19일
심사청구일자 2010년02월01일
(85) 번역문제출일자 2007년12월18일
(65) 공개번호 10-2008-0037616
(43) 공개일자 2008년04월30일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2006/062447
(87) 국제공개번호 WO 2006/100317
국제공개일자 2006년09월28일
(30) 우선권주장
0505120 2005년05월20일 프랑스(FR)
(뒷면에 계속)
(56) 선행기술조사문헌
JP2005007841 A*
WO2005054167 A1
US2144612 A
WO2005021476 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
솔베이(소시에떼아노님)
벨기에왕국 브룩셀스 비-1050 뤼 두 프린스 알버트 33
(72) 발명자
크라프트, 필립페
벨기에왕국 비-1640 로드 생 제네스 21아 애비뉴 시몬느
길뷰, 패트릭
벨기에왕국 비-7090 브랭-르-꼼뜨 20 슈맹 드 라 퐁테넬
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 26 항 심사관 : 정세준

(54) 부식-내성 장치에서의 클로로히드린의 제조 방법

(57) 요 약

본 발명은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염화수소를 함유하는 염소화제와 반응시키는 단계, 및 해당 단계에 적합한 조건 하에서 염소화제에 대해 내성인 재료로 제조되거나 피복된 장치 중에서 수행하는 하나 이상의 다른 단계를 포함하는 클로로히드린 제조 방법에 관한 것이다.

(72) 발명자

발타사르트, 도미니크

벨기에왕국 비-1120 브룩셀스 150 뤼 두 샤토 베야드

스메츠, 발렌타인

벨기에왕국 비-1030 브룩셀스 애비뉴 찰스 길리스 퀘트 27

프랑크, 크리스티안

벨기에왕국 비-1933 스테레베크 파터스 아벨루슬란 14

(30) 우선권주장

05104321.4 2005년05월20일 유럽특허청(EPO)(EP)

60/734,627 2005년11월08일 미국(US)

60/734,634 2005년11월08일 미국(US)

60/734,635 2005년11월08일 미국(US)

60/734,636 2005년11월08일 미국(US)

60/734,637 2005년11월08일 미국(US)

60/734,657 2005년11월08일 미국(US)

60/734,658 2005년11월08일 미국(US)

60/734,659 2005년11월08일 미국(US)

특허청구의 범위

청구항 1

(a) 글리세롤, 글리세롤의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염화수소를 함유하는 염소화제와 반응시키는 단계, 및

(b) 해당 단계를 실현시키는 조건 하에서 염소화제에 대해 내성인 재료로 제조되거나 피복된 장치 중에서 수행하는 하나 이상의 다른 단계

를 포함하고,

상기 다른 단계가 보관, 공급, 회수, 이동, 화학적 처리, 또는 스트리핑, 증류, 증발, 추출, 경사분리 및 여과에 의한 분리 조작으로부터 선택된 물리적 처리 단계이고,

상기 염소화제에 대해 내성인 재료는 탄탈 및 탄탈 합금, 지르코늄 및 지르코늄 합금, 티탄 및 티탄 합금, 백금 및 "백금" 족 금속, 최소 30%의 금을 갖는 은-금-팔라듐 합금 및 은, 금 및 금-은 합금 및 금-백금 합금, 몰리브덴, 구리-탄탈 및 구리-니오븀 합금, 5% 안티몬을 함유하는 주석-안티몬 합금, 주석-니켈 합금, 니오븀 및 니오븀-탄탈 합금, 에나멜, 고밀도 폴리에틸렌, 폴리프로필렌계 열가소성 수지, 플루오로 중합체계 열가소성 수지, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 아크릴로니트릴(40%)-비닐 클로라이드(60%) 공중합체, 폴리술폰, 폴리페닐렌 술피드 및 폴리페닐 술폰, 폴리에스테르 수지계 유리-수지 적층체, 페놀성 수지계 유리-수지 적층체, 푸란 수지계 유리-수지 적층체, 에폭시 수지계 유리-수지 적층체, 알루미나 및 코룬덤(corundum)계 세라믹, 하프늄 카르바이드 및 티탄 니트라이드계 금속세라믹 재료, 규소 카르바이드계 내화성 재료, 실리카계 내화성 재료, 고-실리카 함량 알루미늄 실리케이트계 내화성 재료, 지르코늄 실리케이트계 내화성 재료, 지르코늄 옥시드계 내화성 재료, 실리마나이트(Al_2O_3-SiO_2)계 내화성 재료, 페놀-포름알데히드 수지계 코팅, 실리케이트계 내산성 시멘트, 페놀-포름알데히드 수지계 내산성 시멘트, 석영 모래와 혼합된 술피드계 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 페놀-포름알데히드 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 푸르푸릴 알코올 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 탄소와 혼합된 에폭시 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 석영과 혼합된 폴리에스테르 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 흑연, 함침 흑연, 석영, 자기, 토기 및 내산성 벽돌로부터 선택된 것인 디클로로프로판올 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 글리세롤, 글리세롤의 에스테르 또는 이들의 혼합물이 재생가능한 원료 물질로부터 얻어지는 것인 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 염화수소가 기체상 염화수소인 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 다른 단계가 스트리핑, 증류 및 증발에 의한 분리 조작으로부터 선택된 물리적 처리 단계인 제조 방법.

청구항 5

제1항 또는 제4항에 있어서, 장치가, 화합물이 보관되고, 화학적 반응이 수행되고/되거나 스트리핑, 증류, 증발, 추출, 경사분리 및 여과에 의한 분리 조작으로부터 선택된 물리적 처리가 수행되는 용기, 이들 용기들을 연결하는 파이프 및 커넥터, 라인들이 누출되지 않도록 하는 부품, 용기들 사이의 화합물의 이동에 필요한 기기, 보관을 모니터링하고, 화합물을 이동시키고, 화학적 반응 및 물리적 조작을 수행하는데 필요한 다양한 파라미터들을 측정하는 기기 및 장비로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 물리적 처리가 스트리핑, 증류 및 증발에 의한 분리 조작으로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 7

제1항 또는 제4항에 있어서, 장치를 0℃ 이상 200℃ 이하의 온도 및 0.01 bar 이상 50 bar 이하의 절대 압력 하에서 유지시키는 제조 방법.

청구항 8

제1항 또는 제4항에 있어서, 염소화제에 대해 내성인 재료를 덩어리 내로, 클래딩 형태로 또는 임의의 코팅 공정에 의해 사용하는 제조 방법.

청구항 9

제1항 또는 제4항에 있어서, 염소화제에 대해서 내성인 재료가 탄탈 및 탄탈 합금, 지르코늄 및 지르코늄 합금, 티탄 및 티탄 합금, 백금 및 "백금" 족 금속, 최소 30%의 금을 갖는 은-금-팔라듐 합금 및 은, 금 및 금-은 합금 및 금-백금 합금, 몰리브덴, 구리-탄탈 및 구리-니오븀 합금, 5% 안티몬을 함유하는 주석-안티몬 합금, 주석-니켈 합금, 니오븀 및 니오븀-탄탈 합금으로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 염소화제에 대해서 내성인 재료는 탄탈, 티탄 및 티탄 합금으로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 재료가 탄탈인 제조 방법.

청구항 12

제1항 또는 제4항에 있어서, 염소화제에 내성인 재료가 에나멜, 고밀도 폴리에틸렌, 폴리프로필렌계 열가소성 수지, 플루오로 중합체계 열가소성 수지, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 아크릴로니트릴(40%)-비닐 클로라이드(60%) 공중합체, 폴리술폰, 폴리페닐렌 술피드 및 폴리페닐 술폰, 폴리에스테르 수지계 유리-수지 적층체, 페놀성 수지계 유리-수지 적층체, 푸란 수지계 유리-수지 적층체, 에폭시 수지계 유리-수지 적층체, 알루미나 및 코룬덤(corundum)계 세라믹, 하프늄 카르바이드 및 티탄 니트라이드계 금속세라믹 재료, 규소 카르바이드계 내화성 재료, 실리카계 내화성 재료, 고-실리카 함량 알루미늄 실리케이트계 내화성 재료, 지르코늄 실리케이트계 내화성 재료, 지르코늄 옥시드계 내화성 재료, 실리마나이트(Al_2O_3-SiO_2)계 내화성 재료, 페놀-포름알데히드 수지계 코팅, 실리케이트계 내산성 시멘트, 페놀-포름알데히드 수지계 내산성 시멘트, 석영 모래와 혼합된 술피드계 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 페놀-포름알데히드 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 푸르푸릴 알코올 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 탄소와 혼합된 에폭시 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 석영과 혼합된 폴리에스테르 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 흑연, 함침 흑연, 석영, 자기, 토기 및 내산성 벽돌로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 13

제12항에 있어서, 염소화제에 대해 내성인 재료가 에나멜, 고밀도 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 플루오로중합체계 열가소성 수지, 알루미나계 세라믹, 규소 카르바이드계 내화성 물질, 페놀-포름알데히드 수지계 코팅, 흑연, 함침 흑연 및 자기로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 플루오로중합체계 열가소성 수지가 폴리비닐리덴 플루오라이드, 폴리테트라플루오로에틸렌, 퍼플루오로알콕시알칸, 에틸렌-테트라플루오로에틸렌 공중합체, 테트라플루오로에틸렌-퍼플루오로메틸 비닐 에테르 공중합체 및 테트라플루오로에틸렌-헥사플루오로프로필렌 공중합체로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 15

제13항에 있어서, 에나멜을 스틸 피복 재료로서 사용하고, 염소화제에 대해 내성인 재료가 에나멜 스틸인 제조 방법.

청구항 16

제13항에 있어서, 염소화제에 대해 내성인 재료는 규소 카르바이드인 제조 방법.

청구항 17

제13항에 있어서, 염소화제에 대해 내성인 재료는 흑연 및 함침 흑연으로부터 선택된 것인 제조 방법.

청구항 18

제17항에 있어서, 함침 흑연은 폴리테트라플루오로에틸렌이 함침된 것인 제조 방법.

청구항 19

제1항 또는 제4항에 있어서, 후속적으로 디클로로프로판올을 탈염화수소화시킴으로써 에피클로로로히드린을 제조하는 제조 방법.

청구항 20

제19항에 있어서, 에피클로로히드린을 에폭시 수지를 제조하는데 사용하는 제조 방법.

청구항 21

글리세롤, 글리세롤의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염화수소를 함유하는 염소화제와 반응시키는 단계를 포함하고, 상기 반응 단계 이외의 하나 이상의 다른 단계에서 염소화제에 대해 내성인 재료로 제조되거나 피복된 장치를 사용하는 것을 포함하고,

상기 다른 단계가 보관, 공급, 회수, 이동, 화학적 처리, 또는 스트리핑, 증류, 증발, 추출, 경사분리 및 여과에 의한 분리 조작으로부터 선택된 물리적 처리 단계이고,

상기 염소화제에 대해 내성인 재료는 탄탈 및 탄탈 합금, 지르코늄 및 지르코늄 합금, 티탄 및 티탄 합금, 백금 및 "백금" 족 금속, 최소 30%의 금을 갖는 은-금-팔라듐 합금 및 은, 금 및 금-은 합금 및 금-백금 합금, 몰리브덴, 구리-탄탈 및 구리-니오븀 합금, 5% 안티몬을 함유하는 주석-안티몬 합금, 주석-니켈 합금, 니오븀 및 니오븀-탄탈 합금, 에나멜, 고밀도 폴리에틸렌, 폴리프로필렌계 열가소성 수지, 플루오로 중합체계 열가소성 수지, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체, 아크릴로니트릴(40%)-비닐 클로라이드(60%) 공중합체, 폴리술폰, 폴리페닐렌 술피드 및 폴리페닐 술폰, 폴리에스테르 수지계 유리-수지 적층체, 페놀성 수지계 유리-수지 적층체, 푸란 수지계 유리-수지 적층체, 에폭시 수지계 유리-수지 적층체, 알루미나 및 코룬둠(corundum)계 세라믹, 하프늄 카르바이드 및 티탄 니트라이드계 금속세라믹 재료, 규소 카르바이드계 내화성 재료, 실리카계 내화성 재료, 고-실리카 함량 알루미늄 실리케이트계 내화성 재료, 지르코늄 실리케이트계 내화성 재료, 지르코늄 옥시드계 내화성 재료, 실리마나이트(Al_2O_3-SiO_2)계 내화성 재료, 페놀-포름알데히드 수지계 코팅, 실리케이트계 내산성 시멘트, 페놀-포름알데히드 수지계 내산성 시멘트, 석영 모래와 혼합된 술피드계 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 페놀-포름알데히드 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 푸르푸릴 알코올 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 탄소와 혼합된 에폭시 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 석영과 혼합된 폴리에스테르 수지계 자가경화성 내산성 시멘트, 흑연, 함침 흑연, 석영, 자기, 토기 및 내산성 벽돌로부터 선택된 것인 디클로로프로판올 제조 방법.

청구항 22

제21항에 있어서, 장치가 스트리핑, 증류 및 증발에 의한 분리 조작으로부터 선택된 물리적 처리를 수행하는 장치로부터 선택된 것인 방법.

청구항 23

제21항에 있어서, 장치가 탄탈로 제조되거나 피복된 것인 방법.

청구항 24

제21항에 있어서, 장치는 폴리비닐리덴 플루오라이드, 폴리테트라플루오로에틸렌, 퍼플루오로알콕시알칸, 에틸렌-테트라플루오로에틸렌 공중합체, 테트라플루오로에틸렌-퍼플루오로메틸 비닐 에테르 공중합체 및 테트라플루오로에틸렌-헥사플루오로프로필렌 공중합체로부터 선택된 플루오로 중합체계 열가소성 수지로 제조되거나 피복된 것인 방법.

청구항 25

제21항에 있어서, 장치는 에나멜 스틸로부터 제조되는 것인 방법.

청구항 26

제21항에 있어서, 장치는 폴리테트라플루오로에틸렌이 함침된 흑연으로 제조되는 것인 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 특허 출원은 2005년 5월 20일에 출원된 특허 출원 FR 05.05120 및 특허 출원 EP 05104321.4와, 2005년 11월 8일에 출원된 미국 가특허 출원 60/734659, 60/734627, 60/734657, 60/734658, 60/734635, 60/734634, 60/734637 및 60/734636을 우선권 주장의 기초로 하며, 이들 모두의 내용은 본원에 참고로 도입된다.

[0002] 본 발명은 클로로히드린을 제조하는 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 이는 부식에 대해 내성인 재료로 만들어진 장치 중에서 클로로히드린을 제조하는 방법에 관한 것이다.

[0003] 클로로히드린은 에폭시드 및 유도 생성물을 제조하는데 있어서 반응 중간체이다. 예를 들어, 디클로로프로판올은 에피클로로히드린 및 에폭시 수지를 제조하는데 있어서 반응 중간체이다 (문헌 [Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Fourth Edition, 1992, Vol. 2, page 156, John Wiley & Sons, Inc.] 참조).

[0004] 공지된 방법들에 따르면, 특히 알릴 클로라이드를 차아염소화(hypochlorination)시킴으로써, 알릴 알코올을 염소화시킴으로써, 그리고 글리세롤을 차아염소화시킴으로써, 디클로로프로판올을 얻을 수 있다. 이러한 후자의 방법은 디클로로프로판올을 화석 원료 물질 또는 재생가능한 원료 물질로부터 출발하여 얻을 수 있기 때문에 이점을 가지며, 화석 재료를 얻을 수 있는 천연 석유화학 자원, 예를 들어 페트롤륨, 천연 가스 또는 석탄은 육상에서의 이용가능성에 한계가 있다는 것이 알려져 있다.

[0005] 솔베이 SA(Solvay SA)의 출원 WO 2005/054167은 아디프산과 같은 산 촉매의 존재 하에 글리세롤을 염화수소와 반응시킴으로써 디클로로프로판올을 제조하는 방법을 설명하고 있다. 반응은 반응 조건 하에서 염소화제에 대해 내성 있는 재료로 제작되거나 피복된 반응기 중에서 수행된다. 하지만, 이러한 유형의 재료의 사용은 글리세롤을 염소화시키기 위한 반응기에 제한된다.

[0006] 본 발명은

[0007] (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 또는 이들의 혼합물을 염화수소를 함유하는 염소화제와 반응시키는 단계, 및

[0008] (b) 해당 단계를 실현시키는 조건 하에서 염소화제에 대해 내성 있는 재료로 제조되거나 피복된 장치 중에서 수행하는 하나 이상의 단계를 포함하는 클로로히드린 제조 방법을 제공한다.

[0009] 본 발명에 따른 방법에서는,

[0010] (a) 장치 수명이 연장되고,

[0011] (b) 공정 중 스트림의 관리가 단순화되고,

[0012] (c) 공정의 전체 비용이 절감되고,

[0013] (d) 클로로히드린을 제조하는 방법의 하류 공정들, 예를 들어 낮은 금속 함량을 요구하는 고온 산화에 의한 피징 처리가 중단되지 않고,

[0014] (e) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소를 염소화시키는 공정으로부터 얻어지는 클로로히드린 및 물의 혼합물이 공급되는 에폭시드 제조 방법으로부터의 수성 유출물의 질이, 비정상적으로 높은 금속 함량에 의해 불리한 영향을 받지 않고, 결과적으로 금속 함량을 감소시키기 위해 수성 배출물에 대한 특별한 정제 처리를 수행할 필요가 없는 이점들이 실현된다는 것이 발견되었다.

[0015] 사실, 놀랍게도, 부식 현상은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화시키는 단계 이외의 공정 중에 나타날 수 있으며, 공정 경제성에 대해 불리한 전체적인 효과를 가질 수 있다는 것이 발견되었다.

[0016] 그에 따라, 본 발명은 나아가, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염화수소를 함유하는 염소화제와 반응시키는 단계를 포함하는 클로로히드린 제조 방법 중 상기 반응 단계 이외의 하나 이상의 단계에서의 염소화제에 대해 내성인 재료로 제조되거나 피복된 장치의 용도를 제공한다.

[0017] 이것은 이러한 유형의 장치를 사용하면 물 및 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 존재 하에 염화수소에 의한 부식을 방지할 수 있기 때문이다. 물은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소와 염소화제 사이의 반응에 의해 생성된 물, 또는 공정 내로 도입된 물일 수 있다.

[0018] 본 발명은 마지막으로,

[0019] (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염화수소를 함유하는 염소화제와 반응시키는 한 부분, 및

[0020] (b) 염소화제에 대해 내성인 재료로 제조되거나 피복된 장치 중에 만들어진 하나 이상의 다른 부분을 포함하는 클로로히드린 제조용 플랜트를 제공한다.

[0021] 용어 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소"는 2개의 상이한 포화 탄소 원자에 부착된 2개 이상의 히드록실기를 함유하는 탄화수소를 지칭한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 2 내지 60개의 탄소 원자를 함유할 수 있으나, 이로 한정되는 것은 아니다.

[0022] 히드록실 작용기 (OH)를 갖는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 탄소 각각은 1개 초과의 OH기를 가질 수 없으며, sp3 혼성화를 가져야 한다. OH기를 갖는 탄소 원자는 1차, 2차 또는 3차이어야 한다. 본 발명에서 사용되는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 OH기를 갖는 2개 이상의 sp3-혼성화된 탄소 원자를 함유하여야 한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 고급의(higher), 인접(vicinal) 또는 연속(contiguous)하는 이들 반복 단위를 포함하는, 인접 디올 (1,2-디올) 또는 인접 트리올 (1,2,3-트리올)을 함유하는 임의의 탄화수소를 포함한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 정의는 또한 예를 들어 하나 이상의 1,3-, 1,4-, 1,5- 및 1,6-디올 작용기를 포함한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 또한 폴리비닐 알코올과 같은 중합체일 수 있다. 예를 들어 같은자리 (geminal) 디올은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 이러한 군에서 제외된다.

[0023] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 방향족 잔기 또는 헤테로원자 (예를 들어 할로겐, 황, 인, 질소, 산소, 규소 및 붕소 유형을 포함하는 헤테로원자), 및 이들의 혼합물을 함유할 수 있다.

[0024] 본 발명에서 사용될 수 있는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 예를 들어, 1,2-에탄디올 (에틸렌 글리콜), 1,2-프로판디올 (프로필렌 글리콜), 1,3-프로판디올, 1-클로로-2,3-프로판디올 (클로로프로판디올), 2-클로로-1,3-프로판디올 (클로로프로판디올), 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 시클로헥산디올, 1,2-부탄디올, 1,2-시클로헥산디메탄올, 1,2,3-프로판트리올 ("글리세롤" 또는 "글리세린"으로도 알려짐), 및 이들의 혼합물을 포함한다. 바람직하게는, 본 발명에서 사용되는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 예를 들어 1,2-에탄디올, 1,2-프로판디올, 1,3-프로판디올, 클로로프로판디올 및 1,2,3-프로판트리올 및 이들 중 둘 이상의 혼합물을 포함한다. 보다 바람직하게는, 본 발명에서 사용되는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 예를 들어 1,2-에탄디올, 1,2-프로판디올, 클로로프로판디올 및 1,2,3-프로판트리올, 및 이들 중 둘 이상의 혼합물을 포함한다. 1,2,3-프로판트리올 또는 글리세롤이 가장 바람직하다.

[0025] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 중에 존재할 수 있고(있거나) 클로로히드린 제조 방법에서 제조될 수 있고(있거나) 클로로히드린 제조 방법에 앞서 제조될 수 있다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르의 예는 에틸렌 글리콜 모노아세테이트, 프로판디올 모노아세테이트, 글리세롤 모노아세테이트, 글리세롤 모노스테아레이트, 글리세롤 디아세테이트 및 이들의 혼합물을 포함한다.

[0026] 용어 "클로로히드린"은 본원에서 상이한 포화 탄소 원자에 부착된 하나 이상의 염소 원자 및 하나 이상의 히드록실기를 함유하는 화합물을 기재하기 위하여 사용된다. 2개 이상의 히드록실기를 함유하는 클로로히드린 또한 폴리히드록실화 지방족 탄화수소이다. 따라서, 출발 물질 및 반응 생성물은 각각 클로로히드린일 수 있다. 그 경우에, "생성물" 클로로히드린이 출발 클로로히드린보다 더 염소화된다. 다시 말해 출발 클로로히드린보다 많은 염소 원자 및 적은 히드록실기를 가진다. 바람직한 클로로히드린은 클로로에탄올, 클로로프로판올, 클로로프로판디올, 디클로로프로판올 및 이들 중 둘 이상의 혼합물이다. 디클로로프로판올이 특히 바람직하다. 보다 특히 바람직한 클로로히드린은 2-클로로에탄올, 1-클로로프로판-2-올, 2-클로로프로판-1-올, 1-클로로프로판-2,3-디올, 2-클로로프로판-1,3-디올, 1,3-디클로로프로판-2-올, 2,3-디클로로프로판-1-올 및 이들 중 둘 이상의

혼합물이다.

[0027] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르, 또는 이들의 혼합물은 화석 원료 물질로부터 출발하거나 재생가능한 원료 물질로부터 출발하여 얻어질 수 있으며, 바람직하게는 재생가능한 원료 물질로부터 출발하여 얻어질 수 있다.

[0028] 화석 원료 물질은 석유화학 천연 자원, 예를 들어 페트롤륨, 천연가스 및 석탄의 가공으로부터 얻어진 물질을 의미한다. 이러한 물질들 중에서, 2 및 3개의 탄소 원자를 함유하는 유기 화합물이 바람직하다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소가 글리세롤인 경우에, 알릴 클로라이드, 알릴 알코올 및 "합성" 글리세롤이 특히 바람직하다. "합성" 글리세롤은 일반적으로 석유화학 자원으로부터 얻어진 글리세롤을 의미한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소가 에틸렌 글리콜인 경우, 에틸렌 및 "합성" 에틸렌 글리콜이 특히 바람직하다. "합성" 에틸렌 글리콜은 일반적으로 석유화학 자원으로부터 얻어진 에틸렌 글리콜을 의미한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소가 프로필렌 글리콜인 경우, 프로필렌 및 "합성" 프로필렌 글리콜이 특히 바람직하다. "합성" 프로필렌 글리콜은 일반적으로 석유화학 자원으로부터 얻어진 프로필렌 글리콜을 의미한다.

[0029] 재생가능한 원료 물질은 재생가능한 천연 자원의 가공으로부터 얻어진 물질을 의미한다. 이러한 물질 중에서, "천연" 에틸렌 글리콜, "천연" 프로필렌 글리콜 및 "천연" 글리세롤이 바람직하다. "천연" 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜 및 글리세롤은 예를 들어 열화학적 과정에 의하여 당의 전환에 의하여 얻어지며, 이러한 당은 문헌 ["Industrial Bioproducts: Today and Tomorrow", Energetics, Incorporated for the U.S. Department of Energy, Office of Energy Efficiency and Renewable Energy, Office of the Biomass Program, July 2003, pages 49, 52 to 56]에 기재된 바와 같이 바이오매스로부터 출발하여 얻어질 수 있다. 이러한 방법들 중 하나는 예를 들어 글루코스의 열화학적 전환에 의하여 얻어진 소르비톨의 촉매적 가수소분해 (hydrogenolysis)이다. 다른 방법은 예를 들어 자일로스의 수소화에 의하여 얻어진 자일리톨의 촉매적 가수소분해이다. 자일로스는 예를 들어 옥수수 섬유에 존재하는 헤미셀룰로스의 가수분해에 의하여 얻어질 수 있다. "재생가능한 원료 물질로부터 얻어진 글리세롤"은 특히, 일반적으로 비누화, 트랜스에스테르화 또는 가수분해 반응과 같은 동물성 또는 식물성 오일 또는 지방의 전환 동안에 얻어진 바이오디젤 또는 그 밖의 글리세롤의 제조 동안에 얻어지는 글리세롤을 의미한다.

[0030] 본 발명의 방법에서 사용될 수 있는 오일 중에서, 모든 통상의 오일, 예를 들어 팜유, 팜커넬유, 코프라오일, 바바수유, 이전의 또는 새로운 (저에루신산) 콜자유, 해바라기유, 옥수수유, 피마자유 및 면유, 땅콩유, 대두유, 아마인유 및 크람베유(crambe oil), 및 예를 들어 유전자 변형 또는 교배에 의하여 얻어진 해바라기 식물 또는 콜자 식물 (colza plant)로부터 얻어지는 모든 오일을 언급할 수 있다.

[0031] 폐식용유, 각종 동물유, 예를 들어 어유, 탈로우 (tallow), 라드 (lard) 및 스퀘어링 그리스 (squaring grease)를 사용하는 것도 가능하다.

[0032] 사용된 오일 중에서, 예를 들어 아마인유 및 해바라기유의 "스탠드 오일 (stand oil)"의 중합 또는 올리고머화에 의하여 부분적으로 변형된 오일, 및 블로운 식물유 (blown vegetable oil)를 언급할 수 있다.

[0033] 특히 적합한 글리세롤은 동물 지방의 전환 동안에 얻을 수 있다. 다른 특히 적합한 글리세롤은 바이오디젤의 제조 동안에 얻을 수 있다. 세번째의 매우 적합한 글리세롤은 문헌 FR 2752242, FR 2869612 및 FR 2869613에 기재된 바와 같이, 비균질 촉매의 존재 하에 트랜스에스테르화에 의한 동물성 또는 식물성 오일 또는 지방의 전환 동안에 얻을 수 있다. 보다 구체적으로, 비균질 촉매는 알루미늄 및 아연의 혼합 옥시드, 아연 및 티탄의 혼합 옥시드, 아연, 티탄 및 알루미늄의 혼합 옥시드, 비스무스 및 알루미늄의 혼합 옥시드로부터 선택되고, 비균질 촉매는 고정상(fixed bed)의 형태로 사용된다. 이러한 후자의 방법은 바이오디젤 제조 방법일 수 있다.

[0034] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소를 전환시켜 클로로히드린을 제조하는 방법"이라는 제목의 특허 출원에 기재된 것과 같을 수 있다.

[0035] 원소 형태로 나타낸 전체 금속 함량이 0.1 ㎍/kg 이상 1000 mg/kg 이하인 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화제와 반응시키는, 클로로히드린의 제조 방법을 특히 언급한다.

[0036] 본 발명에 따른 방법에서, 재생가능한 원료 물질로부터 출발하여 얻어진 글리세롤을 사용하는 것이 바람직하다.

[0037] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수

소의 에스테르 또는 이들의 혼합물은 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제2면 제8행 내지 제4면 제2행에 구체적으로 개시된 것과 같은 조 생성물 또는 정제된 생성물일 수 있다.

[0038] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실하 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물은, 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되고 그 내용이 본원에 참고문헌으로 도입된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소를 염소화시켜 클로로히드린을 제조하는 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 바와 같이, 알칼리 금속 및/또는 알칼리 토금속 함량이 5 g/kg 이하인 폴리히드록실화 지방족 탄화수소일 수 있다. 알칼리 금속은 리튬, 나트륨, 칼륨, 루비듐 및 세슘으로부터 선택될 수 있으며, 알칼리 토금속은 마그네슘, 칼슘, 스트론튬 및 바륨으로부터 선택될 수 있다.

[0039] 본 발명에 따른 방법에 있어서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 알칼리 금속 및(또는) 알칼리 토금속 함량은 5 g/kg 이하, 종종 1 g/kg 이하, 보다 특히 0.5 g/kg 이하, 어떠한 경우에는 0.01 g/kg 이하이다. 글리세롤의 알칼리 금속 및(또는) 알칼리 토금속 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0040] 본 발명에 따른 방법에서, 알칼리 금속은 일반적으로 리튬, 나트륨, 칼륨 및 세슘이고, 종종 나트륨 및 칼륨이고, 흔히 나트륨이다.

[0041] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 리튬 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0042] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 나트륨 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0043] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 칼륨 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0044] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 루비듐 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0045] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 세슘 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0046] 본 발명에 따른 방법에서, 알칼리 토금속 원소는 일반적으로 마그네슘, 칼슘, 스트론튬 및 바륨이고, 종종 마그네슘 및 칼슘이고, 흔히 칼슘이다.

[0047] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 마그네슘 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0048] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 칼슘 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0049] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 스트론튬 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0050] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물의 바륨 함량은 일반적으로 1 g/kg 이하, 종종 0.1 g/kg 이하, 보다 특히 2 mg/kg 이하이다. 이 함량은 일반적으로 0.1 ㎍/kg 이상이다.

[0051] 본 발명에 따른 제조 방법에서, 알칼리 및(또는) 알칼리 토금속은 일반적으로 염 형태로, 흔히 클로라이드, 술페이트 및 이들의 혼합물 형태로 존재한다. 염화나트륨이 가장 흔하다.

[0052] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 염소화제는 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제4면 제25행 내지 제6면 제2행에 기재된 바와 같을 수 있다.

[0053] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 염소화제는 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제4면 제30행 내지 제6면 제2행에 기재된 바와 같은 염화수소일 수 있다.

[0054] 수성 염산 또는 바람직하게는 무수성인 염화수소일 수 있는 염소화제를 특히 언급한다.

[0055] 염화수소는 유기 염소 화합물을 열분해하는 방법으로부터, 예를 들어 비닐 클로라이드 제조로부터, 4,4-메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI) 또는 톨루엔 디이소시아네이트 (TDI) 제조 방법으로부터, 금속 피클링 방법 (metal pickling process)으로부터, 또는 황산 또는 인산과 같은 무기산과 염화나트륨, 염화칼륨 또는 염화칼슘과 같은 금속 클로라이드의 반응으로부터 유래될 수 있다.

[0056] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법의 한 이로운 실시태양에서, 염소화제는 기체상 염화수소 또는 염화수소 수용액 또는 상기 두가지의 조합이다.

[0057] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 염화수소는, 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소를 염소화제와 반응시켜 클로로히드린을 제조하는 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 바와 같이, 알릴 클로라이드 및(또는) 클로로메탄 제조용 플랜트 및(또는) 염소분해 및(또는) 염소 화합물의 고온 산화용 플랜트로부터 얻는, 염화수소 수용액 또는 바람직하게는 무수성인 염화수소일 수 있다.

[0058] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르로부터 또는 이들의 혼합물, 및 염소화제 (상기 염소화제는 질소, 산소, 수소, 염소, 유기 탄화수소 화합물, 유기 할로겐 화합물, 유기산소 화합물 및 금속 중의 화합물 중 1종 이상을 포함함)로부터 클로로히드린을 제조하는 방법을 특히 언급한다.

[0059] 포화 또는 불포화 지방족 및 방향족 탄화수소 및 이들의 혼합물에서 선택되는 유기 탄화수소 화합물을 특히 언급한다.

[0060] 아세틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 부텐, 프로파디엔, 메틸아세틸렌 및 이들의 혼합물에서 선택되는 불포화 지방족 탄화수소, 메탄, 에탄, 프로판, 부탄 및 이들의 혼합물에서 선택되는 포화 지방족 탄화수소, 및 벤젠인 방향족 탄화수소를 특히 언급한다.

[0061] 클로로메탄, 클로로에탄, 클로로프로판, 클로로부탄, 비닐 클로라이드, 비닐리덴 클로라이드, 모노클로로프로펜, 퍼클로로에틸렌, 트리클로로에틸렌, 클로로부타디엔, 클로로벤젠 및 이들의 혼합물에서 선택되는 유기 염소 화합물인 유기 할로겐 화합물을 특히 언급한다.

[0062] 플루오로메탄, 플루오로에탄, 비닐 플루오라이드, 비닐리덴 플루오라이드 및 이들의 혼합물에서 선택되는 유기 불소 화합물인 유기 할로겐 화합물을 특히 언급한다.

[0063] 알코올, 클로로알코올, 클로로에테르 및 이들의 혼합물에서 선택되는 유기산소 화합물을 특히 언급한다.

[0064] 알칼리 금속, 알칼리 토금속, 철, 니켈, 구리, 납, 비소, 코발트, 티탄, 카드뮴, 안티몬, 수은, 아연, 셀레늄, 알루미늄, 비스무스 및 이들의 혼합물에서 선택되는 금속을 특히 언급한다.

[0065] 염소화제가 적어도 부분적으로 알릴 클로라이드 제조 방법 및(또는) 클로로메탄 제조 방법 및(또는) 염소분해 방법 및(또는) 800℃ 이상의 온도에서의 염소 화합물 산화 방법에서 유래된 것인 방법을 보다 특히 언급한다.

[0066] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법의 한 가지 특히 이로운 실시태양에서, 염화수소는 염화수소 수용액이고, 기체상 염화수소를 함유하지 않는다.

[0067] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제의 반응은 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제6면 제3행 내지 제23행에 기재된 반응기 중에서 수행할 수 있다.

[0068] 반응 조건 하에서 염소화제, 특히 염화수소에 내성인 재료로 제조되거나, 피복된 플랜트를 특히 언급한다. 에나멜 스틸 또는 탄탈로 제조된 플랜트를 보다 특히 언급한다.

[0069] 본 발명에 따른 디클로로프로판을 제조 방법에서, 글리세롤과 염화수소의 반응은 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "클로로히드린을 제조하기 위한 연속적인 방법"이라는

제목의 출원에 기재된 바와 같은 반응 매질 중에서 수행될 수 있다.

[0070] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을, 정상 상태 조성이 폴리히드록시화 지방족 탄화수소의 몰로 표현한 양의 합이 액체 반응 매질의 유기 부분을 기초로 1.1 mol% 이상 30 mol% 이하인 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 및 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르를 포함하는 액체 반응 매질 중에서 염소화제 및 유기산과 반응시키는, 클로로히드린을 제조하기 위한 연속적인 방법이 특히 언급된다.

[0071] 액체 반응 매질 중 유기 부분은 액체 반응 매질 중 모든 유기 화합물, 즉 분자가 하나 이상의 탄소 원자를 함유하는 모든 화합물들로 이루어진다.

[0072] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제의 반응은 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제6면 제28행 내지 제8면 제5행에 기재된 촉매의 존재 하에 수행할 수 있다.

[0073] 200℃ 이상의 대기 비점을 갖는 카르복실산 또는 카르복실산 유도체, 특히 아디프산 및 아디프산 유도체에 기초한 촉매를 특히 언급한다.

[0074] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제의 반응은 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제8면 제6행 내지 제10면 제10행에 기재된 체류 시간 동안, 기재된 촉매 농도, 온도 및 압력에서 수행될 수 있다.

[0075] 20℃ 이상 160℃ 이하의 온도, 0.3 bar 이상 100 bar 이하의 압력 및 1 시간 이상 50 시간 이하의 체류 시간을 특히 언급한다.

[0076] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제의 반응은 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제11면 제12행 내지 제36행에 기재된 용매의 존재 하에 수행할 수 있다.

[0077] 유기 용매, 예를 들어 염소화된 유기 용매, 알코올, 케톤, 에스테르 또는 에테르, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소에 혼화성인 비수성 용매, 예를 들어 클로로에탄올, 클로로프로판올, 클로로프로판디올, 디클로로프로판올, 디옥산, 페놀, 크레솔, 및 클로로프로판디올과 디클로로프로판올의 혼합물, 또는 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 적어도 부분적으로 염소화되고(되거나) 에스테르화된 올리고머와 같은 무거운 생성물을 특히 언급한다.

[0078] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소와 염소화제의 반응은 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "액체상으로 클로로히드린을 제조하는 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 바와 같이, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 이외의 무거운 화합물을 포함하는 액체상의 존재 하에 수행할 수 있다.

[0079] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 이외의 무거운 화합물을 포함하고, 1 bar의 절대 압력 하에서의 클로로히드린의 비점보다 15℃ 이상 높은 1 bar의 절대 압력 하에서의 비점을 갖는 액체상의 존재 하에 염소화제와 반응시키는, 클로로히드린의 제조 방법을 특히 언급한다.

[0080] 본 발명에 따른 에폭시드 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제의 반응은 바람직하게는 액체 반응 매질 중에서 수행된다. 액체 반응 매질은 단일상 또는 다중상 매질일 수 있다.

[0081] 액체 반응 매질은 반응 온도에서 용해되거나 분산된 고체 화합물, 용해되거나 분산된 액체 화합물 및 용해되거나 분산된 기체상 화합물들 모두로 구성된다.

[0082] 반응 매질은 반응물, 촉매, 용매, 반응물, 용매 및 촉매 중에 존재하는 불순물, 반응 중간체, 반응의 생성물 및 부산물을 포함한다.

[0083] 반응물은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 및 염소화제를 의미한다.

[0084] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소에 존재하는 불순물 중에는, 카르복실산, 카르복실산의 염, 지방산과 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르, 지방산과 트랜스에스테르화에 사용되는 알코올의 에스테르, 및 무기염, 예

를 들어 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속 술페이트 및 클로라이드를 언급할 수 있다.

[0085] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소가 글리세롤인 경우, 언급할 수 있는 글리세롤 중의 불순물은 카르복실산, 카르복실산의 염, 지방산 에스테르, 예를 들어 모노-, 디- 및 트리글리세리드, 지방산과 트랜스에스테르화에 사용되는 알코올의 에스테르, 및 무기염, 예를 들어 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속 술페이트 및 클로라이드를 포함한다.

[0086] 반응 중간체 중에는, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 모노클로로히드린, 및 이들의 에스테르 및(또는) 폴리에스테르, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 및(또는) 폴리에스테르 및 폴리클로로히드린의 에스테르를 언급할 수 있다.

[0087] 클로로히드린이 디클로로프로판올인 경우, 언급될 수 있는 반응 중간체는 글리세롤 모노클로로히드린 및 그의 에스테르 및(또는) 폴리에스테르, 글리세롤의 에스테르 및(또는) 폴리에스테르 및 디클로로프로판올의 에스테르를 포함한다.

[0088] 그러므로, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르는 각 경우에 반응물, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 불순물 또는 반응 중간체일 수 있다.

[0089] 반응 생성물은 클로로히드린과 물을 의미한다. 물은 염소화 반응 중에 형성된 물 및(또는), 예를 들어 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제2면 제22행 내지 제28행 내지 제3면 제20행 내지 제25행, 제5면 제7행 내지 제31행 및 제12면 제14행 내지 제19행에 기재된 바와 같이 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 및(또는) 염소화제를 통하여 공정 내로 도입되는 물일 수 있다.

[0090] 부산물 중에는, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 부분적으로 염소화되고(되거나) 에스테르화된 올리고머를 언급할 수 있다.

[0091] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소가 글리세롤인 경우, 언급할 수 있는 부산물은 예를 들어 글리세롤의 부분적으로 염소화되고(되거나) 에스테르화된 올리고머를 포함한다.

[0092] 반응 중간체 및 부산물은 공정 중 상이한 단계, 예를 들어 클로로히드린 제조 단계 도중에, 또한 클로로히드린을 분리해내는 단계 도중에 형성될 수 있다.

[0093] 그러므로, 액체 반응 혼합물은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 기포 형태의 분산액 또는 용액 중의 염소화제, 촉매, 용매, 반응물, 용매 및 촉매 중에 존재하는 불순물, 예를 들어 용해되거나 고체인 염, 예를 들어 반응 중간체, 반응 생성물 및 부산물을 포함할 수 있다.

[0094] 본 발명에 따른 방법의 단계 (a) 및 (b)는 배치 방식 또는 연속 방식으로 수행될 수 있다. 모든 단계를 연속 방식으로 수행하는 것이 바람직하다.

[0095] 본 발명에 따른 방법에서, 반응 혼합물로부터의 클로로히드린 및 다른 화합물들의 분리는 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제12면 제1행 내지 제16면 제35행 및 제18면 제6행 내지 제13행에 기재된 방법에 따라서 수행할 수 있다. 이러한 다른 화합물들은 앞서 언급한 것들이고, 소비되지 않은 반응물, 반응물 중에 존재하는 불순물, 촉매, 용매, 반응 중간체, 물 및 반응 부산물을 포함한다.

[0096] 염소화제의 손실을 최소화하는 조건 하에서 물/클로로히드린/염소화제 혼합물의 공비 증류에 의한 분리, 이에 후속하는 상 분리에 의한 클로로히드린의 단리를 특히 언급한다.

[0097] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 반응 혼합물로부터의 클로로히드린 및 다른 화합물들의 단리는 2005년 5월 20일자로 솔베이 SA 명의로 출원되고, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 특허 출원 EP 05104321.4에 기재된 종류의 방법들에 따라서 수행할 수 있다. 액체상으로부터 염을 제거하기 위한 하나 이상의 분리 조작을 포함하는 분리 방법이 특히 바람직하다.

[0098] 사용된 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물이 1종 이상의 고체 또는 용해된 금속 염을 포함하며, 금속 염의 일부를 제거하기 위한 분리 조작을 포함하는, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화제와 반응시켜 클로로히드린을 제조하는 방법을 특히 언급한다. 사용된 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물이 1종 이상의 클로라이드 및(또는) 나트륨 및(또는) 칼륨 술페이트를 포함하고, 금속염의 일부를 제거하기 위한 분리 조작이 여과 조작인, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제를 반응시켜 클로로히드린을 제

조하는 방법을 보다 특히 언급한다. (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 반응 혼합물 중에서 염소화제와 반응시키고, (b) 연속적으로 또는 주기적으로, 적어도 물과 클로로히드린을 함유하는 반응 혼합물의 분획을 제거하고, (c) 단계 (b)에서 얻은 분획의 적어도 일부를 증류 단계로 도입시키고, (d) 증류 단계의 환류비를 상기 증류 단계에 물을 제공하여 조절하는, 클로로히드린의 제조 방법을 또한 특히 언급한다. (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 반응 혼합물 중에서 염화수소와 반응시키고, (b) 연속적으로 또는 주기적으로, 적어도 물과 클로로히드린을 함유하는 반응 혼합물의 분획을 제거하고, (c) 단계 (b)에서 얻어진 분획의 적어도 일부를 증류 단계로 도입시키고, 이때 증류 단계 내로 도입된 분획 중의 염화수소 농도와 물 농도 사이의 비가 증류 온도 및 압력에서의 이성분(binary) 공비 염화수소/물 조성물 중의 염화수소/물 농도비보다 작은 것인, 클로로히드린의 제조 방법을 매우 특히 언급한다.

[0099] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 염소화로부터의 반응 혼합물로부터의 클로로히드린 및 다른 화합물들의 분리는 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "클로로히드린의 제조 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 방법에 따라서 수행할 수 있다.

[0100] (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화제 및 유기산과 반응시켜 클로로히드린 및 클로로히드린의 에스테르를 함유하는 혼합물을 얻는 단계, (b) 단계 (a)에서 얻은 혼합물의 적어도 일부를 단계 (a)에 후속하는 한 번 이상의 처리에 적용하는 단계, 및 (c) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소를 단계 (a)에 후속하는 하나 이상의 단계에 첨가하여, 클로로히드린의 에스테르와 20℃ 이상의 온도에서 반응시켜 적어도 부분적으로 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르를 형성하는 단계를 포함하는 클로로히드린의 제조 방법을 특히 언급한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소가 글리세롤이고, 클로로히드린이 디클로로프로판올인 방법을 더욱 특히 언급한다.

[0101] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 염소화의 반응 혼합물로부터의 클로로히드린 및 다른 화합물들의 분리는 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소에서 출발하여 클로로히드린을 제조하는 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 방법에 따라서 수행할 수 있다.

[0102] 반응기 내로 도입되는 액체 스트림의 전체 중량에 비교하여 50 중량% 미만의 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 함유하는 1종 이상의 액체 스트림이 공급되는 반응기 중에서 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제를 반응시켜 클로로히드린을 제조하는 방법을 특히 언급한다. (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화제와 반응시켜 클로로히드린, 물 및 염소화제를 함유하는 1종 이상의 혼합물을 얻는 단계, (b) 적어도 단계 (a)에서 형성된 혼합물의 분획을 제거하는 단계, 및 (c) 단계 (b)에서 제거된 분획을 증류 및(또는) 스트리핑 (stripping) 조작하며, 이때 폴리히드록실화 지방족 탄화수소를 첨가하여 단계 (b)에서 제거된 분획으로부터 물과 클로로히드린을 함유하고, 단계 (b)에서 제거된 분획과 비교하여 감소된 염소화제 함량을 나타내는 혼합물을 단리하는 단계를 포함하는 방법을 보다 특히 언급한다.

[0103] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 염소화의 반응 혼합물로부터의 클로로히드린 및 다른 화합물들의 분리는 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 클로로히드린으로의 전환 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 방법에 따라서 수행할 수 있다.

[0104] (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화제와 반응시켜 클로로히드린, 클로로히드린 에스테르 및 물을 함유하는 혼합물을 제공하는 단계,

[0105] (b) 적어도 단계 (a)에서 얻어진 혼합물의 분획을 증류 및/또는 스트리핑 처리하여 물, 클로로히드린 및 클로로히드린 에스테르가 농축된 부분을 얻는 단계,

[0106] (c) 적어도 단계 (b)에서 얻어진 부분의 분획을 하나 이상의 첨가제의 존재 하에 분리 조작하여 클로로히드린 및 클로로히드린 에스테르가 농축되고, 40 중량% 미만의 물을 함유하는 일부분(moiety)을 얻는 단계를 포함하는 클로로히드린의 제조 방법이 특히 언급된다.

[0107] 분리 조작은 보다 특별하게는 경사분리이다.

[0108] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 반응 혼합물의 다른 화합물들의 단리 및 처리는 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 염소화에 의한 클로로히드린의 제조방법"이라는 제목의 특허 출원에 기재된 방법에 따라 수행될 수 있다. 바람직한 처리는 반응 부산물들의 분획을 고온 산화시키는 것이다.

[0109] (a) 알칼리 금속 및/또는 알칼리 토금속 함량이 5 g/kg 이하인 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물, 염소화제 및 유기산을 반응시켜 적어도 클로로히드린 및 부산물들을 함유하는 혼합물을 제공하는 단계, (b) 단계 (a)에서 얻어진 혼합물의 적어도 일부를 단계 (a)에 후속하는 단계들 중에서 한 번 이상 처리하는 단계, 및 (c) 단계 (a)에 후속하는 단계들 중 하나 이상에서 800℃ 이상의 온도에서 산화시키는 단계를 포함하는 클로로히드린 제조 방법이 특히 언급된다. 후속 단계에서 단계 (a)에서 얻어진 혼합물의 일부를 제거하고, 이 일부를 제거 과정 중에 800℃ 이상의 온도에서 산화시키는 방법이 보다 특히 언급된다. 또한, 단계 (b)의 처리가 상 분리, 여과, 원심분리, 추출, 세척, 증발, 스트리핑, 증류, 및 흡착 조작 또는 이들 조작들 중 둘 이상의 조합인 방법이 특히 언급된다.

[0110] 본 발명에 따른 방법에서, 클로로히드린이 클로로프로판올인 경우, 1-클로로프로판-2-올 및 2-클로로프로판-1-올의 이성질체를 포함하는 화합물의 혼합물 형태로 사용되는 것이 일반적이다. 이 혼합물은 일반적으로 1 중량% 초과, 바람직하게는 5 중량% 초과, 특히 50 중량% 초과의 두가지 이성질체를 함유한다. 혼합물은 보통 99.9 중량% 미만, 바람직하게는 95 중량% 미만, 보다 특히 90 중량% 미만의 두가지 이성질체를 함유한다. 혼합물의 다른 성분은 클로로프로판올을 제조하는 공정에서 유래되는 화합물, 예를 들어 잔류 반응물, 반응 부산물, 용매 및 특히 물일 수 있다.

[0111] 이성질체들인 1-클로로프로판-2-올 및 2-클로로프로판-1-올의 질량비는 보통 0.01 이상, 바람직하게는 0.4 이상이다. 이 비는 보통 99 이하, 바람직하게는 25 이하이다.

[0112] 본 발명에 따른 방법에서, 클로로히드린이 클로로에탄올인 경우, 2-클로로에탄올 이성질체를 포함하는 화합물의 혼합물 형태로 사용되는 것이 일반적이다. 이 혼합물은 일반적으로 1 중량% 초과, 바람직하게는 5 중량% 초과, 특히 50 중량% 초과의 이성질체를 함유한다. 혼합물은 보통 99.9 중량% 미만, 바람직하게는 95 중량% 미만, 보다 특히 90 중량% 미만의 이성질체를 함유한다. 혼합물의 다른 성분은 클로로에탄올을 제조하는 방법에서 유래된 화합물, 예를 들어 잔류 반응물, 반응 부산물, 용매, 및 특히 물일 수 있다.

[0113] 본 발명에 따른 방법에서, 클로로히드린이 클로로프로판디올인 경우, 1-클로로프로판-2,3-디올 및 2-클로로프로판-1,3-디올의 이성질체를 포함하는 화합물의 혼합물 형태로 사용되는 것이 일반적이다. 이 혼합물은 일반적으로 1 중량% 초과, 바람직하게는 5 중량% 초과, 특히 50 중량% 초과의 두 이성질체를 함유한다. 혼합물은 보통 99.9 중량% 미만, 바람직하게는 95 중량% 미만, 더욱 특히 90 중량% 미만의 두 이성질체를 함유한다. 혼합물의 다른 성분은 클로로프로판디올을 제조하는 방법에서 유래된 화합물, 예를 들어 잔여 반응물, 반응 부산물, 용매 및 특히 물일 수 있다.

[0114] 1-클로로프로판-2,3-디올과 2-클로로프로판-1,3-디올 이성질체 사이의 질량비는 보통 0.01 이상, 바람직하게는 0.4 이상이다. 이러한 비는 보통 99 이하이고, 바람직하게는 25 이하이다. 본 발명에 따른 방법에서, 클로로히드린이 디클로로프로판올인 경우, 일반적으로,1,3-디클로로프로판-2-올 및 2,3-디클로로프로판-1-올의 이성질체들을 포함하는 화합물들의 혼합물의 형태로 사용된다. 이 혼합물은 일반적으로, 1 중량%, 바람직하게는 5 중량% 초과, 특히 50 중량% 초과의 두 이성질체들을 함유한다. 혼합물은 보통 99.9 중량% 미만, 바람직하게는 95 중량% 미만, 보다 특히 90 중량% 미만의 두 이성질체들을 함유한다. 혼합물의 다른 성분들은 디클로로프로판올을 제조하는 방법으로부터 유래하는 화합물들, 예를 들어 잔류 반응물, 반응 부산물, 용매 및, 특히 물일 수 있다.

[0115] 1,3-디클로로프로판-2-올과 2,3-디클로로프로판-1-올 이성질체들의 질량비는 보통 0.01 이상, 종종 0.4 이상, 흔히 1.5 이상, 바람직하게는 3.0 이상, 보다 바람직하게는 7.0 이상, 매우 특히 바람직하게는 20.0 이상이다. 이러한 비는 보통 99 이하, 바람직하게는 25 이하이다.

[0116] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제의 반응은 유기산의 존재 하에서 수행될 수 있다. 유기산은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 제조 방법으로부터 유래하는 생성물 또는 이 방법으로부터 유래하지 않은 생성물일 수 있다. 후자의 경우, 문제되는 생성물은 폴리히드록실화 지방족 탄화수소와 염소화제의 반응을 촉매하기 위해 사용되는 유기산일 수 있다. 유기산은 또한, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 제조 방법으로부터 유래

한 유기산, 및 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 제조 방법으로부터 유래하지 않은 유기산의 혼합물일 수 있다.

[0117] 본 발명에 따른 방법에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르는 염소화제와의 반응 후의 단계들 전에, 그 도중에 또는 그 안에, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소와 유기산 사이의 반응으로부터 유래될 수 있다.

[0118] 본 발명에 따른 방법에서 얻어진 클로로히드린은 본 출원인의 명의로 2005년 5월 20일에 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 특허 출원 FR 05.05120에 기재된 바와 같이, 증가된 양의 할로겐화 케톤, 특히 클로로아세톤을 포함할 수 있다. 할로겐화 케톤 함량은 본 발명에 따른 방법에서 얻어진 클로로히드린을 물의 존재하에 공비 증류하거나, 또는 클로로히드린을 상기 출원 제4면 제1행 내지 제6면 제35행에 기재되어 있는 바와 같이 탈염화수소화 처리하여 감소시킬 수 있다.

[0119] 할로겐화 케톤이 부산물로 형성되고, 형성된 할로겐화 케톤의 적어도 일부를 제거하는 한 번 이상의 처리를 포함하는, 에폭시드의 제조 방법을 특히 언급한다. 하나 이상의 분획이 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화함으로써 제조되는, 클로로히드린을 탈염화수소화하여 에폭시드를 제조하는 방법, 탈염화수소화 처리 및 물/할로겐화 케톤 혼합물의 공비 증류에 의한 처리 (이는 형성된 할로겐화 케톤의 적어도 일부를 제거하기 위한 목적임), 및 형성된 할로겐화 케톤이 클로로아세톤인 에피클로로히드린 제조 방법을 더욱 특히 언급한다.

[0120] 본 발명에 따른 방법에서 얻어진 클로로히드린은 솔베이 SA의 명의로 출원된 특허 출원 WO 2005/054167 및 FR 05.05120에 기재된 바와 같이 에폭시드를 제조하기 위하여 탈염화수소화 반응에 적용될 수 있다.

[0121] 용어 "에폭시드"는 본원에서, 탄소-탄소 결합 상에 가교된 하나 이상의 산소를 함유하는 화합물을 설명하기 위해 사용된다. 일반적으로 말하면, 탄소-탄소 결합의 탄소 원자들은 인접해 있고, 본 화합물은 탄소 원자 및 산소 원자 이외의 원자들, 예를 들어 수소 원자 및 할로겐을 함유할 수 있다. 바람직한 에폭시드는 에틸렌 옥시드, 프로필렌 옥시드 및 에피클로로히드린이다.

[0122] 클로로히드린의 탈염화수소화는 본 출원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되었으며, 그 내용이 본원에 참고로 도입된 "폴리히드록실화 지방족 탄화수소 및 염소화제로부터 출발한 에폭시드의 제조 방법"이라는 제목의 출원에 기재된 바와 같이 수행할 수 있다.

[0123] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과 염소화제 사이의 반응으로부터 야기되었으며, 반응 혼합물 kg 당 10 g 이상의 클로로히드린을 함유하는 반응 혼합물을 중간 처리 없이 후속적으로 화학 반응시키는, 에폭시드 제조 방법을 특히 언급한다.

[0124] (a) 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화제 및 유기산과 반응시켜 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르, 물, 염소화제 및 유기산을 함유하는 반응 혼합물 중에 클로로히드린 및 클로로히드린 에스테르를 형성하며, 여기서 반응 혼합물은 반응 혼합물 kg 당 10 g 이상의 클로로히드린을 함유하는 것인 단계,

[0125] (b) 단계 (a)에서 얻어진 반응 혼합물과 동일한 조성을 갖는, 적어도 단계 (a)에서 얻어진 반응 혼합물의 분획을 단계 (a)에 후속하는 단계들에서 한 번 이상 처리하는 단계,

[0126] (c) 클로로히드린, 클로로히드린 에스테르, 염소화제 및 유기산과 적어도 부분적으로 반응시키기 위하여 단계 (a)에 후속하는 단계들 중 하나 이상의 단계에 염기성 화합물을 첨가하여 에폭시드 및 염을 형성하는 단계를 포함하는 에폭시드 제조 방법이 또한 언급된다.

[0127] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법은 본원과 동일자에 솔베이 SA 명의로 출원되고, 그 내용이 본원에 참고 문헌으로 도입된 "클로로히드린에서 출발하여 에폭시드를 제조하는 방법"의 이름의 출원에 기재된 바와 같이, 에폭시드를 제조하기 위한 전체 계획 내에 통합될 수 있다.

[0128] 폴리히드록실화 지방족 탄화수소, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 에스테르 또는 이들의 혼합물을 염소화시키는 방법에 의해 클로로히드린을 적어도 부분적으로 제조하고, 클로로히드린을 탈염화수소화시키는 방법에 의해 에폭시드를 적어도 부분적으로 제조하고, 형성된 에폭시드를 정제하는 하나 이상의 단계를 포함하는 에폭시드 제조 방법이 특히 언급된다.

[0129] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, 다른 단계는 예를 들어, 클로로히드린 제조 방법 중 사용된 화합물 또는 생성물의 보관, 공급, 회수, 이동, 화학적 처리 또는 물리적 처리 단계이다. 이러한 단계들의 예는 상

기 설명되어 있다.

[0130] 보관 단계들 중, 예를 들어 염화수소를 함유하는 염소화제의 보관, 사용하기 전의 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 보관, 처리 전 퍼징물 보관, 제조된 클로로히드린 보관, 촉매 및 그의 제제 보관이 언급될 수 있다. 화학적 처리 단계들 중, 예를 들어 촉매 회수를 위한 가수분해 처리, 촉매의 용해 처리가 언급될 수 있다. 물리적 처리 단계들 중에는, 예를 들어 스트리핑, 증류, 증발, 추출, 경사분리 및 여과에 의한 분리 조작 및 열 교환, 가열 및 냉각 조작이 언급될 수 있다.

[0131] 공급, 회수 또는 이동 단계들 중에는, 예를 들어, 유출물의 배출, 재활용 및 퍼징, 화학적 반응, 보관 및 화학적 및 물리적 처리가 수행되는 장치의 다양한 부분들 사이의 유체 수송 조작이 언급될 수 있다.

[0132] 본 발명에 따른 클로로히드린 제조 방법에서, "장치"는 화합물이 보관되고/되거나, 화학적 반응이 수행되고/되거나 물리적 조작이 수행되는 용기, 이들 용기를 연결하는 파이프 및 커넥터, 커넥터들이 누출되지 않도록 하는 부품, 용기 사이의 화합물의 이동에 필요한 기기, 보관을 모니터링하고, 화합물을 이동시키고, 화학적 반응 및 물리적 조작을 수행하는데 필요한 다양한 파라미터를 측정하는 기기 및 장비들을 의미한다.

[0133] 이 장치에 적용하는 온도 및 압력 조건은 공정에서의 그의 용도에 따라 달라진다.

[0134] 어떤 장치는 저온에서 사용된다. 저온은 110℃ 이하, 종종 100℃ 이하, 보다 특히 95℃ 이하의 온도를 의미한다. 이러한 저온은 일반적으로 0℃ 이상, 흔히 5℃ 이상, 보다 특히 10℃ 이상이다. 저온에서 사용되는 장치는 예를 들어, 산성 원료 물질 및 제조된 클로로히드린을 보관하기 위한 장치 및 상 분리기를 포함한다.

[0135] 어떤 장치는 고온에서 사용된다. 고온은 110℃ 초과의 온도를 의미한다. 이러한 고온은 일반적으로, 200℃ 이하, 흔히 160℃ 이하, 보다 특히 140℃ 이하이다. 고온에서 사용되는 장치는 예를 들어, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 염소화 반응, 퍼징 처리, 촉매 회수 및 촉매 제조를 수행하는 반응기, 열 교환기 및 스트리핑, 증류, 증발, 추출 및 여과에 의한 분리용 기구를 포함한다.

[0136] 어떤 장치는 저압에서 사용된다. 저압은 3 bar 이하, 종종 2 bar 이하, 보다 특히 1.5 bar 이하의 절대 압력을 의미한다. 이러한 저압은 일반적으로 0.01 bar 이상, 흔히 0.05 bar 이상, 보다 특히 바람직하게는 0.1 bar 이상의 절대 압력이다. 저압에서 사용되는 장치는 예를 들어, 스트리핑, 증류, 증발, 추출 및 여과에 의한 분리용 기구를 포함한다.

[0137] 어떤 장치는 고압에서 사용된다. 고압은 3 bar 초과, 종종 5 bar 초과, 보다 특히 7 bar 초과의 절대 압력을 의미한다. 이러한 고압은 일반적으로 50 bar 이하, 흔히 20 bar 이하, 보다 특히 바람직하게는 10 bar 이하의 절대 압력이다. 고압에서 사용되는 장치는 예를 들어, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소의 염소화 반응이 수행되는 반응기, 스트리핑, 증류, 증발 및 여과에 의한 분리용 기구를 포함한다.

[0138] 장치는 작동 조건 하에서 염소화제에 대해 내성인 재료로 피복되거나 제조될 수 있다. 상기 설명된 온도 및 압력의 작동 조건 이외에도, 염소화제에 대해 내성인 재료로 피복하거나 그로부터 제조함에 의한 보호 유형의 선택은 염소화제, 염소화제에 대해 내성인 재료의 성질 및 구현 방법, 및 보호될 장치의 특성과 관련된 수많은 인자들에 따라 달라진다.

[0139] 염소화제와 관련된 인자들은 예를 들어, 그의 화학적 성질(염소, 염화수소), 그의 물리적 상태(액체, 기체, 수용액 상태) 및 그의 순도(물의 존재)이다.

[0140] 장치와 관련된 인자들은 예를 들어, 보호될 장치의 형상, 크기, 복잡성 및 표면 접근성이다.

[0141] 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167, 제6면 제3행 내지 제23행에 설명되어 있는 바와 같이 개시된 재료들이 특히 바람직하다.

[0142] 적합한 재료로서는, 예를 들어 금속성 재료 및 비금속성 재료가 언급될 수 있다.

[0143] 이들 재료들은 덩어리 내로 또는 클래딩의 형태로, 그 밖으로는 임의의 코팅 공정에 의해 사용될 수 있다.

[0144] 금속성 재료 중에는, 탄탈 및 탄탈 합금, 지르코늄 및 지르코늄 합금, 티탄 및 티탄 합금, 백금 및 "백금" 족의 금속, 은 및 은-금-팔라듐 합금(최소 30%의 금), 금 및 금-은 합금 및 금-백금 합금, 몰리브덴 및 몰리브덴 합금, 니켈-몰리브덴 합금, 니켈-크롬-몰리브덴 합금, 구리 합금(규소 브론즈), 구리-탄탈 및 구리-니오븀 합금, 주석-안티몬 합금(5% 안티몬 함유), 주석-니켈 합금, 니오븀 및 니오븀-탄탈 합금이 언급될 수 있다.

[0145] 백금 족의 금속들 중에는, 로듐, 이리듐, 루테늄, 팔라듐 및 오스뮴이 언급될 수 있다.

[0146] 금속성 재료들 중, 금 및 탄탈이 바람직하다.

[0147] 금속 및 그의 합금은 덩어리 내로 또는 클래딩의 형태로, 그 밖으로는 임의의 코팅 공정에 의해 사용될 수 있다.

[0148] 비금속 재료들 중에는, 고밀도 폴리에틸렌, 플루오로엘라스토머계 엘라스토머, 폴리프로필렌계, 플루오로 중합체계 열가소성 수지, ABS(아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌) 공중합체, 아크릴로니트릴(40%)-비닐 클로라이드(60%) 공중합체, 폴리술폰, 폴리페닐렌 술피드 및 폴리페닐 술폰, 폴리에스테르 수지계, 페놀성 수지계, 푸란 수지계, 에폭시 수지계 및 비닐 에스테르 수지계 유리-수지 적층체, 알루미나 및 코룬둠(corundum)계 세라믹, 하프늄 카르바이드 및 티탄 니트라이드계 금속세라믹 재료, 규소 카르바이드계, 실리카계, 고-실리카 함량 알루미늄 실리케이트계, 지르코늄 실리케이트계, 지르코늄 옥시드계 및 실리마나이트(Al_2O_3-SiO_2)계 내화성 재료, 에폭시 수지계, 사카펜(Sakaphen)계, 브라우타이트(Brauthite)계(페놀-포름알데히드 수지 및 이소레마일에 기초함) 코팅, 실리케이트계, 페놀-포름알데히드 수지계 및 석영 모래와 혼합된 술피드계 내산성 시멘트, 흑연과 혼합된 페놀-포름알데히드 수지계, 흑연과 혼합된 푸르푸릴 알코올 수지계, 탄소와 혼합된 에폭시 수지계 및 석영과 혼합된 폴리에스테르 수지계 자가경화성 내산성 시멘트가 언급될 수 있다. 시멘트의 경우, 기재는 추가의 플라스틱 시트에 의해 보호되어야 한다. 함침 흑연(폴리테트라플루오로에틸렌으로 함침), 탄소, 유리, 석영, 에나멜, 자기, 토기 및 내산성 벽돌이 또한 적합한 비금속성 재료일 수 있다.

[0149] 에나멜은 스틸을 코팅하는 재료로서 사용될 수 있으며, 염소화제에 대해 내성인 재료는 에나멜 스틸이다.

[0150] 중합체 중, 매우 적합한 것들로는 폴리올레핀, 예를 들어 고밀도 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌, 특히 플루오로중합체에 기초한 열가소성 수지, 황-함유 중합체, 예를 들어 폴리술폰 또는 폴리술피드, 특히 이러한 종류의 방향족 중합체, 및 흑연 및 함침 흑연이 포함된다.

[0151] 플루오로중합체에 기초한 열가소성수지 중, 매우 적합한 것들로는 폴리비닐리덴 플루오라이드, 폴리테트라플루오로에틸렌, 퍼플루오로알콕시알칸, 에틸렌-테트라플루오로에틸렌 공중합체, 테트라플루오로에틸렌-퍼플루오로메틸 비닐 에테르 공중합체 및 테트라플루오로에틸렌-헥사플루오로프로필렌 공중합체가 포함된다.

[0152] 중합체는 고체 상태로 사용되거나 자켓(스틸, 테두른 강화재)로 강화될 수 있다.

[0153] 수지를 이용하여 형성된 코팅 중, 에폭시 수지 또는 페놀성 수지에 기초한 것들이 특히 적합하다.

[0154] 어떤 구체적인 부품들, 예를 들어 열 교환기 및 펌프에 있어서는, 흑연(함침 여부 불문)이 특히 적합하다. 공정 중 유체의 가열 또는 증발을 가능케 하는 열 교환기에 있어서는, 폴리테트라플루오로에틸렌을 이용한 함침이 특히 적합하다.

[0155] 에나멜 스틸, 탄탈, 금 및 퍼플루오르화 중합체가 고온에서 작동하는 장치를 코팅하거나 제조하는데 매우 적합하다.

[0156] 폴리올레핀, 플루오로중합체 및 금속 합금이 저온에서 작동하는 장치를 코팅하거나 제조하는데 매우 적합하다.

[0157] 본 발명에 따른 방법, 용도 및 플랜트에서, 폴리히드록실화 지방족 탄화수소는 바람직하게는 글리세롤이고, 클로로히드린은 바람직하게는 디클로로프로판올이다.

[0158] 클로로히드린이 디클로로프로판올인 경우, 본 발명에 따른 방법 이후에 디클로로프로판올을 탈염화수소화시킴으로써 에피클로로히드린을 제조하는 것이 이어질 수 있고, 이러한 에피클로로히드린은 에폭시 수지를 제조하는데 사용될 수 있다.

[0159] 하기 실시예들은 본 발명의 예시하고자 의도된 것이지만, 그에 대해 어떠한 제한도 부과하는 것은 아니다.

[0160] 실시예 1 (본 발명에 따른 것이 아님)

[0161] Ti Gr 26 t 및 모넬(Monel) 400으로 제조한 부식 시험 시편들을 20% 디클로로프로판올, 18% 글리세롤 모노클로로히드린, 2% 글리세롤, 6% 일염소화 및 다중염소화 글리세롤 올리고머, 6% 물, 0.8% HCl로 구성되고, 나머지는 촉매로서 작용하는 카르복실산 및 그의 에스테르로 구성된 액체의 글리세롤 염화수소화 반응 혼합물 중에 90일 동안 120℃에서 위치시켰다. 시편은 반응 혼합물 중에서 완전히 용해되었다.

[0162] 실시예 2 (본 발명에 따른 것임)

[0163] 글리세롤을 염화수소화시키기 위한 반응기로부터의 에나멜 스틸 부품, 열 교환기로부터의 흑연 부품, 증류탑으

로부터의 PTFE 부품을 액체 상의 반응 혼합물 중에 침지시켰을 때, 부식 징후가 전혀 보이지 않았다.