



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년03월31일
(11) 등록번호 10-2095601
(24) 등록일자 2020년03월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 7/12 (2006.01) B01D 15/10 (2006.01)
C07C 15/08 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0127179
(22) 출원일자 2013년10월24일
심사청구일자 2018년10월16일
(65) 공개번호 10-2014-0053785
(43) 공개일자 2014년05월08일
(30) 우선권주장
12/02869 2012년10월26일 프랑스(FR)
(56) 선행기술조사문헌
KR100285867 B1*
KR1020000069557 A*
KR1020070067923 A*
KR1020100051086 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
아이에프피 에너지스 누벨
프랑스 루이-말메종 세데 92852 아브뉴 드 브와
쁘레오 1 & 4
(72) 발명자
르플레브 필리베르
프랑스 69780 미옹 르 도멘 드 샹페글레어 알 프
랑수와 꾸쁘랭 0011
레네쥘렐 르 꼬끄 다미앵
프랑스 69007 리옹 지디이 뤼 드 라 퀴로띠에르
0216
(74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 6 항

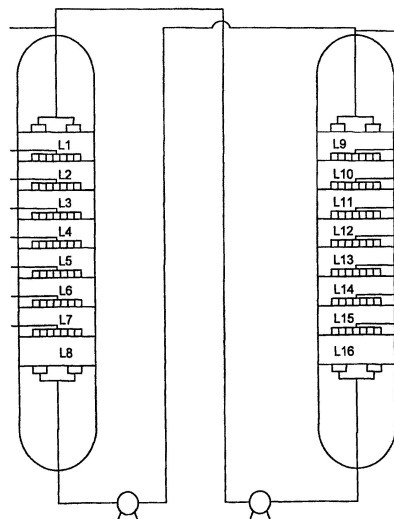
심사관 : 김예훈

(54) 발명의 명칭 총 개수 22 개 이하의 층을 갖는 직렬의 2 개의 흡착기로 구성되는, 파라-크실렌의 모의 역류 제조를 위한 방법 및 장치

(57) 요약

본 발명은, 2 개의 흡착기에 의해 구성되는 모의 역류 파라-크실렌 제조 유닛을 위한 신규 구성을 기재하며, 이는 고형물 흡착제가 차지하는 체적이 종래 기술의 유닛의 흡착기에 포함된 고형물 흡착제의 체적에 비해 적어도 8 % 감소되는 것을 특징으로 한다. 이 신규 구성은 주어진 양의 파라-크실렌을 제조하는데 필요한 고형물 흡착제의 양을 최소화하는데 사용될 수 있다.

대표도 - 도2



명세서

청구범위

청구항 1

2 개의 흡착기를 사용하는 모의 역류 (simulated counter-current; SCC) 에 의해 크실렌을 분리하는 방법으로서,

상기 방법은 22 개 이하의 층 (bed) 의 총 개수 (Nt) 를 포함하고, 공급물 (F) 을 도입하기 위한 라인, 용리액 (D) 을 도입하기 위한 라인, 추출물 (E) 을 인출하기 위한 라인 및 라피네이트 (R) 를 인출하기 위한 라인을 갖고, 다음과 같이 규정되는 4 개의 크로마토그래피 구역으로 분할되고:

- 구역 1: 탈착제 (D) 의 주입과 추출물 (E) 의 제거 사이에 포함되는, 파라-크실렌 탈착 구역;
- 구역 2: 추출물 (E) 의 제거와 분별증류될 공급물 (F) 의 주입 사이에 포함되는, 파라-크실렌 이성질체들의 탈착 구역;
- 구역 3: 공급물의 주입과 라피네이트 (R) 의 인출 사이에 포함되는, 파라-크실렌 흡착 구역;
- 구역 4: 라피네이트 (R) 의 인출과 탈착제의 주입 사이에 위치되는 구역;

상기 2 개의 흡착기는 직렬로 작용하고, 즉 제 1 흡착기의 마지막 층은 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 2 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고, 제 2 흡착기의 마지막 층은 이전 펌프와는 별개인 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 1 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고,

상기 방법은,

- 100 °C ~ 250 °C, 또는 120 °C ~ 180 °C 의 온도;
- 방법 온도에서의 크실렌의 기포 압력과 30×10^5 Pa (1 bar = 10^5 Pa) 사이의 압력;
- 0.7 ~ 2.5 의 흡착제 유량 대 공급물 유량의 비;
- 2.5 ~ 12, 또는 3.5 ~ 6 의 리사이클 비로서, 흡착기의 다양한 층에서의 평균 유량과 이 흡착기로의 공급물의 주입 유량 사이의 비로서 규정되는 리사이클 비;
- 14 ~ 30 분, 또는 18 ~ 23 분의 흡착기의 사이클 시간;
- 0.7 cm/s ~ 1.4 cm/s, 또는 0.85 cm/s ~ 1.1 cm/s 의, 빈 반응기에 대한 평균 선속도;
- 70 ~ 140 ppm (중량 기준), 또는 80 ~ 120 ppm (중량 기준) 의 양으로 유지되는 액상에서의 함수량

이라는 작동 조건 하에서 작동되는, 모의 역류에 의해 크실렌을 분리하는 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 2 개의 흡착기에 분배된 층의 총 개수 (Nt) 가 18 개 이하인, 모의 역류에 의해 크실렌을 분리하는 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 제 1 흡착기의 층의 개수 (N1) 와 상기 제 2 흡착기의 층의 개수 (N2) 가 동일한, 모의 역류에 의해 크실렌을 분리하는 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 제 1 흡착기의 층의 개수 (N1) 가 12 개인, 모의 역류에 의해 크실렌을 분리하는 방법.

청구항 5

12 개의 층을 각각 포함하는 2 개의 흡착기로 구성된 기존 유닛을 사용하는 모의 역류 (SCC) 에 의해 크실렌을 분리하는 방법으로서,

상기 유닛은 22 개 이하의 층의 총 개수 (Nt) 를 최종적으로 포함하도록 변형되고,

상기 유닛은 공급물 (F) 을 도입하기 위한 라인, 용리액 (D) 을 도입하기 위한 라인, 추출물 (E) 을 인출하기 위한 라인 및 라피네이트 (R) 를 인출하기 위한 라인을 갖고, 다음과 같이 규정되는 4 개의 크로마토그래피 구역으로 분할되고:

- 구역 1: 탈착제 (D) 의 주입과 추출물 (E) 의 제거 사이에 포함되는, 파라-크실렌 탈착 구역;
- 구역 2: 추출물 (E) 의 제거와 분별증류될 공급물 (F) 의 주입 사이에 포함되는, 파라-크실렌 이성질체들의 탈착 구역;
- 구역 3: 공급물의 주입과 라피네이트 (R) 의 인출 사이에 포함되는, 파라-크실렌 흡착 구역;
- 구역 4: 라피네이트의 인출과 탈착제의 주입 사이에 위치되는 구역;

상기 2 개의 흡착기는 직렬로 작용하고, 즉 제 1 흡착기의 마지막 층은 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 2 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고, 제 2 흡착기의 마지막 층은 이전 펌프와는 별개인 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 1 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고,

상기 Nt 개의 층들은 상기 Nt 개의 층들 사이에 존재하는 층을 수용할 수 있는 보이드 공간이 존재하지 않는다는 점에서 조밀한 조립체를 구성하고,

상기 방법에서, 플러징된 입구 및 출구가 헤드 플레이트 위에 전부 위치되고,

- 100 °C ~ 250 °C, 또는 120 °C ~ 180 °C 의 온도;
- 방법 온도에서의 크실렌의 기포 압력과 30×10^5 Pa (1 bar = 10^5 Pa) 사이의 압력;
- 0.7 ~ 2.5 의 흡착제 유량 대 공급물 유량의 비;
- 2.5 ~ 12, 또는 3.5 ~ 6 의 리사이클 비로서, 흡착기의 다양한 층에서의 평균 유량과 상기 흡착기로의 공급물의 주입 유량 사이의 비로서 규정되는 리사이클 비;
- 14 ~ 30 분, 또는 18 ~ 23 분의 흡착기의 사이클 시간;
- 0.7 cm/s ~ 1.4 cm/s, 또는 0.85 cm/s ~ 1.1 cm/s 의, 빈 반응기에 대한 평균 선속도;
- 70 ~ 140 ppm (중량 기준), 또는 80 ~ 120 ppm (중량 기준) 의 양으로 유지되는 액상에서의 함수량

이라는 작동 조건에서 작동되는, 모의 역류에 의해 크실렌을 분리하는 방법.

청구항 6

제 5 항에 따른 방법에서, 12 개의 층을 갖는 직렬의 2 개의 흡착기로 구성된 모의 이동층 파라-크실렌 제조 방법을 리모델링하는 방법으로서,

- 헤드 및/또는 바닥에서 제거되는 흡착제들의 층들의 개수에 대응하는 높이만큼, 흡착기들 중 적어도 하나의 흡착기의 헤드 및/또는 바닥 플레이트들을 변위시키는 단계;

- 제거된 상기 층들에 대응하는 중간 네트워크들 및 플레이트들을 제거하는 단계;
- 제거된 상기 네트워크들에 대응하는 입구/출구 장치들을 플러징하는 단계; 및
- 상기 헤드 플레이트를 공급하기 위해 헤드 옥토퍼스 매니폴드를 수정하는 단계를 포함하는, 모의 이동층 파라-크실렌 제조 방법을 리모델링하는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 다른 방향족 C8 이성질체로부터 파라-크실렌을 분리하는 분야에 관한 것이다. 이러한 분리를 수행하기 위해서, 일종의 프로세스들 및 연관된 기기들이 사용되는데, 이것은 모의 (simulated) 이동층 분리 방법 또는 모의 역류 분리라는 이름으로, 또는 VARICOL 방법으로서 알려져 있고; 이하에서 SCC (simulated counter-current (모의 역류) 의 약자) 분리 방법이라는 일반 용어를 사용한다.

배경 기술

[0002] SCC 분리는 본 기술분야에 잘 알려져 있다. 일반적으로, 모의 역류 모드로 작용하는 파라-크실렌 분리 방법은 적어도 4 개의 구역, 가능하다면 5 개 또는 6 개의 구역을 포함하고, 그 구역 각각은 특정 개수의 연속 층들로 구성되고, 각각의 구역은 공급 지점과 인출 지점 사이에 포함되는 그의 위치에 의해 규정된다. 전형적으로, 파라-크실렌의 제조를 위한 SCC 유닛은 분별증류될 적어도 하나의 공급물 (F) (파라-크실렌 및 다른 방향족 C8 이성질체를 함유함) 및 종종 용리액 (eluent) (일반적으로 파라-디에틸벤젠 또는 톨루엔) 으로 불리는 탈착제 (D) 를 공급받고, 상기 유닛으로부터 파라-크실렌의 이성질체들과 탈착제를 함유하는 적어도 하나의 라피네이트 (R) 및 파라-크실렌과 탈착제를 함유하는 추출물 (E) 이 인출된다.

[0003] 예를 들어, 특허 US 7 208 651 에 기술된 바와 같이, 분배 회로들을 세정하기 위해, 다른 주입 또는 인출 지점들이 부가될 수도 있고, 그러한 추가 세정 스트림들의 부가는 SCC 의 작용 원리를 어떤 식으로도 변화시키지 않는다. 명확성을 위해, 이러한 추가 주입 및 인출 지점들을 본 발명의 방법의 설명에 부가하지 않는다.

[0004] 공급 및 인출 지점들은 시간이 경과함에 따라 변경되고, 하나의 층에 대응하는 값만큼 동일한 방향으로 이동된다. 다양한 주입 또는 인출 지점들은, 특허 US 6 136 198 에 개시한 대로, 동시에 또는 동시가 아니게 이동될 수도 있다. 이 두 번째 작용 모드에 따른 방법이 VARICOL 방법으로 알려져 있다.

[0005] 일반적으로, SCC 유닛에서 4 개의 상이한 크로마토그래피 구역들이 규정된다:

- [0006] • 구역 1: 탈착제 (D) 의 주입과 추출물 (E) 의 제거 사이에 포함되는, 파라-크실렌 탈착 구역;
- [0007] • 구역 2: 추출물 (E) 의 제거와 분별증류될 공급물 (F) 의 주입 사이에 포함되는, 파라-크실렌 이성질체들의 탈착 구역;
- [0008] • 구역 3: 공급물의 주입과 라피네이트 (R) 의 인출 사이에 포함되는, 파라-크실렌 흡착 구역;
- [0009] • 구역 4: 라피네이트 (R) 의 인출과 탈착제 (D) 의 주입 사이에 위치되는 구역.

[0010] Lim 등 (2010, Ind Eng Chem Res, 49 권, 3316 ~ 3327 쪽) 에 의해 기술된 것처럼, SCC 에 의한 파라-크실렌의 분리 방법은 일반적으로 24 개의 층들로 구성되는데, 이들은 12 개의 층들을 각각 포함하는 2 개의 흡착기에 분배된다. 2 개의 흡착기는 직렬로 연결되어서, SCC 사이클은 24 개의 단계를 포함하고 이 단계들 동안 각각의 스트림 (D, E, F, R) 은 24 개의 층 각각의 하류에서 주입 또는 인출된다.

[0011] 12 개의 층들로 각각 이루어진 2 개의 흡착기의 "직렬 연결" 이라는 표현은 다음과 같은 3 개의 특징을 의미한다:

- [0012] • 제 1 흡착기의 저부에 있는 층은 적어도 하나의 재순환 펌프 및 가능하게는, 유량계, 압력 센서 등과 같은 다른 장비를 포함하는 라인을 통해 제 2 흡착기의 헤드에 있는 층에 연결되고;
- [0013] • 제 2 흡착기의 저부에 있는 층은 적어도 하나의 재순환 펌프 및 가능하게는, 유량계, 압력 센서 등과 같은

다른 장비를 포함하는 라인을 통해 제 1 흡착기의 헤드에 있는 층에 연결되고;

- [0014] • 2 개의 흡착기들의 조립체는 공급물을 도입하기 위한 하나의 지점, 용리액을 도입하기 위한 하나의 지점, 라 피네이트를 인출하기 위한 하나의 지점 및 추출물을 인출하기 위한 하나의 지점을 가진다.
- [0015] 매우 일반적으로, 흡착기는 원통형 칼럼이고, 원통형 칼럼 내에는 흡착제의 층들이 하나 위에 다른 하나가 배치 되고 중간 플레이트로서 알려진 분배기 플레이트에 의해 분리된다. 관련된 칼럼의 치수가 큰 경우 (예컨대, 직경이 3 ~ 15 미터인 경우), 칼럼 외부로부터 멀티-스테이지 칼럼의 다양한 플레이트까지 유체를 보내기 (channel) 위해, 변하는 분지화도 (degrees of branching) 를 갖는 네트워크가 사용된다.
- [0016] 그러한 분배 네트워크는 매우 부피가 클 수도 있어서, 그러한 네트워크는 칼럼의 총 체적을 최소화하기 위해 흡착제 층 자체 내에 관례적으로 위치된다.
- [0017] 흡착제의 헤드 층 위에, 대체로 반구형인 체적이 위치된다.
- [0018] 이 체적을 이하에서 헤드 돔 (head dome) 이라고 칭한다. 헤드 플레이트로서 알려진 분배기 플레이트는 헤드 돔의 체적으로부터 흡착제의 헤드 층을 분리한다. 헤드 플레이트로서 알려진 분배기 플레이트는 헤드 돔의 체적으로부터 흡착제의 층을 분리한다. 다른 흡착기에서 유래하는 재순환 라인으로부터 고려 중인 흡착기의 헤드 플레이트까지 유체를 보내기 위해, 변하는 분지화도를 갖는 라인을 또한 채용하는 특정 분배 네트워크가 사용된다.
- [0019] 이 분배 네트워크 (헤드 옥토퍼스 매니폴드라고 칭함) 는 헤드 돔의 체적 내에 위치된다.
- [0020] 흡착제의 바닥 층 아래에, 대체로 반구형인 체적이 위치된다.
- [0021] 이 체적을 이하에서 바닥 돔 공간이라고 칭한다. 바닥 플레이트로 알려진 분배기 플레이트는 바닥 돔 공간으로부터 흡착제의 바닥 층을 분리한다.
- [0022] 고려 중인 흡착기의 바닥 플레이트로부터 다른 흡착기에 공급하는 재순환 라인까지 유체를 보내기 위해, 변하는 분지화도를 갖는 라인을 또한 이용하는 특정 분배 네트워크가 사용된다. 이 분배 네트워크 (바닥 옥토퍼스 매니폴드라고 칭함) 는 바닥 돔 공간 내에 위치된다.
- [0023] 더욱이, 크실렌 분리용 신규 흡착제를 개발하기 위한 조사가 성능의 매우 현저한 증가를 예상하기 위해 사용될 수 있다. 이러한 신규 흡착제의 성능 증가로부터 이익을 얻는 가장 간단한 수단은 파라-크실렌의 일정한 순도 및 수율을 위한 생산성을 증가시키기 위해 SCC 유닛에서의 유량을 증가시키는 것으로 구성된다.
- [0024] 내부 순환의 증가는 SCC 방법에서의 압력 강하의 증가를 야기한다. 그렇지만, 압력 강하는 재순환 펌프 또는 펌프들의 크기 결정, 흡착기 벽의 두께, 분배기 플레이트용 지지 시스템의 크기 등에 있어 중요한 역할을 한다.
- [0025] 틸새 속도 (interstitial velocity) 의 증가는 흡착제 입자들의 기계적 거동에 관해 매우 중요한 역할을 또한 할 수도 있고, 기계적 거동은 흡착제 입자들이 열화되는 때에는, SCC 유닛을 작동하는데 제한 인자가 될 수도 있다.
- [0026] 따라서, 기존 유닛에서의 생산성의 증가는 필연적으로 제한될 것이다.
- [0027] SCC 에 의한 파라-크실렌의 제조 방법에서의 생산성의 제한은 종래 기술 (특히, 특허 US 7 649 124 및 US 7 635 795) 에 공지되어 있고, 이 방법을 개선하기 위해 해법들이 제안되었다:
- [0028] • 특허 FR 2 743 068 및 US 7 635 795 는 여러 흡착 단계들을 이용한 방법들을 제공한다. 제 1 단계는 상업적으로 사용될 수 있기에 불충분한 순도 (99 중량% 미만) 를 갖는, 파라-크실렌이 풍부한 스트림을 제조하려는 것이다. 제 2 단계는 매우 높은 순도의 파라-크실렌을 얻는데 사용될 수 있다. 특히, US 7 635 795 의 도 5 는, 공급물의 전처리를 위해 흡착기를 부가함으로써 기존의 24-층 SCC 유닛의 디보틀네킹 (debottlenecking) 을 도시한다;
- [0029] • 특허 FR 2 693 186, FR 2 757 507 및 US 7 649 124 는 결정화를 조합한 SCC 흡착 단계를 사용한 방법들을 제공한다. 제 1 단계는 상업적으로 사용될 수 있기에 불충분한 순도 (통상적으로 대략 90 중량%) 를 갖는, 파라-크실렌이 풍부한 스트림을 SCC 에 의해 제조하려는 것이다. 제 2 단계는 결정화에 의해 매우 높은 순도의 파라-크실렌을 얻는데 사용될 수 있다. 특히, US 7 649 124 의 도 5 는, 병렬의 2 개의 흡착기들을 사

용하고 추출물을 후처리하는 결정화 단계를 부가한 흡착 방법의 수정에 의한, 기존의 24-층 SCC 유닛 (2 개의 12-층 흡착기들로 구성됨) 의 디보틀네킹을 도시한다.

[0030] 따라서, 24-층 모의 이동층을 사용한 파라-크실렌의 제조를 위한 유닛들의 생산성의 제한이라는 문제점을 해결하기 위해 종래 기술에서 추천된 모든 해법들은, 공급물을 전처리하는 흡착기 및/또는 결정화에 의한 추출물의 후처리를 이용하는 분리 스테이지를 부가하는 것으로 이루어지고, 이는 매우 상당한 비용을 유발한다.

[0031] 또한, 이 해법들은 제조되는 파라-크실렌의 양, 따라서 콤플렉스에 도입되는 공급물의 양을 현저하게 증가시키므로써만 생산성을 증가시킬 수 있고, 이것이 항상 가능하지는 않다는 단점이 있다. 또한, 이 해법들은 실질적인 투자가 시스템적으로 필요하다는 단점이 있다.

[0032] 다른 가능성은, 제조되는 파라-크실렌의 양을 유지하면서 흡착기 내의 흡착제의 양을 감소시키는 것이다. 흡착기 내의 흡착제의 양을 감소시키기 위해, 하나의 가능성은 SCC 유닛의 각 층을 부분적으로 충전하는 것이다. 따라서, 흡착제의 각 층의 표면과 상측 분배기 플레이트 사이의 공간이 증가하게 된다. 그 해법은 흡착제의 양이 수 퍼센트 감소되므로 만족스러운 결과를 제공하지만, 그 해법은 각 층으로부터 제거되는 체 (sieve) 의 양이 10 % 초과이므로 적절하지 않다. 실제로, 플레이트와 흡착제 층 사이에 포함된 "보이드 (void)" 구역이 너무 크면, 재순환을 야기하고, 재순환은 유동의 플러그 유동 특성에 악영향을 미치고, 그 결과, 제조되는 파라-크실렌의 순도 및 수율이 떨어진다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0033] 본 발명의 방법은, 감소된 체적의 고품질 흡착제로 동일한 양의 높은 순도 파라-크실렌 (즉, 99.7 중량% 초과) 을 제조하기 위해, 각 흡착기에서의 층 수를 감소시킴으로써 2 개의 흡착기로 구성된 파라-크실렌 제조 유닛의 생산성을 제한함으로써 상기 문제를 극복하는 것을 제안한다.

과제의 해결 수단

[0034] 실제로 놀랍게도, 적절한 작동 조건 (구성, 전환 기간, 유량, 흡착제의 함수량 (water content), 온도 및 용제의 양) 으로 12 개 (SCC 에 의한 파라-크실렌의 제조용 흡착기 당 층의 통상적인 개수임) 미만의 층을 포함하는 2 개의 흡착기를 사용하면, 고품질 흡착제로 충전된 12 개의 층을 각각 포함하는 2 개의 종래 흡착기를 이용하는 유닛에 의해 제조되는 품질과 동일한 상업적 순도 품질의 파라-크실렌 (즉, 99.7 중량% 초과) 을 제조할 수 있다는 것이 밝혀졌다.

[0035] 본 발명의 방법 또는 유닛을 획득하기 위해 12 개의 층을 각각 포함하는 2 개의 흡착기에 의해 구성된 유닛에 가해지는 수정이 비교적 약간이고 실질적인 투자를 필요로 하지 않는다는 것이 또한 밝혀졌다.

[0036] 따라서, 본 발명은 12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기에 의해 구성된 유닛을 감소된 개수의 층을 갖는 유닛으로 개조하고자 하는 경우에 특히 적합하고, 이는 유닛에서의 고품질 흡착제의 양이 감소될 수 있음을 의미한다.

도면의 간단한 설명

[0037] 도 1 은, 직렬로 연결된, 12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기를 포함하는 종래 기술의 방법을 나타낸다.

도 2 는, 각각 8 개의 층, 즉 총 16 개의 층 (L1 ~ L16) 을 갖는 2 개의 흡착기로 구성된 특정 경우의 본 발명의 장치를 나타낸다. 2 개의 흡착기는 직렬로 연결되어 있는 한편, 본 장치는 단일 16-단계 사이클로 작동한다.

도 3 은, 2 개의 흡착기 (제 1 흡착기는 8 개의 층을 포함하고, 제 2 흡착기는 7 개의 층을 포함하여, 총 15 개의 층 (L1 ~ L15) 을 포함한다) 로 구성된 특정 경우의 본 발명의 장치를 나타낸다. 2 개의 흡착기는 직렬로 연결되는 한편, 본 장치는 단일 15-단계 사이클로 작동한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0038] 본 발명은, 직렬로 작동하는 2 개의 흡착기에 의해 구성되는, 파라-크실렌 및 그의 방향족 C8 이성질체를 본질적으로 포함하는 공급물 (F) 로부터 파라-크실렌을 분리하는 방법에 관한 것이다.

- [0039] 본 발명의 방법은, 22 개 이하의 층의 총 개수를 갖는 직렬로 연결된 2 개의 흡착기에 의해 구성된다. 각각의 흡착기는 12 개 이하의 다수의 층을 갖는다. 본 발명의 방법의 흡착기들 중 하나가 실질적으로 12 개의 층을 갖는다면, 제 2 흡착기에서의 층의 개수는 10 개 이하이다.
- [0040] (전체 개수의 층을 포함하는 단일 흡착기만을 선택적으로 갖는 것 대신에) 2 개의 흡착기를 갖는다는 것은, 각각의 흡착기의 헤드에서의 압력을 제한하도록 2 개의 흡착기에 걸쳐 압력을 분배함으로써 흡착기당 압력의 변화를 제한한다는 이점이 있다. 흡착기의 최소 바닥 압력은 유닛의 모든 지점에서 액상을 유지하기 위해, 유닛의 온도에서 가장 휘발성인 화합물의 기포 (bubble) 압력과 적어도 동일해야 한다.
- [0041] 더 정확하게는, 본 발명은 산업적 시작 상황에 의존하는 2 개의 별개의 경우를 커버한다:
- [0042] • 경우 1: 신규 유닛을 사용하여 본 발명의 방법이 행해지는 경우;
- [0043] • 경우 2: 12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기에 의해 구성된 파라-크실렌 분리 유닛 (종종 24층 유닛으로서 알려져 있는 유닛) 이 이미 존재하고, 이 층이 층의 개수를 감소시킴으로써 본 발명에 따른 유닛을 얻도록 변형되는 경우.
- [0044] 신규 유닛의 경우, 본 발명은, 2 개의 흡착기를 사용하는 모의 역류 (SCC) 에 의해 크실렌을 분리하는 방법으로서, 상기 방법은 22 개 이하의 층의 총 개수 (N_t), 바람직하게는 18 개 이하의 층의 총 개수 (N_t) 를 포함하고, 상기 방법은 공급물 (F) 을 도입하기 위한 라인, 용리액 (D) 을 도입하기 위한 라인, 추출물 (E) 을 인출하기 위한 라인 및 라피네이트 (R) 를 인출하기 위한 라인을 갖고, 다음과 같이 규정되는 4 개의 크로마토그래피 구역으로 분할되고:
- [0045] • 구역 1: 탈착제 (D) 의 주입과 추출물 (E) 의 제거 사이에 포함되는, 파라-크실렌 탈착 구역;
- [0046] • 구역 2: 추출물 (E) 의 제거와 분별증류될 공급물 (F) 의 주입 사이에 포함되는, 파라-크실렌 이성질체들의 탈착 구역;
- [0047] • 구역 3: 공급물의 주입과 라피네이트 (R) 의 인출 사이에 포함되는, 파라-크실렌 흡착 구역;
- [0048] • 구역 4: 라피네이트 (R) 의 인출과 탈착제 (D) 의 주입 사이에 위치되는 구역;
- [0049] 상기 2 개의 흡착기는 직렬로 작용하고, 즉 제 1 흡착기의 마지막 층은 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 2 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고, 제 2 흡착기의 마지막 층은 이전 펌프와는 별개인 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 1 흡착기의 첫 번째 층에 연결되는, 상기 방법으로서 규정될 수 있다.
- [0050] 본 발명의 방법의 제 1 변형예에 따르면, 제 1 흡착기의 층의 개수 (N_1) 와 제 2 흡착기의 층의 개수 (N_2) 는 동일하다.
- [0051] 가장 일반적인 경우에, 제 1 흡착기의 층의 개수와 제 2 흡착기의 층의 개수는 상이하다.
- [0052] 본 발명의 방법의 제 2 변형예에 따르면, 제 1 흡착기의 층의 개수 (N_1) 는 12 개이다.
- [0053] 기존 유닛을 리모델링하는 때, 본 발명은, 12 개의 층을 각각 포함하는 2 개의 흡착기로 구성된 기존 유닛을 사용하는 모의 역류 (SCC) 에 의해 크실렌을 분리하는 방법으로서, 상기 유닛은 22 개 이하의 층의 총 개수 (N_t) 를 최종적으로 포함하도록 변형되고, 상기 유닛은 공급물 (F) 을 도입하기 위한 라인, 용리액 (D) 을 도입하기 위한 라인, 추출물 (E) 을 인출하기 위한 라인 및 라피네이트 (R) 를 인출하기 위한 라인을 갖고, 다음과 같이 규정되는 4 개의 크로마토그래피 구역으로 분할되고:
- [0054] • 구역 1: 탈착제 (D) 의 주입과 추출물 (E) 의 제거 사이에 포함되는, 파라-크실렌 탈착 구역;
- [0055] • 구역 2: 추출물 (E) 의 제거와 분별증류될 공급물 (F) 의 주입 사이에 포함되는, 파라-크실렌 이성질체들의 탈착 구역;
- [0056] • 구역 3: 공급물의 주입과 라피네이트 (R) 의 인출 사이에 포함되는, 파라-크실렌 흡착 구역;
- [0057] • 구역 4: 라피네이트 (R) 의 인출과 탈착제의 주입 사이에 위치되는 구역;

- [0058] 상기 2 개의 흡착기는 직렬로 작용하고, 즉 제 1 흡착기의 마지막 층은 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 2 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고, 제 2 흡착기의 마지막 층은 이전 펌프와는 별개인 재순환 펌프를 포함하는 라인을 통해 제 1 흡착기의 첫 번째 층에 연결되고, 각 흡착기의 층들은 각 흡착기의 층들 사이에 기존 층을 수용할 수 있는 보이드 공간이 존재하지 않는다는 점에서 조밀한 조립체를 구성하는, 상기 방법으로서 규정될 수 있다.
- [0059] 층들은 상부로부터 저부까지 번호가 매겨져서, 제 1 층이 헤드 층이다.
- [0060] 더욱 상세하게는, 주어진 흡착기의 흡착 층들의 세트가 조밀한 조립체를 형성한다고 생각할 수 있고, 이는 제거된 층들이 리모델링된 유닛에서 흡착기의 단부들에 위치되었던 층들인 것을 의미한다.
- [0061] 본 발명의 방법의 제 1 변형예에 따르면, 기존 유닛의 리모델링의 구성에서, 플러징된 입구 및 출구가 모두 헤드 플레이트 위에 위치된다.
- [0062] 본 발명의 방법의 제 2 변형예에서, 기존 유닛의 리모델링의 구성에서, 플러징된 입구 및 출구가 모두 헤드 플레이트 아래에 위치된다.
- [0063] 또한, 본 발명은, 12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기를 갖는 기존 유닛을, 22 개 이하의 층의 총 개수를 갖는, 직렬로 연결된 2 개의 흡착기를 갖는 유닛으로 리모델링하는 방법으로서,
- [0064]
 - 헤드 및/또는 바닥에서 제거되는 흡착제들의 층들의 개수에 대응하는 높이만큼, 흡착기들 중 적어도 하나의 흡착기의 헤드 및/또는 바닥 플레이트들을 변위시키는 단계;
- [0065]
 - 제거된 층들에 대응하는 중간 네트워크들 및 플레이트들을 제거하는 단계;
- [0066]
 - 제거된 네트워크들에 대응하는 입구/출구 장치들을 플러징하는 단계;
- [0067]
 - 그의 위치가 수정된 때, 바닥 플레이트로부터 헤드 플레이트 및/또는 수집기 플레이트를 각각 공급하기 위해, 헤드 옥토퍼스 매니폴드들 및/또는 바닥 옥토퍼스 매니폴드들을 수정하는 단계를 포함하는 리모델링 방법에 관한 것이다.
- [0068] 본 발명의 내용에서, 2 개의 흡착기들 중 단 하나만이 그 층의 개수가 감소되고, 다른 하나는 처음 개수인 12개의 층을 유지할 수도 있기 때문에, "그의 위치가 수정된 때" 라는 표현이 규정된다.
- [0069] 이하의 설명에서, 모호함을 방지하기 위해, 첫 번째 상황 (신규 유닛) 인지 또는 두 번째 상황 (리모델링된 유닛) 인지에 대해 언급할 것이다.
- [0070] 고려 중인 경우에 대해 어떠한 언급도 없다면, 제공되는 정보는 두 경우 모두에 유효할 것이다.
- [0071] 본 발명의 유닛의 흡착기들은, 흡착기의 다양한 층들에 대한 유체의 분배 및/또는 추출을 위한 챔버 및 유체의 순차적인 분배 및 추출을 위한 프로그램된 수단과 함께, 플레이트들 (Pi) 에 의해 분리된 복수의 층들을 각각 포함한다.
- [0072] 유체의 순차적인 분배 및 추출을 위한 상기 프로그램된 수단은 전형적으로 다음의 2 가지 주된 타입의 기술 중 하나이다:
- [0073]
 - 각 플레이트를 위한, 유체의 공급 또는 인출을 위한 복수의 프로그램된 온-오프 밸브로서, 이 밸브는 대응 플레이트의 바로 근처에 전형적으로 위치되고, 각 플레이트 (Pi) 를 위해, 각각 유체 (F 및 D) 의 2 개의 공급 및 유체 (E 및 R) 의 2 개의 인출을 위한 적어도 4 개의 프로그램된 2-방향 온-오프 밸브를 포함하는, 상기 온-오프 밸브; 또는
- [0074]
 - 모든 플레이트에 걸친 유체의 공급 또는 인출을 위한 회전 다방향 (multi-way) 밸브.
- [0075] 본 발명의 방법의 흡착 단계는 99.7 중량% 이상의 파라-크실렌 순도를 획득하기 위해 주입 및 인출 네트워크를 행구는 장치를 필요로 한다.
- [0076] 2 개의 경우는 본 발명의 방법에서 채용될 수 있는 네트워크 행균 장치에 관해 구별될 수 있다:
- [0077]
 - 제 1 장치는 흡착제 또는 상대적으로 순수한 파라-크실렌을 갖는 주어진 플레이트의 주입/인출 네트워크를

플러싱 (flushing) 하는 것으로 구성된다. 이를 위해, 예컨대, 구역 1 로부터 스트림이 인출되고 (따라서, 구역 1 에 관련된 네트워크가 플러싱될 수 있다), 상기 스트림은 구역 2 에 재주입된다 (따라서, 구역 2 에 관련된 네트워크가 플러싱될 수 있다). 증류 후에 추출물 또는 파라-크실렌의 작은 스트림을, 추출 인출 지점에 가장 가까운 구역 2 의 플레이트에 주입하는 것이 또한 가능하다. 주입 및 인출에 의한 행균의 다른 가능성도 가능하다. 그러한 장치는 특히 특허 US 3 201 491, US 5 750 820, US 5 912 395, US 6 149 874 및 WO 2006/096394 에 기재되어 있다. 이 행균 장치는 모든 플레이트에 걸친 유체의 공급 또는 인출이 회전 방향 밸브를 사용하여 행해지는 때에 채용되는 것이 바람직하다.

[0078] 제 2 장치는, 주된 스트림의 대부분을 흡착기의 내부로 전달하고 그 스트림의 소부분 (전형적으로 주된 스트림의 1 % ~ 20 %) 을, 연속적인 플레이트들 사이의 외부 바이패스 라인을 통해 외부로 전달하는 것으로 구성된다. 상측 플레이트로부터 유래하는 스트림에 의한 플레이트에서의 주입/인출 네트워크의 이러한 플러싱은 전형적으로 연속적으로 행해지므로, 주입/인출 네트워크의 라인 및 구역은 더 이상 "데드 (dead)" 가 아니고 끊임없이 플러싱된다. 그러한 장치는 특히 특허 FR 2 935 100, FR 2 935 101 및 FR 2 944 215 에 기재되어 있다. 이 행균 장치는 모든 플레이트에 걸친 유체의 공급 또는 인출이 복수의 프로그램된 온-오프 밸브를 통해 행해지는 때에 채용되는 것이 바람직하다.

[0079] 본 발명의 방법의 일 특징에 따르면, 흡착 단계에서 사용된 흡착제는 바람으로 치환되거나 바람 및 칼륨으로 치환된 포자사이트 (faujasite) 타입 제올라이트를 포함할 수도 있다.

[0080] 바람직하게는, 흡착제는 바람 이온 단독에 의해 또는 바람 이온과 칼륨 이온에 의해 적어도 90 % 치환된 X 제올라이트의 작은 결정 (즉, 2 μm 이하의 직경을 가짐) 을 포함하는 응집형의 제올라이트성 흡착제 고형물이고, 칼륨이 점유하는 치환가능 사이트는 바람+칼륨 이온이 점유하는 치환가능 사이트의 1/3 이하이다 (일반적으로, 바람 및 칼륨 이외에 알칼리 또는 알칼리토류 이온에 의해 임의의 보완이 제공될 수 있다). 작은 결정은 작은 비율, 즉 15 중량% 미만의 불활성 바인더를 또한 포함한다.

[0081] 900 $^{\circ}\text{C}$ 에서의 장열 감량 (loss on ignition) 은 4.0 중량% ~ 7.7 중량%, 바람직하게는 4.7 중량% ~ 6.7 중량% 이다.

[0082] 더 바람직하게는, 흡착제는 매우 낮은 비율, 즉 5 중량% 미만의 불활성 바인더를 갖고, 이 흡착제를 "무바인더" 라 칭한다.

[0083] 바람직한 흡착제는 파라-디에틸벤젠이지만, 혼합물로서 톨루엔, 파라-디플루오로벤젠 또는 디에틸벤젠과 같은 다른 흡착제가 적합할 수도 있다. 바람직하게는, 파라-디에틸벤젠이 추천되는데, 그 이유는 파라-디에틸벤젠은 증류에 의해 회수하기 용이하고 흡착제에 대한 높은 친화성을 갖기 때문이다.

[0084] 본 발명의 방법의 다른 특징에 따르면, 흡착 단계를 위한 작동 조건은 다음과 같다:

[0085] • 온도는 100 $^{\circ}\text{C}$ ~ 250 $^{\circ}\text{C}$, 바람직하게는 120 $^{\circ}\text{C}$ ~ 180 $^{\circ}\text{C}$ 이다;

[0086] • 압력은 방법의 온도에서의 크실렌의 기포-점 (bubble-point) 압력과 $30 \times 10^5 \text{ Pa}$ ($1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$) 사이이다;

[0087] • 흡착제 유량 대 공급물 유량의 비는 0.7 : 2.5 이다;

[0088] • 리사이클 비는 2.5 ~ 12, 바람직하게는 3.5 ~ 6 이다. 리사이클 비는 흡착기의 다양한 층에서 흐르는 평균 유량과 이 흡착기에 주입된 공급물의 유량 사이의 비로서 규정된다;

[0089] • 흡착기가 뒤따르는 사이클의 지속시간은 14 ~ 30 분, 바람직하게는 18 ~ 23 분이다;

[0090] • 빈 반응기에 대한 평균 선속도는 0.7 cm/s ~ 1.4 cm/s , 바람직하게는 0.85 cm/s ~ 1.1 cm/s 이다;

[0091] • 액상에서의 함수량은 은 70 ~ 140 ppm (중량 기준), 바람직하게는 80 ~ 120 ppm (중량 기준) 의 함량으로 유지된다.

[0092] 본 발명의 방법의 구성 (구역당 층의 평균 개수) 은 고정된 개수의 층 (다양한 주입 또는 인출 지점의 이동이 동시임) 또는 가변 개수의 층을 가질 수도 있다. 후자의 경우에, 2 개의 주입 지점 및 2 개의 인출 지점의 이동은, 사이클에 걸쳐 평균적으로 정수 (integral) 가 아닌 구역당 층의 개수를 획득하기 위해, 동시

아니다.

[0093] 유닛의 구성은 다음과 같이: 유닛 전체에서의 (2 개의 흡착기에서의) 층의 총 개수 (N total) 에 대해, 구역 j (j 는 1 ~ 4) 에서의 층의 평균 개수 (Nzj) 를 규정함으로써 규정될 수 있다:

[0094]
$$Nz1 = (N \text{ total} \times 5/24) \times (1 \pm 0.2);$$

[0095]
$$Nz2 = (N \text{ total} \times 9/24) \times (1 \pm 0.2);$$

[0096]
$$Nz3 = (N \text{ total} \times 7/24) \times (1 \pm 0.2);$$

[0097]
$$Nz4 = (N \text{ total} \times 3/24) \times (1 \pm 0.2).$$

[0098] 본 발명의 방법은 90 % 초과, 바람직하게는 95 % 초과, 더 바람직하게는 98 % 초과와 파라-크실렌 수율을 획득하기 위해 사용될 수 있다.

[0099] 본 발명의 방법에 의해 도달되는 생산성은 바람직하게는, 흡착제 층 1 m³ 당 시간당 제조되는 파라-크실렌 80 kg ~ 200 kg, 바람직하게는 흡착제 층 1 m³ 당 시간당 제조되는 파라-크실렌 90 kg ~ 180 kg, 더 바람직하게는 흡착제 층 1 m³ 당 시간당 제조되는 파라-크실렌 90 kg ~ 160 kg 이다.

[0100] 기존 유닛을 리모델링하는 경우, 본 발명은 12 개의 층의 2 개의 흡착기를 갖는 24 개의 층으로 고순도의 모의 이동층 파라-크실렌을 제조하는 방법을, 본 발명에 따른 방법으로 변형시키는 방법에 또한 관한 것이다.

[0101] 이 방법은 유닛의 생산 성능을 수정함이 없이 흡착제의 총 체적을 감소시킴으로써 생산성을 증가시킬 목적으로 기존 설비를 수정 (또한 리모델링으로도 알려져 있음) 하는 것으로 구성된다.

[0102] 본 발명의 방법은 흡착기의 헤드에 또는 바닥에 위치한 흡착제 층을 제거하는 것으로 구성된다. 이를 위해, 흡착기들 중 적어도 하나의 흡착기의 헤드 플레이트 및/또는 바닥 플레이트가 헤드 및/또는 바닥으로부터 제거되는 흡착제의 층의 개수에 대응하는 높이만큼 변위된다. 제거된 층에 대응하는 중간 네트워크 및 플레이트가 또한 제거된다. 제거된 네트워크에 대응하는 입구/출구 장치는 플러징된다. 헤드 옥토퍼스 매니폴드 및/또는 바닥 옥토퍼스 매니폴드는 그의 위치가 수정된 때 바닥 플레이트의 수집기 플레이트 및/또는 헤드 플레이트를 각각 공급하도록 수정된다.

[0103] 공급물과 흡착제의 주입 유량 및 추출물과 라피네이트의 인출 유량을 제어 및 조절하기 위한 시스템은 감소된 개수의 층을 갖는 본 발명의 리모델링된 방법을 관리할 수 있도록 되어 있다.

[0104] • 기존 24-층 방법의 모든 플레이트에 걸친 유체의 공급 또는 인출이 복수의 프로그램된 온-오프 밸브에 의해 제공되는 때, 제거된 공급 및 인출 네트워크에 추가 수정이 가해질 필요는 없다;

[0105] • 기존 24-층 방법의 모든 플레이트에 걸친 유체의 공급 또는 인출이 회전 다방향 밸브를 사용함으로써 제공되는 때, 이 회전 다방향 밸브는, a) 복수의 프로그램된 온-오프 밸브를 통해 방법의 플레이트들의 세트에 걸쳐 유체를 공급 또는 인출하는 장치에 의해, 또는 b) 감소된 개수의 층을 갖는 방법에 적합한 신규 회전 다방향 밸브에 의해 대체될 것이다.

[0106] **예**

[0107] 본 발명은 이하의 3 개의 예로 더 잘 이해될 것이며, 3 개의 예 중 첫 번째 예는 종래 기술의 유닛에 해당하고, 두 번째와 세 번째의 예는 본 발명에 따른 유닛에 해당한다.

[0108] **예 1 (종래 기술에 따른 방법)**

[0109] 공급물 주입부, 탈착제 주입부, 추출물 인출부 및 라피네이트 인출부를 갖고, 길이가 1.1 m 이고 내부 반경이 1.05 m 인 24 개의 층으로 구성된 SCC 유닛을 고려한다.

[0110] 채용된 흡착제는 제올라이트성 BaX 타입 고형물이었고, 탈착제는 파라-디에틸벤젠이었다. 온도는 175 °C 이었고, 압력은 15 bar 였다.

[0111] 함유량은 95 ppm (중량 기준) 이었다.

[0112] 공급물은 21.6 % 파라-크실렌, 20.8 % 오르토-크실렌, 47.9 % 메타-크실렌 및 9.7 % 에틸벤젠으로 구성되었다.

[0113] SCC 유닛은 12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기로 구성되었다. 층들은 분배기 플레이트에 의해 분리되었

다. 주입 네트워크 및 인출 네트워크는 각각의 분배기 플레이트와 연관되었다. 사용된 행균 장치는 특허 WO 2010/020715 에 기재된 것과 같은 변조된 (modulated) 바이패스 유체 유량 장치이었다.

- [0114] 동시성 (synchronicity) 은 각 구역에서 100 % 이었다.
- [0115] 다양한 주입 및 인출 지점들의 이동은 동시였다. 층들은 구성: 5/9/7/3 에 따라 4 개의 크로마토그래피 구역에 분배되었다.
- [0116] 공급물 및 탈착제 주입 유량 (40 °C 의 기준 온도를 가정함으로써 규정됨) 은 다음과 같았다:
- [0117] • 공급물의 경우, 0.637 m³/min;
- [0118] • 탈착제의 경우, 0.805 m³/min.
- [0119] 그리고, 구역 4 의 유량은 1.963 m³/min 이었고, 추출물 인출 유량은 0.414 m³/min 이었다. 채용된 전환 기간은 68.0 초이었다.
- [0120] 시뮬레이션에 의해, 98.4 % 의 파라-크실렌의 수율 및 75.5 kg_{px} · h⁻¹ · m⁻³ 의 생산성으로 99.86 % 의 파라-크실렌 순도가 획득되었다.
- [0121] **예 2 (12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기를 구비한 기존 유닛을 리모델링함으로써 획득되는 본 발명에 따른 방법)**
- [0122] 예 1 에 기재된 종래 기술의 유닛으로부터 시작하여, 8 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기로 구성된 본 발명에 따른 유닛으로 리모델링을 행하였다.
- [0123] 12 개의 층을 각각 갖는 2 개의 흡착기로 구성된 24-층 방법으로부터 방법을 리모델링하였다. 각 흡착기에서, 2 개의 헤드 층 및 2 개의 바닥 층을 제거하였다. 각 층은 길이 1.1 m 였고, 1.05 m 의 내부 반경을 가졌다.
- [0124] 제거된 층들에 대응하는 중간 네트워크 및 플레이트를 제거하였다.
- [0125] 제거된 네트워크에 대응하는 입구/출구 장치를 플러징하였다.
- [0126] 헤드 옥토퍼스 매니폴드 및/또는 바닥 옥토퍼스 매니폴드는, 그의 위치가 수정된 때 헤드 플레이트 및/또는 수집기 플레이트를 각각 공급하도록 수정되었다.
- [0127] 채용된 흡착제는 제올라이트성 BaX 타입 고형물이었고, 탈착제는 파라-디에틸벤젠이었다. 온도는 175 °C 이었고, 압력은 15 bar 였다.
- [0128] 공급물은 21.6 % 파라-크실렌, 20.8 % 오르토-크실렌, 47.9 % 메타-크실렌 및 9.7 % 에틸벤젠으로 구성되었다.
- [0129] 각각의 흡착기는 분배기 플레이트에 의해 분리된 8 개의 층으로 구성되었다.
- [0130] 주입 네트워크 및 인출 네트워크는 각각의 분배기 플레이트와 연관되었다. 사용된 행균 장치는 특허 WO 2010/020715 에 기재된 것과 같은 변조된 바이패스 유체 유량 장치이었다. 동시성은 각 구역에서 100 % 이었다.
- [0131] 다양한 주입 및 인출 지점들의 이동은 동시였다. 층들은 구성: 3/6/5/2 에 따라 4 개의 크로마토그래피 구역에 분배되었다.
- [0132] 공급물 및 탈착제 주입 유량 (40 °C 의 기준 온도를 가정함으로써 규정됨) 은 다음과 같았다:
- [0133] • 공급물의 경우, 0.637 m³/min;
- [0134] • 탈착제의 경우, 0.805 m³/min.
- [0135] 그리고, 구역 4 의 유량은 1.959 m³/min 이었고, 추출물 인출 유량은 0.414 m³/min 이었다. 채용된 전환 기간은 102.0 초이었다.
- [0136] 시뮬레이션에 의해, 98.1 % 의 파라-크실렌의 수율 및 112.9 kg_{px} · h⁻¹ · m⁻³ 의 생산성으로 99.83 % 의 파라-크실

렌 순도가 획득되었다.

[0137] **예 3 (본 발명에 따른 방법을 위한 신규 유닛)**

[0138] 2 개의 흡착기 (하나는 8 개의 층을 포함하고, 다른 하나는 7 개의 층을 포함한다) 로 구성된 유닛을 고려한다. 각 층은 길이 1.1 m 였고, 1.05 m 의 내부 반경을 가졌다.

[0139] 채용된 흡착제는 제올라이트성 BaX 타입 고형물이었고, 탈착제는 파라-디에틸벤젠이었다. 온도는 175 °C 이었고, 압력은 15 bar 였다.

[0140] 공급물은 21.6 % 파라-크실렌, 20.8 % 오르토-크실렌, 47.9 % 메타-크실렌 및 9.7 % 에틸벤젠으로 구성되었다.

[0141] 각각의 흡착기는 분배기 플레이트에 의해 분리된 층들로 구성되었다.

[0142] 주입 네트워크 및 인출 네트워크는 각각의 분배기 플레이트와 연관되었다.

[0143] 사용된 행금 장치는 특허 WO 2010/020715 에 기재된 것과 같은 변조된 바이패스 유체 유량 장치이었다. 동시성은 각 구역에서 100 % 이었다.

[0144] 다양한 주입 및 인출 지점들의 이동은 동시였다.

[0145] 층들은 구성: 3/6/4/2 에 따라 4 개의 크로마토그래피 구역에 분배되었다.

[0146] 공급물 및 탈착제 주입 유량 (40 °C 의 기준 온도를 가정함으로써 규정됨) 은 다음과 같았다:

[0147] • 공급물의 경우, 0.637 m³/min;

[0148] • 탈착제의 경우, 0.805 m³/min.

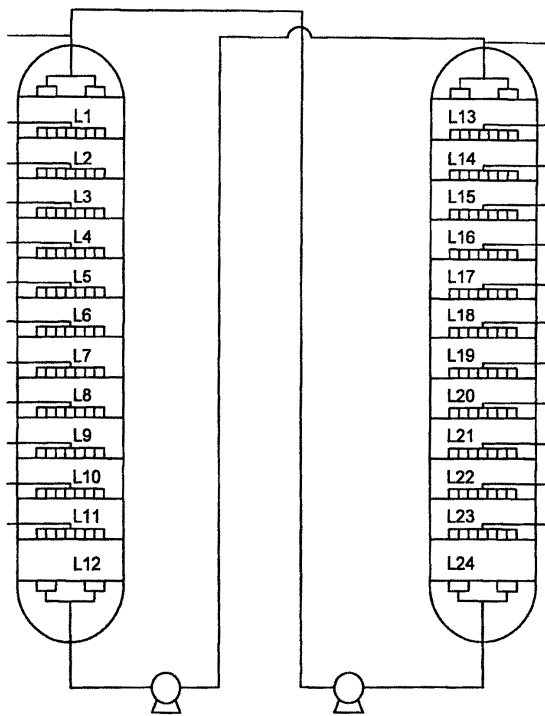
[0149] 그리고, 구역 4 의 유량은 1.959 m³/min 이었고, 추출물 인출 유량은 0.414 m³/min 이었다. 채용된 전환 기간은 108.8 초이었다.

[0150] 시뮬레이션에 의해, 97.8 % 의 파라-크실렌의 수율 및 120.4 kg_{px} · h⁻¹ · m⁻³ 의 생산성으로 99.81 % 의 파라-크실렌 순도가 획득되었다.

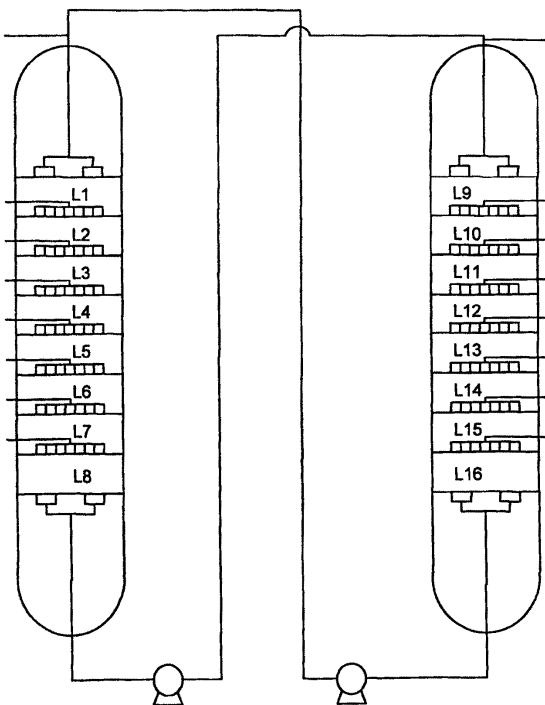
[0151] 이들 예는, 종래 기술에 따른 방법에 비해 필요한 흡착제 고형물의 양을 줄이면서 파라-크실렌의 동일한 유량을 유지하는데 사용될 수 있는, 본 발명의 방법의 이점을 잘 보여주고 있으며, 이러한 결과는 신규 유닛으로 또는 기존 유닛을 리모델링함으로써 획득된다.

도면

도면1



도면2



도면3

