



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년03월22일

(11) 등록번호 10-1605558

(24) 등록일자 2016년03월16일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 51/42 (2006.01) *C07C 51/47* (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2006-7014310
- (22) 출원일자(국제) 2005년01월10일
 심사청구일자 2010년01월08일
- (85) 번역문제출일자 2006년07월14일
- (65) 공개번호 10-2006-0127050
- (43) 공개일자 2006년12월11일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2005/000696
- (87) 국제공개번호 WO 2005/070862
 국제공개일자 2005년08월04일
- (30) 우선권주장
 10/758,676 2004년01월15일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문헌
 KR100180751 B1*
 KR100225371 B1*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
 그루포 페트로테멕스 에스.에이. 데 씨.브이.
 멕시코 누에보 레온 66265 산 페드로 가르차 가르
 시아 콜 발레 델 캄페스트레 피소 16 토레 수르
 리카르도 마르가인 넘버 444
- (72) 발명자
 파커 케니 란돌프
 미국 테네시주 37616 에프톤 타인 그레이 로드
 599
 린 로버트
 미국 테네시주 37664 킹스포트 팔로미노 드라이브
 4533
 김슨 필립 에드워드
 미국 테네시주 37660 킹스포트 찰스레이 로드
 2244
- (74) 대리인
 제일특허법인

전체 청구항 수 : 총 45 항

심사관 : 김지은

(54) 발명의 명칭 **폴리에스터 제조용으로 적합한 건조된 카복실산 케이크의제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 하나 이상의 역류 세척을 사용하여 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물로부터 건조된 카복실산 케이크를 수득하는 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 하나 이상의 역류 세척을 사용하여 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 폴리에스터 또는 코폴리에스터 제조용 출발 물질로서 적합한 건조된 테레프탈산 케이크를 수득하는 방법에 관한 것이다.

명세서

청구범위

청구항 1

(a) 산화 대역에서 방향족 공급원료를 산화시킴으로써 카복실산 슬러리를 생성하는 단계;

(b) 액체 교환 대역에서 상기 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 물-습윤(water-wet) 카복실산 케이크, 모액 스트림, 용매 모액 스트림, 및 용매, 물 또는 용매 및 물 부산물 액체 스트림을 형성시키는 단계로서, 상기 카복실산 슬러리의 흐름에 하나 이상의 용매를 역류(counter current)로 첨가하고, 상기 액체 교환 대역이 상기 카복실산 슬러리로부터 상기 불순물의 제거를 수행할 수 있고 상기 카복실산 슬러리로부터 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 생성할 수 있는 하나의 고체-액체 분리 장치를 포함하며, 상기 용매가 아세트산을 포함하는 단계; 및

(c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크 또는 용매를 갖는 카복실산 케이크를 건조하여, 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 카복실산 케이크가 (b) 단계 및 (c) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 액체 교환 대역이 2 내지 4 단계의 물 또는 용매 역류 세척을 포함하는 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 용매 및 물이 상기 카복실산 슬러리의 흐름에 역류로 첨가되는 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산, 아이소프탈산, 나프탈렌 다이카복실산, 트라이멜리트산 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산인 방법.

청구항 6

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 카복실산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

테레프탈산, 축매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 카복실산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 상기 산화 대역으로부터 회수되고, 상기 축매가 코발트, 망간 및 브롬 화합물을 포함하는 방법.

청구항 8

(a) 산화 대역에서 방향족 공급원료를 산화시킴으로써 카복실산 슬러리를 생성하는 단계;

(b) 용매 액체 교환 대역에서 상기 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여, 용매를 포함하는 카복실산 케이크, 모액 스트립, 및 용매 모액 스트립을 형성시키며, 상기 용매가 아세트산을 포함하고, 상기 카복실산 슬러리의 흐름에 역류로 첨가되는 단계;

(c) 역류 수 세척 대역에서 상기 용매를 함유하는 카복실산 케이크에 물을 첨가하여, 물-습윤 카복실산 케이크, 및 용매, 물, 또는 용매 및 물 부산물 액체 스트립을 생성시키는 단계; 및

(d) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여, 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 카복실산 케이크가 (c) 단계 및 (d) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산, 아이소프탈산, 나프탈렌 다이카복실산, 트라이멜리트산 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 방법.

청구항 10

제 8 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산인 방법.

청구항 11

제 8 항 또는 제 9 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 카복실산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 12

제 8 항에 있어서,

테레프탈산, 촉매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 카복실산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 상기 산화 대역으로부터 회수되고, 상기 촉매가 코발트, 망간 및 브롬 화합물을 포함하는 방법.

청구항 13

(a) 산화 대역에서 방향족 공급원료를 산화시킴으로써 카복실산 슬러리를 생성하는 단계;

(b) 고체-액체 분리 대역에서 상기 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 슬러리 또는 케이크 생성물 및 모액 스트립을 형성시키는 단계;

(c) 역류 용매-물 액체 교환 대역에서 상기 슬러리 또는 케이크 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하여, 물-습윤 카복실산 케이크, 용매 모액 스트립, 및 용매, 물, 또는 용매 및 물 부산물 액체 스트립을 형성시키는 단계로서, 상기 역류 용매-물 액체 교환 대역이 하나의 고체-액체 분리 장치를 포함하며, 상기 용매가 아세트산을 포함하는 단계; 및

(d) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여, 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 상기 순서대로 포함하되,

상기 물-습윤 카복실산 케이크가 (c) 단계 및 (d) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법.

청구항 14

제 13 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산, 아이소프탈산, 나프탈렌 다이카복실산, 트라이멜리트산 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 방법.

청구항 15

제 13 항에 있어서,
상기 카복실산이 테레프탈산인 방법.

청구항 16

제 13 항에 있어서,
테레프탈산, 촉매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 카복실산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 상기 산화 대역으로부터 회수되고, 상기 촉매가 코발트, 망간 및 브롬 화합물을 포함하는 방법.

청구항 17

제 13 항 또는 제 14 항에 있어서,
상기 건조 대역이 상기 물-습윤 카복실산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 18

(a) 역류 용매 세척 대역에서 슬러리 또는 케이크 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하여, 아세트산을 포함하는 카복실산 케이크를 형성시키는 단계;

(b) 역류 용매-물 액체 교환 대역에서 슬러리 또는 케이크 생성물로부터 용매를 제거하며, 상기 슬러리 또는 케이크 생성물 중의 용매의 일부를 물로 대체하여, 0.5 중량% 내지 30 중량%의 수분을 함유하는 물-습윤 카복실산 케이크를 형성시키는 단계로서, 상기 역류 용매-물 액체 교환 대역이 하나의 고체-액체 분리 장치를 포함하며, 상기 용매가 아세트산을 포함하는 단계; 및

(c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여, 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 상기 순서대로 포함하되,

상기 물-습윤 카복실산 케이크가 (b) 단계 및 (c) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법.

청구항 19

제 18 항에 있어서,
상기 카복실산이 테레프탈산, 아이소프탈산, 나프탈렌 다이카복실산, 트라이멜리트산 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 방법.

청구항 20

제 18 항에 있어서,
상기 카복실산이 테레프탈산인 방법.

청구항 21

제 19 항에 있어서,
테레프탈산, 촉매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 카복실산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 상기 산화 대역으로부터 회수되는 방법.

청구항 22

제 18 항 또는 제 19 항에 있어서,
상기 건조 대역이 상기 물-습윤 카복실산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 23

(a) 역류 용매 세척 대역에서 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하여, 아세트산

을 포함하는 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계;

(b) 임의적으로, 역류 수 세척 대역에서 상기 아세트산을 포함하는 테레프탈산 케이크로부터 용매 일부를 제거하여, 0.5 중량% 내지 30 중량%의 수분을 함유하는 물-습윤 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계; 및

(c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여, 건조된 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 테레프탈산 케이크가 (b) 단계 및 (c) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법.

청구항 24

제 23 항에 있어서,

상기 역류 용매 세척 대역이 40℃ 내지 155℃의 온도에서 작동하는 고체-액체 분리 장치를 포함하는 방법.

청구항 25

삭제

청구항 26

제 23 항 또는 제 24 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 27

제 22 항에 있어서,

테레프탈산, 촉매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 카복실산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 산화 대역으로부터 회수되는 방법.

청구항 28

(a) 40 내지 155℃의 온도에서 작동하는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함하는 역류 용매 세척 대역에서, 아세트산을 포함하는 테레프탈산 케이크로부터의 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하는 단계;

(b) 역류 용매-물 액체 교환 대역에서 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 용매를 제거하며, 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물 중의 용매 일부를 물로 대체하여, 0.5 중량% 내지 30 중량%의 수분을 함유하는 물-습윤 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계; 및

(c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여, 건조된 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 테레프탈산 케이크가 (b) 단계 및 (c) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법.

청구항 29

제 28 항에 있어서,

상기 역류 용매 세척 대역이 40℃ 내지 155℃의 온도에서 작동하는 고체-액체 분리 장치를 포함하는 방법.

청구항 30

제 28 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 31

제 29 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 32

제 29 항에 있어서,

테레프탈산, 촉매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 테레프탈산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 산화 대역으로부터 회수되는 방법.

청구항 33

(a) 40 내지 155℃의 온도에서 작동하는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함하는 역류 용매 세척 대역에서, 아세트산을 포함하는 테레프탈산 케이크로부터의 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하는 단계;

(b) 임의적으로, 40 내지 155℃의 온도에서 작동하는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함하는 역류 수 세척 대역에서, 상기 아세트산을 포함하는 테레프탈산 케이크로부터 용매의 일부를 제거하여, 0.5 중량% 내지 30 중량%의 수분을 함유한 물-습윤 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계; 및

(c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여, 건조된 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 테레프탈산 케이크가 (b) 단계 및 (c) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법.

청구항 34

(a) 고체-액체 분리 대역에서 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여, 슬러리 또는 케이크 생성물 및 모액 스트림을 형성시키는 단계;

(b) 역류 용매 세척 대역에서 상기 슬러리 또는 케이크 생성물에 용매를 첨가하여, 용매를 함유하는 카복실산 케이크 및 용매 모액 스트림을 생성시키는 단계;

(c) 임의적으로, 역류 수 세척 대역에서 상기 용매를 함유하는 카복실산 케이크에 물을 첨가하여, 0.5 중량% 내지 30 중량%의 수분을 함유하는 물-습윤 카복실산 케이크 및 부산물 액체 스트림을 생성시키는 단계; 및

(d) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여, 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 카복실산 케이크가 (c) 단계 및 (d) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법.

청구항 35

제 34 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산, 아이소프탈산, 나프탈렌 다이카복실산, 트라이멜리트산 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 방법.

청구항 36

제 34 항에 있어서,

상기 카복실산이 테레프탈산인 방법.

청구항 37

제 34 항 또는 제 35 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 카복실산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 38

제 34 항에 있어서,

테레프탈산, 축매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 카복실산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 산화 대역으로부터 회수되는 방법.

청구항 39

(a) 고체-액체 분리 대역에서 테레프탈산 슬러리로부터 불순물을 제거하여, 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물 및 모액 스트림을 형성시키는 단계;

(b) 역류 용매 세척 대역에서 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물에 용매를 첨가하여, 용매를 함유하는 테레프탈산 케이크 및 용매 모액 스트림을 생성시키는 단계;

(c) 임의적으로, 역류 수 세척 대역에서 상기 용매를 함유하는 테레프탈산 케이크에 물을 첨가하여, 0.5 중량% 내지 30 중량%의 수분을 함유하는 물-습윤 테레프탈산 케이크 및 부산물 액체 스트림을 생성시키는 단계; 및

(d) 건조 대역에서 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여, 건조된 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하되,

상기 물-습윤 테레프탈산 케이크가 (c) 단계 및 (d) 단계 사이에서 케이크의 형태를 유지하는, 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법.

청구항 40

제 39 항에 있어서,

상기 역류 용매 세척 대역이 40℃ 내지 155℃의 온도에서 작동하는 고체-액체 분리 장치를 포함하는 방법.

청구항 41

제 40 항에 있어서,

상기 역류 수 세척 대역이 40℃ 내지 155℃의 온도에서 작동하는 고체-액체 분리 장치를 포함하는 방법.

청구항 42

삭제

청구항 43

제 39 항 또는 제 40 항에 있어서,

상기 건조 대역이 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크 중의 휘발물질 10% 이상을 증발시키는 방법.

청구항 44

제 39 항에 있어서,

테레프탈산, 축매, 아세트산 및 불순물을 포함하는 조질 테레프탈산 슬러리가 110℃ 내지 200℃의 온도에서 산화 대역으로부터 회수되는 방법.

청구항 45

제 39 항에 있어서,

상기 역류 수 세척 대역이 2 내지 4 단계의 물 역류 세척을 포함하는 방법.

청구항 46

제 39 항에 있어서,

상기 역류 용매 세척 대역이 2 내지 4 단계의 용매 역류 세척을 포함하는 방법.

청구항 47

제 45 항에 있어서,

상기 역류 용매 세척 대역이 2 내지 4 단계의 용매 역류 세척을 포함하는 방법.

발명의 설명

기술분야

[0001]

본 발명은 하나 이상의 역류 세척을 사용하여 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물로부터 건조된 카복실산 케이크를 수득하는 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 하나 이상의 역류 세척을 사용하여 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 폴리에스터 또는 코폴리에스터 제조용 출발 물질로서 적합한 건조된 테레프탈산 케이크를 수득하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 및 다른 폴리에스터 또는 코폴리에스터를 제조하고자 하는 목표에 따라, 다수의 특허 문헌들은 출발 물질로서 적합한 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 개시하는데 전념하고 있다. 일반적으로, 이들 발명은 정제된 테레프탈산 고체와 액체 에틸렌 글리콜과의 특정한 혼합 안을 개시한다. 또한, 대다수의 문헌들이 PET 및 다른 폴리에스터 또는 코폴리에스터 제조용으로 적합한 분말 형태의 정제된 테레프탈산의 제조에 몰두하고 있다.

[0003]

본 발명의 목적은 역류 용매 세척 대역을 사용하여 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물로부터 폴리에스터 또는 코폴리에스터 제조용 출발 물질로서 적합한 건조된 카복실산 케이크를 수득하는 방법을 개시하는 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명의 목적은 역류 용매 세척 대역을 사용하여 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 폴리에스터 또는 코폴리에스터 제조용 출발 물질로서 적합한 건조된 테레프탈산 케이크를 수득하여 상기 공정에서 사용된 신선한 용매의 양을 감소시키는 방법을 개시하는 것이다.

[0004]

대개는, 정제된 테레프탈산 고체를 다단계 공정으로 제조하며, 여기에서 조질 테레프탈산이 생성된다. p-자일렌의 액상 산화는 조질 테레프탈산을 생성시킨다. 상기 조질 테레프탈산은 상업적인 PET에 출발 물질로서 직접 사용할 정도로 충분한 품질을 갖지 못한다. 대신에, 상기 조질 테레프탈산을 대개는 정제된 테레프탈산 고체로 정제시킨다.

[0005]

대개, 테레프탈산 정제 공정들에서는 조질 테레프탈산을 물에 용해시키고 4-카복시벤즈알데히드를 p-톨루엔산(보다 수용성인 유도체이다)으로 전환시킬 목적으로, 및 특징적으로 황색 화합물을 무색 유도체로 전환시킬 목적으로 수소화한다. 최종의 정제된 테레프탈산 생성물 중의 상당한 4-카복시벤즈알데히드 또는 p-톨루엔산은 이들 각각이 PET의 제조 시 테레프탈산과 에틸렌 글리콜 간의 축합 반응 도중 쇠 종결제로서 작용할 수 있기 때문에 중합 공정에 특히 유해하다. 전형적인 정제된 테레프탈산은 중량 기준으로 25ppm 미만의 4-카복시벤즈알데히드 및 150ppm 미만의 p-톨루엔산을 함유한다.

[0006]

상업적인 PET의 제조에 출발 물질로서 적합한 테레프탈산을 수소화 없이 제조하는 다수의 다른 공정들이 개발되었다. 전형적으로는, 테레프탈산 제조 공정들은 아세트산 용매 중에서의 p-자일렌의 촉매 산화(catalyzed oxidation)에 이은 여과 및 상기 테레프탈산의 건조를 수반한다.

[0007]

전형적으로는, 아세트산 용매 중의 p-자일렌의 촉매 산화를 통해 생성된 테레프탈산(TPA)은 잔류 촉매(예를 들어 코발트, 망간 및 브롬 화합물)를 함유하는 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물을 생성한다. 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 실질적으로 건조한 TPA 고체를 제조하는 통상적인 방법에서, 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물을 여과하여 상기 TPA 고체로부터 상당량의 아세트산 액체를 분리시킨다. 습윤 케이크를 촉매 비함유 아세트산, 물 또는 다른 용매로 세척(세정)함으로써 잔류 촉매를 대개는 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 분리시킨다. 상기 TPA 고체를 건조에 의해 단리시킨다.

[0008]

본 발명에서는, 현재 사용되는 방법들보다 더 적은 양의 용매를 사용하는 신규의 방법을 발견하였다. 아세트산 용매 중에서의 p-자일렌의 촉매 산화를 통한 테레프탈산 제조로의 통상적인 접근방법에서, 슬러리 또는 케이크

테레프탈산 생성물을 여과하고, 세척하고, 이어서 건조시켜 PET 제조에 출발 물질로서 적합한 테레프탈산 분말을 제조한다.

[0009] 본 발명의 하나의 실시양태에서, 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물을 여과하여 용매를 갖는 테레프탈산 케이크 및 TPA 용매 모액 스트림을 생성시킨다. 이어서 상기 용매를 갖는 테레프탈산 케이크를 물로 세척(세정)하여 잔류 금속 촉매 물질을 회수하고 물-습윤(water-wet) 테레프탈산 케이크 및 TPA 부산물 액체를 생성시킨다. 그 후, 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여 상업적인 PET 공정에서 출발 물질로서 적합한 건조된 테레프탈산 케이크를 생성시킨다. 본 발명의 상기 실시양태에서, 하나 이상의 역류 세척을 이용한다. 역류 용매 세척 대역을 이용함으로써, 사용된 용매의 양이 역류 세척을 하지 않은 공정과 비교하여 실질적으로 감소될 수 있다. 또한, 하나 이상의 역류 세척을 이용함으로써, 역류 세척하지 않은 TPA 제조 방법과 비교하여 장치의 크기 및 에너지를 감소시킬 수 있다.

[0010] 발명의 개요

[0011] 본 발명은 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물로부터 건조된 카복실산 케이크를 수득하는 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 상업적인 PET의 제조에 공급원료로서 적합한 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법에 관한 것이다. 상기 방법은 역류 용매 세척 대역을 이용하지 않는 현재 사용되는 방법 보다 적은 양의 용매를 이용한다.

[0012] 본 발명의 목적은 하나 이상의 역류 세척을 사용하여 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물로부터 건조된 카복실산 케이크를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

[0013] 본 발명의 다른 목적은 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 건조된 테레프탈산 케이크를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

[0014] 본 발명의 또다른 목적은 역류 용매 세척 대역을 사용하여 테레프탈산 용매 슬러리 또는 케이크로부터 건조된 테레프탈산 케이크를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

[0015] 본 발명의 첫 번째 실시양태에서,

[0016] (a) 액체 교환 대역에서 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 물-습윤 카복실산 케이크, 모액 스트림, 용매 모액 스트림 및 부산물 액체 스트림을 형성시키며, 용매 또는 물을 카복실산 슬러리의 흐름에 역류로 가하는 단계; 및

[0017] (b) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 제공한다.

[0018] 본 발명의 다른 실시양태에서,

[0019] (a) 용매 액체 교환 대역에서 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 용매를 갖는 카복실산 케이크, 모액 스트림, 및 용매 모액 스트림을 형성시키는 단계;

[0020] (b) 역류 수 세척 대역에서 상기 용매를 갖는 카복실산 케이크에 물을 첨가하여 물-습윤 카복실산 케이크 및 부산물 액체 스트림을 생성시키는 단계; 및

[0021] (c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 제공한다.

[0022] 본 발명의 다른 실시양태에서,

[0023] (a) 고체-액체 분리 대역에서 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 슬러리 또는 케이크 생성물 및 모액 스트림을 형성시키는 단계;

[0024] (b) 역류 용매-물 액체 교환 대역에서 상기 슬러리 또는 케이크 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하여 물-습윤 카복실산 케이크, 용매 모액 스트림 및 부산물 액체 스트림을 형성시키는 단계; 및

[0025] (c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 제공한다.

[0026] 본 발명의 다른 실시양태에서,

- [0027] (a) 역류 용매-물 액체 교환 대역에서 슬러리 또는 케이크 생성물로부터 용매를 제거하며, 상기 슬러리 또는 케이크 생성물 중의 용매의 상당 부분을 물로 대체하여 물-습윤 카복실산 케이크를 형성시키는 단계; 및
- [0028] (b) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 제공한다.
- [0029] 본 발명의 다른 실시양태에서,
- [0030] (a) 역류 용매 세척 대역에서 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하여 아세트산을 갖는 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계;
- [0031] (b) 역류 수 세척 대역에서 상기 아세트산을 갖는 테레프탈산 케이크로부터 상당 부분의 용매를 제거하여 물-습윤 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계; 및
- [0032] (c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법을 제공한다.
- [0033] 본 발명의 다른 실시양태에서,
- [0034] (a) 역류 용매-물 액체 교환 대역에서 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 용매를 제거하며, 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물 중의 용매의 상당 부분을 물로 대체하여 물-습윤 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계; 및
- [0035] (b) 건조 대역에서 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여 건조된 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법을 제공한다.
- [0036] 본 발명의 다른 실시양태에서,
- [0037] (a) 약 40 내지 약 155℃의 온도에서 작동하는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함하는 역류 용매 세척 대역에서, 아세트산을 갖는 테레프탈산 케이크로부터의 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물로부터 잔류 불순물을 제거하는 단계;
- [0038] (b) 약 40 내지 약 155℃의 온도에서 작동하는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함하는 역류 수 세척 대역에서, 상기 아세트산을 갖는 테레프탈산 케이크로부터 용매의 상당 부분을 제거하여 물-습윤 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계; 및
- [0039] (c) 건조 대역에서 상기 물-습윤 테레프탈산 케이크를 건조하여 건조된 테레프탈산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법을 제공한다.
- [0040] 본 발명의 다른 실시양태에서,
- [0041] (a) 고체-액체 분리 대역에서 카복실산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 슬러리 또는 케이크 생성물 및 모액 스트림을 형성시키는 단계;
- [0042] (b) 역류 용매 세척 대역에서 상기 슬러리 또는 케이크 생성물에 용매를 첨가하여 용매를 갖는 카복실산 케이크 및 용매 모액 스트림을 생성시키는 단계;
- [0043] (c) 임의적으로, 역류 수 세척 대역에서 상기 용매를 갖는 카복실산 케이크에 물을 첨가하여 물-습윤 카복실산 케이크 및 부산물 액체 스트림을 생성시키는 단계; 및
- [0044] (d) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 제공한다.
- [0045] 본 발명의 또다른 실시양태에서,
- [0046] (a) 고체-액체 분리 대역에서 테레프탈산 슬러리로부터 불순물을 제거하여 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물 및 모액 스트림을 형성시키는 단계;
- [0047] (b) 역류 용매 세척 대역에서 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물에 용매를 첨가하여 용매를 갖는 테레프탈산 케이크 및 용매 모액 스트림을 생성시키는 단계;
- [0048] (c) 임의적으로, 역류 수 세척 대역에서 상기 용매를 갖는 테레프탈산 케이크에 물을 첨가하여 물-습윤 테레프탈산 케이크 및 부산물 액체 스트림을 생성시키는 단계; 및

[0049] (d) 건조 대역에서 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 건조하여 건조된 카복실산 케이크를 형성시키는 단계를 포함하는 건조된 테레프탈산 케이크의 제조 방법을 제공한다.

[0050] 이들 목적 및 다른 목적들은 본 설명을 읽은 후에 당해 분야의 통상적인 숙련가들에게 보다 자명해질 것이다.

발명의 상세한 설명

[0055] 도 1에 나타낸 본 발명의 실시양태에서, 건조된 카복실산 케이크(170)의 제조 공정을 제공한다. 상기 공정은 하기의 단계들을 포함한다:

[0056] 단계(a)는 고체-액체 치환 대역(40)에서 카복실산 슬러리(30)로부터 불순물을 임의로 제거하여 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70) 및 모액 스트림(60)을 형성시키는 단계를 포함한다;

[0057] 카복실산 슬러리는 도시되지 않은 라인을 통해 도입되는 하나 이상의 카복실산, 촉매, 하나 이상의 용매 및 불순물을 포함한다. 상기 불순물은 전형적으로는 하기의 화합물들 중 하나 이상을 포함한다: 4-카복시벤즈알데히드(4-CBA), 트라이멜리트산(TMA) 및 2,6-다이카복시플루오레논(2,6-DCF). 적합한 용매로는 바람직하게는 탄소 수 2 내지 6의 지방족 모노카복실산, 또는 벤조산 및 이들의 혼합물 및 이들 화합물과 물과의 혼합물을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다. 바람직하게는 상기 용매는 물과 약 5:1 내지 약 99:1, 바람직하게는 약 8:1 내지 약 49:1의 비로 혼합된 아세트산이다. 명세서 전체를 통해 아세트산을 용매로서 언급할 것이다. 그러나, 다른 적합한 용매들, 예를 들어 앞서 개시한 것들도 또한 사용될 수 있음을 이해해야 한다. 상기 용매는 전형적으로는 아세트산을 포함하지만 앞서 언급한 임의의 용매일 수 있다.

[0058] 카복실산 슬러리를 산화 대역에서 방향족 공급원료를 산화시킴으로써 제조할 수 있다. 하나의 실시양태에서, 상기 방향족 공급원료는 파라자일렌을 포함한다. 상기 산화 대역은 하나 이상의 산화 반응기를 포함하며, 상기 카복실산 슬러리는 하나 이상의 카복실산을 포함한다. 상기 산화 반응기를 약 120 내지 약 250°C, 바람직하게는 약 140 내지 약 170°C의 온도에서 작동시킬 수 있다. 전형적으로는, 상기 방향족 공급원료는 파라자일렌을 포함하고 상기 카복실산은 테레프탈산을 포함한다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 상기 산화 대역은 기포 컬럼을 포함한다.

[0059] 따라서, 예를 들어 테레프탈산을 사용하는 경우, 상기 카복실산 슬러리(30)는 테레프탈산 슬러리라 지칭될 것이고 상기 건조된 카복실산 케이크(170)는 건조된 테레프탈산 케이크라 지칭될 것이다.

[0060] 카복실산은 유기 전구체 화합물의 조절된 산화를 통해 생성되는 임의의 카복실산을 포함한다. 카복실산의 예로는 바람직하게는 탄소수 8 내지 14의 방향족 다이카복실산, 바람직하게는 탄소수 4 내지 12의 지방족 다이카복실산, 또는 바람직하게는 탄소수 8 내지 12의 지환족 다이카복실산이 있다. 적합한 카복실산의 다른 예로는 테레프탈산, 벤조산, p-톨루엔산, 아이소프탈산, 트라이멜리트산, 나프탈렌 다이카복실산, 사이클로헥세인다이카복실산, 사이클로헥세인디아세트산, 다이페닐-4,4'-다이카복실산, 다이페닐-3,4'-다이카복실산, 2,2-다이메틸-1,3-프로판다이올 다이카복실산, 숙신산, 글루타르산, 아디프산, 아젤라산, 세바크산 및 이들의 혼합물을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다.

[0061] 테레프탈산 슬러리를 통상적으로는 적합한 산화 촉매의 존재 하에서 파라자일렌의 액상 산화를 통해 합성한다. 적합한 촉매로는 코발트, 망간 및 브롬 화합물을 포함하지만 이에 제한되지 않으며, 이들은 선택된 용매에 용해성이다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 상기 촉매는 코발트, 브롬 및 망간을 포함한다. 상기 병용된 코발트와 망간은 상기 액체 중에 약 100중량ppm 내지 약 2700중량ppm의 농도로 존재할 수 있다. 브롬은 상기 액체 중에 약 1000중량ppm 내지 약 2500중량ppm의 농도로 존재할 수 있다.

[0062] 상기 카복실산 슬러리를 상기 카복실산 슬러리(30) 중에 함유된 액체의 일부를 제거할 수 있는 고체-액체 치환 대역(40)에 공급하여 도관(70) 중에 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물을 생성시킨다. 상기 액체의 일부를 제거하여 도관(70) 중에 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물을 생성시키는 것은 당해 분야에 공지된 임의의 수단에 의해 성취될 수 있다. 일부가 의미하는 것은 액체의 5중량% 이상을 제거함을 의미한다. 전형적으로는, 상기 고체-액체 치환 대역(40)은 디켄터 원심분리기, 회전 디스크 원심분리기, 벨트 필터, 회전 진공 필터 등으로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 고체-액체 분리기를 포함한다. 도관(30) 중의 카복실산 슬러리를 하나 이상의 고체-액체 분리기를 포함하는 고체-액체 치환 대역(40)에 공급한다. 상기 고체-액체 분리기(들)를 약 50 내지 약 200°C, 바람직하게는 140 내지 약 170°C의 온도에서 작동시킬 수 있다. 상기 고체-액체 분리기(들)를 약 0.1 내지 약 200psi의 압력에서 작동시킬 수 있다. 상기 고체-액체 치환 대역(40)에서 고체-액체 분리기를

연속식 또는 배치식으로 작동시킬 수 있지만, 상업적인 공정의 경우 연속식이 바람직함을 알 것이다.

- [0063] 불순물을 고체-액체 치환 대역(40)으로부터 모액 스트림 내로 이동시키고 라인(60)을 통해 회수한다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 추가의 용매를 라인(50)을 통해 상기 고체-액체 치환 대역(40)에 공급하여 카복실산 슬러리(30)를 재 슬러리화하여 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)을 형성시킨다. 테레프탈산 슬러리를 고체-액체 분리 대역(40)에 사용하는 경우, 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물이 생성된다. 상기 슬러리 또는 케이크 테레프탈산 생성물은 전형적으로는 테레프탈산 및 아세트산을 포함한다. 모액(60)은 라인(60)을 통해 고체-액체 치환 대역(40)으로부터 회수되고, 용매, 전형적으로는 아세트산, 촉매 및 브롬 화합물을 포함한다. 라인(60) 중의 모액을, 도시되지는 않았지만 라인을 통해 산화 용매로부터 불순물을 분리시키기 위한 공정으로 보내거나 또는 도시되지는 않았지만 라인을 통해 촉매 시스템으로 재순환시킬 수 있다. 화학 가공 산업에 흔히 사용되는 모액(60)으로부터 불순물을 제거하는 하나의 기법은 상기 재순환 스트림의 일부를 추출 또는 "정화"하는 것이다. 전형적으로는, 상기 정화 스트림을 단순히 폐기하거나, 또는 경제적으로 타당하다면, 다양한 처리를 가하여 귀중한 성분은 회수하면서 원치않는 불순물은 제거한다. 불순물 제거 공정의 예로는 본원에 참고로 인용된 미국 특허 제 4,939,297 호 및 4,356,319 호가 있다.
- [0064] 단계 (b)는 역류 용매 세척 대역(80)에서 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)로부터 잔류 불순물을 제거하여 용매를 갖는 카복실산 케이크(110)와 용매 모액 스트림(100)을 형성시킨다.
- [0065] 도관(70)은 카복실산, 잔류 불순물 및 용매를 포함하는 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)을 함유한다. 잔류 불순물은 잔류 촉매(전형적으로는 코발트, 망간 또는 브롬이지만, 이에 제한되지 않음)를 포함한다. 적합한 용매로는, 바람직하게는 탄소수 2 내지 6의 지방족 모노카복실산, 또는 벤조산 및 이들의 혼합물 및 이들 혼합물과 물과의 혼합물을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다. 바람직하게는 상기 용매는 주로 아세트산 및/또는 약간의 물로 구성된다. 아세트산 대 물의 비는 질량 기준으로 50:50 내지 99:1, 보다 바람직하게는 85:15 내지 98:2, 가장 바람직하게는 90:10 내지 97:3의 범위일 수 있다. 적합한 카복실산으로는 테레프탈산, 아이소프탈산, 나프탈렌 다이카복실산, 트라이멜리트산 및 이들의 혼합물을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다.
- [0066] 상기 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)은 카복실산이 10 내지 90중량%의 범위에 있다. 바람직한 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)은 슬러리의 경우 카복실산이 25 내지 40중량%의 범위이고 케이크 생성물의 경우 70 내지 90중량%의 범위이다. 가장 바람직하게는, 상기 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)은 카복실산이 30 내지 40중량%의 범위이다. 이어서 도관(70) 중의 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물을 역류 용매 세척 대역(80)에 도입시키고, 여기에서 용매의 상당 부분이 도관(100) 중의 용매 모액 스트림에 회수된다. 용매 모액(102)은 용매의 상당 부분을 포함한다. 추가의 용매를 도관(90)을 통해 상기 역류 용매 세척 대역(80) 중의 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물(70)의 흐름과 역류로 가할 수 있다. 역류 세척 단계의 양은 용매를 갖는 카복실산 케이크를 목적하는 순도로 생성시키는데 필요한 단계의 임의의 양일 수 있다. 전형적으로는, 상기 역류 세척 단계의 양은 약 1 내지 약 8, 바람직하게는 약 2 내지 약 6, 가장 바람직하게는 약 2 내지 약 4이다. 한 단계보다 많은 세척의 경우, 역류 흐름이 바람직하다.
- [0067] 역류 용매 세척 대역(80)은 고체와 액체를 효율적으로 분리시킬 수 있는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함한다. 상기 고체-액체 분리 장치는 전형적으로는 하기 유형의 장치들을 포함할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다: 원심분리기, 사이클론, 회전 드럼 필터, 벨트 필터, 압착 필터 등. 상기 역류 용매 세척 대역(80)은 하나 이상의 고체-액체 분리 장치(들)(110)를 포함하며, 상기 장치는 대략 40 내지 155℃ 범위의 온도 내에서 작동할 수 있다. 바람직하게는 상기 고체-액체 분리 장치(들)(110)는 약 80 내지 약 150℃ 범위의 온도 내에서 작동할 수 있다. 가장 바람직하게는 상기 고체-액체 분리 장치(들)(110)는 약 90 내지 약 150℃ 범위의 온도 내에서 작동할 수 있다. 용매를 갖는 카복실산 케이크(110)가 생성되며, 이때 상기 용매를 갖는 카복실산 케이크(110)의 수분 조성은 수분이 0.5 내지 30중량%, 바람직하게는 1 내지 20중량%, 가장 바람직하게는 1 내지 10중량% 범위로 존재할 수 있다. 임의적으로, 상기 잔류 용매를 기체 치환 단계에 의해 제거하여 세척에 의한 용매 오염을 최소화할 수 있다. 상기 카복실산이 테레프탈산이고 용매가 아세트산인 경우, 아세트산을 갖는 테레프탈산 케이크가 생성된다.
- [0068] 단계 (c)는 역류 수 세척 대역(120)에서 용매의 상당 부분을 상기 용매를 갖는 카복실산 케이크(110)로부터 임의로 제거하여 물-습윤 카복실산 케이크(100) 및 부산물 액체 스트림(140)을 형성시킴을 포함한다.
- [0069] 이어서 상기 용매를 갖는 카복실산 케이크(110)를 역류 수 세척 대역(120)에서 물 또는 실질적으로 잔량의 용매를 갖는 물로 세척 또는 "세정"하며, 여기에서 용매의 상당 부분이 물로 대체되어 물-습윤 카복실산 케이크(150)를 형성한다. 상기 물-습윤 카복실산 케이크(150)는 수분이 바람직하게는 약 0.5 내지 약 30%, 보다 바람

직하게는 약 1 내지 약 20%, 가장 바람직하게는 약 1 내지 약 10%의 범위이다. 상기 물-습윤 카복실산 케이크(150)의 잔류 수분은 질량 기준으로 약 2% 미만의 용매를 함유해야 한다. 또한, 상기 물-습윤 카복실산 케이크(150)는 도관(70) 중의 슬러리 또는 케이크 카복실산 생성물 중에, 전형적으로 p-자일렌 산화에서 촉매로서 사용되는 임의의 금속을 1% 미만, 바람직하게는 100중량ppm 미만, 가장 바람직하게는 10중량ppm 미만으로 함유해야 하며, 여전히 상기 물-습윤 카복실산 케이크(150)에 남아있어야 한다. 금속의 예로는 코발트 및 망간을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다.

[0070] 세척 수를 도관(130)을 통해 역류 수 세척 대역(120)에 도입시킨다. 상기 세척 수는 연속적으로, 용매를 갖는 카복실산 케이크(110) 중에 고체와의 비가 약 0.1:1 내지 약 1.5:1, 바람직하게는 약 0.1:1 내지 약 0.6:1, 가장 바람직하게는 약 0.2:1 내지 약 0.4:1 범위인 질량 공급률로 포함되어야 한다. 세척시, 기화된 물, 증기, 또는 물과 증기의 조합의 사용을 포함한, 상기 세척 수에 대한 온도 또는 압력 제한은 없다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 세척 수를 용매를 갖는 카복실산 케이크에 역류로 도입시킨다.

[0071] 추가의 세척 수를 도관(130)을 통해 역류 수 세척 대역(120)에서 용매를 갖는 카복실산 케이크(110)의 흐름에 역류로 가할 수 있다. 상기 역류 세척 단계의 양은 상기 물-습윤 카복실산 케이크를 목적하는 순도로 생성시키는데 필요한 단계의 임의의 양일 수 있다. 전형적으로는, 상기 역류 세척 단계의 양은 약 1 내지 약 8, 바람직하게는 약 2 내지 약 6, 가장 바람직하게는 약 2 내지 약 4이다.

[0072] 상기 역류 수 세척 대역은 고체-액체 분리 장치(120)를 포함하며, 상기 장치는 전형적으로는 하기 유형의 장치들을 포함할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다: 원심분리기, 사이클론, 회전 드럼 필터, 벨트 필터, 압착 필터 등. 상기 고체-액체 분리 장치를 약 40 내지 약 155°C의 온도 범위 내에서 작동시킬 수 있다. 바람직하게는, 상기 두 번째 고체-액체 분리 장치를 약 80 내지 약 150°C의 온도 범위 내에서 작동시킬 수 있다. 가장 바람직하게는, 상기 두 번째 고체-액체 분리 장치를 약 90 내지 약 150°C의 온도 범위 내에서 작동시킬 수 있다.

[0073] 임의적으로, 상기 역류 수 세척 대역(120)으로부터 부산물 액체를 역류 용매 세척 대역(80)에 의해 생성된 용매 모액 스트림으로부터 분리시킨다.

[0074] 단계 (d)는 건조 대역(160)에서 물-습윤 카복실산 케이크(150)를 건조하여 건조된 카복실산 생성물(170)을 생성시키는 단계를 포함한다.

[0075] 물-습윤 카복실산 케이크(150)는 역류 수 세척 대역(120) 또는 역류 용매 세척 대역(80)으로부터 회수되어 건조 대역(160)으로 공급된다. 용매 또는 물의 일부 및 잔류 촉매 및 불순물이 분리되고, 건조된 카복실산 케이크는 라인(170)을 통해 회수된다.

[0076] 건조 대역(160)은 고체 카복실산을 회수하기에 적합한 필터 및 건조기를 포함한다. 여과는 당해 분야에 공지된 임의의 수단에 의해 달성될 수 있다. 예를 들어, 회전 진공 필터를 여과용으로 사용하여 여과 케이크를 생성시킬 수 있다. 여과 케이크는 초기의 용매 제거 단계를 통과한 후, 산 세척으로 세정되어 잔류 촉매를 제거하고, 건조기로 보내지기 전에 다시 용매를 제거할 수 있다. 필터 케이크의 건조는 필터 케이크에 남아 있는 휘발물질 10% 이상을 증발시켜 카복실산 생성물을 생성시킬 수 있는 당해 분야에 공지된 임의의 수단에 의해 달성될 수 있다. 예를 들어, 싱글 샤프트 포르쿠핀(Single Shaft Porcupine, 등록상표) 프로세서 건조기를 사용할 수 있다.

[0077] 본 발명의 다른 실시양태들에서 단계 (a), 단계 (b) 및 단계 (c)를 도 2에 나타낸 바와 같이 액체 교환 대역(250)으로서 공지된 하나의 대역으로 결합시킬 수 있다. 상기 액체 교환 대역(250)은 앞서 개시한 바와 같이 고체-액체 분리 대역(40), 역류 용매 세척 대역(80) 및 역류 수 세척 대역(120)의 합한 기능을 수행할 수 있는 하나 이상의 고체 액체 분리 장치를 포함한다. 단계 (b) 및 단계 (c)를 또한 도 3에 도시된 바와 같이 역류 용매-물 액체 교환 대역(260)으로서 공지된 하나의 대역으로 결합시킬 수 있다. 최종적으로 단계 (a) 및 단계 (b)를 도 4에 도시된 바와 같이 용매 액체 교환 대역(270)으로서 공지된 하나의 대역으로 결합시킬 수 있다. 상기 각각의 실시양태들은 앞서 개시한 바와 같은 결합된 대역들의 기능들을 수행할 수 있는 하나 이상의 고체-액체 분리 장치를 포함한다. 액체 교환 대역(250), 또는 용매 물 액체 교환 대역(260), 또는 용매 액체 교환 대역(270)에 사용될 수 있는 장치의 예로는 하기 유형의 장치들, 즉 원심분리기, 사이클론, 필터 및 이들의 조합을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다.

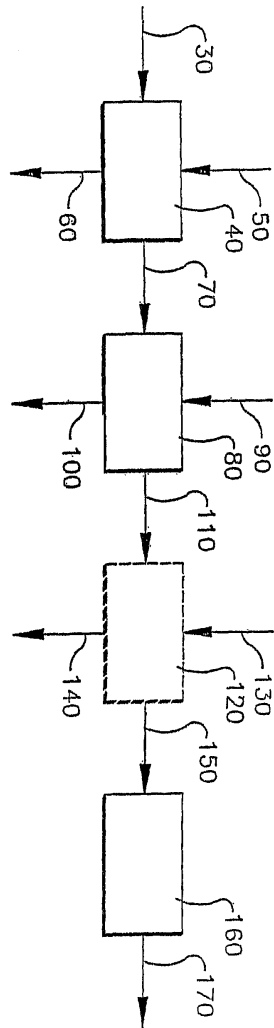
도면의 간단한 설명

[0051] 도 1은 본 발명의 하나의 실시양태인, 건조된 카복실산 케이크의 제조 방법을 예시한다.

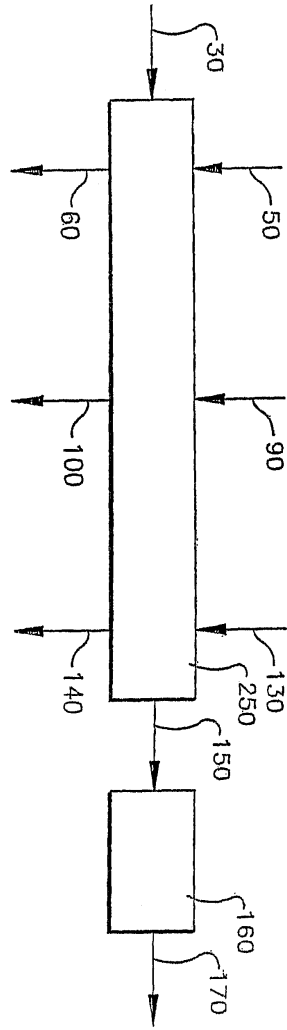
- [0052] 도 2는 본 발명의 다른 실시양태인, 액체 교환 대역을 사용함으로써 건조된 카복실산 케이크를 제조하는 방법을 예시한다.
- [0053] 도 3은 본 발명의 다른 실시양태인, 역류 용매-물 액체 교환 대역을 사용함으로써 건조된 카복실산 케이크를 제조하는 방법을 예시한다.
- [0054] 도 4는 본 발명의 또 다른 실시양태인, 용매 액체 교환 대역을 사용함으로써 건조된 카복실산 케이크를 제조하는 방법을 예시한다.

도면

도면1



도면2



도면3

