202340157

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 202340157 A

(43)公開日： 中華民國 112 (2023) 年 10 月 16 日

(21)申請案號：112100489 (22)申請日： 中華民國 112 (2023) 年 01 月 06 日

(51)Int. Cl.： *C07D251/24 (2006.01)* *C07B63/00 (2006.01)*

(30)優先權：2022/01/07 歐洲專利局 22150571.2

(71)申請人：德商巴地斯顏料化工廠 (德國) BASF SE (DE)
德國

(72)發明人：施韋德 克里斯蒂安 SCHWEDE, CHRISTIAN (DE)；奧斯 約翰尼斯 菲利克斯 HAUS, JOHANNES FELIX (DE)；泰瑞 約爾格 THERRE, JOERG (DE)；馬力茲 加賽克 MALISZ, JACEK (DE)；柯隆邁爾 漢默特 KRONEMAYER, HELMUT (DE)；克魯克 馬蒂亞斯 KRUCK, MATTHIAS (DE)；施皮特勒 馬庫斯 SPITTLER, MARKUS (DE)

(74)代理人：陳長文；朱淑尹；李允中

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：16 項 圖式數：1 共 31 頁

(54)名稱

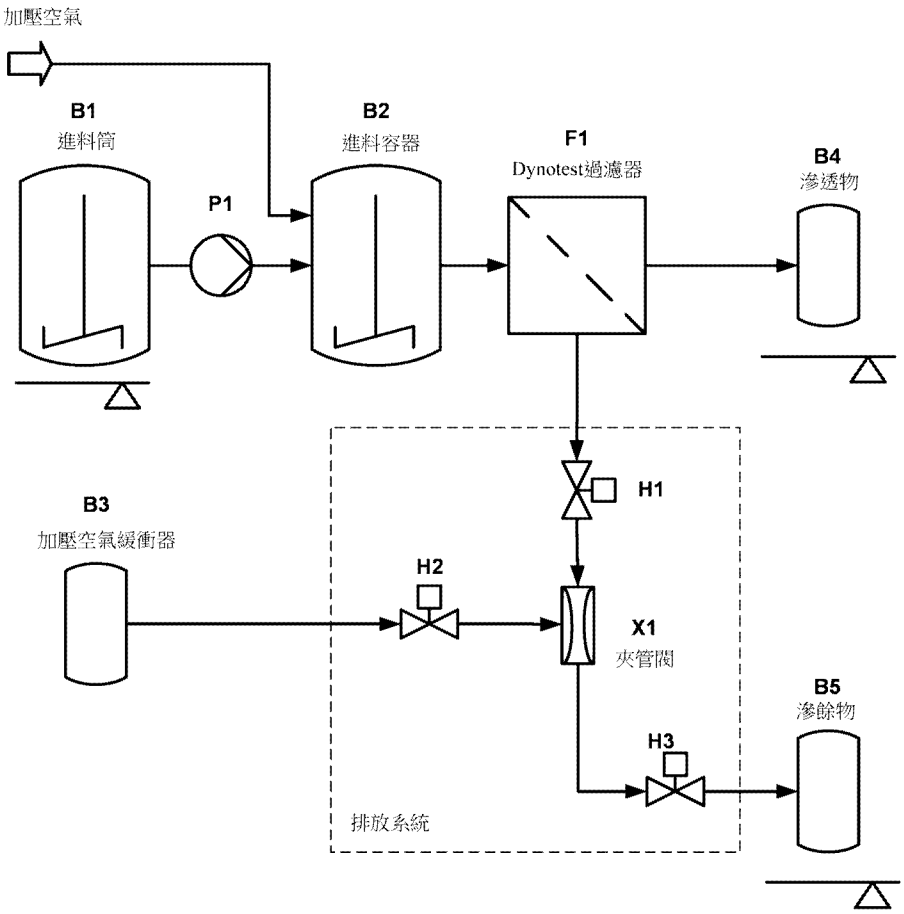
2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之分離方法

(57)摘要

本發明係關於自含 2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之水性混合物 N 分離 DIOPAT 之經改良方法，其中該方法包含以下步驟：濃縮該水性混合物 N 以獲得具有某一固體含量之含 DIOPAT 之水性懸浮液 S1；自該水性懸浮液 S1 蒸發溶劑；及乾燥該 DIOPAT 以獲得基於該 DIOPAT 之總重量大於 90 wt.-%之固體含量。

The present invention relates to an improved process for isolating 2,4-bis-(2,4-dihydroxyphenyl)-6-(4-methoxyphenyl)-1,3,5-triazine (DIOPAT) from a DIOPAT-containing aqueous mixture N, wherein the process comprises the steps of concentrating the aqueous mixture N to obtain a DIOPAT-containing aqueous suspension S1 having a certain solid content; evaporating solvent from the aqueous suspension S1; and drying the DIOPAT to obtain a solid content of more than 90 wt.-%, based on the total weight of the DIOPAT.

指定代表圖：



【圖1】

符號簡單說明：

B1:進料筒/進料材料/筒

B2:進料容器/容器

B3:加壓空氣緩衝器

B4:產生之滲透物/筒

B5:排放之濃縮物/筒

F1:Dynotest 過濾器

H1:時控閥

H2:時控閥

H3:時控閥

P1:幫浦

X1:夾管閥

【發明摘要】

【中文發明名稱】

2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之分離方法

【英文發明名稱】

PROCESS FOR ISOLATING 2,4-BIS-(2,4-DIHYDROXYPHENYL)-6-(4-METHOXYPHENYL)-1,3,5-TRIAZINE (DIOPAT)

【中文】

本發明係關於自含2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之水性混合物N分離DIOPAT之經改良方法，其中該方法包含以下步驟：濃縮該水性混合物N以獲得具有某一固體含量之含DIOPAT之水性懸浮液S1；自該水性懸浮液S1蒸發溶劑；及乾燥該DIOPAT以獲得基於該DIOPAT之總重量大於90 wt.-%之固體含量。

【英文】

The present invention relates to an improved process for isolating 2,4-bis-(2,4-dihydroxyphenyl)-6-(4-methoxyphenyl)-1,3,5-triazine (DIOPAT) from a DIOPAT-containing aqueous mixture N, wherein the process comprises the steps of concentrating the aqueous mixture N to obtain a DIOPAT-containing aqueous suspension S1 having a certain solid content; evaporating solvent from the aqueous suspension S1; and drying the DIOPAT to obtain a solid content of more than 90 wt.-%, based on the total weight of the DIOPAT.

【指定代表圖】

圖1

【代表圖之符號簡單說明】

B1: 進料筒/進料材料/筒

B2: 進料容器/容器

B3: 加壓空氣緩衝器

B4: 產生之滲透物/筒

B5: 排放之濃縮物/筒

F1: Dynotest過濾器

H1: 時控閥

H2: 時控閥

H3: 時控閥

P1: 幫浦

X1: 夾管閥

【發明說明書】

【中文發明名稱】

2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之分離方法

【英文發明名稱】

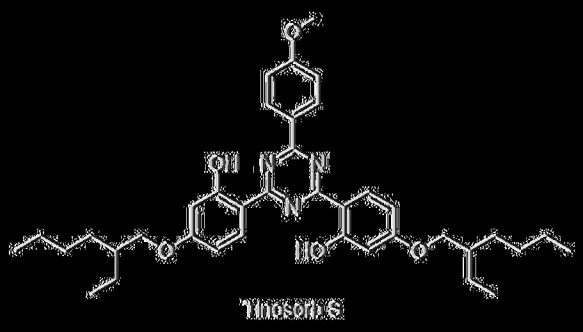
PROCESS FOR ISOLATING 2,4-BIS-(2,4-DIHYDROXYPHENYL)-6-(4-METHOXYPHENYL)-1,3,5-TRIAZINE (DIOPAT)

【技術領域】

【0001】本發明提供自含2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之水性混合物N分離DIOPAT之經改良方法，其中該方法包含以下步驟：濃縮該水性混合物N以獲得具有某一固體含量之含DIOPAT之水性懸浮液S1；自該水性懸浮液S1蒸發溶劑；及乾燥該DIOPAT以獲得基於該DIOPAT之總重量大於90 wt.-%之固體含量；以及藉由該經改良方法獲得之具有特定容積密度之DIOPAT。

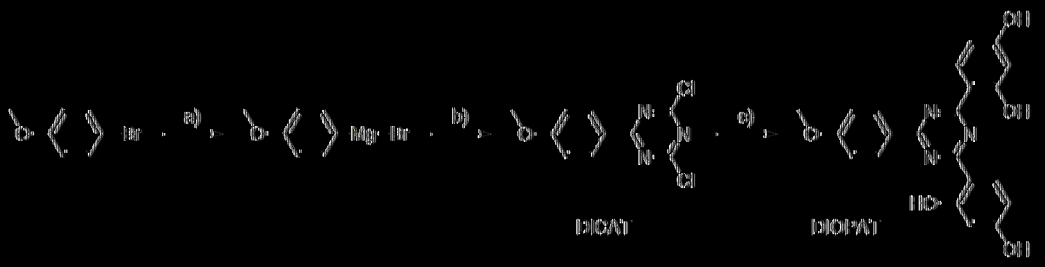
【先前技術】

【0002】2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)係用於製備UV吸收劑Tinosorb® S (亦稱為2,2-[6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪-2,4-二基]雙{5-[(2-乙基己基)氧基]苯酚}、茴香三嗪(anisotriazine)、雙-乙基己氧基苯酚甲氧基苯基三嗪或貝莫三嗪醇(bemotrizinol)；CAS編號187393-00-6)之起始材料，該Tinosorb® S具有以下化學式

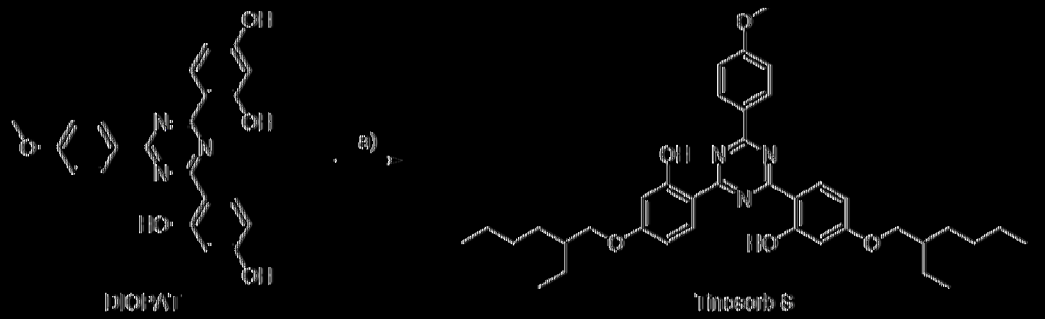


Tinosorb® S係吸收UVB以及UVA射線之寬帶UV吸收劑。因此，Tinosorb® S係用於防曬組合物及化妝品應用之重要成分。

[0003] DIOPAT之一種可能合成途徑係經由兩個步驟實施，自4-溴茴香醚及氰尿醯氯開始在格任亞條件(Grignard condition)下形成中間體DICAT。在第二合成步驟中，DICAT與間苯二酚在夫-誇反應(Friedel-Crafts reaction)中反應，以形成DIOPAT。在下文中，繪示DIOPAT自4-溴茴香醚及氰尿醯氯開始之合成途徑，其中通常應用參數a) Mg、THF；b) 氰尿醯氯、THF；及c) 間苯二酚、甲苯/苯甲腈、$AlCl_3$。



[0004] 為完成Tinosorb® S之合成，通常實施第三步驟，即DIOPAT利用異辛氯之烷基化。在下文中，繪示Tinosorb® S之反應，其中通常應用參數a) 異辛氯、鹼、DMF。



[0005] 與DIOPAT之製備相關，DIOPAT之後處理程序及分離造成

困難。

【0006】通常，使包含DIOPAT之反應混合物在預填充之氫氧化鈉溶液上驟冷。然後將來自夫-誇反應之產物DIOPAT以及鋁鹽(Al鹽)溶於鹼性氫氧化鈉水溶液中。藉由相分離來分離有機反應溶劑(例如甲苯及苯甲腈之混合物)。殘餘有機溶劑可經剝離以保證不含有機溶劑之水相。然後，藉由酸化混合物使DIOPAT自鹼性DIOPAT/Al鹽溶液沈澱出。若已建立低pH (pH < 1)，則Al鹽仍溶於水相中，而DIOPAT沈澱為固體。

【0007】然而，用以自Al鹽溶液分離沈澱之DIOPAT之標準過濾製程(例如使用壓濾機)具有若干缺點。具體而言，過濾製程係手動、耗時且開放式製程，其在經濟上缺乏吸引力且在技術層面上造成安全問題。此外，DIOPAT將與不期望之有機雜質2,4-二羥基二苯甲酮(2,4-DHBP)(其係DIOPAT製備之副產物)一起獲得。在用於Tinosorb® S之最終反應步驟之DIOPAT中之不期望副產物2,4-DHBP之雜質提高了昂貴的反應物異辛氯之消耗，並導致不期望副產物，由此增加生產成本。

【0008】Al鹽與DIOPAT之經改良分離係挑戰。由於DIOPAT在水相與有機相之間具有完全混溶性間隙之有機溶劑中之低溶解度，因此藉由相分離將Al鹽與DIOPAT分離係不適宜的。另一方面，由於酸性$AlCl_3$/DIOPAT懸浮液之腐蝕行為，金屬材料與該等懸浮液接觸之大多數過濾設施係不適宜的。然而，在利用$AlCl_3$之夫-誇反應反應中獲得之Al鹽以及有機副產物不利於最終Tinosorb® S之後續反應，且需要與DIOPAT分離。

【0009】WO2020089323及WO202016366提供基於超濾之分離技術。所獲得之懸浮液可經由噴霧乾燥來乾燥，然而噴霧乾燥係耗能的。

【發明內容】

【0010】因此，本發明之目標係提供分離DIOPAT之節能製程。

【0011】此外，本發明之目標係提供自DIOPAT/Al鹽溶液分離DIOPAT之經改良製程，該DIOPAT/Al鹽溶液係在驟冷用於製備DIOPAT之夫-誇反應之反應混合物並去除有機溶劑後獲得。

【0012】本發明之其他目標係提供分離DIOPAT之製程，其避免手動、耗時及開放式過濾製程。

【0013】本發明之另一目標係提供分離DIOPAT之經改良製程，其中鋁鹽以及有機副產物同時與DIOPAT分離。

【0014】本發明之另一目標係提供分離DIOPAT之經改良製程，其中DIOPAT之容積密度經改良。

【0015】已驚訝地發現，該等目標中之至少一者可藉由自含有2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之水性混合物N分離2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之製程達成，該製程包含以下步驟：

a) 濃縮該水性混合物N以獲得含有2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之水性懸浮液S1，其基於該水性懸浮液S1之總重量具有3至30 wt.-%之固體含量；

b) 藉助攪拌接觸式乾燥器自該水性懸浮液S1蒸發溶劑；及

c) 乾燥該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪，以獲得基於2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之總重量大於90 wt.-%之固體含量。

【0016】本發明之較佳實施例可見於申請專利範圍、說明及實例。

應理解，在不脫離本發明範圍的情況下，本發明主題之上述特徵及下文將說明之彼等不僅在各別既定組合中較佳，而且在其他組合中亦較佳。

【0017】在詳細闡述本發明之實例性實施例之前，給出對理解本發明重要之定義。

【圖式簡單說明】

【0018】

圖1表示示意性微過濾。

【實施方式】

【0019】除非上下文另外明確指示，否則如本說明書及隨附申請專利範圍中所使用，單數形式「一(a)」及「一(an)」亦包括各自之複數形式。在本發明之上下文中，術語「約」或「大約(approx., approximately)」表示熟習此項技術者將理解之準確度區間，以仍確保所述特徵之技術效應。該術語通常表示與所指示數值之±20%、較佳±15%、更佳±10%、甚至更佳±5%且尤其±2%之偏差。應理解，術語「包含」並非限制。出於本發明之目的，術語「由...組成」被視為術語「包含」之較佳實施例。

【0020】如本文所用，術語樣品之「固體含量」係指該樣品中之固體。滲餘物中之固體含量SC (主要地DIOPAT)計算為滲餘物中之蒸發殘餘物(亦稱為「乾質量」)減去滲透物之蒸發殘餘物之差值。蒸發殘餘物係藉由紅外乾燥天平(Mettler Toledo HX204；110℃；質量恆定達140 s)量測。

【0021】如本文所用，術語「水性鹼性混合物M」係指包含如本文所定義之組分(i)、(ii)及(iii)之混合物，其通常在用氫氧化鈉水溶液驟冷

夫-誇反應混合物以製備DIOPAT (即組分(i))並去除有機相之後獲得。水性鹼性混合物M之pH係10或以上，且較佳在10至15、更佳12至14、尤其12至13.5之範圍內。Al鹽之量通常基於該水性鹼性混合物M之總重量將在1重量%至20重量%、較佳1重量%至10重量%之範圍內，且2,4-DHBP之量通常基於該水性鹼性混合物M之總重量將在0.5重量%至5重量%、較佳0.5重量%至2重量%之範圍內。另一方面，DIOPAT之量通常基於該水性鹼性混合物M之總重量將在6重量%至20重量%、較佳7重量%至14重量%之範圍內。

【0022】如本文所用，「2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪」(DIOPAT)係本發明方法中感興趣之化合物，此乃因其如上文所解釋係製備Tinosorb® S之前體。2,4-二羥基二苯甲酮係根據一種可能合成途徑之製備之副產物。如本文所用，術語「鋁鹽」(Al鹽)係包括三氯化鋁及/或氫氧化鋁以及偏鋁酸鈉($NaAlO_2$)或其混合物之鋁鹽。該等鋁鹽係在DIOPAT之製備中獲得，此乃因三氯化鋁係夫-誇反應所需的。

【0023】應理解，水性鹼性混合物M亦可包含其他組分，例如氯化鈉(其係三氯化鋁與氫氧化鈉之反應在驟冷時之結果)以及氫氧化鈉。另外，偏鋁酸鈉($NaAlO_2$)可在驟冷時形成且因此存在於水性鹼性混合物M中。此外，若至DIOPAT之轉化不完全或使用過量DICAT或間苯二酚，則可能存在殘餘量之起始材料DICAT及間苯二酚。

【0024】如本文所用，術語「酸化混合物M」係指包含如本文所定義之組分(i)、(ii)及(iii)之混合物，其係在酸化後自水性鹼性混合物M獲得。酸化混合物M另外包含來自中和反應之一定量之鹽、較佳氯化鈉。基於該酸化混合物M之總重量，由於中和反應獲得之鹽的較佳量在5重量%

至15重量%之範圍內。此外，代替鹼(例如氫氧化鈉)，將存在酸、較佳氯化氫。酸化混合物M之pH較佳為< 1。

【0025】如本文所用，術語「酸化」係指添加酸。較佳酸包括強無機酸，例如硫酸或鹽酸。較佳地，製程之步驟i.a)中之「酸化」係利用鹽酸、尤其氯化氫水溶液實施。氯化氫溶液之較佳濃度係在20至37%之範圍內、較佳在36至37%之範圍內。作為酸化步驟i.a)之結果，氯化鈉可藉由氫氧化鈉與氯化氫之反應形成。

【0026】如本文所用，術語「pH < 1」係指低於1之pH。

【0027】在藉由奈米過濾之製程之分離步驟ii.a)，DIOPAT係以鹼性水溶液S之形式作為滲餘物獲得。就此而言，術語「水溶液S」係指在步驟ii.a)中所獲得包含DIOPAT之溶液。當在步驟ii.a)中獲得時，水溶液S通常具有7或以上或直至14、較佳7至14、更佳8至14、尤其9至13.5之pH值，且因此稱為「鹼性水溶液S」。應理解，鹼性水溶液S可不僅包含DIOPAT，亦包含殘餘量之Al鹽及2,4-DHBP及視情況如上文所提及之其他雜質。然而，殘餘量之鋁通常基於鹼性水溶液S之總重量將低於1重量%、較佳低於0.5重量%或甚至低於0.2重量%，且殘餘量之2,4-DHBP通常基於鹼性溶液之總重量將低於2重量%、較佳低於0.8重量%或甚至低於0.7重量%，而DIOPAT之量通常將為鹼性水溶液S之至少4重量%、較佳至少5重量%、或至少6重量%、或至少7重量%或至少8重量%。在該製程之步驟ii.b)中，然後將水溶液S之pH調節為9.5或更低之pH以沈澱DIOPAT。如本文所用，「將pH調節為9.5或更低之pH」係利用酸實施。較佳酸包括強無機酸，例如硫酸或鹽酸。較佳地，在製程之步驟ii.b)中「將pH調節為9.5或更低之pH」係利用鹽酸、尤其氯化氫水溶液實施。氯化氫溶液之

較佳濃度係在20至37%之範圍內、較佳在36至37%之範圍內。較佳地，將pH調節為8或更低之pH，較佳調節為在6至8範圍內之值。作為pH調節步驟ii.b)之結果，額外氯化鈉可藉由氫氧化鈉與氯化氫之反應形成。因此，在步驟ii.b)之後，水溶液S較佳包含額外量之氯化鈉。

【0028】如本文所用，術語「沈澱」係指化合物之固體形成。

【0029】如本文所用，術語「滲濾」(DF)係錯流過濾之亞型且係指一種其中將包含沈澱化合物之懸浮液與溶解之組分分離之製程，該等溶解之組分慮及其大小可透過膜。未穿過膜之懸浮液稱為「滲餘物」，且穿過膜之包含溶解組分的溶液稱為「滲透物」。在滲濾期間，懸浮液較佳自進料容器連續泵送至膜，並自膜返回至進料容器。滲濾可作為連續製程實施，其中將額外溶劑連續添加至滲餘物，並連續去除滲透物。此導致對滲餘物中沈澱化合物之洗滌。較佳地，滲濾步驟i.c)包括用洗滌因子為3至6、較佳4至5、更佳4.5之水洗滌，其中術語「洗滌因子」(亦稱為「滲濾因子」)係指相對於步驟i.c)中所用之懸浮液之水(亦稱為滲濾溶劑)的量。就此而言，WO2020016366揭示適宜製程。

【0030】如本文所用，在如下所示製程之步驟i.c)的上下文中，「pH自< 1增加至至多3」之表達係指在滲濾步驟期間，由於利用額外溶劑、在本發明情形中較佳水以去除HCl或其他酸，pH可能增加。額外溶劑之量將相應地選擇。舉例而言，4.5之洗滌因子導致在2至3、較佳2.3至2.8範圍內之pH。由於酸性pH值，可避免沈澱之DIOPAT之溶解及由此經分離DIOPAT之量的減少。當然，應理解，pH不一定增加至如上所示之值。若使用較少滲濾溶劑，pH亦可增加較不顯著。此外，當額外溶劑隨時間添加至連續製程中時，pH值將僅隨滲濾溶劑之量的增加而緩慢增

加。

【0031】如本文所用，在本發明製程之步驟i.c)的上下文中，「溫度保持在80℃至95℃之範圍內」的表達係指經受滲濾步驟之混合物之溫度、尤其滲餘物之溫度藉由例如使用加熱裝置或藉由添加預熱之洗滌水保持在80℃至95℃之溫度。重要的係將溫度保持在此高範圍中，以使2,4-二羥基二苯甲酮保持在溶液中，以便此副產物可另外藉由滲濾步驟去除。應理解，當實施製程之步驟i.c)時，溫度可在80℃至95℃之範圍內變化。較佳地，溫度在步驟i.c)之滲濾開始時係在85℃至95℃之範圍內，且然後由於例如利用以80℃至90℃範圍內之溫度提供之額外溶劑稀釋，溫度隨時間降至80℃至90℃之範圍。因此，當在連續添加額外溶劑下實施滲濾步驟時，溫度可在80℃至90℃之範圍內。

【0032】如本文所用，術語「濃縮因子」係指在滲濾製程期間去除溶解之組分及部分溶劑(滲透物)後，包含沈澱化合物及溶解之組分的懸浮液之起始體積與包含沈澱化合物之懸浮液(滲餘物)之最終體積之比率。應理解，可連續添加至滲餘物中之額外溶劑的濃縮因子不影響濃縮因子，此乃因連續添加至滲餘物中之相同量的額外溶劑將藉由去除滲透物自系統中連續去除。

【0033】如本文所用，「奈米過濾」係利用孔徑為2 nm或以下之奈米過濾膜實施。該奈米過濾膜在此項技術中亦稱為具有70%之標準NaCl保留率。當利用本發明之鹼性混合物M實施奈米過濾時，奈米過濾膜較佳係基於聚合物之奈米過濾膜，尤其可自例如Nitto Denko獲得之聚醚碸膜過濾器，其即使在高溫下在強鹼性溶液中亦係穩定的。

【0034】在奈米過濾步驟ii.a)中，鑒於較高分子尺寸及高陰離子電

荷，DIOPAT自膜保留且因此在奈米過濾之滲餘物中獲得。在過濾步驟ii.c)中，鑒於其沈澱狀態，DIOPAT自膜保留且因此在過濾之滲餘物中獲得。如本文所用，術語「滲餘物」係指包含不穿過膜之組分之溶液或懸浮液，而術語「滲透物」係指穿過膜且包含膜可滲透(穿過膜)之組分之溶液。就此而言，WO2020089323揭示適宜製程。

【0035】如本文所用，術語「懸浮液」表示包含溶劑及沈澱物之不均勻混合物。對於滲濾製程，沈澱物之粒子必須大於膜之孔徑。

【0036】如本文所用，術語「溶解」或「溶液」表示包含溶劑及溶解組分(例如鹽離子)之均勻混合物。在滲濾製程中，溶解組分必須足夠小，以使其可穿過膜。

【0037】在本發明製程之步驟b)中，溶劑係藉助攪拌接觸式乾燥器自水性懸浮液S1蒸發。在此上下文中，術語「溶劑」涵蓋水性懸浮液S1中存在之任何類型的溶劑，尤其係水。

【0038】如本文所用，術語「微濾」及「超濾」二者均指製程，其中將包含沈澱化合物之懸浮液與溶解組分分離，溶解之組分鑒於其大小係可透過膜的。通常，用於微濾及/或超濾之膜的孔徑在約10 nm至50 μm、較佳20至3000 nm且尤其30至2000 nm之範圍內。其他較佳孔徑可在100 nm至50 μm、較佳500 nm至35 μm且尤其1至30 μm之範圍內。其他較佳孔徑可在10至200 nm、較佳20 nm至150 nm且尤其30至80 nm之範圍內。

【0039】關於本發明製程之較佳實施例闡述於下文。

【0040】在本發明之較佳實施例中，步驟a)至c)係藉由不同方式，即藉助不同設備進行。

【0041】如上文已經指示，本發明係關於自含DIOPAT之水性混合

物N分離2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之方法。較佳地，含DIOPAT之水性混合物N具有6至14、較佳7至13、更佳8至12、尤其9至11之pH。

【0042】如上所提及，DIOPAT可經由DICAT與間苯二酚之夫-誇反應且隨後在預填充氫氧化鈉溶液上驟冷來形成。上述後續酸化通常提供含鋁鹽之水相，而DIOPAT作為固體沈澱，其可經過濾並中和至期望pH。因此，經由上述途徑提供水性混合物N可係一種選項。

【0043】或者，含DIOPAT之水性混合物N可經由先前之過濾(例如，如下文進一步闡述之步驟i)/ii))提供。就此而言，可提及超濾及奈米過濾。

【0044】就此而言，含DIOPAT之水性混合物N可經由先前之過濾步驟i)提供，其包含自水性鹼性混合物M分離2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之製程，該水性鹼性混合物M包含

(i) 2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪；

(ii) 2,4-二羥基二苯甲酮；及

(iii) 鋁鹽；

其中該製程包含以下步驟：

i.a) 藉由將混合物M酸化至pH < 1使2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪沈澱；

i.b) 將該酸化混合物M加熱至80℃至95℃範圍內之溫度；

i.c) 利用陶瓷膜藉助用水滲濾分離該沈澱之2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪與溶解之2,4-二羥基二苯甲酮及溶解之鋁鹽，藉此pH自< 1增加至至多3且溫度保持在80℃至95℃之範圍內，

其中該分離步驟i.c)在滲餘物中提供呈水性懸浮液形式之沈澱2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪，並在滲透物中提供呈水溶液形式之溶解之2,4-二羥基二苯甲酮及溶解的鋁鹽，如WO2020016366中所揭示，其中該方法較佳包含中和i.d)在步驟i.c)中獲得之滲餘物之水性懸浮液以獲得5至11、較佳6至10、更佳6至8、尤其約7之pH的步驟。滲餘物之水性懸浮液亦可調整至6至14、較佳7至13、更佳8至12、尤其9至11之pH。

【0045】此外，含DIOPAT之水性混合物N可經由先前之奈米過濾步驟ii)提供，其包含自水性鹼性混合物M分離2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之製程，該水性鹼性混合物M具有10或以上之pH且包含

(i) 2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪；

(ii) 2,4-二羥基二苯甲酮；

(iii) 鋁鹽；

其中該製程包含以下步驟：

ii.a) 藉由奈米過濾該鹼性混合物M分離該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪與鋁鹽及2,4-二羥基二苯甲酮，其中該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪係以鹼性水溶液S之形式作為滲餘物獲得；

ii.b) 藉由將水溶液S之pH調節至9.5或以下之值使2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪沈澱；

ii.c) 藉由過濾自該水溶液S分離沈澱之2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪，其中該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基

苯基)-1,3,5-三嗪係以水性懸浮液SP之形式作為滲餘物獲得；

其中該奈米過濾步驟ii.a)係在10至40巴(bar)之壓力下且在20至60℃範圍內之溫度下實施，如WO2020089323中所揭示。較佳地，該製程提供pH為6至14、較佳7至13、更佳8至12、尤其9至11之含DIOPAT之水性混合物N。

【0046】較佳地，基於水性混合物N之總重量，來自步驟a)之水性混合物N具有0至小於10 wt.-%、較佳1至8 wt.%、尤其1至6 wt.-%之固體含量。尤佳的，來自步驟a)之該水性混合物N係藉由先前之過濾步驟、較佳先前之超濾步驟或奈米過濾步驟提供。在具體實施例中，來自步驟a)之該水性混合物N係由如上所述之先前之過濾步驟i)提供。在另一具體實施例中，來自步驟a)之該水性混合物N係由如上所述之先前之奈米過濾步驟ii)提供。

【0047】在較佳實施例中，基於該水性懸浮液S1之總重量，水性懸浮液S1具有4至28 wt.-%、較佳5至26 wt.-%、更佳6至25 wt.-%、尤其大於6至20 wt.-%或大於6至17 wt.-%之固體含量。就此而言，基於固體含量之總重量，水性懸浮液S1之固體含量較佳包含90至99.9 wt.-%、更佳95至99.7 wt.-%且尤其97至99.5 wt.-%之DIOPAT。

【0048】較佳地，當比較水性混合物N之以wt.-%計之固體含量與水性懸浮液S1之以wt.-%計之固體含量時，步驟a)中之濃度提供固體含量之1.2至5倍、更佳1.5至4.5倍、甚至更佳1.8至4.0倍、特別地2.0至3.5倍之增加。

【0049】在較佳實施例中，步驟a)中之濃縮係藉助過濾、較佳動態錯流過濾及/或微濾實施。

【0050】在另一較佳實施例中，步驟a)中之濃縮係藉助動態錯流過濾且較佳藉由微濾實施，其中該水性懸浮液S1係滲餘物，較佳其中步驟a)中之排放流量係由固體之濃度、密度、黏度及/或滲透物對滲餘物之比率來控制。

【0051】在較佳實施例中，水性混合物N係在步驟a)中藉助動態錯流過濾且較佳藉由微濾濃縮，其中膜具有0.01至50 μm、較佳0.01至5.0 μm、更佳0.1至1.5 μm之孔徑。尤佳的，膜具有0.01至4.0 μm、較佳0.05至2.0 μm、更佳0.1至0.5 μm之孔徑。

【0052】在較佳實施例中，水性混合物N在步驟a)中藉助包含膜之動態錯流過濾且較佳藉由微濾進行實施，其中該膜選自由以下組成之群：聚合膜，其較佳由以下製得：聚二氟亞乙烯(PVDF)、聚碸(PSU)、聚醚碸(PES)、聚伸苯基碸(PPSU)、聚四氟乙烯(PTFE)、再生纖維素(RC)、聚乙烯(PE)、聚丙烯(PP)及其混合物；陶瓷材料、較佳氧化鋁；及金屬篩，其較佳由不銹鋼製得，較佳其中膜材料係由聚二氟亞乙烯(PVDF)、聚醚碸(PES)或聚四氟乙烯(PTFE)製得、尤其由聚二氟亞乙烯(PVDF)製得之聚合膜。

【0053】較佳地，膜具有在40至300℃、更佳50至200℃、甚至更佳60至150℃且尤其80至120℃範圍內之熱穩定性。就此而言，聚合物膜之熱穩定性較佳在40至150℃、更佳50至130℃、甚至更佳65至110℃且尤其80至100℃之範圍內。

【0054】較佳地，步驟a)中之跨膜壓力(TMP；測定為滲餘物壓力與滲透物壓力之差)係在0.2至5巴之範圍內，更佳在0.3至3巴之範圍內，甚至更佳在0.4至2巴之範圍內且尤其在0.5巴至1巴之範圍內。

【0055】平均表面速度較佳在1至20 m/s、更佳2至16 m/s且尤其3至10 m/s之範圍內。

【0056】步驟a)中之濃縮較佳藉助單一過濾級或藉由一系列連續過濾級實施。在較佳實施例中，步驟a)中之濃縮係由1至50級、更佳8至30級、甚至更佳9至21級實施。

【0057】在另一較佳實施例中，步驟a)中之濃縮係藉助攪拌接觸式乾燥器、較佳薄膜蒸發器實施。可使用此項技術中任何已知之薄膜蒸發器。較佳地，步驟b)中之平均壁溫度係70至250℃、較佳90至180℃、尤其100至160℃。

【0058】應理解，在步驟a)中之濃縮係經由攪拌接觸式乾燥器實施之情形中，將所獲得水性懸浮液S1轉移至額外攪拌接觸式乾燥器以實施步驟b)中之蒸發，較佳其中該等接觸式乾燥器係串聯連接。額外接觸式乾燥器之類型可相同或不同。

【0059】在較佳實施例中，基於水性懸浮液S2之總重量，步驟b)中之蒸發提供固體含量為10至90 wt.-%、較佳20至85 wt.-%、更佳30至85 wt.-%、尤其40至80 wt.-%之含DIOPAT之水性懸浮液S2。尤佳者係基於水性懸浮液S2之總重量，步驟b)中之蒸發提供固體含量為20至90 wt.-%、較佳40至85 wt.-%、更佳60至85 wt.-%、尤其65至80 wt.-%之含DIOPAT之水性懸浮液S2。

【0060】較佳地，當比較水性懸浮液S1之以wt.-%計之固體含量與水性懸浮液S2之以wt.-%計之固體含量時，步驟b)中之蒸發提供固體含量之1.5至20.0倍、更佳2.0至15.0倍、甚至更佳2.5至10.0倍且尤其3.0至5.5倍之增加。

【0061】較佳地，步驟b)中之平均壁溫度係70至250℃、較佳90至180℃、尤其100至160℃。

【0062】在較佳實施例中，步驟b)中之攪拌接觸式乾燥器係薄膜蒸發器。可使用此項技術中任何已知之薄膜蒸發器。

【0063】較佳地，步驟b)中之熱傳遞係數平均值係在100至1000 W/m^2*K、更佳200至800 W/m^2*K且尤其400至700 W/m^2*K之範圍內。

【0064】較佳地，步驟b)係在大氣條件下實施。

【0065】在薄膜蒸發器用於步驟b)中之情形中，旋轉較佳在200至1000 rpm、更佳300至900 rpm、甚至更佳400至800 rpm且尤其500至700 rpm之範圍內。

【0066】較佳地，步驟b)中之含DIOPAT之懸浮液S2中之DIOPAT具有0.5至20 mm、更佳0.8至15 mm且尤其1至10 mm之粒徑。

【0067】在較佳實施例中，步驟c)中之DIOPAT係藉助攪拌接觸式乾燥器、更佳緩慢旋轉線性乾燥器進行乾燥。

【0068】較佳地，步驟c)中之DIOPAT係藉助圓盤式乾燥器乾燥，更佳其中加熱護套但不加熱圓盤。

【0069】較佳地，步驟c)中之溫度係120至200℃、更佳130至180℃、尤其140至170℃。

【0070】較佳地，基於2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之總重量，2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪係以大於93 wt.-%、更佳大於95 wt.-%且尤其大於97 wt.-%之固體含量獲得。

【0071】在較佳實施例中，製程係連續製程，即，自步驟a)至c)之設

備係串聯連接。

【0072】就此而言，排出氣體管線較佳包含過濾器以避免潛在粉塵之攜帶。

【0073】在較佳實施例中，步驟b)及c)之總體熱傳遞係在300至1600 kW、較佳400至1300 kW且尤其450至800 kW之範圍內。

【0074】較佳地，本發明製程提供容積密度(較佳藉由DIN ISO 697 / EN ISO 60、特定地DIN ISO 697、甚至更特定地DIN ISO 697:1984測定)大於0.4 g/mL、更佳大於0.5 g/mL、甚至更佳大於0.6 g/mL且尤其大於0.7 g/mL之DIOPAT。亦較佳的，本發明製程提供容積密度為0.4至1.2 g/mL、更佳0.6至1.1 g/mL、甚至更佳大於0.7至1.0 g/mL且尤其大於0.8至0.9 g/mL之DIOPAT。

【0075】在第二態樣中，本發明係關於藉由DIN ISO 697、尤其DIN ISO 697:1984測定之容積密度為0.40至1.20 g/mL之2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)。較佳地，2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之藉由DIN ISO 697、尤其DIN ISO 697:1984測定之容積密度為0.50至1.10、更佳0.6至1.05 g/mL、甚至更佳大於0.7至1.0 g/mL且尤其大於0.8至0.9 g/mL。本發明第二態樣之2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)係藉由本發明之製程獲得。

【0076】

實例

實例1：在91℃下微濾

經中和含DIOPAT之水性混合物係根據WO2020016366之實例UF1闡

述，其具有約5.9 wt.-%之固體含量。經中和懸浮液進一步如下處理。

【0077】微濾試驗係使用Microdyn-Nadir提供之微濾膜MV020 T實施。

供應商	名稱	膜材料	背襯材料	孔徑[μm]	最高溫度[℃]	pH值
Microdyn-Nadir	MV020 T	PVDF	聚酯	0.2	95	1-11

【0078】將新鮮進料提供於進料筒B1中，且由幫浦P1位準受控地泵送至進料容器B2中(參見圖1)。進料容器B2利用加壓空氣加壓，以為Dynotest過濾器F1提供恆定跨膜壓力(TMP)。為使滲餘物(亦稱為濃縮物)即使在低滲餘物通量下亦獲得明確排放，使用由夾管閥X1、加壓空氣緩衝器B3及時控閥H1、H2及H3組成之蠕動排放系統。對排放之濃縮物B5、產生之滲透物B4及進料材料B1之容器連續稱重。B2之含量由B2中之位準及校正曲線記錄。

【0079】設備係以連續操作模式使用。使用蒸發殘餘物為12 wt.-%之經中和濕Diopat作為進料材料。進料材料係自壓濾機之壓濾餅藉由與水混合、均質化並用NaOH中和來產生。

【0080】將材料在筒B1中利用去礦物質水稀釋至3.1 wt.-%之蒸發殘餘物。乾質量(DM)係樣品中由紅外乾燥天平(Mettler Toledo HX204；110℃；質量恆定達140 s)量測之總(可溶性及不可溶性)乾物質。

【0081】首先，用經稀釋Diopat懸浮液填充進料容器B2，攪拌並回火至91℃。將B2加壓至1巴。Dynotest過濾器F1之轉子以35 Hz之VFD驅動器輸出頻率啟動。平均表面速度為5.7 m/s。

【0082】一旦產生之滲透物收集於筒B4中，便將蠕動排放系統接通

並將濃縮物發送至筒B5。使用控制迴路，在既定等待時間後週期性地啟動夾管閥。藉由改變等待時間，可建立恆定濃縮物質量流量。為獲得固定濃縮因子，藉由滲透物質量流量與濃縮物質量流量之滲透物對滲餘物之比率(P/R)控制等待時間。P/R比率設定為10。將設備操作2小時。滲餘物質量流量係0.27 kg/h。滲透物質量流量係2.58 kg/h。獲得滲餘物及滲透物之樣品並如上所述針對蒸發殘餘物進行分析。滲餘物中之固體含量SC (主要地DIOPAT)計算為滲餘物中之乾質量減去滲透物中之乾質量之差值。滲透物之蒸發殘餘物係0.5 wt.-%。滲餘物之蒸發殘餘物係25.0 wt.-%。因此，滲餘物之固體含量SC (主要地DIOPAT)係24.5 wt.-%。

【0083】

實例2：在46℃下微濾

設備係如實例1中所述操作。進料材料在筒B1中利用去礦物質水稀釋至1.1 wt.-%之蒸發殘餘物。

【0084】容器B2中之溫度係46℃。P/R比率設定為14。設備操作1小時。滲餘物質量流量係0.31 kg/h。滲透物質量流量係4.31 kg/h。滲透物之蒸發殘餘物係0.2 wt.-%。滲餘物之蒸發殘餘物係12.1 wt.-%。因此，滲餘物之固體含量SC (主要地DIOPAT)係11.9 wt.-%。

【0085】

實例3：乾燥

使固體含量為11.2 wt.-%之含DIOPAT之懸浮液在表1所列示之條件下經過熱交換面積為0.025 m^2之薄膜蒸發器。含DIOPAT之懸浮液可根據EP0775698之實例1b獲得，隨後在鹼性條件下水解，相分離及隨後酸性沈澱。所獲得DIOPAT然後可利用各別量之水懸浮。

表1：試驗參數

試驗	進料持續時間 [min]	濕進料速率 [g/h]	壁溫度[℃]	壓力[毫巴]	產物水分 [wt.-%]
T4	-	-	200	atm.	-
備註：T4由於設施問題而停止試驗					
T5	18	500	200	atm.	2.5
備註：由於空的進料容器而停止試驗					
T6	42	772	200	atm.	2.3
T7	20	1009	200	atm.	6.9
T8	22	912	200	atm.	12.1
備註：與所有其他試驗相比，T8乾燥器轉數增加					
T9	22	910	180	atm.	3.9
T10	31	631	180	atm.	11.0
T11	30	676	180	atm.	13.1
T12	20	457	180	atm.	3.7
T13	20	872	180	atm.	6.5
T14	16	1080	180	atm.	3.8
T15	32	722	155	atm.	8.6
T16	37	456	155	atm.	0.9
T17	30	320	155	atm.	0.7
T18	20	949	155	atm.	4.0
T19	20	707	155	150	0.8
T20	21	992	155	150	0.3
T21	20	1640	155	150	17.0

【0086】如自上表1可看出，當以較高進料速率為目標時，低於3wt .-%之殘餘水分含量將無法達成。

【0087】使固體含量為12.0 wt.-%之含DIOPAT之懸浮液(其已根據

WO202016366之實例UF1過濾)在表2所列示之條件下經過熱交換面積為0.025 m^2之薄膜蒸發器。應理解，超濾後之懸浮液具有3.8至5.0 wt.-%之固體含量。為了便於比較，在試驗開始前將懸浮液在完全相同之薄膜設備中濃縮至12 wt.-%。

表2：試驗參數

試驗	進料持續時間[min]	濕進料速率[g/h]	壁溫度[℃]	壓力[毫巴]	產物水分[wt.-%]
T22	產物進料有問題。超濾Diopat在相似濕度下黏性更大				
T23					
進料系統之改變：更厚的管道，經攪拌之進料容器。					
T24	20	433	155	atm.	13.6
T25	18	660	155	atm.	21.1
備註：在產物容器觀察到冷凝，殘餘水分與出口水分相比可能升高。					
T26	15	1013	155	atm.	25
T27	47	984	155	atm.	16.6

【0088】如自上表2可看出，當以較高進料速率為目標時，對於具有降低Al鹽含量之含DIOPAT的懸浮液，甚至更不可能獲得低於3wt .-%之殘餘水分含量。

【0089】第二乾燥器係串聯連接。

【0090】使可根據EP0775698之實例1b獲得之固體含量為11.2 wt.-%之含DIOPAT之懸浮液(其中實例1b中所獲得之產物利用各別量的水懸浮)在表3所列示之條件下經過熱交換面積為0.025 m^2之薄膜蒸發器。

表3：試驗參數

試驗	進料速率[kg/h]	加熱溫度[℃]	旋轉[rpm]	產物水分[wt.-%]
P29	65	155	500	36.7

P30	68	155	700	32.4 – 38
P31	71	155	700	33.4 – 34.5

【0091】在接下來實例中，添加線性乾燥器。在表4所提供之參數下建立總共17h之組合操作。在整個組合操作中，殘餘水分為0.1-0.6 wt.-%。

表4 試驗參數

試驗	進料速率 [kg/h]	加熱溫度[℃]	第1次旋轉 [rpm]	第2次旋轉 [rpm]
P32	69	155	700	30
P33	68	155	700	30

【0092】在薄膜蒸發器後，已獲得大小為1至8 mm之DIOPAT粒子。DIOPAT在線性乾燥器之後具有大約1 mm之粒徑。

【0093】容積密度係根據DIN ISO 697測定。

【0094】來自薄膜乾燥及線性乾燥之DIOPAT與市售(噴霧乾燥)樣品(其容積密度為約0.38 g/cm³)相比具有顯著較高之容積密度。在薄膜乾燥器之後，濕DIOPAT之容積密度為約0.7 g/cm³且來自線性乾燥器之乾燥粉末達到高於0.8 g/m³之容積密度。與噴霧乾燥相比，新穎乾燥途徑中之寬粒徑分佈及相對較大之粒子可允許更好地排列粒子及兩倍以上之容積密度。噴霧乾燥之DIOPAT粉末足夠小(d90為約120 μm)，粒子中之黏聚力發揮作用，此通常阻礙散裝粉末之完美排列。細節可自表5獲得。

表5：DIOPAT量測容積密度

樣品編號	來源	重量[g]	體積[mL]	密度 [g/cm³]	密度平均值(3) [g/cm³]
	市售樣品	37.82	100.15	0.3776	0.3776
		37.70	100.15	0.3764	
		37.94	100.15	0.3788	

P31-T1	薄膜乾燥器出口	69.09	100.15	0.6899	0.6878
		68.67	100.15	0.6857	
		68.88	100.15	0.6878	
P32-T1	薄膜乾燥器出口	72.86	100.15	0.7275	0.7351
		74.23	100.15	0.7412	
		73.76	100.15	0.7265	
P32-T2	線性乾燥器出口	84.79	100.15	0.8466	0.8531
		85.81	100.15	0.8568	
		85.71	100.15	0.8558	
P33-T2	線性乾燥器出口	83.06	100.15	0.8294	0.8291
		82.17	100.15	0.8205	
		83.87	100.15	0.8374	

【0095】

實例4：質量與能量守恆

實驗性規模之薄膜乾燥器具有1.5 m^2之有效熱交換面積。在155℃壁溫度下，其可處理70 kg/h具有約12 wt.-%固體濃度之Diopat進料(比較實例3)。薄膜乾燥器根據熱交換面積放大。因此，使用適當之熱交換面積，上文所概述之製程可視需要擴大規模，以提供節能之Diopat分離。

【符號說明】

【0096】

B1: 進料筒/進料材料/筒

B2: 進料容器/容器

B3: 加壓空氣緩衝器

B4: 產生之滲透物/筒

B5: 排放之濃縮物/筒

F1: Dynotest過濾器

H1: 時控閥

H2: 時控閥

H3: 時控閥

P1: 幫浦

X1: 夾管閥

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種自含有2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之水性混合物N分離2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪(DIOPAT)之方法，其包含以下步驟：

a) 濃縮該水性混合物N以獲得含有2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之水性懸浮液S1，其基於該水性懸浮液S1之總重量具有3至30 wt.-%之固體含量；

b) 藉助攪拌接觸式乾燥器自該水性懸浮液S1蒸發溶劑；及

c) 乾燥該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪，以獲得基於2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之總重量大於90 wt.-%之固體含量。

【請求項2】

如請求項1之方法，其中基於該水性懸浮液S1之總重量，該水性懸浮液S1具有4至28 wt.-%、較佳5至26 wt.-%、更佳6至25 wt.-%、尤其大於6至20 wt.-%或大於6至17 wt.-%之固體含量。

【請求項3】

如請求項1或2之方法，其中該水性混合物N具有6至14、較佳7至13、更佳8至12、尤其9至11之pH。

【請求項4】

如請求項1至3中任一項之方法，其中步驟a)中之濃縮係藉助過濾實施。

【請求項5】

如請求項1至3中任一項之方法，其中步驟a)中之濃縮係藉助動態錯流過濾實施，其中該水性懸浮液S1係滲餘物，較佳其中步驟a)中之排放流量係由固體之濃度、密度、黏度及/或滲透物對滲餘物之比率來控制。

【請求項6】

如請求項1至5中任一項之方法，其中該水性混合物N係在步驟a)中藉助包含膜之動態錯流過濾來濃縮，其中該膜具有0.01至50 μm、較佳0.01至5.0 μm、更佳0.1至1.5 μm之孔徑，及/或

該膜材料選自由以下組成之群：聚合膜，其較佳由以下製得：聚二氟亞乙烯(PVDF)、聚碸(PSU)、聚醚碸(PES)、聚伸苯基碸(PPSU)、聚四氟乙烯(PTFE)、再生纖維素(RC)、聚乙烯(PE)、聚丙烯(PP)及其混合物；陶瓷材料、較佳氧化鋁；及金屬篩，其較佳由不銹鋼製得，較佳其中該膜材料係由聚二氟亞乙烯(PVDF)製得之聚合膜。

【請求項7】

如請求項1至3中任一項之方法，其中步驟a)中之濃縮係藉助攪拌接觸式乾燥器、較佳薄膜蒸發器實施。

【請求項8】

如請求項1至7中任一項之方法，其中步驟b)中之該攪拌接觸式乾燥器係薄膜蒸發器。

【請求項9】

如請求項1至8中任一項之方法，其中步驟b)中之蒸發提供含有2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪之水性懸浮液S2，其基於該水性懸浮液S2之總重量具有10至90 wt.-%、較佳20至85 wt.-%、更佳30至85 wt.-%、尤其40至80 wt.-%之固體含量。

【請求項10】

如請求項1至9中任一項之方法，其中步驟b)中之平均壁溫度係70至250℃、較佳90至180℃、尤其100至160℃。

【請求項11】

如請求項1至10中任一項之方法，其中步驟c)中之該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪係藉助攪拌接觸式乾燥器、較佳緩慢旋轉線性乾燥器乾燥。

【請求項12】

如請求項1至11中任一項之方法，其中步驟c)中之該2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪係藉助圓盤式乾燥器乾燥，較佳其中加熱護套但不加熱圓盤。

【請求項13】

如請求項1至12中任一項之方法，其中步驟c)中之溫度係120至200℃、較佳130至180℃、尤其140至170℃。

【請求項14】

如請求項1至13中任一項之方法，其中該方法係連續方法。

【請求項15】

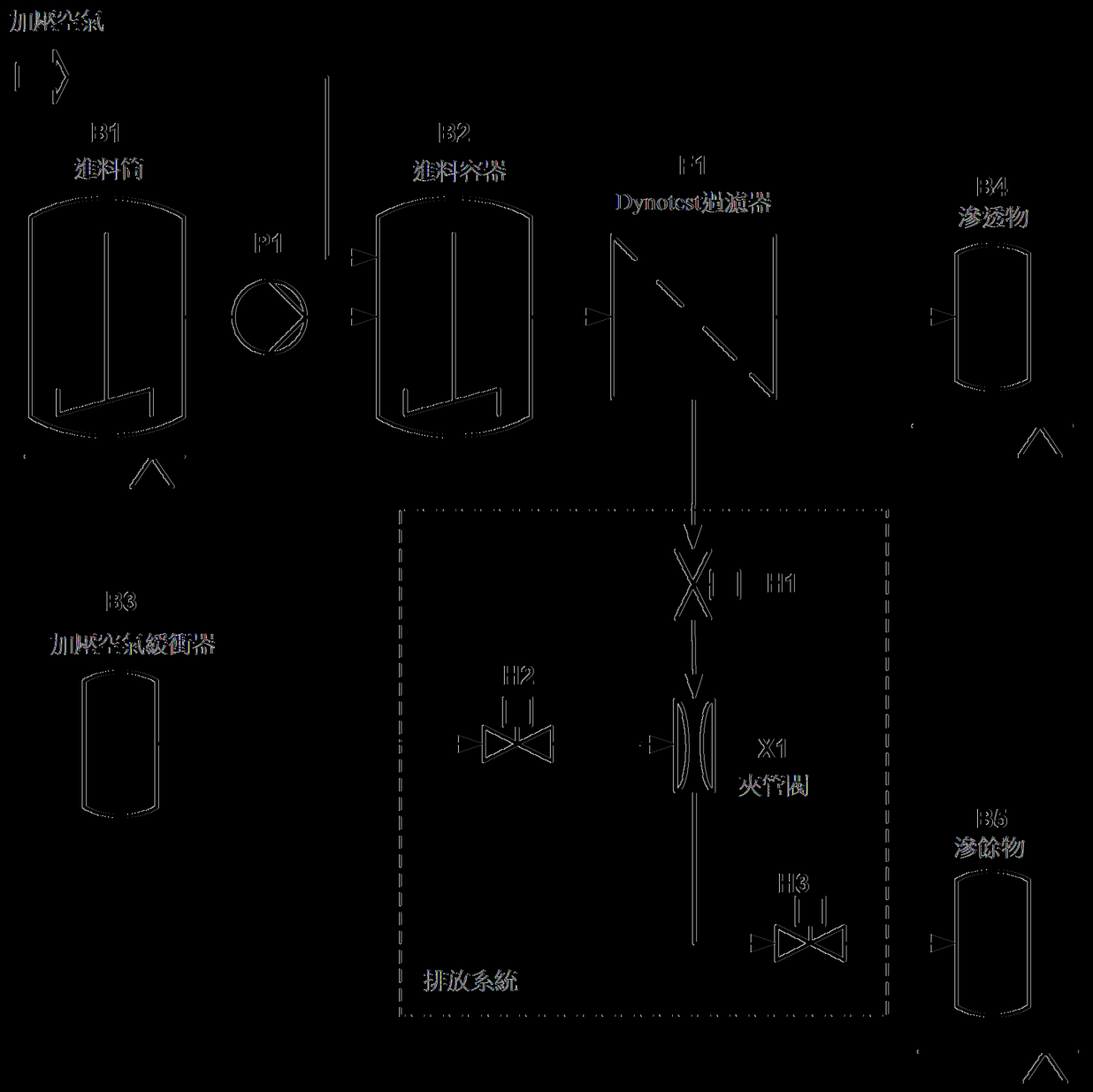
如請求項1至14中任一項之方法，其中基於該水性混合物N之總重量，來自步驟a)之該水性混合物N具有0至小於10 wt.-%、較佳1至8 wt.-%、尤其1至6 wt.-%之固體含量，及/或係藉由先前之過濾步驟、較佳先前之超濾步驟或奈米過濾步驟提供。

【請求項16】

一種2,4-雙-(2,4-二羥基苯基)-6-(4-甲氧基苯基)-1,3,5-三嗪

(DIOPAT)，其具有藉由DIN ISO 697測定之0.40至1.20 g/mL之容積密度。

【發明圖式】


加壓空氣
B1
進料筒
P1
B2
進料容器
F1
Dynotest濾清器
B4
滲透物
B3
加壓空氣緩衝器
H1
H2
X1
夾管閥
H3
排放系統
B5
滲餘物

【圖1】