



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0069764
(43) 공개일자 2009년07월01일

(51) Int. Cl.

C07C 15/08 (2006.01) C07C 7/17 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0137541

(22) 출원일자 2007년12월26일

심사청구일자 2007년12월26일

(71) 출원인

경희대학교 산학협력단

경기도 용인시 기흥구 서천동 1 경희대학교 국제 캠퍼스내

(72) 발명자

김우식

서울특별시 광진구 자양동 695-1 한양아파트 2-401

이종협

서울 강남구 대치동 은마아파트 27동 1206호 135-778

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이종우

전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트 숙주분자의 포접능을 이용한 자일렌 이성질체의 선택적분리방법

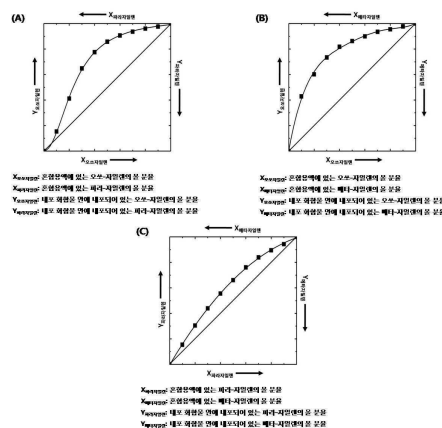
(57) 요약

본 발명은 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트 숙주 분자의 포접능을 이용한 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법에 관한 것이다.

본 발명은 자일렌 이성질체 혼합물에 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 반응시킨 다음, 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트의 포접능을 이용하여 자일렌 이성질체를 분리하는 것을 특징으로 하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법을 제공한다.

본 발명은 자일렌 혼합물로부터 오쏘 자일렌에 대한 높은 친화력을 나타내는 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 처리함으로써, 단순공정을 통해 자일렌 이성질체의 혼합물에서 고효율적으로 고순도의 오쏘 자일렌을 분리 정제할 수 있게 하였다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

김진수

대전 동구 가양 2동 신도아파트 7동 401호

이상욱

서울 영등포구 대림2동 1061번지 문영칸타빌레 아파트 101동1806호

마이클 디 워드

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

황지환

서울 금천구 독산2동 1058-20

특허청구의 범위

청구항 1

자일렌 이성질체 혼합물에 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 반응시킨 다음, 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트의 포접능을 이용하여 자일렌 이성질체를 분리하는 것을 특징으로 하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

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

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

<1> 본 발명은 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트 숙주 분자의 포접능을 이용한 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 오쏘-자일렌, 메타-자일렌 및 파라-자일렌으로 이루어지는 자일렌 이성질체 간에 선택적으로 다른 친화력을 가지는 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트(guanidinium biphenyl-2,2'-diylldimethanesulfonate)를 숙주분자(host)로 사용하여 자일렌 이성질체 간의 혼합물로부터 친화력이 상대적으로 높은 오쏘-자일렌 이성질체를 선택적으로 포접(inclusion)함으로써, 단순한 공정을 통해 고효율적으로 자일렌 이성질체를 고순도로 분리할 수 있는 방법에 관한 것이다.

배경기술

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

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

<4> 따라서, 이상에서와 같이 자일렌 이성질체 분리기술의 개발은 석유화학분야에서 매우 중요하게 검토되고 있으며, 이들 이성질체들의 분리방법을 개선하기 위한 많은 연구 및 선행기술들이 오래전부터 보고되어 오고 있다. 미국특허 제 5,602,294호와 제5,466,345호는 기존의 증류법을 발전시킨 추출 증류법을 사용하여 오쏘 자일렌을 분리하고자 하였다. 그러나 이들 선행기술들은 상대적으로 설비 및 유지비용이 많이 들거나 공정이 복잡하고, 선택도가 낮은 단점이 있는 등 본 발명에서 이루고자하는 기술과는 상이하다 할 수 있다.

<5> 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트(guanidinium biphenyl-2,2'-diylldimethanesulfonate)는 본 저자에 의해 최초로 합성된 물질로, 이 숙주 분자를 이용하여 자일렌 혼합물로부터 각 손님분자의 선택성의 우위를 제시했거나 더욱이 본 발명에서 제안하고자 하는 것과 같이, 오쏘-자일렌을 포함하는 자일렌 이성질체 혼합물로부터 높은 선택성을 가지고 오쏘-자일렌을 분리해내는 시도는 없었다.

발명의 내용

해결하고자하는 과제

<6> 이에, 본 발명자는 자일렌 이성질체 간의 혼합물에 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트(guanidinium biphenyl-2,2'-diylldimethanesulfonate)의 숙주 분자를 사용하여 자일렌 이성질체를 고효율로 선

택적 분리를 할 수 있는 방법을 개발하고자 하였으며, 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트가 메타-자일렌, 오쏘-자일렌 및 파라-자일렌과 간에 서로 다른 친화력을 가지고 선택적으로 포접(inclusion)함을 입증함으로써, 자일렌 혼합물에서 자일렌 이성질체들을 고순도로 분리하는 방법을 완성하였다.

<7> 따라서 본 발명의 목적은 자일렌 이성질체 간 혼합물에 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 이용한 단순 공정을 통해 고효율로 고순도의 오쏘-자일렌 이성질체를 정제해 낼 수 있는 선택적 분리방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

<8> 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 자일렌 이성질체 혼합물에 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 반응시킨 다음, 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트의 포접능을 이용하여 자일렌 이성질체를 분리하는 것을 특징으로 하는 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법을 제공한다.

<9> 이하, 본 발명을 상세히 설명하기로 한다.

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

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

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

<13> 본 발명은 자일렌 이성질체의 혼합물에 숙주분자로서 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 결정화시키는 단순 공정을 통해, 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트에 대한 친화력이 서로 다른 자일렌 이성질체를 고순도로 분리할 수 있게 한 것이다. 구체적으로, 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트는 숙주분자로서 자일렌 이성질체의 종류에 따라 서로 다른 친화력의 포접능을 가지고 있기 때문에, 자일렌 이성질체의 혼합물에서 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 반응시킴으로써, 상대적으로 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트와 친화력이 높은 자일렌 이성질체가 손님분자(guest)로서 선택적으로 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트에 포접되어, 상대적으로 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트와 친화력이 낮은 자일렌 이성질체와 효율적으로 분리될 수 있게 것이다. 이때, 본 발명은 자일렌 이성질체 중 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트에 대한 친화력이 오쏘-자일렌 > 파라-자일렌 > 메타-자일렌 순임을 세계 최초로 규명한 것이다.

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

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

<16> 본 발명에서 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트는 결정 분말이나 자일렌 혼합물의 용매 종류에 따라 메탄올 또는 에탄올 등의 유기용매에 용해시킨 액상을 사용할 수 있다.

<17> 본 발명에서 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트는 친수성을 갖고, 자일렌은 소수성을 갖기 때문에 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트에 포접된 자일렌 이성질체를 액-액 추출 등의 방법을 통하여 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트로부터 회수할 수 있다. 하지만, 본 발명은 상술한 회수 방법 이외에도 본 발명에 부합되는 것이라면 어떠한 방법을 사용해도 무방하다.

<18> 도 1은 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 선택적 분리공정을 간략하게 도식화하여 나타낸 것으로, 자일렌 이성질체의 혼합물에 숙주 분자인 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하고 상대적으로 친화력이 높은 손님 분자인 자일렌 이성질체가 포접되어 결정화되도록 유도하고, 이를 여과하여 수득한 결정화물(고체)을 액-액 추출방법을 통해 손님 분자와 숙주 분자를 분리한 다음, 숙주분자를 재사용하는 것을 도식화한 것이다.

효 과

<19> 앞서, 설명한 바와 같이, 본 발명은 자일렌 혼합물로부터 파라-자일렌에 대한 높은 친화력을 나타내는 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 혼합하여 처리함으로써, 단순공정을 통해 자일렌 이성질체의 혼합물에서 고효율적으로 고순도의 파라-자일렌을 분리 정제할 수 있게 하였다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

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

<21> [실시 예]

<22> <숙주 분자 합성>

<23> 2,2'-비스(브로모메틸)-1,1'-바이페닐(2,2'-Bis(bromomethyl)-1,1'-biphenyl (99%), 시그마-알드리치사에서 구입) 2 g을 40 mL의 물에 치아황산나트륨(sodium sulfite(Na_2SO_3)) 4 g을 녹인 용액에 넣어준 뒤, 20시간 동안 100도에서 환류 반응을 시켜주면, 흰색 분말이 생성된다. 이때 흰색 분말 순도를 높이기 위해서, 다시 이 분말을 20 mL의 물에 녹인 다음 40 mL의 메탄올을 첨가해 침전 반응을 수행한다. 4도에서 10시간 동안 놓아 준 뒤에, 여과법을 이용하여 침전된 결정성 고체(바이페닐-2,2'-디일디메탄 술포네이트 염, sodium biphenyl-2,2'-diylldimethanesulfonate)를 분리한다. 그 다음 분리한 결정성 고체는 남아있는 수분을 완전히 제거하기 위해 진공 오븐에서 2일 동안 건조하였다.

<24> 상기 제조된 바이페닐-2,2'-디일디메탄 술포네이트 염(sodium biphenyl-2,2'-diylldimethanesulfonate)을 아세톤에 녹인 다음, 상기 용액을 구아니디늄 테트라보레이트(guanidinium tetrafluoroborate [$\text{G}(\text{BF}_4)$])를 아세톤에 녹인 용액에 천천히 넣고 반응시켜서 구아니디늄 바이페닐-2,2'-디일디메탄 술포네이트를 합성하였다. 이때 바이페닐-2,2'-디일디메탄 술포네이트 염과 구아니디늄 테트라보레이트는 1:2 당량으로 맞추어 주었다.

<25> 상기 합성된 구아니디늄 바이페닐-2,2'-디일디메탄 술포네이트를 아세톤 용액에서 분리한 다음, 본 발명에서 숙주 분자인 구아니디늄 바이페닐-2,2'-디일디메탄 술포네이트 내에 포접되어 있는 아세톤을 제거하기 위해서 진공 오븐에서 2일 동안 건조하였다. 이때, 건조한 숙주 분자에서 아세톤이 포함된 여부는 수소 핵자기 공명 분석을 통해서 아세톤 특성 피크를 이용하여 확인하였다.

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

<27> <선택도 실험>

<28> 부피 기준으로 0.1대 0.9로부터 0.9대 0.1의 비율별로 일정하게 혼합한 자일렌 이성질체 혼합물(각각 오쏘-자일렌과 메타-자일렌, 파라-자일렌과 오쏘-자일렌, 파라-자일렌과 메타-자일렌) 1mL를 1회용 시험관에 넣고, 상기 시험관에 고체 아포 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트 숙주 분자를 메탄올로 용해시킨 용액을 상기 자일렌 혼합물의 층과 섞이지 않게 매우 천천히 넣어 포접반응을 수행하였다. 이때 숙주 분자를 용해시킨 메탄올 용액은, 숙주 분자가 메탄올 용액에 더 이상 녹지 않을 때까지 용해시킨 다음, 녹지 않고 남아있는 숙주 분자는 여과하여 만든 포화 용액을 사용하였다.

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

정물을 수득하였다.

<30> 상기 수득한 결정물을 가스크로마토그래프(gas chromatography)법을 이용하여 결정물(구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트)인 고체 안에 포함되어 있는 손님 분자(오쏘-자일렌, 메타-자일렌, 파라-자일렌)의 상대적 양을 결정하였다.

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

표 1

혼합물에 있는 이성질체의 몰 분율 (mol %)	오쏘-자일렌	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	파라-자일렌	90	80	70	60	50	40	30	20	10
내포화합물에 포함된 이성질체의 몰 분율 (mol %)	오쏘-자일렌	15.3	41.1	64.8	77.5	85.7	90.6	93.6	96.0	97.6
	파라-자일렌	84.7	58.9	35.2	22.5	14.3	9.4	6.4	4.0	2.4

<32>

표 2

혼합물에 있는 이성질체의 몰 분율 (mol %)	오쏘-자일렌	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	메타-자일렌	90	80	70	60	50	40	30	20	10
내포화합물에 포함된 이성질체의 몰 분율 (mol %)	오쏘-자일렌	42.9	60.2	73.4	81.8	86.2	89.9	93.5	95.4	97.7
	메타-자일렌	57.1	39.8	26.6	18.2	13.8	10.1	6.5	4.6	2.3

<33>

표 3

혼합물에 있는 이성질체의 몰 분율 (mol %)	파라-자일렌	10	20	30	40	50	60	70	80	90
	메타-자일렌	90	80	70	60	50	40	30	20	10
내포화합물에 포함된 이성질체의 몰 분율 (mol %)	파라-자일렌	15.4	30.5	43.9	55.5	66.1	76.0	83.9	89.5	94.2
	메타-자일렌	84.6	59.5	56.1	44.5	33.9	24.0	16.1	10.5	5.8

<34>

<35> 상술한 표 1 내지 3 및 도 2에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 선택적 분리방법에서 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트는 자일렌 이성질체의 종류에 따른 선택적 포집 효과가 매우 우수함을 알 수 있었다.

<36> 즉, 본 발명에서 구아니디니움 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트는 자일렌 이성질체의 종류에 따라 서로 다른 친화력의 포집능을 가지고 있으며, 포집능의 친화력은 오쏘-자일렌, 파라-자일렌 및 메타-자일렌의 순임 알 수 있었다.

<37> 또한, 오쏘-자일렌과 파라-자일렌, 그리고 오쏘-자일렌과 메타-자일렌 혼합물에서는 오쏘-자일렌이 전범위에서 분리 효율이 우수하고, 마찬가지로 파라-자일렌과 메타-자일렌의 혼합물에서도 전범위에서 파라-자일렌이 분리 효율이 우수함을 알 수 있다.

<38> 한편 종래 파라-자일렌, 오쏘-자일렌, 메타-자일렌 혼합물에서 오쏘-자일렌을 분리하는 방법에 있어서, 미국 특허에 추출 증류법을 이용한 분리 효과가 다음과 같이 기재되어 있다.

<39> 미국 특허 제 5,466,345호에서는 15 g의 메타-자일렌과 9 g의 파라-자일렌, 그리고 6 g의 오쏘-자일렌이 혼합된 용액에 30 g의 메틸 프로피오네이트(methyl propionate)를 첨가한 뒤 5시간 동안 환류(추출 증류법)시킨 결과, 기상에는 32.1%의 파라-자일렌과 52.6%의 메타-자일렌, 그리고 15.3%의 오쏘-자일렌을 수득했으며 액상에는 29.8%의 파라-자일렌과 49.8%의 메타-자일렌, 그리고 20.4%의 오쏘-자일렌을 얻었다. 이것을 오쏘-자일렌과 파라-자일렌 둘을 비교하면 최초 혼합 비율은 약 오쏘-자일렌(40%) 대 파라-자일렌(60%)이고, 분리 결과는 액상

기준으로는 약 오쏘-자일렌이 32.2%이고 파라-자일렌이 67.8%나오고, 기상 기준으로는 오쏘-자일렌이 29%이고 파라-자일렌이 71%로 계산된다. 또한, 오쏘-자일렌과 메타-자일렌 둘을 비교하면 최초 혼합 비율은 약 오쏘-자일렌(40%) 대 메타-자일렌(60%)이고, 분리 결과는 액상 기준으로는 약 오쏘-자일렌이 22.5%이고 메타-자일렌이 77.5% 나옴, 기상 기준으로는 오쏘-자일렌이 29%이고 메타-자일렌이 71%로 계산된다.

<40> 상술한 종래 자일렌 이성질체의 분리 기술과 본 발명에 따른 분리 방법의 결과를 비교해 보면, 본 발명에 따른 오쏘-자일렌과 파라-자일렌으로부터의 오쏘-자일렌의 분리 효율은 표 1에서 보는 바와 같이 위와 유사한 지점인, 물 분율이 40%(오쏘-자일렌)대 60%(파라-자일렌) 일 때의 포접 반응 결과 오쏘-자일렌이 77.5%이고, 파라-자일렌이 22.5%로 분리되어, 미국 특허에 개시된 종래 분리방법에 기재된 분리 효율보다 기상기준으로는 45.3%, 그리고 액상기준으로는 48.5% 정도 높은 것으로 나타났다. 마찬가지로 본 발명에 따른 오쏘-자일렌과 메타-자일렌으로부터의 오쏘-자일렌의 분리 효율은 표 2에서 보는 바와 같이 위와 유사한 지점인, 물 분율이 40%(오쏘-자일렌)대 60%(메타-자일렌) 일 때의 포접 반응 결과 오쏘-자일렌이 81.8%이고, 메타-자일렌이 18.2%로 분리되어, 미국 특허에 개시된 종래 분리방법에 기재된 분리 효율보다 기상기준으로는 59.3%, 그리고 액상기준으로는 52.8% 정도 높은 것으로 나타났다.

<41> 따라서, 본 발명에 따른 오쏘-자일렌과 파라-자일렌, 오쏘-자일렌과 메타-자일렌 혼합물 중 오쏘-자일렌의 분리 방법은 종래 자일렌의 혼합물에서 오쏘-자일렌을 분리하는 방법과 비교하여 매우 우수한 분리 효율을 나타낸다는 사실을 입증하였다.

<42> 또한, 종래 파라-자일렌과 메타-자일렌 혼합물에서 파라-자일렌을 분리하는 방법에 있어서, 미국 특허에 추출 증류법을 이용한 분리 효과가 다음과 같이 기재되어 있다.

<43> 미국 특허 제 5,091,059호에서는 25 g의 메타-자일렌과 25 g의 파라-자일렌이 혼합된 용액에 40 g의 이소보닐 아세테이트(isobonyl acetate)를 첨가한 뒤 6시간 동안 환류(추출 증류법)시킨 결과, 기상에는 50.1%의 메타-자일렌과 49.9%의 파라-자일렌을 수득했으며 액상에는 46.5%의 메타-자일렌과 53.5%의 파라-자일렌을 얻었다.

<44> 상술한 종래 자일렌 이성질체의 분리 기술과 본 발명에 따른 분리 방법의 결과를 비교해 보면, 본 발명에 따른 메타-자일렌과 파라-자일렌으로부터의 파라-자일렌의 분리 효율은 표 1에서 보는 바와 같이 물 분율이 50%(파라-자일렌)대 50%(메타-자일렌) 일 때의 포접 반응 결과 파라-자일렌이 66.1%이고, 메타-자일렌이 33.9%로 분리되어, 미국 특허에 개시된 종래 분리방법에 기재된 분리 효율보다 기상기준으로는 16.2%, 그리고 액상기준으로는 12.6% 정도 높은 것으로 나타났다.

<45> 따라서, 본 발명에 따른 파라-자일렌과 메타-자일렌 이성질체 혼합물 중 파라-자일렌의 분리 방법은 종래 파라-자일렌과 메타-자일렌 혼합물에서 파라-자일렌을 분리하는 방법과 비교하여 매우 우수한 분리 효율을 나타낸다는 사실을 입증하였다.

도면의 간단한 설명

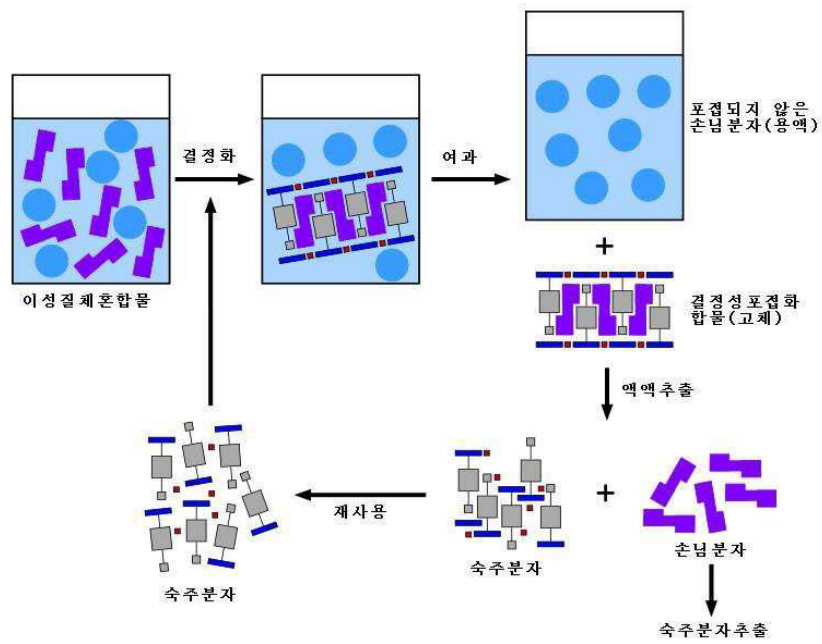
<46> 도 1은 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 선택적 분리공정을 간략하게 도식화하여 나타낸 것이고,

<47> 도 2는 본 발명에 따른 자일렌 이성질체의 혼합물과 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트의 혼합에 따른 포접 반응의 분리효과를 나타낸 것이고,

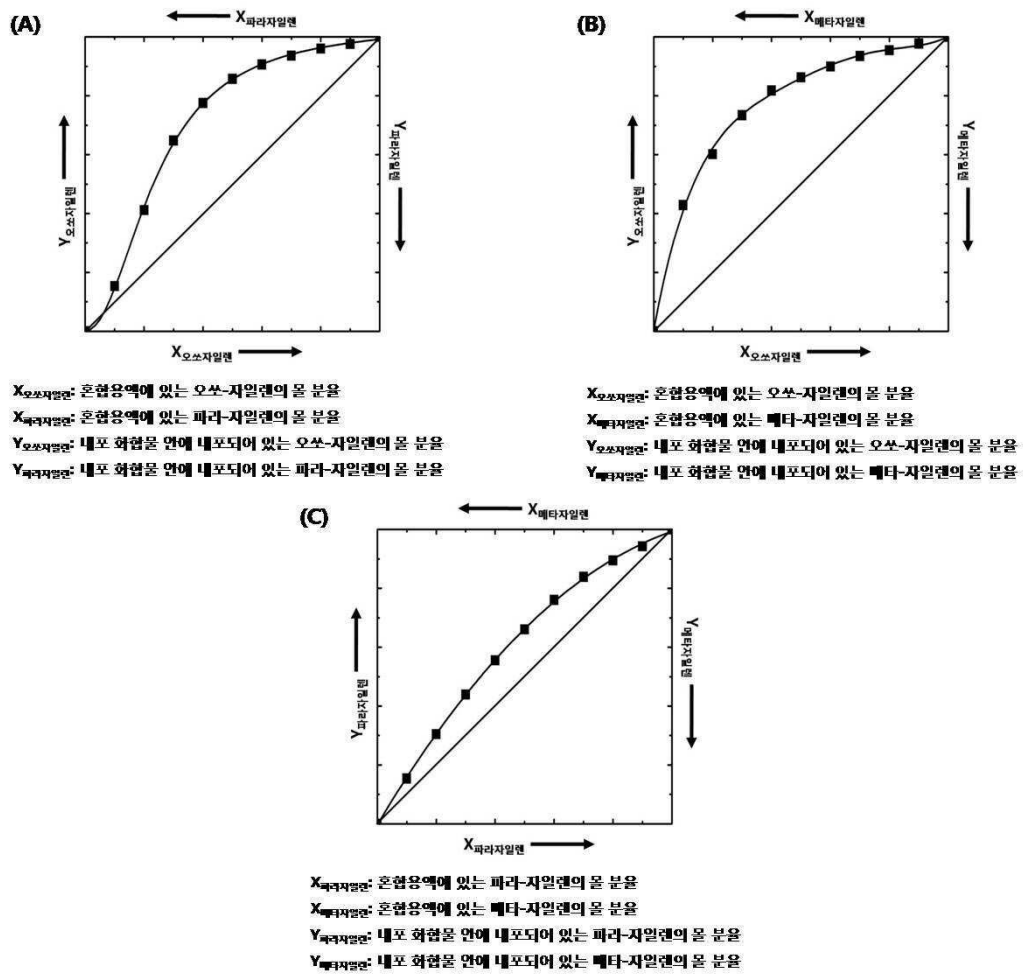
<48> 도 3은 구아니디늄 바이페닐 2,2'-디일디메탄 술포네이트를 나타낸 화학 구조식이다.

도면

도면1



도면2



도면3

