



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I591053 B

(45)公告日：中華民國 106 (2017) 年 07 月 11 日

(21)申請案號：102123241

(22)申請日：中華民國 102 (2013) 年 06 月 28 日

(51)Int. Cl. : C07C7/10 (2006.01)

C07C7/152 (2006.01)

C07C7/20 (2006.01)

(30)優先權：2012/06/29 日本

2012-147540

(71)申請人：三菱瓦斯化學股份有限公司(日本)MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC.
(JP)

日本

(72)發明人：西內潤也 NISHIUCHI, JUNYA (JP)；長尾伸一 NAGAO, SHINICHI (JP)；田中義孝 TANAKA, YOSHITAKA (JP)；北村光晴 KITAMURA, MITSU HARU (JP)；岡弘明 OKA, HIROAKI (JP)

(74)代理人：周良謀；周良吉

(56)參考文獻：

US 2662925

Tamotsu Ueno, "Japan gas-chemical xylene separation process",
Bulletin of The Japan Petroleum Institute, 1970, 12, pp 171-176.McCaulay and Lien, "Hyperconjugation in aromatic cation
complexes", Tetrahedron, 1959, 5, pp 186-193.

審查人員：方冠岳

申請專利範圍項數：21 項 圖式數：1 共 40 頁

(54)名稱

烷基芳香族烴之分離方法及分離裝置

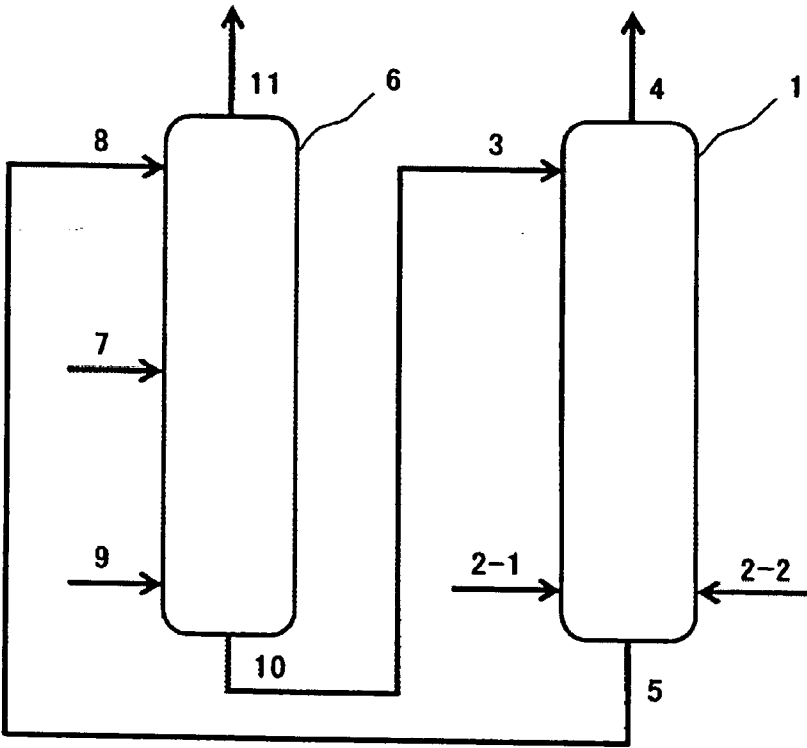
APPARATUS AND METHOD FOR SEPARATING ALKYL AROMATIC HYDROCARBON

(57)摘要

本案係為一種將烷基芳香族烴之分離方法，包含以下步驟：於含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物中添加第 1 稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，進行酸鹼萃取，以形成該烷基芳香族烴與該超強酸之錯合物後，從該混合物分離該錯合物；於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

A method for separating an alkyl aromatic hydrocarbon, the method including a step of adding a first diluent and an extraction solvent composed of a superacid to a mixture containing one or more alkyl aromatic hydrocarbons and isomers thereof, performing a superacid extraction to form a complex between the alkyl aromatic hydrocarbon and the superacid, and subsequently separating the complex from the mixture, and a step of separating the alkyl aromatic hydrocarbon from the complex by adding a stripping agent having a relative basicity within a range from 0.06 to 10 relative to the alkyl aromatic hydrocarbon and a second diluent to the complex, and performing a complex substitution between the alkyl aromatic hydrocarbon and the stripping agent.

指定代表圖：



符號簡單說明：

- 1 . . . 錯合物交換塔
- 2-1 . . . 稀釋劑供給管
- 2-2 . . . 脫離劑供給管
- 3 . . . 烷基芳香族
烴-超強酸錯合物供給
管
- 4 , 11 . . . 塔頂
- 5 , 10 . . . 塔底
- 6 . . . 酸鹼萃取塔
- 7 . . . 原料混合物供
給管
- 8 . . . 脫離劑-超強
酸錯合物供給管
- 9 . . . 稀釋劑供給管

圖 1

發明摘要

※ 申請案號：102123741

C07C 7/10 (2006.01)

※ 申請日：102-6-28

※ IPC 分類：

7/152 (2006.01)

7/50 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

烷基芳香族烴之分離方法及分離裝置

APPARATUS AND METHOD FOR SEPARATING ALKYL AROMATIC
HYDROCARBON

【中文】

本案係為一種將烷基芳香族烴之分離方法，包含以下步驟：

於含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物中添加第 1 稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，進行酸鹼萃取，以形成該烷基芳香族烴與該超強酸之錯合物後，從該混合物分離該錯合物；

於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

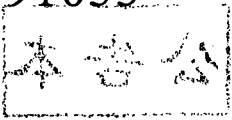
【英文】

A method for separating an alkyl aromatic hydrocarbon, the method including

a step of adding a first diluent and an extraction solvent composed of a superacid to a mixture containing one or more alkyl aromatic hydrocarbons and isomers thereof, performing a superacid extraction to form a complex between the alkyl aromatic hydrocarbon and the superacid, and subsequently separating the complex from the mixture, and

a step of separating the alkyl aromatic hydrocarbon from the complex by adding a stripping agent having a relative basicity within a range from 0.06 to 10 relative to the alkyl aromatic hydrocarbon and a second diluent to the complex, and performing a complex substitution between the alkyl aromatic hydrocarbon

I591053



and the stripping agent.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 1 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

- 1 錯合物交換塔
- 2-1 稀釋劑供給管
- 2-2 脫離劑供給管
- 3 烷基芳香族烴-超強酸錯合物供給管
- 4，11 塔頂
- 5，10 塔底
- 6 酸鹼萃取塔
- 7 原料混合物供給管
- 8 脫離劑-超強酸錯合物供給管
- 9 稀釋劑供給管

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

烷基芳香族烴之分離方法及分離裝置

APPARATUS AND METHOD FOR SEPARATING ALKYL AROMATIC
HYDROCARBON

【技術領域】

【0001】

本發明係關於一種烷基芳香族烴的分離方法，詳言之，係關於一種從含有多數的異構物的烷基芳香族烴的混合物，僅分離出特定之烷基芳香族烴，而以高純度獲得所望之烷基芳香族烴之方法及爲了實施其方法之分離裝置。

【先前技術】

【0002】

二甲苯或均三甲苯等之聚烷基芳香族烴存在多數的異構物。例如，在從石油改質油或者分解汽油獲得的混合二甲苯中，含有對二甲苯、間二甲苯、鄰二甲苯、及乙苯4種的異構物。此等多數的異構物，例如，對二甲苯(以下，有時簡稱爲「PX」。)的沸點爲138℃，間二甲苯(以下，有時簡稱爲「MX」。)的沸點爲139℃，鄰二甲苯(以下，有時簡稱爲「OX」。)的沸點爲144℃，彼此的沸點相近，故藉由利用沸點差進行分離的通常的蒸餾方法從異構物的混合物中獲得所望的化合物係爲困難。

【0003】

至目前爲止，已開發出從含有多數的異構物之芳香族烴的混合物，僅分離出特定的芳香族烴的方法。例如，作爲工業上從混合二甲苯分離MX的方法，已知有二種方法。

其一爲，使用對於MX有親和性之吸附劑，從混合二甲苯僅吸附分離MX的方法，例如，已知有利用液體層析的原理，將對於沸石等的吸附劑有強親和性的MX從混合二甲苯選擇性的吸附分離以獲取MX的方法(參照專

利文獻1)。

又，作為其他的方法，作為萃取劑，使用係為超強酸之氟化氫及三氟化硼者，該方法，係利用MX的鹼性比其他的C8芳香族烴化合物(PX、OX、及乙苯)較強，而從混合二甲苯僅將MX選擇性的萃取分離的方法。該方法，與上述使用吸附劑的方法相比，擁有MX的選擇性較高之優點。例如：從C8芳香族烴混合物分離MX時，於使用吸附劑的方法中，MX相對於係分離限制成分的OX的選擇性為2（參照專利文獻1的段落[0037]），相對於此，使用係超強酸之氟化氫及三氟化硼進行MX的分離萃取的方法的選擇性則為10。又，將超強酸作為萃取劑使用的方法，只要異構物混合物之間的鹼性相異即可利用，故除了混合二甲苯以外，也可從C9的烷基芳香族烴的異構物混合物僅分離出鹼性特別高的均三甲苯。

【0004】

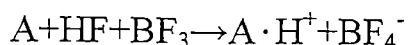
就使用氟化氫及三氟化硼作為萃取劑從混合二甲苯萃取分離MX的方法而言，在專利文獻2，有人提出：從萃取塔的中央部供給混合二甲苯，從塔頂部供給液狀氟化氫及三氟化硼，並從塔底部供給稀釋劑，以-20℃~+30℃的溫度條件連續的進行向流萃取，將MX-HF-BF₃錯合物萃取到過剩的氟化氫中，而從混合二甲苯分離MX之方法。

【0005】

又，在專利文獻3，有人提出將MX-HF-BF₃錯合物使用分解塔進行加熱分解，並將氟化氫及三氟化硼進行單離並循環利用之方法。在該文獻，記載有將作為分離助劑的己烷蒸發回流，藉由以壓力2~10大氣壓、塔底溫度131~217℃分解錯合物，從分解塔的塔底抽取MX，並從塔頂回收作為萃取劑之氟化氫及三氟化硼並進行循環利用。

【0006】

再者，已知於MX-HF-BF₃錯合物等的芳香族烴-HF-BF₃錯合物添加特定的鹼，則芳香族烴與鹼之間發生錯合物狀態交換的平衡反應，故利用此可測定各個的芳香族烴相對於二甲苯的相對鹼度（參照非專利文獻1）。於非專利文獻1，作為錯合物形成反應，記載有下列表示之反應。



前述式中，「A」表示為芳香族烴，「A·H⁺+BF₄⁻」表示為芳香族烴-HF-BF₃

錯合物。

【先前技術文獻】

【專利文獻】

【0007】

【專利文獻1】日本特開平8-143485號公報

【專利文獻2】日本特公昭47-19256號公報

【專利文獻3】日本特公昭47-37408號公報

【非專利文獻】

【0008】

【非專利文獻1】McCaulay, D. A., and A. P. Lien, Tetrahedron, 1959, vol.5, pp.186-193

【發明內容】

【發明所欲解決之問題】

【0009】

在記載於前述專利文獻2之萃取分離方法中，形成MX-HF-BF₃錯合物時，爲了不使錯合物變質，必須將萃取塔冷卻保持在-20℃~+30℃這樣的低溫。另一方面，添加分離助劑，藉由MX-HF-BF₃錯合物的熱分解來單離氟化氫及三氟化硼時，也因爲MX-HF-BF₃錯合物會因熱導致變質之故，爲了邊抑制錯合物的變質邊使其快速熱分解，故必須要將分解塔的塔底保持在100℃以上的高溫。然而，考慮氟化氫的潛熱或分離助劑的潛熱等，則將塔底維持於高溫，有須要大量能源的問題。

【0010】

因此，本發明之課題係提供一種烷基芳香族烴的分離方法，係使用氟化氫及三氟化硼等之超強酸，從含有1種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物中萃取分離烷基芳香族烴，分離出所望之烷基芳香族烴的方法，能大幅減少該分離須要之能源。

【0011】

又，本發明的其他課題爲提供實施前述分離方法之分離裝置。

【解決問題之方式】

【0012】

本案發明者等為解決前述課題努力研究的結果發現，從混合二甲苯等含有多數的異構物的烷基芳香族烴，利用氟化氫及三氟化硼等特定的超強酸，萃取分離特定之烷基芳香族烴時，藉由使用特定的脫離劑分解烷基芳香族烴與超強酸之錯合物，可在分離前述烷基芳香族烴與超強酸時幾乎不予加熱，其結果，得知能大幅降低工業上分離MX等前述烷基芳香族烴時的能源。又，得知藉由該特定之脫離劑，即便不將超強酸(例如，氟化氫及三氟化硼)進行單離，仍可將超強酸，以脫離劑與超強酸的錯合物的超強酸溶液的形式進行回收，並維持錯合物的狀態，再次作為萃取劑循環利用。本發明係基於此見解而完成者。

【0013】

亦即，本發明如下。

[1]

一種烷基芳香族烴之分離方法，其係將烷基芳香族烴分離之方法，包含以下步驟：

於含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物中添加第 1 稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，進行酸鹼萃取，以形成該烷基芳香族烴與該超強酸之錯合物後，從該混合物分離該錯合物；

於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

[2]

如前述[1]記載之烷基芳香族烴之分離方法，更包含以下步驟：將由該錯合物交換形成之脫離劑與超強酸的錯合物作為萃取劑，與該第 2 稀釋劑一起添加到該混合物以進行循環利用。

[3]

如前述[1]或[2]記載之烷基芳香族烴之分離方法，包含以下步驟：

於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.1~2.0 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

[4]

如前述[1] ~ [3]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物，係 C8 之烷基苯、C9 之烷基苯、或 C10 之烷基苯。

[5]

如前述[4]記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物為 C8 之烷基苯，且該烷基芳香族烴為間二甲苯。

[6]

如前述[1]~[5]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該超強酸係布忍斯特酸與路易士酸之混合型超強酸。

[7]

如前述[6]記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該脫離劑與超強酸之錯合物之添加量，係使該混合物中之烷基芳香族烴之莫耳數/該錯合物中之路易士酸之莫耳數成為 0.5~1.5 之範圍的量。

[8]

如前述[6]或[7]記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 1 稀釋劑之添加量，係使該第 1 稀釋劑之體積/該超強酸中之路易士酸之莫耳數成為 50mL/mol~500mL/mol 之範圍之量。

[9]

如前述[6]~[8]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，係使該脫離劑之添加量，相對於該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物中之路易士酸以莫耳比計成為 1~15 之範圍之量。

[10]

如前述[1]~[9]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 2 稀釋劑相對於該脫離劑之量以質量基準計為 0.001~1 之範圍。

[11]

如前述[1]~[10]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該脫離劑之沸點為 145°C~400°C 之範圍。

[12]

如前述[6]~[11]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該路易斯酸係選自於由三氟化硼、五氟化鉬、五氟化鈮、四氟化鈦、五氟化磷、五氟化銻、及六氟化錫構成之群組中之至少 1 種。

[13]

如前述[6]~[12]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該布忍斯特酸為氟化氫，該路易斯酸為三氟化硼。

[14]

如前述[1]~[13]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 1 及/或第 2 稀釋劑為脂肪族飽和烴及/或脂環飽和烴。

[15]

如前述[1]~[14]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 1 及或第 2 稀釋劑係選自於由異己烷、3-甲基戊烷、2-甲基己烷、2-乙基己烷、十氫萘、四氫二環戊二烯、乙基環己烷、甲基環己烷、及甲基環戊烷構成之群組中之 1 種以上。

[16]

如前述[6]~[15]任一項記載之烷基芳香族烴之分離方法，其中，於該超強酸中，該布忍斯特酸相對於該路易斯酸之比例以莫耳比計為 5~20 之範圍。

[17]

一種烷基芳香族烴之分離裝置，其具備酸鹼萃取塔與錯合物交換塔，

該酸鹼萃取塔，具備：供給含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物之管；供給第 1 稀釋劑之管；供給從該錯合物交換塔之塔底抽取之脫離劑與超強酸之錯合物溶液之管；將該烷基芳香族烴以烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液的形式從該酸鹼萃取塔之塔底排出之管；將由利用錯合物交換而分離出之脫離劑、未被萃取之萃餘異構物、及稀釋劑構成之混合液從該酸鹼萃取塔之塔頂排出之管；

該錯合物交換塔具備：供給從該酸鹼萃取塔之塔底排出之該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液的管；供給第 2 稀釋劑及脫離劑之管；將由萃取出之該烷基芳香族烴、該脫離劑及該稀釋劑構成的混合液從該錯合物交換塔之塔頂排出之管；將已進行錯合物交換後之脫離劑與超強酸之錯合物溶液從該錯合物交換塔之塔底排出之管。

[18]

如前述[17]記載之烷基芳香族烴之分離裝置，其中，該供給第 2 稀釋劑及脫離劑之管，係分離成供給第 2 稀釋劑之管、及供給脫離劑之管。

[19]

如前述[17]或[18]記載之烷基芳香族烴之分離裝置，其中，於該錯合物交換塔，使被供給之該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液與被供給之該第 2 稀釋劑及脫離劑之混合溶液向流接觸。

[20]

如前述[17]~[19]任一項記載之烷基芳香族烴之分離裝置，更具備蒸餾塔，其係將從該錯合物交換塔排出之由該烷基芳香族烴、脫離劑及稀釋劑構成之混合液進行蒸餾，並各自分離成該烷基芳香族烴、脫離劑及稀釋劑。

[21]

如前述[17]~[20]任一項記載之烷基芳香族烴之分離裝置，更具備蒸餾塔，其係將從該酸鹼萃取塔排出之由該脫離劑、未被萃取之萃餘異構物、及稀釋劑構成的混合液進行蒸餾，並各自分離成脫離劑、萃餘異構物及稀釋劑。

【發明之效果】

【0014】

根據本發明，能使將烷基芳香族烴從含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物中萃取分離，並分離出所望之烷基芳香族烴的方法中，該分離須要之能源大幅減少。

【圖式簡單說明】

【0015】

圖 1 係顯示爲了實施利用本發明之分離方法的分離裝置的一實施方式之概略圖。

【實施方式】

【0016】

以下，詳細說明關於本發明之實施方式(以下，稱爲「本實施方式」)。

又，本發明不限定於以下之實施方式，可在其要旨範圍內以數種變形方式來實施。又，圖式中相同要素標註相同符號，並省略重複的說明。又，上下左右等位置關係，若無特別指明，係依據圖式所示之位置關係。裝置或構件的尺寸比例不限於圖示之比例。

【0017】

<烷基芳香族烴的分離方法>

本實施方式中的烷基芳香族烴分離之方法，包含以下步驟：

於含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物中添加第 1 稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，進行酸鹼萃取，以形成該烷基芳香族烴與該超強酸之錯合物後，從該混合物分離該錯合物；

於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

【0018】

本實施方式中之烷基芳香族烴的分離方法係為，從含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物中，利用選擇性的萃取分離烷基芳香族烴，以高純度的分離特定的烷基芳香族烴。為了從含有 2 種以上沸點差 20℃ 以內的烷基芳香族烴的異構物的混合物，利用蒸餾操作高純度地有效率分離特定的烷基芳香族烴，必進行高度之精密蒸餾，故從製造成本或裝置規模等工業上的觀點，並不實際。本實施方式的分離方法，尤其適用從如此之含有沸點接近之多數異構物的烷基芳香族烴類分離特定的烷基芳香族烴。

【0019】

根據本實施方式的分離方法，藉由於含有一種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物，添加稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，並進行酸鹼萃取，從前述混合物中，獲得含有高純度之烷基芳香族烴與超強酸之錯合物的萃取液。其後，於其萃取液，藉由添加相對鹼度為特定範圍之脫離劑並利用進行錯合物交換，可從前述萃取液分離出高純度的烷基芳香族烴。又，將利用錯合物交換形成之脫離劑與超強酸的錯合物，再度，藉由回送至前述混合物，會形成烷基芳香族烴與超強酸之錯合物，故可不單離超強

酸而進行循環利用。再者，根據前述的方法，因為脫離劑與超強酸之錯合物未熱分解，可作為萃取劑循環利用，故為不需要如以往將烷基芳香族烴與超強酸之錯合物分解且單離超強酸的所需的熱量。其結果，可大幅降低分離烷基芳香族烴時的能源。

【0020】

[含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物]

作為使用於本實施方式之含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物，不特別限定，從沸點相近的異構物的數量之觀點，宜為 C8 的烷基苯、C9 的烷基苯、或 C10 的烷基苯。C8 的烷基苯，係含有選自於由對二甲苯(PX)、間二甲苯(MX)，鄰二甲苯(OX)、及乙苯構成之群組中之 2 種以上的混合物，C9 的烷基苯，係含有選自於由異丙苯、正丙苯、乙基甲苯異構物(2-體、3-體、4-體)、及三甲基苯異構物(1,2,4-體、1,2,3-體)構成之群組中之 2 種以上的混合物，C10 的烷基苯，係含有選自於由異茚(isodurene)(1,2,3,5-體)及除此以外之四甲基苯(1,2,4,5-體、1,2,3,4-體)及二甲基乙基苯(1,3-二甲基-5-乙基體、1,4-二甲基-2-乙基體、1,3-二甲基-4-乙基體、1,2-二甲基-4-乙基體、1,3-二甲基-2-乙基體、1,2-二甲基-3-乙基體)構成之群組中之 2 種以上的混合物。在本實施方式中，作為原料係使用上述烷基芳香族烴類的異構物的混合物，亦可含有異構物以外的化合物，烷基芳香族烴類相對於混合物全體較佳為含有質量基準 90%以上。

【0021】

本實施方式中之分離方法，係為從如上述之含有沸點差距小的異構物之烷基芳香族烴類的混合物，選擇性地萃取分離在混合物中鹼性最強的烷基芳香族烴(以下，亦稱為「特定烷基芳香族烴」)。在前述 C8 的烷基苯類之中鹼性最強者為 MX，C9 的烷基苯類之中鹼性最強者為均三甲苯，C10 的烷基苯類之中鹼性最強者為異茚。因此，在本實施方式中之方法中，將 C8 的烷基苯類作為原料使用時，被萃取分離者為 MX，將 C9 的烷基苯類作為原料使用時，被萃取分離者為均三甲苯，將 C10 的烷基苯類作為原料使用時，被萃取分離者為異茚。

【0022】

[酸鹼萃取步驟]

本實施方式中之烷基芳香族烴的分離方法，包含以下步驟：藉由於含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物，添加第 1 稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，進行酸鹼萃取，以形成前述烷基芳香族烴與前述超強酸之錯合物後，從前述混合物分離前述錯合物之步驟(酸鹼萃取步驟)。

【0023】

(作為萃取劑使用之超強酸)

在本實施方式中之分離方法中，首先，於至少含有 1 種以上之前述特定烷基芳香族烴與其異構物之混合物，添加作為萃取劑之超強酸。在此，「超強酸」係指，比 Hammett 的酸度函數 H^0 為 -11.93 的 100% 硫酸還要強之酸強度之酸之意。又，「超強酸」，不僅單獨酸，亦包括酸的溶液。超強酸，與混合物之中鹼性最強的烷基芳香族烴形成錯合物。藉由於含有該錯合物(以下，亦稱為「烷基芳香族烴-超強酸錯合物」。)之混合物中添加稀釋劑，將混合物中的特定烷基芳香族烴以外的成分進行脫除處理，可從混合物中，將特定烷基芳香族烴以錯合物的狀態進行萃取。

【0024】

作為萃取劑使用之超強酸，不特別限定，於布忍斯特酸中，可舉例如：氟磺酸(FSO_3H)、三氟甲烷磺酸($\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}$)。又，亦可使用將布忍斯特酸與路易士酸組合之混合型的超強酸。作為混合型超強酸，可舉出：作為布忍斯特酸係之選自於由氟化氫(HF)、鹽酸(HCl)、氟磺酸(FSO_3H)、三氟甲烷磺酸($\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}$)及硫酸(H_2SO_4)構成之群組中之至少 1 種以上與作為路易士酸之選自於由五氟化銻(SbF_5)、三氟化硼(BF_3)、氯化鋁(AlCl_3)、五氟化鉭(TaF_5)、五氟化鈮(NbF_5)、四氟化鈦(TiF_4)、及五氟化磷(PF_5)構成之群組中之至少 1 種以上組合而得之超強酸。

【0025】

前述超強酸中，從超強酸的循環利用之觀點，宜為烷基芳香族烴-超強酸錯合物宜為，在 $-50^\circ\text{C} \sim +20^\circ\text{C}$ 的溫度範圍以液狀存在之超強酸。例如：較佳為使用氟化氫與前述路易士酸之混合物，更佳為氟化氫(HF)與三氟化硼(BF_3)之混合物、氟化氫(HF)與五氟化鉭(TaF_5)之混合物、氟化氫(HF)與五氟化鈮(NbF_5)之混合物、氟化氫(HF)與四氟化鈦(TiF_4)之混合物、氟化氫(HF)與五氟化磷(PF_5)之混合物、氟化氫(HF)與五氟化銻(SbF_5)之混合物、氟化氫(HF)

與六氟化鎢(WF_6)之混合物，此等之中，特佳為有工業上使用實績之係為超強酸之氟化氫(HF)與三氟化硼(BF_3)之混合物。

再者，在 $-50^\circ\text{C}\sim+20^\circ\text{C}$ 的溫度範圍中以液狀存在，係指只要在該溫度範圍內之任一溫度為液狀即可，不須要在所有溫度範圍內皆為液狀。

【0026】

使用前述布忍斯特酸與路易士酸之混合物作為超強酸時，烷基芳香族烴-超強酸錯合物，或後述之錯合物交換反應後之脫離劑-超強酸錯合物，宜為添加至能夠不使路易士酸(氣體)放出而維持錯合物狀態的量。具體而言，超強酸中布忍斯特酸相對於路易士酸的莫耳比(布忍斯特酸的莫耳數/路易士酸的莫耳數)宜為5~50的範圍，更佳為5~20的範圍。若超強酸中布忍斯特酸相對於路易士酸的莫耳比為前述範圍，有既可邊維持形成錯合物之反應容器的容積效率，邊能夠穩定的維持烷基芳香族烴-超強酸錯合物及/或脫離劑-超強酸錯合物的傾向。又，能有效抑制路易士酸從超強酸錯合物溶液中以氣體形式放出，故有能夠降低烷基芳香族烴或脫離劑，轉移至含有稀釋劑或萃餘物的油相側的量之傾向。又，作為布忍斯特酸將氟化氫以前述的比例使用時，能輕易的控制脫離劑-超強酸錯合物於液狀，故為特佳。

【0027】

(在酸鹼萃取步驟使用之第1稀釋劑)

在本說明書中，將在酸鹼萃取步驟中使用之稀釋劑稱為「第1稀釋劑」，將錯合物交換步驟中之稀釋劑稱為「第2稀釋劑」。再者，僅為「稀釋劑」時，表示個別單獨之稀釋劑，或表示為第1稀釋劑與第2稀釋劑的混合物。

在酸鹼萃取步驟中添加之第1稀釋劑，宜為添加將下列成分進行脫除處理之充分的量：將藉由萃取劑萃取的成分中的錯合物以外的成分，亦即，藉由錯合物而物理溶解之特定烷基芳香族烴以外的烷基芳香族烴類。又，如後述，將脫離劑-超強酸錯合物進行循環利用時，第1稀釋劑，宜為添加可將脫離劑-超強酸錯合物進行錯合物交換，使成為特定烷基芳香族烴-超強酸錯合物之充足的量。

【0028】

作為第1稀釋劑，只要可溶解烷基芳香族烴類者即可使用，不特別限制，從抑制烷基芳香族烴在超強酸的存在下發生之不均化反應或聚合等的

副反應的觀點，宜使用脂肪族或脂環式的飽和烴。作為脂肪族或脂環式的飽和烴，可舉例如：正己烷、正庚烷、正癸烷、異己烷、3-甲基戊烷、2-甲基己烷、2-乙基己烷、順-十氫萘、四氫二環戊二烯、乙基環己烷、甲基環己烷、甲基環戊烷、順-1,2-二甲基環己烷、1,3-二甲基金剛烷、十氫乙烷合萘等，此等可單獨或混合 2 種以上使用。

【0029】

除了前述飽和烴，也可併用不含有四級碳原子之其他的飽和烴，此時，有降低裝置的容積效率的情形。又，於前述第 1 稀釋劑中，較佳為不含有擁有不飽和鍵之雜質、或含有碳、氫以外的原子之雜質。

【0030】

又，前述飽和烴之中，從抑制不均化反應的觀點，宜為異己烷、3-甲基戊烷、2-甲基己烷、2-乙基己烷、順-十氫萘、四氫二環戊二烯、乙基環己烷、甲基環己烷、甲基環戊烷、順-1,2-二甲基環己烷、1,3-二甲基金剛烷、十氫乙烷合萘，特佳為甲基環戊烷、順-十氫萘、十氫乙烷合萘、順-1,2-二甲基環己烷、1,3-二甲基金剛烷、十氫乙烷合萘。

【0031】

[錯合物交換步驟]

本實施方式中之烷基芳香族烴的分離方法，

包含以下步驟：於前述錯合物，添加對於前述烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行前述烷基芳香族烴與前述脫離劑之錯合物交換，以從前述錯合物分離出前述烷基芳香族烴之步驟(錯合物交換步驟)。

【0032】

(脫離劑)

利用酸鹼萃取步驟作為烷基芳香族烴-超強酸錯合物被萃取分離之烷基芳香族烴，藉由於錯合物添加特定的脫離劑，進行錯合物狀態的交換(錯合物交換)，分離出所望的烷基芳香族烴。亦即，烷基芳香族烴-超強酸錯合物，與錯合物交換後之脫離劑-超強酸錯合物，成立如下之平衡反應。

【0033】

【化 1】



【0034】

(式中， A_1 為烷基芳香族烴， A_1H^+ 為烷基芳香族烴-超強酸錯合物， A_2 為脫離劑， A_2H^+ 為脫離劑-超強酸錯合物。)

【0035】

在本實施方式中，著眼於萃取的目的化合物即烷基芳香族烴的鹼性，藉由添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑，能以高純度將所望的烷基芳香族烴分離到油相，再者，如後述，確知可不將超強酸單離且循環利用。再者，在本實施方式中，脫離劑(A_2)相對於烷基芳香族烴(A_1)的「相對鹼度」，係定義為：在液溫 0°C 係從下列數式算出之數值。

相對鹼度 = (A_2H^+ 的莫耳數 / A_2 的莫耳數) / (A_1H^+ 的莫耳數 / A_1 的莫耳數)

【0036】

針對 MX 作為烷基芳香族烴，以 HF-BF₃ 作為超強酸使用時為例，說明關於脫離劑的相對鹼度的計算方法。於可控制溫度之內容積 500mL 的附設電磁攪拌裝置的高壓釜(SUS316L 製)，將無水氟化氫、MX、己烷、脫離劑，以莫耳比 4.0:0.32:0.95:0.66 添加，將內容物進行攪拌且保持液溫為 -10°C。其次，以相對於無水氟化氫之莫耳比(三氟化硼的莫耳數/氟化氫的莫耳數)成為 0.1 的比例，將作為路易士酸之三氟化硼以 2L/分的比例供給於反應器，且於 0°C 保持 30 分鐘。其後，攪拌 10 分鐘後停止並靜置，將分離為二相之氟化氫溶液相與油相個別收集到冰水中，並針對所獲得的油層，中和水洗後實施氣相層析法分析。將利用分析結果所獲得的氟化氫溶液相及油相的個別的 MX 與脫離劑之莫耳數(存在於氟化氫溶液相的成分視為 HF-路易士酸錯合物。)代入前述的計算式，可算出於液溫 0°C 中之相對於 MX 之相對鹼度。

【0037】

藉由使用對於欲分離之烷基芳香族烴(例如:MX)之相對鹼度為前述範圍之脫離劑，可輕易地進行烷基芳香族烴-超強酸錯合物與脫離劑之間，及烷基芳香族烴與脫離劑-超強酸錯合物之間的錯合物狀態的交換。若相對鹼度未達 0.06，能酸鹼萃取容易，然而烷基芳香族烴-超強酸錯合物與脫離劑

之間的錯合物交換反應進行困難，變為須要大量的脫離劑。因此，於工業上實施時，將會招致與脫離劑進行錯合物交換之反應容器的容積效率降低。另一方面，相對鹼度若超過 10，則烷基芳香族烴-超強酸錯合物與脫離劑之間的錯合物交換反應能輕易地進行，但利用錯合物交換所獲得的脫離劑-超強酸錯合物進行循環利用時，烷基芳香族烴與脫離劑-超強酸錯合物之間的錯合物交換反應進行困難，變為須要大量的原料混合物。因此，工業上實施時，將降低形成烷基芳香族烴-超強酸錯合物之反應容器的容積效率，招致降低經濟性、生產效率。

【0038】

在本實施方式中之分離方法中，作為脫離劑，宜使用對於烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.08~6.0 之範圍者，更佳為使用相對鹼度為 0.10~4.0 之範圍者，又更佳為使用相對鹼度為 0.10~2.0 者，特佳為使用相對鹼度為 0.15~2.0 者。作為如此之脫離劑，可適宜地使用芳香族烴，其中，較佳為使用能穩定地形成脫離劑-超強酸錯合物者。又，從重複利用萃取劑的觀點，宜為在-50~+20℃的範圍，脫離劑單體及脫離劑-超強酸錯合物為液狀。作為超強酸使用 HF-路易士酸時，藉由調整氟化氫的比例，能夠將脫離劑-超強酸錯合物輕易地控制為液狀，故為特佳。

【0039】

例如，於前述非專利文獻 1，雖省略了詳細的測定法，但記載有將對二甲苯(PX)的相對鹼度作為 1 時之烷基芳香族烴的相對鹼度。根據該文獻，C8~C9 的烷基芳香族烴的相對鹼度如下列表 1 所示，亦可參考此等資料適當地選擇脫離劑。

【0040】

【表 1】

烷基芳香族烴		相對鹼度
C8	PX	1
	OX	2
	MX	20
C9	假茴香烯(pseudocumene)	40
	半蜜臘質(hemimellitene)	40
	均三甲苯	2800
C10	茚(durene)	120
	1,2,3,4-四甲基苯	170
	異茚(isodurene)	5600

【0041】

作為脫離劑，從能夠更輕易地將特定烷基芳香族烴藉由進行蒸餾操作而分離之觀點，故宜為使用比欲分離之特定烷基芳香族烴的沸點擁有更高沸點之芳香族烴，更佳為使用沸點在 145~400℃ 範圍的芳香族烴。例如，作為欲分離之烷基芳香族烴以 MX 作為目的化合物時，作為脫離劑，可理想地使用 3-乙基甲苯、1-甲基-3-丙苯、間二乙苯、1-氟萘、1,3,5-三乙苯、3-甲基聯苯、氟-2,4,6-三甲基苯、氟-2,3,6-三甲基苯、氟-3,4,5-三甲基苯、或氟-2,3,5-三甲基苯、1,3-二甲基-4-(2,2-二甲基丙基)苯、1,3-二甲基-5-(2,2-二甲基丙基)苯、1-甲基-3,5-二(2,2-二甲基丙基)苯、1-異丁基-3-甲基苯等，此等脫離劑可單獨或混合 2 種以上使用。

【0042】

尤其，作為烷基芳香族烴類使用 C8 的烷基苯類，從其混合物將 MX 作為特定烷基芳香族烴萃取時，作為脫離劑，可理想地使用 3-乙基甲苯、間二乙苯或此等的混合物。又，作為烷基芳香族烴類使用 C9 的烷基苯類，從其混合物將均三甲苯作為特定烷基芳香族烴萃取時，作為脫離劑可理想地使用 1,3,5-三乙苯等。

【0043】

脫離劑的添加量，只要是能與烷基芳香族烴-超強酸錯合物進行錯合物交換的量即可，不特別限定，可因應特定烷基芳香族烴-超強酸錯合物的量、與脫離劑的相對鹼度，及進行錯合物交換之反應容器的能力適當決定。在工業上製造特定烷基芳香族烴時，脫離劑的添加量，宜為進行錯合物交換之反應容器的理論板數在 5 層~10 層的範圍能進行錯合物交換的量。從前述觀點，在本實施方式中，作為超強酸使用布忍斯特酸與路易士酸之混合物

時，脫離劑相對於烷基芳香族烴與前述超強酸之錯合物中之路易士酸，宜為添加以莫耳比計為 1~15 的範圍之量。藉由將脫離劑的添加量定為前述範圍，可輕易地進行烷基芳香族烴-布忍斯特酸-路易士酸錯合物，與脫離劑之錯合物交換反應，故可減少反應容器的理論板數的同時，有能夠提高萃取之烷基芳香族烴的濃度，提升蒸餾效率的傾向。考慮到反應容器的規模、容積效率，則更佳為相對於烷基芳香族烴與前述超強酸之錯合物中之路易士酸，以莫耳比計為 1.1~10 的範圍。

【0044】

(在錯合物交換步驟使用之第 2 稀釋劑)

又，在錯合物交換步驟中，藉由與脫離劑同時添加第 2 稀釋劑，因錯合物交換被分離的烷基芳香族烴，成為脫離劑及第 2 稀釋劑的混合溶液而被萃取分離，再者，藉由蒸餾等公知手段能夠僅取得烷基芳香族烴。因此，第 2 稀釋劑，宜為添加為可將超強酸溶液與油相(烷基芳香族烴與脫離劑與第 2 稀釋劑之混合溶液)分離的量。又，藉由添加第 2 稀釋劑，可抑制錯合物交換反應時的脫離劑的不均化反應。如上述之能夠分離超強酸溶液與油相，抑制脫離劑的不均化反應的第 2 稀釋劑的添加量，宜為相對於添加之脫離劑的質量比(第 2 稀釋劑的質量/脫離劑的質量)為 0.001~1 的範圍，更佳為 0.01~0.25 的範圍。藉由將第 2 稀釋劑的添加量定為前述範圍內，有利於超強酸溶液與油相的分離，或抑制脫離劑的不均化反應，再者，從經濟性及生產效率的觀點亦為有利。

【0045】

作為第 2 稀釋劑，可使用與上述第 1 稀釋劑同樣者。

【0046】

<超強酸的循環利用>

在本實施方式的分離方法中，宜為更包含將藉由錯合物交換形成之脫離劑與超強酸的錯合物與第 2 稀釋劑一起作為萃取劑而添加於含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物並進行循環利用之步驟。藉由錯合物交換形成之脫離劑-超強酸錯合物，可不將超強酸(例如，氟化氫及路易士酸)單離，而連續性的添加於原本的混合物予以循環利用。包含前述步驟時，不需以往必要之超強酸的單離操作，故可大幅降低烷基芳香族烴分離所需

之能源。再者，在添加於原本的混合物之脫離劑-超強酸錯合物中，也可含有一部份在錯合物交換步驟進行錯合物交換不完全之烷基芳香族烴-超強酸錯合物。又，添加於原本的混合物重複進行酸鹼萃取步驟時，於該酸鹼萃取步驟後排出之烷基芳香族烴-超強酸錯合物中，也可含有一部份與酸鹼萃取同時進行之與烷基芳香族烴之錯合物交換不完全之脫離劑-超強酸錯合物亦可。

【0047】

藉由將前述脫離劑-超強酸錯合物，添加於含有烷基芳香族烴與其異構物之混合物，再度，進行錯合物交換，則烷基芳香族烴作為與超強酸之錯合物的形式被酸鹼萃取。因此，添加於進行錯合物形成之反應容器之第 1 稀釋劑的量，宜為可將烷基芳香族烴-超強酸錯合物的超強酸溶液中未形成物理溶解之錯合物之其他的烷基芳香族烴(亦即，異構物)予以脫除的量。

【0048】

(超強酸循環利用時於酸鹼萃取塔的第 1 稀釋劑)

將使用布忍斯特酸與路易士酸之混合物作為超強酸的情形作為一例予以說明，第 1 稀釋劑的量(稀釋劑的容量(mL)/超強酸溶液中的路易士酸的莫耳數)相對於超強酸溶液中的路易士酸的量，宜為 50mL/mol~500mL/mol 的範圍，更佳為 100mL/mol~300mL/mol 的範圍。藉由將第 1 稀釋劑的添加量定為前述範圍，可於維持反應容器的容積效率，充分進行脫除處理的同時，使作為氟化氫溶液的形式萃取之烷基芳香族烴-布忍斯特酸-路易士酸錯合物的含量變多，故即便反應容器的理論板數少，亦可有獲得高純度的烷基芳香族烴的傾向。

【0049】

如上述，藉由添加含有脫離劑-超強酸錯合物之超強酸溶液於含有烷基芳香族烴與其異構物之混合物，再度，進行錯合物交換的同時，含有脫離劑-超強酸錯合物之超強酸溶液因有作為萃取劑之機能，藉由酸鹼萃取，混合物中的烷基芳香族烴，作為烷基芳香族烴-超強酸錯合物被萃取。例如，作為超強酸使用布忍斯特酸與路易士酸之混合物之情形，為了進行錯合物交換與酸鹼萃取，將含有脫離劑-超強酸錯合物之超強酸溶液，作為萃取劑，以使混合物中的烷基芳香族烴的莫耳數/錯合物中的路易士酸的莫耳數為

0.5~1.5 的範圍的量，添加於混合物。藉由使混合物與脫離劑-超強酸錯合物的量調整為前述範圍，有可輕易地進行脫離劑-超強酸錯合物與烷基芳香族烴之錯合物交換反應的傾向。其結果，有能夠降低未進行錯合物交換之烷基芳香族烴，與萃餘成分的其他異構物、稀釋劑及脫離劑同時作為油相被排出之傾向。

【0050】

<烷基芳香族烴的分離裝置>

其次，邊參照圖 1 邊說明本實施方式中之烷基芳香族烴的分離裝置。

本實施方式中之烷基芳香族烴之分離裝置係為，

一種分離裝置，其具備酸鹼萃取塔與錯合物交換塔，

該酸鹼萃取塔，具備：供給含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物之管；供給第 1 稀釋劑之管；供給從該錯合物交換塔之塔底抽取之脫離劑與超強酸之錯合物溶液之管；將該烷基芳香族烴以烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液的形式從該酸鹼萃取塔之塔底排出之管；將由利用錯合物交換而分離出之脫離劑，未被萃取之萃餘異構物，及稀釋劑構成之混合液從該酸鹼萃取塔之塔頂排出之管；

該錯合物交換塔具備：供給從該酸鹼萃取塔之塔底排出之該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液的管；供給第 2 稀釋劑及脫離劑之管；將由萃取出之該烷基芳香族烴，該脫離劑及該稀釋劑構成的混合液從該錯合物交換塔之塔頂排出之管；將已進行錯合物交換後之脫離劑與超強酸之錯合物溶液從該錯合物交換塔之塔底排出之管。

【0051】

圖 1 係表示為了實施根據本發明之精製方法的精製裝置的一種實施方式的概略圖。圖 1 係為，具備將脫離劑與超強酸之錯合物與第 2 稀釋劑一起，作為萃取劑，添加到混合物以進行循環利用步驟之目的之管 5。又，圖 1，從錯合物交換塔的下方，由管 2-1 供給第 2 稀釋劑，由管 2-2 供給脫離劑，在塔下部混合兩者，亦即，供給第 2 稀釋劑與脫離劑之管分離之例，將第 2 稀釋劑與脫離劑預先混合，以一個管供給亦可。以下，使用從係為烷基芳香族烴類之混合二甲苯，將在其中鹼性最強 MX 使用超強酸萃取分離，將 MX 進行精製為例進行說明。

【0052】

首先，將原料之混合二甲苯，從管 7，供給至爲了將混合二甲苯中的 MX 以 MX-超強酸錯合物的形式萃取的酸鹼萃取塔 6。又，將第 1 稀釋劑，從酸鹼萃取塔下方配置之管 9 供給予酸鹼萃取塔 6。再者，從爲了將 MX-超強酸錯合物藉由脫離劑進行錯合物交換反應之錯合物交換塔 1 的塔底 5 所抽取的脫離劑-超強酸錯合物的超強酸溶液，由管 8，供給至酸鹼萃取塔 6 的上方。在酸鹼萃取塔 6，脫離劑-超強酸錯合物與 MX 進行錯合物交換，MX 作爲 MX-超強酸錯合物被酸鹼萃取，從酸鹼萃取塔 6 的塔底 10，連續地抽取 MX-超強酸錯合物的超強酸溶液。又，從酸鹼萃取塔 6 的塔頂 11 連續地抽取混合液形式的藉由錯合物交換分離之脫離劑、未被萃取之萃餘二甲苯、及稀釋劑。再者，作爲超強酸使用布忍斯特酸及路易士酸之混合物時，脫離劑-超強酸錯合物的超強酸溶液，亦可稱爲脫離劑-布忍斯特酸-路易士酸錯合物的布忍斯特酸溶液，又，MX-超強酸錯合物的超強酸溶液，亦可稱爲 MX-布忍斯特酸-路易士酸錯合物的布忍斯特酸溶液。

【0053】

從酸鹼萃取塔 6 抽取之 MX-超強酸錯合物的超強酸溶液，藉由管 3，供給至錯合物交換塔 1 的上方。又，從錯合物交換塔的下方，藉由管 2-1 供給第 2 稀釋劑，藉由管 2-2 供給脫離劑，在塔下部混合兩者。在錯合物交換塔 1 內，將 MX-超強酸錯合物溶液，與第 2 稀釋劑及脫離劑的混合溶液向流接觸。在此進行錯合物交換，MX-超強酸錯合物被分離爲 MX 與脫離劑-超強酸錯合物。被分離之 MX，作爲剩餘之脫離劑與稀釋劑之混合液，從錯合物交換塔 1 的塔頂 4 被連續地抽取。又，進行錯合物交換之脫離劑-超強酸錯合物，如上述，作爲超強酸溶液，從錯合物交換塔 1 的塔底 5 被連續地抽取，再度，藉由從管 5 供給至酸鹼萃取塔 6 而被循環利用。

【0054】

又，本實施方式中之分離裝置，宜爲更具備將從錯合物交換塔排出之由烷基芳香族烴、脫離劑及稀釋劑構成之混合液進行蒸餾，而將烷基芳香族烴、脫離劑及稀釋劑個別分離的蒸餾塔。此時，從酸鹼萃取塔 6 的塔頂 11 排出之由脫離劑、未被萃取之萃餘二甲苯及稀釋劑構成之混合液，經由公知之蒸餾塔(無圖示)，個別分離爲萃餘二甲苯、脫離劑、稀釋劑。

【0055】

再者，本實施方式中之分離裝置，宜為更具備蒸餾塔，其係將從該酸鹼萃取塔排出之由脫離劑、未被萃取之萃餘異構物、及稀釋劑構成的混合液進行蒸餾，並各自分離成脫離劑、萃餘異構物及稀釋劑。此時，由錯合物交換塔 1 的塔頂 4 排出之由 MX、脫離劑及稀釋劑所構成之混合液，經由公知之蒸餾塔(無圖示)，個別分離為 MX、脫離劑及稀釋劑。以如此方式，可從混合二甲苯，分離出高純度的 MX。

【0056】

作為錯合物交換塔 1 及酸鹼萃取塔 6，可使用適用於液液萃取操作系之公知手法，無特別限制，可理想地使用充填塔、多孔板塔、脈動多孔板塔、附攪拌機之酸鹼萃取塔、WINTRAY(註冊商標)、混合器-沉降器等。該等之中，較佳為使用於每單位剖面面積的處理量高、萃取效率高之形式者。

【0057】

不限於混合二甲苯，於含有烷基芳香族烴與其異構物之混合物添加超強酸時，若溫度高則激烈地發生不均化反應或聚合反應。又，作為萃取劑使用超強酸，因此若為高溫則會腐蝕錯合物交換塔 1 及酸鹼萃取塔 6。因此，錯合物交換塔 1 及酸鹼萃取塔 6 的內部溫度宜為保持於 $-50^{\circ}\text{C}\sim+20^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍狀態，更佳溫度範圍為 $-30^{\circ}\text{C}\sim 0^{\circ}\text{C}$ 。又，錯合物交換塔 1 及酸鹼萃取塔 6 的內部溫度只要在前述溫度範圍，即能有可降低錯合物變質的傾向。再者，從前述觀點，可說是較佳為儘量保持低溫，但過度冷卻則會招致分離成本上昇之不經濟的情形。

【0058】

作為超強酸使用 HF-BF_3 時，可適當地選擇使錯合物交換塔 1 及酸鹼萃取塔 6 的內部壓力較 MX-HF-BF_3 錯合物及脫離劑- HF-BF_3 錯合物的蒸氣壓為高，且使塔在運作上沒有不良狀況的壓力。具體而言，錯合物交換塔 1 及酸鹼萃取塔 6 的內部壓力，宜為在 $0.2\text{MPa}\sim 10\text{MPa}$ 的壓力範圍，更佳為 $0.25\text{MPa}\sim 1\text{MPa}$ 的壓力範圍。內部壓力降至過低，則從 HF-BF_3 錯合物放出三氟化硼(氣體)，有無法維持錯合物狀態的情形。又，內部壓力過高，則必須要準備能承受其之材質或結構的塔，故有招致分離成本上昇的傾向。

【實施例】

【0059】

以下，藉由實施例更爲具體說明本發明，但本發明並不特別限定於以下實施例。

【0060】**<測定相對鹼度>****試樣 1**

於可控制溫度的內容積 500mL 的附設電磁攪拌裝置的高壓釜(SUS316L 製)，添加無水氟化氫 50g(2.5mol、森田化學工業股份有限公司製)，攪拌內容物並保持液溫於-10℃。其次，將 MX(三菱瓦斯化學股份有限公司製)、3-乙基甲苯(試劑級、東京化成工業股份有限公司製)、及正己烷(試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)以成爲莫耳比 1:2:3 的比例混合之原料液 122.9g(MX:0.20mol，3-乙基甲苯:0.41mol，正己烷:0.59mol)，以 4g/分鐘的比例供給於反應器。接著，將反應器的液溫冷卻至-10℃後，將三氟化硼(STELLA CHEMIFA 股份有限公司製) 17.0g(0.25mol)以 6g/分鐘的比例供給於反應器，並昇溫至 0℃後，保持 30 分鐘。其後，停止攪拌，將反應液靜置 10 分鐘時，確認分離爲氟化氫溶液相與油相。將已分離之氟化氫溶液相及油相，分別抽取到冰水中。針對獲得的氟化氫溶液相及油相個別進行中和處理，個別獲得溶解於氟化氫溶液之油成分及已由油相中除去微量酸成分之油成分。從利用氣相層析法分析獲得的反應成績求得 3-乙基甲苯的相對鹼度爲 0.52。再者，使用氣相層析法(GC-14B、島津製作所製)分析，且以正癸烷(試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)作爲內部標準物質製作檢量線進行評價。又，作爲毛細管管柱，使用信和化工股份有限公司製之 ULBON Xylene Master(內徑 0.32mmφ、長度 50m)。升溫程式，爲由 70℃開始以 2℃/分鐘的比例昇溫至 150℃，且保持 30 分鐘。

【0061】**試樣 2**

除了以 1-氟萘(試劑級、東京化成工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。1-氟萘的相對鹼度爲 0.37。

【0062】

試樣 3

除了以氟-2,3,4,6-四甲基苯(新日本藥業股份有限公司製)替代 3-乙基甲
苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。1-氟-2,3,4,6-四甲基
苯的相對鹼度為 0.29。

【0063】

試樣 4

除了以間二乙苯(試劑級、東京化成工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲
苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。間二乙苯的相對鹼
度為 0.28。

【0064】

試樣 5

除了以氟-2,4,6-三甲基苯(試劑級、東京化成工業股份有限公司製)替代
3-乙基甲苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。氟-2,4,6-三
甲基苯的相對鹼度為 0.16。

【0065】

試樣 6

除了以假茴香烯(試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲
苯使用以外，與試樣同樣進行實施相對鹼度的測定。假茴香烯的相對鹼度
為 1.63。

【0066】

試樣 7

除了以均三甲苯(試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲
苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。均三甲苯的相對鹼
度為 5.00。

【0067】

試樣 8

除了以 OX(試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲苯使
用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。OX 的相對鹼度為 0.04。

【0068】

試樣 9

除了以 1,3,5-三乙基苯(試劑級、東京化成工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。1,3,5-三乙苯的相對鹼度為 3.52。

【0069】

試樣 10

除了以乙苯(試劑級、東京化成工業股份有限公司製)替代 3-乙基甲苯使用以外，與試樣 1 同樣進行實施相對鹼度的測定。乙苯的相對鹼度為 0.02。

【0070】

將前述試樣 1~10 的相對鹼度的測定結果，示於下列表 2。再者，於表 2，以相對鹼度由高至低的順序記錄試樣。

【0071】

【表 2】

	試樣	相對鹼度(*)
試樣 7	均三甲苯	5.00
試樣 9	1,3,5-三乙基苯	3.52
試樣 6	假茴香烯	1.63
試樣 1	3-乙基甲苯	0.52
試樣 2	1-氟萘	0.37
試樣 3	氟-2,3,4,6-四甲基苯	0.29
試樣 4	間二乙苯	0.28
試樣 5	氟-2,4,6-三甲基苯	0.16
試樣 8	OX	0.04
試樣 10	乙苯	0.02

*MX 的相對鹼度 =1

【0072】

後述之各步驟中之 MX-HF-BF₃ 錯合物並 MX 的物質量，係為將各氟化氫溶液相及油相，分別抽取到冰水中，針對獲得之氟化氫溶液相及油相個別進行中和處理，個別獲得溶解於氟化氫溶液之油成分及已由油相中除去微量酸成分之油成分後，使用氣相層析法(GC-14B、島津製作所製)，利用以正癸烷(試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)作為內部標準物質製作檢量線，進行評價。再者，作為毛細管管柱，使用信和化工股份有限公司製之 ULBON Xylene Master(內徑 0.32mmφ、長度 50m)。升溫程式，為從 70℃ 開始以 2℃/分的比例昇溫至 150℃，且保持 30 分鐘。

【0073】

[實施例 1]

[MX 的酸鹼萃取步驟]

作為原料，使用將乙苯、對二甲苯、間二甲苯、及鄰二甲苯(全為試劑級、和光純藥工業股份有限公司製)，個別以含量為質量基準 14%、19%、41%、及 24%混合而得之二甲苯混合物。

【0074】

將內部具備合計 52 片之迴轉圓盤之內徑 45mm、全長 2,000mm 的迴轉圓盤萃取塔(材質 SUS316L 製)，保持於塔內溫度 0℃、氮壓 0.4MPa，從設置於萃取塔的中段的供給管，以 524g/小時的比例供給前述二甲苯混合物，並由在萃取塔的下部具備的管，將作為稀釋劑之含有 39mol% 甲基環戊烷的己烷 (Godo 股份有限公司製)以 524g/小時的比例進行供給。又，從在萃取塔的上段具備的管，將含有氟化氫、三氟化硼、MX 及間二乙苯以莫耳比計為氟化氫:三氟化硼:MX:間二乙苯=5:0.5:0.04:0.56 的比例的混合液，以 1738g/小時的比例進行供給，進行 MX 的萃取。再者，在系內，存在作為混合物的 MX-HF-BF₃ 錯合物及間二乙苯-HF-BF₃ 錯合物。

【0075】

將利用氟化氫及三氟化硼萃取而得的 MX 作為 MX-HF-BF₃ 錯合物的氟化氫溶液，從在萃取塔的塔底具備的管以 1370g/小時的比例連續的排出。又，由在萃取塔的塔頂具備的管，將錯合物溶液以外的混合成分以 1534g/小時的比例連續排出。從塔底排出之錯合物溶液，含有 MX-HF-BF₃ 錯合物與間二乙苯-HF-BF₃ 錯合物，其莫耳比為 60:8。該排出之錯合物溶液(氟化氫溶液)中的 MX-HF-BF₃ 錯合物的莫耳數，相對於錯合物溶液中的二甲苯混合物的總莫耳數為 0.995。又，由下列數式算出 MX 萃取率為 92%。

MX 萃取率(%)=([從萃取塔排出之 MX-HF-BF₃ 錯合物]的莫耳數-[供給萃取塔之 MX-HF-BF₃ 錯合物]的莫耳數)/[供給之二甲苯混合物中的 MX]的莫耳數)×100

【0076】

[錯合物交換步驟]

作為錯合物交換塔，將內部具備合計 26 片之迴轉圓盤之內徑 45mm、

全長 1,000mm 的迴轉圓盤萃取塔(材質 SUS316L)保持塔內溫度 0°C、氮壓 0.4MPa，由在萃取塔的上段具備的管，將在前述之 MX 萃取步驟所排出之錯合物溶液，以 1367g/小時的比例進行供給。又，將含有作為稀釋劑之含甲基環戊烷 39mol%之己烷(Godo 股份有限公司製) 20mol%及作為脫離劑之間二乙苯 80mol%之混合液，由在萃取塔的下部具備的管以 2422g/小時的比例進行供給。

【0077】

將在錯合物交換塔內與脫離劑已進行錯合物交換之 MX，作為與脫離劑及稀釋劑之混合液，由在錯合物交換塔的塔頂具備的管以 1988g/小時的比例連續的排出。排出之混合液中的 MX 的濃度，及間二乙苯的濃度，以質量基準計個別為 11.2%及 55.2%。又，將間二乙苯-HF-BF₃錯合物的氟化氫溶液，由在錯合物交換塔的塔底具備的管以 1843g/小時的比例連續的排出。排出之錯合物氟化氫溶液，含有 MX-HF-BF₃錯合物與間二乙苯-HF-BF₃錯合物，其比例，以莫耳比計為 8:112。又，由下列數式算出 MX 錯合物交換率為 88%。

MX 錯合物交換率(%)=100-([從錯合物交換塔排出之 MX-HF-BF₃錯合物]的莫耳數)/([供給錯合物交換塔之 MX-HF-BF₃錯合物]的莫耳數)×100

【0078】

由以上的結果，經過 MX 酸鹼萃取步驟及錯合物交換步驟，從係為原料之二甲苯混合物分離 MX 時之 MX 產率為 81%。再者，MX 產率，根據下列數式算出。

MX 產率(%)=MX 萃取率(%)×MX 錯合物交換率(%) / 100

【0079】

在以往的技術，須要在錯合物形成時冷卻至 0°C 以下，再者，在錯合物分解時須要將塔底溫度加熱至 100°C 以上，但根據本實施方式的烷基芳香族烴分離方法，僅在錯合物形成時冷卻即可，能削減能源成本，所以得知在工業上係為有利。

【0080】

[MX 之單離]

將在上述之錯合物交換步驟中，由在萃取塔的塔頂具備的管排出之含

有 MX 的混合液進行蒸餾，實施 MX 的單離。首先，將含有脫離劑與稀釋劑之 MX 混合液約 1kg，利用以 93kPa 的塔頂壓力進行蒸餾，分離為主要含有己烷與甲基環戊烷之未達 MX 沸點的成分，與 MX 的沸點以上的成分。接著，利用以 31kPa 的塔頂壓力進行蒸餾，分離主為主要含有 MX 之成分，與比 MX 的沸點高的主要含有二乙基苯之成分。利用該 2 階段的蒸餾操作，回收 MX 約 105g。MX 的純度為 99.8%。再者，使用之蒸餾塔的理論板數約 20 層，各蒸餾作業的回流比條件為 30，MX 的蒸餾回收率為 81%。

【0081】

[實施例 2]

除了作為脫離劑以 3-乙基甲苯替代間二乙苯使用以外，與實施例 1 同樣進行，實施前述的操作。其結果，在 MX 萃取步驟的 MX 萃取率為 90%，在錯合物交換步驟的 MX 錯合物交換率為 98%，經過 MX 萃取步驟及錯合物交換步驟，從係為原料之二甲苯混合物將 MX 分離時的 MX 產率為 88%。

【0082】

[實施例 3]

除了作為脫離劑以假茴香烯替代間二乙苯使用以外，與實施例 1 同樣進行，實施前述的操作。其結果，於 MX 萃取步驟的 MX 萃取率為 74%，於錯合物交換步驟的 MX 錯合物交換率為 100%，經過 MX 萃取步驟及錯合物交換步驟，從係為原料之二甲苯混合物將 MX 分離時的 MX 產率為 74%。

【0083】

[實施例 4]

除了作為脫離劑以氟-2,4,6-三甲基苯替代間二乙苯使用以外，與實施例 1 同樣進行，實施前述的操作。於 MX 萃取步驟的 MX 萃取率為 93%，於錯合物交換步驟的 MX 錯合物交換率為 70%，經過 MX 萃取步驟及錯合物交換步驟，從係為原料之二甲苯混合物將 MX 分離時的 MX 產率為 65%。

【0084】

[實施例 5]

除了作為脫離劑以均三甲苯替代間二乙苯使用以外，與實施例 1 同樣進行，實施前述的操作。於 MX 萃取步驟的 MX 萃取率為 53%，於錯合物交換步驟的 MX 錯合物交換率為 100%，經過 MX 萃取步驟及錯合物交換步

驟，從係為原料之二甲苯混合物將 MX 分離時的 MX 產率為 53%。

【0085】

[比較例 1]

除了作為脫離劑以鄰二甲苯(OX)替代間二乙苯使用以外，與實施例 1 同樣進行，實施前述的操作。於 MX 萃取步驟的 MX 萃取率為 71%，於錯合物交換步驟的 MX 錯合物交換率為 1.6%，經過 MX 萃取步驟及錯合物交換步驟，從係為原料之二甲苯混合物將 MX 分離時的 MX 產率為 1%。

【0086】

在上述實施例 1~5 及比較例 1 之 MX 分離中，酸鹼萃取步驟中之 MX 萃取率，及從萃取塔的塔底排出之錯合物溶液中的 MX 錯合物的含有比例(=MX-HF-BF₃ 錯合物的莫耳數相對於排出之氟化氫溶液中的碳數 8 的芳香族烴(乙苯、對二甲苯、MX、及鄰二甲苯)的總莫耳數，亦即，氟化氫溶液中的 MX 成分/全 C8 芳香族烴的莫耳比)，及於錯合物交換步驟中之 MX 錯合物交換率，個別如下列表 3 所示。再者，在表 3，以使用的脫離劑的相對鹼度的順序，予以記載實施例及比較例。

【0087】

[比較例 2]

[MX 的酸鹼萃取步驟]

將內部具備合計 52 片迴轉圓盤之內徑 45mm，全長 2,000mm 之迴轉圓盤萃取塔(材質 SUS316L 製)，保持塔內溫度 0℃、氮壓 0.4MPa，由在萃取塔的下部具備的管，將作為稀釋劑之含有甲基環戊烷 39mol%之己烷(Godo 股份有限公司製)以 524g/小時的比例進行供給。又，從在萃取塔的上段具備的管，將含有氟化氫、三氟化硼、乙苯、對二甲苯、MX 及鄰二甲苯，以莫耳比計為氟化氫：三氟化硼：乙苯：對二甲苯：MX：鄰二甲苯=5:0.5:0.14:0.18:0.40:0.23 的比例之混合液，以 1909g/小時的比例進行供給，實施 MX 的萃取。

【0088】

將由氟化氫及三氟化硼萃取而得的 MX，作為 MX-HF-BF₃ 錯合物的氟化氫溶液，從在萃取塔的塔底具備的管以 1429g/小時的比例連續的排出。又，由在萃取塔的塔頂具備的管，將錯合物溶液以外的混合成分以 1005g/

小時的比例連續的排出。從塔底排出之錯合物溶液的 MX、HF 及 BF₃ 的莫耳比，為 0.39:5:0.5。該排出之錯合物溶液(氟化氫溶液)中的 MX-HF-BF₃ 錯合物的莫耳數，相對於錯合物溶液中的二甲苯混合物的總莫耳數為 0.995。又，由下列數式算出 MX 萃取率，為 98.5%。

MX 萃取率(%)=[(從萃取塔的塔底排出之錯合物溶液中的 MX)的莫耳數]/[(供給之混合液中的 MX)的莫耳數]×100

【0089】

[錯合物分解步驟]

將前述獲得之 MX-HF-BF₃ 錯合物氟化氫溶液以 10g/分鐘的比例向於壓力 0.4MPa、塔底溫度 120℃、已將己烷以 10g/分鐘的比例供給之回流下的錯合物分解塔(SUS316L 製、內徑 760mm、長度 1760mm、1/2 吋的鐵氟龍製拉西環充填)供給，並由塔頂回收氟化氫及三氟化硼，由塔底部排出含有 MX 之己烷溶液。針對獲得的己烷溶液進行中和處理，獲得油層。從利用氣相層析法分析之反應成績算出 MX 錯合物分解率及 MX 回收率，個別為 99.9%及 99.9%。另，利用下列數式算出錯合物分解率及 MX 應為回收率。由以上的結果，經由 MX 的酸鹼萃取步驟及錯合物分解步驟，從原料之二甲苯混合物分離 MX 時的 MX 產率為 98.4%。

MX 錯合物分解率(%)=100-(己烷溶液中的三氟化硼的莫耳數/己烷溶液中的 MX 的莫耳數)×100

MX 回收率(%)=(己烷溶液中的 MX 的莫耳數)/(供給之 MX-HF-BF₃ 錯合物的莫耳數)×100

【0090】

[MX 之單離]

在前述錯合物分解步驟，使用由分解塔的塔底排出之含有 MX 的己烷溶液，利用與實施例 1 進行同樣的操作實施 MX 的單離。獲得的 MX 的純度為 99.7%，MX 的蒸餾回收率為 78%。使用錯合物分解塔時，為了不使錯合物變質而進行分解，有將塔底溫度定為溫度 100℃以上的必要，得知須耗費在實施例 1~5 所不必要的熱量。

【0091】

【表 3】

	脫離劑		MX 酸鹼萃取步驟			錯合物交換步驟		錯合物分解步驟		MX 的產率 (%)
	名稱	相對鹼度 ^(a)	萃取溫度 (°C)	MX 萃取率 (%)	MX/C8 (mol/mol)	錯合物交換溫度(°C)	MX 錯合物交換率 (%)	塔底溫度 (°C)	MX 回收率 (%)	
實施例 5	均三甲苯	5.00	0	53	0.995	0	100	(b)		53
實施例 3	假茴香烯	1.63		74	0.995		100			74
實施例 2	3-乙基甲苯	0.52		90	0.995		98			88
實施例 1	間二乙苯	0.28		92	0.995		88			81
實施例 4	氟-2,4,6-三甲基苯	0.16		93	0.995		70			65
比較例 1	OX	0.04		71	0.990		1.6			1
比較例 2	-		0	98.5	0.995	-	-	120	99.9	98.4

備註

(a)相對鹼度 MX=1

(b)實施例 1~5，不須要須要高熱的錯合物分解步驟，可大幅降低分離所耗費能源。

【0092】

[實施例 6]

[利用脫離劑錯合物的循環利用之酸鹼萃取步驟]

除了作為從在萃取塔的上段具備的管供給的混合液係使用在實施例 1 的錯合物交換步驟由塔底排出之間二乙苯-HF-BF₃ 錯合物以外，與實施例 1 的 MX 的酸鹼萃取步驟進行同樣的操作。

相對於錯合物溶液中的二甲苯混合物的總莫耳數，由塔底排出之錯合物溶液中的 MX-HF-BF₃ 錯合物的莫耳數為 0.995，MX 萃取率為 92%，為與以前述的比例調合時同等的成績。

【0093】

[實施例 7]

[均三甲苯的酸鹼萃取步驟]

作為原料，使用含有丙苯類 7%、乙基甲苯類 36%、均三甲苯 11%、假茴香烯 35%、半蜜臘質 6%、二氫茚 1%、及其他 4%之 C9 烷基苯混合物(Godo 股份有限公司製)。

【0094】

將內部具備合計 52 片之迴轉圓盤之內徑 45mm、全長 2,000mm 的迴轉圓盤萃取塔(材質 SUS316L 製)，保持於塔內溫度 0℃、氮壓 0.4MPa，從設置於萃取塔的中段的供給管，以 2392g/小時的比例供給前述 C9 烷基苯混合物，並由在萃取塔的下部具備的管，將作為稀釋劑之含有 39mol% 甲基環戊烷的己烷(Godo 股份有限公司製)以 524g/小時的比例進行供給。又，從在萃取塔的上段具備的管，將含有均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物及 1,2,3-三乙基苯-HF-BF₃ 錯合物的氟化氫溶液(以莫耳比計為，氟化氫:三氟化硼:均三甲苯:1,2,3-三乙基苯=5:0.5:0.002:0.66)，以 1676g/小時的比例進行供給，實施均三甲苯的萃取。

【0095】

將由氟化氫及三氟化硼萃取而得的均三甲苯，作為均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物的氟化氫溶液，從在萃取塔的塔底具備的管以 1460g/小時的比例連續的排出。又，由在萃取管的塔頂具備的管，將錯合物溶液以外的混合成分以 3132g/小時的比例連續排出。從塔底排出之錯合物溶液，為均三甲苯

-HF-BF₃ 錯合物及 1,2,3-三乙基苯-HF-BF₃ 錯合物的氟化氫溶液(以莫耳比計為, 均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物:1,2,3-三乙基苯-HF-BF₃ 錯合物的莫耳比為 9:55)。相對於放入之 C9 烷基苯混合物的總莫耳數, 該排出之錯合物溶液(氟化氫溶液)中的均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物的莫耳數為 0.90。又, 由下列數式算出均三甲苯萃取率為 87%。

均三甲苯萃取率(%)=([從萃取塔排出之均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物]的莫耳數-[供給萃取塔之均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物]的莫耳數)/[供給之 C9 烷基苯混合物中的均三甲苯]的莫耳數)×100

【0096】

[錯合物交換步驟]

作為錯合物交換塔, 將內部具備合計 26 片的迴轉圓盤之內徑 45mm、全長 1,000mm 的迴轉圓盤萃取塔(材質 SUS316L)保持塔內溫度 0℃、氮壓 0.4MPa, 由在萃取塔的上段具備的管, 將在前述之均三甲苯萃取步驟所排出之錯合物溶液, 以 1300g/小時的比例進行供給。又, 作為稀釋劑將含有甲基環戊烷 39mol%之己烷(Godo 股份有限公司製)20mol%, 及作為脫離劑之含有 1,2,3-三乙基苯 80mol%之混合液, 由在萃取塔下部具備的管以 2169g/小時的比例進行供給。

【0097】

將在萃取塔內與脫離劑已進行錯合物交換之均三甲苯, 作為與脫離劑及稀釋劑之混合液, 由在萃取塔的塔頂具備的管以 1299g/小時的比例連續的排出。排出之混合液中的均三甲苯的濃度、及 1,2,3-三乙基苯的濃度, 以質量基準計個別為 15.0%及 48.0%。又, 將 1,2,3-三乙基苯-HF-BF₃ 錯合物氟化氫溶液, 由在萃取塔的塔底具備的管以 2170g/小時的比例連續的排出。排出之錯合物氟化氫溶液, 含有均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物及 1,2,3-三乙基苯-HF-BF₃ 錯合物, 其比例, 以莫耳比計為 0.26:99.74。又, 由下列數式算出均三甲苯錯合物交換率為 99.5%。

均三甲苯錯合物交換率(%)=100-([從錯合物交換塔排出之均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物]的莫耳數)/([供給錯合物交換塔之均三甲苯-HF-BF₃ 錯合物]的莫耳數)×100

【0098】

[均三甲苯的單離]

將在前述錯合物交換步驟中，從萃取塔塔頂具備的管排出之含有均三甲苯的混合液進行蒸餾，實施均三甲苯的單離。首先，將含有脫離劑與稀釋劑之均三甲苯 150kg，利用以 93kPa 的塔頂壓力進行蒸餾，分離為主要含有己烷與甲基環戊烷之未達均三甲苯的沸點的成分、與均三甲苯的沸點以上的成分。接著，利用以 31kPa 的塔頂壓力進行蒸餾，分離為主要含有均三甲苯的成分、與比均三甲苯的沸點高的主要含有 1,2,3-三乙基苯的成分。利用該 2 階段的蒸餾操作，回收均三甲苯 19.2kg。均三甲苯的純度為 99.5%。再者，使用之蒸餾塔的理論板數為 85 層，各蒸餾作業的回流比條件為 15，均三甲苯的蒸餾回收率為 85%。

【0099】

本案係根據在 2012 年 6 月 29 日對日本專利廳提申的日本專利申請案 (日本特願 2012-147540 號)，其內容在此援用作為參照。

【產業上利用性】

【0100】

根據本發明之分離方法及分離裝置，在分離高純度的烷基芳香族烴時，與以往相比能大幅降低分離所需能源，可利用於作為工業上有利之處理。

【符號說明】

【0101】

- 1 錯合物交換塔
- 2-1 稀釋劑供給管
- 2-2 脫離劑供給管
- 3 烷基芳香族烴-超強酸錯合物供給管
- 4, 11 塔頂
- 5, 10 塔底
- 6 酸鹼萃取塔
- 7 原料混合物供給管
- 8 脫離劑-超強酸錯合物供給管

9 稀釋劑供給管

【生物材料寄存】

國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

無

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

無

【序列表】(請換頁單獨記載)

無

申請專利範圍

1. 一種烷基芳香族烴之分離方法，其係將烷基芳香族烴分離之方法，包含以下步驟：

於含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物中添加第 1 稀釋劑、及由超強酸構成之萃取劑，進行酸鹼萃取，以形成該烷基芳香族烴與該超強酸之錯合物後，從該混合物分離該錯合物；

於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.06~10 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

2. 如申請專利範圍第 1 項之烷基芳香族烴之分離方法，更包含以下步驟：將由該錯合物交換形成之脫離劑與超強酸的錯合物作為萃取劑，與該第 2 稀釋劑一起添加到該混合物以進行循環利用。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，包含以下步驟：

於該錯合物中，添加對於該烷基芳香族烴之相對鹼度為 0.1~2.0 之範圍的脫離劑及第 2 稀釋劑，而進行該烷基芳香族烴與該脫離劑之錯合物交換，以從該錯合物分離出該烷基芳香族烴。

4. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物，係 C8 之烷基苯、C9 之烷基苯、或 C10 之烷基苯。

5. 如申請專利範圍第 4 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，含有 1 種以上之該烷基芳香族烴及其異構物之混合物為 C8 之烷基苯，且該烷基芳香族烴為間二甲苯。

6. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該超強酸係布忍斯特酸與路易士酸之混合型超強酸。

7. 如申請專利範圍第 6 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該脫離劑與超強酸之錯合物之添加量，係使該混合物中之烷基芳香族烴之莫耳數/該錯合物中之路易士酸之莫耳數成為 0.5~1.5 之範圍的量。

8. 如申請專利範圍第 6 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 1 稀釋劑之添加量，係使該第 1 稀釋劑之體積/該超強酸中之路易士酸之莫耳

數成爲 50mL/mol~500mL/mol 之範圍之量。

9. 如申請專利範圍第 6 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，係使該脫離劑之添加量，相對於該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物中之路易斯酸以莫耳比計成爲 1~15 之範圍之量。

10. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 2 稀釋劑相對於該脫離劑之量以質量基準計爲 0.001~1 之範圍。

11. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該脫離劑之沸點爲 145°C~400°C 之範圍。

12. 如申請專利範圍第 6 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該路易斯酸係選自於由三氟化硼、五氟化鉬、五氟化鈮、四氟化鈦、五氟化磷、五氟化銻、及六氟化錫構成之群組中之至少 1 種。

13. 如申請專利範圍第 6 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該布忍斯特酸爲氟化氫，該路易斯酸爲三氟化硼。

14. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 1 及/或第 2 稀釋劑爲脂肪族飽和烴及/或脂環飽和烴。

15. 如申請專利範圍第 1 或 2 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，該第 1 及/或第 2 稀釋劑係選自於由異己烷、3-甲基戊烷、2-甲基己烷、2-乙基己烷、十氫萘、四氫二環戊二烯、乙基環己烷、甲基環己烷、及甲基環戊烷構成之群組中之 1 種以上。

16. 如申請專利範圍第 6 項之烷基芳香族烴之分離方法，其中，於該超強酸中，該布忍斯特酸相對於該路易斯酸之比例以莫耳比計爲 5~20 之範圍。

17. 一種烷基芳香族烴之分離裝置，其具備酸鹼萃取塔與錯合物交換塔，

該酸鹼萃取塔，具備：供給含有 1 種以上之烷基芳香族烴及其異構物之混合物之管；供給第 1 稀釋劑之管；供給從該錯合物交換塔之塔底抽取之脫離劑與超強酸之錯合物溶液之管；將該烷基芳香族烴以烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液的形式從該酸鹼萃取塔之塔底排出之管；將由利用錯合物交換而分離出之脫離劑、未被萃取之萃餘異構物、及稀釋劑構成之混合液從該酸鹼萃取塔之塔頂排出之管；

該錯合物交換塔具備:供給從該酸鹼萃取塔之塔底排出之該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液的管;供給第 2 稀釋劑及脫離劑之管;將由萃取出之該烷基芳香族烴、該脫離劑及該稀釋劑構成的混合液從該錯合物交換塔之塔頂排出之管;將已進行錯合物交換後之脫離劑與超強酸之錯合物溶液從該錯合物交換塔之塔底排出之管。

18. 如申請專利範圍第 17 項之烷基芳香族烴之分離裝置,其中,該供給第 2 稀釋劑及脫離劑之管,係分離成供給第 2 稀釋劑之管、及供給脫離劑之管。

19. 如申請專利範圍第 17 或 18 項之烷基芳香族烴之分離裝置,其中,於該錯合物交換塔,使被供給之該烷基芳香族烴與超強酸之錯合物溶液與被供給之該第 2 稀釋劑及脫離劑之混合溶液向流接觸。

20. 如申請專利範圍第 17 或 18 項之烷基芳香族烴之分離裝置,更具備蒸餾塔,其係將從該錯合物交換塔排出之由該烷基芳香族烴、脫離劑及稀釋劑構成之混合液進行蒸餾,並各自分離成該烷基芳香族烴、脫離劑及稀釋劑。

21. 如申請專利範圍第 17 或 18 項之烷基芳香族烴之分離裝置,更具備蒸餾塔,其係將從該酸鹼萃取塔排出之由該脫離劑、未被萃取之萃餘異構物、及稀釋劑構成的混合液進行蒸餾,並各自分離成脫離劑、萃餘異構物及稀釋劑。

圖式

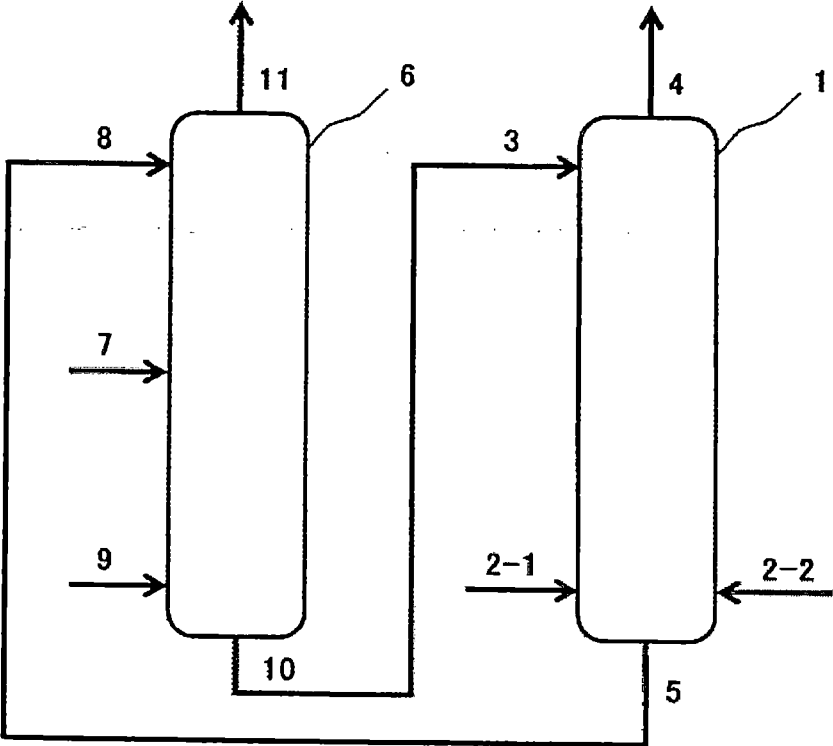


圖 1