

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7703665号
(P7703665)

(45)発行日 令和7年7月7日(2025.7.7)

(24)登録日 令和7年6月27日(2025.6.27)

(51)国際特許分類 F I
C 0 7 C 67/303 (2006.01) C 0 7 C 67/303
C 0 7 C 69/75 (2006.01) C 0 7 C 69/75 Z

請求項の数 7 (全12頁)

(21)出願番号	特願2023-538818(P2023-538818)	(73)特許権者	501014658
(86)(22)出願日	令和3年12月10日(2021.12.10)		ハンワ ソリューションズ コーポレイシ ョン
(65)公表番号	特表2024-501522(P2024-501522 A)		HANWHA SOLUTIONS CO RPORATION
(43)公表日	令和6年1月12日(2024.1.12)		大韓民国 ソウル 0 4 5 4 1 チュン - グ チャンギェチョン - ロ 8 6
(86)国際出願番号	PCT/KR2021/018814	(74)代理人	100108453
(87)国際公開番号	WO2022/139288		弁理士 村山 靖彦
(87)国際公開日	令和4年6月30日(2022.6.30)	(74)代理人	100110364
審査請求日	令和5年6月22日(2023.6.22)		弁理士 実広 信哉
(31)優先権主張番号	10-2020-0182598	(74)代理人	100133400
(32)優先日	令和2年12月23日(2020.12.23)		弁理士 阿部 達彦
(33)優先権主張国・地域又は機関	韓国(KR)	(72)発明者	キテグ・ジュン
			大韓民国・テジョン・3 4 1 2 8・ユソ 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 フタレート系化合物の水素化方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

水素を含む気相原料；およびフタレート系化合物を含む液相原料を反応器に投入する段階、

前記反応器で気相原料および液相原料を触媒存在下で水素化反応にかける段階、

前記反応段階後、反応生成物を、第1気相 - 液相分離器において、第1溶液と水素を含む気相物質とに分離および解圧する、第1解圧段階、ならびに

前記第1気相 - 液相分離器の下部から排出される第1溶液を、第2気相 - 液相分離器において、第2溶液と水素を含む気相物質とに分離および解圧する、第2解圧段階を含み、

前記第1気相 - 液相分離器の運転圧力は1 0 0 b a r g ~ 2 0 0 b a r gであり、

前記第1気相 - 液相分離器の上部から排出される気相物質の圧力は5 b a r g ~ 5 0 b a r gであり、

前記第2気相 - 液相分離器の運転圧力は5 b a r g ~ 1 0 0 b a r gであり、

前記第2気相 - 液相分離器の上部から排出される気相物質の圧力は5 b a r g ~ 5 0 b a r gであり、

前記第2気相 - 液相分離器の下部から排出される第2溶液の圧力は - 1 b a r g ~ 2 5 b a r gであり、

前記第2気相 - 液相分離器の下部から排出される第2溶液内水素濃度は0 . 0 0 5 重量% ~ 0 . 1 重量%である、フタレート系化合物の水素化方法。

【請求項 2】

前記液相原料はアルコール、または水添されたフタレート系化合物をさらに含む、請求項 1 に記載のフタレート系化合物の水素化方法。

【請求項 3】

前記反応器に供給される水素の圧力は 100 barg ~ 200 barg である、請求項 1 に記載のフタレート系化合物の水素化方法。

【請求項 4】

前記反応器の運転温度は 100 ~ 300 であり、運転圧力は 100 barg ~ 200 barg である、請求項 1 に記載のフタレート系化合物の水素化方法。

【請求項 5】

前記触媒の活性成分は、担体 100 重量部に対して 0.3 重量部 ~ 5 重量部の量で含まれる、請求項 1 に記載のフタレート系化合物の水素化方法。

【請求項 6】

前記第 1 気相 - 液相分離器および前記第 2 気相 - 液相分離器の上部から排出される水素を前記反応器に再循環する段階をさらに含む、請求項 1 に記載のフタレート系化合物の水素化方法。

【請求項 7】

前記第 2 気相 - 液相分離器の下部から排出される第 2 溶液に含まれている水素を前記反応器に再循環する段階をさらに含む、請求項 1 に記載のフタレート系化合物の水素化方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

[関連出願の相互参照]

本出願は、2020年12月23日付の韓国特許出願第10-2020-0182598号に基づく優先権の利益を主張し、当該韓国特許出願の文献に開示された全ての内容は本明細書の一部として含まれる。

【0002】

本発明は、高温 / 高圧のフタレート系化合物の水素化反応の反応生成物に含まれている未反応水素を安定的に分離する方法に関する。

【背景技術】**【0003】**

フタレート (phthalate) 系化合物は、プラスチック、特にポリ塩化ビニル (PVC) の可塑剤として広く使用される物質である。例えば、電気電子製品、医薬品、ペイント顔料、潤滑剤、バインダー、界面活性剤、接着剤、タイル、食品容器、包装材など使用用途が非常に多様である。

【0004】

しかし、いくつかのフタレート系化合物が環境汚染および人間の内分泌系障害問題を招くことがある物質として知られることにより、ヨーロッパ、米国など先進国を中心に使用規制が強化されている。特に、フタレート系可塑剤のうちのジ (2 - エチルヘキシル) フタレート (di (2 - ethylhexyl) phthalate、DEHP)、ブチルベンジルフタレート (butyl benzyl phthalate、BBP)、ジ - n - ブチルフタレート (di - n - butyl phthalate、DBP) などの一部製品は、社会的に人間のホルモン作用を妨害するか、または混乱させる内分泌系かく乱物質として環境ホルモンと疑われていて、これを規制する動きがある。

【0005】

そこで、従来 of 可塑剤と同等な性能を示しながら環境ホルモン論争のない環境にやさしい可塑剤を開発するための努力がなされており、その1つとしてフタレート化合物に含まれているベンゼン環を水素化 (hydrogenation) した化合物を用いる方法がある。ベンゼン環などの芳香族化合物の水素化反応は、ルテニウムなどの遷移金属を活性成分として支持体 (担体) に含む触媒を用いる方法が知られている。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 6 】

一方、前記水素化反応過程後、原料物質と反応しない未反応水素と高温 / 高圧の混合物に溶解している水素が存在する。水素は反応生成物に存在時、副生成物の生成を促進し、目的とするフタレート系化合物の生成を妨害する。また、未反応水素は経済性の面からも分離後反応器に再循環させてリサイクルすることが好ましい。ただし、フタレート系化合物の水素化反応は高温 / 高圧で行われ、高温 / 高圧の反応生成物から水素を安定的に分離するための研究が必要である。

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 7 】

本発明は、高温 / 高圧のフタレート系化合物の水素化反応後、反応生成物から水素を安定的に解圧して、水素および目的生成物の損失を抑制するフタレート系化合物の水素化方法を提供する。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 8 】

水素を含む気相原料 ; およびフタレート系化合物を含む液相原料を反応器に投入する段階、前記反応器で気相原料および液相原料を触媒存在下で水素化反応にかける段階、前記反応段階後、反応生成物を、第 1 気相 - 液相分離器において、第 1 溶液と水素を含む気相物質とに分離および解圧する第 1 解圧段階、ならびに前記第 1 気相 - 液相分離器の下部から排出される第 1 溶液を、第 2 気相 - 液相分離器において、第 2 溶液と水素を含む気相物質との分離および解圧する第 2 解圧段階、を含む、フタレート系化合物の水素化方法を提供する。

【 0 0 0 9 】

本発明において、第 1、第 2 などの用語は多様な構成要素を説明するために使用され、前記用語は一つの構成要素を他の構成要素と区別するための目的にのみ使用される。

【 0 0 1 0 】

本明細書で使用される用語は単に例示的な実施形態を説明するために使用されたものであり、本発明を限定することを意図しない。

【 0 0 1 1 】

単数の表現は文脈上明白に異なる意味を示さない限り、複数の表現を含む。

【 0 0 1 2 】

本明細書において、「含む」、「備える」または「有する」などの用語は実施された特徴、数字、段階、構成要素またはこれらの組み合わせを説明するためのものであり、1つまたはそれ以上の他の特徴や数字、段階、構成要素、またはこれらの組み合わせまたは付加の可能性を排除するものではない。

【 0 0 1 3 】

本発明は多様な変更を加えることができ、様々な形態を有することができるため、特定の実施例を例示して以下で詳細に説明する。しかし、これは本発明を特定の開示形態に限定しようとするものではなく、本発明の思想および技術範囲に含まれるすべての変更、均等物または代替物を含むものとして理解しなければならない。

【 0 0 1 4 】

本明細書において、「気相原料」は反応器に供給される気相の物質であって、水素を含み、「液相原料」はフタレート系化合物、アルコール、シクロヘキサン系化合物などを含む。また、「反応生成物」は、反応器から排出される水素化されたフタレート系化合物、水素を含む未反応気相原料などを含む。

【 0 0 1 5 】

本明細書において気相 - 液相分離器の「運転圧力」は気相 - 液相分離器の上部、下部に連結された気相物質、または溶液の圧力を含む。また、気相 - 液相分離器の上部、または下部に「排出」される気相物質または溶液の圧力は、前記気相 - 液相分離器に連結される気相物質または溶液を、バルブなどを用いて解圧した圧力を意味する。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 6 】

以下、本発明を詳細に説明する。

【 0 0 1 7 】

本発明は、水素を含む気相原料；およびフタレート系化合物を含む液相原料を反応器に投入する段階、前記反応器で気相原料および液相原料を触媒存在下で水素化反応にかける段階、前記反応段階後、反応生成物を、第1気相-液相分離器において、第1溶液と水素を含む気相物質とに分離および解圧する第1解圧段階、ならびに前記第1気相-液相分離器の下部から排出される第1溶液を、第2気相-液相分離器において、第2溶液と水素を含む気相物質とに分離および解圧する第2解圧段階、を含む、フタレート系化合物の水素化方法を提供する。

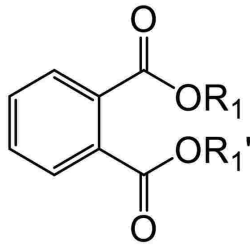
10

【 0 0 1 8 】

本発明に係るフタレート系化合物の水素化反応は、フタレート系化合物を含む液相原料と水素を含む気相原料とを反応にかけることで行われる。フタレート系化合物は、具体的には、下記化学式1で表されるフタレート(phthalate)化合物、下記化学式2で表されるテレフタレート(terephthalate)化合物、下記化学式3で表されるイソフタレート(isophthalate)化合物およびこれらのカルボン酸誘導体であり、これらの混合物であり得る。

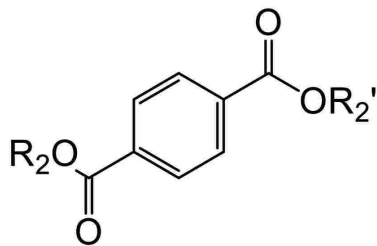
【化1】

[化学式1]



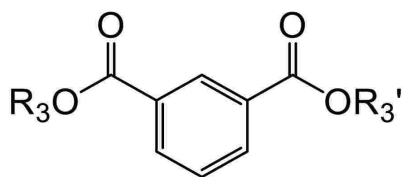
20

[化学式2]



30

[化学式3]



40

前記化学式1～3中、 R_1 、 R_1' 、 R_2 、 R_2' 、 R_3 、および R_3' は同一または異なり、それぞれ独立して、水素、または炭素数1～20、好ましくは、炭素数4～20の直鎖または分枝鎖アルキル基の中から選択される。

【 0 0 1 9 】

前記化学式1～3で表されるフタレート系化合物の具体的な例としては、ジブチルフタレート(DBP; dibutyl phthalate)、ジヘキシルフタレート(DH

50

P ; dihexyl phthalate)、ジオクチルフタレート(DOP; dioctyl phthalate)、ジ-n-オクチルフタレート(DnOP; di-n-octyl phthalate)、ジイソノニルフタレート(diisononyl phthalate)、またはジイソデシルフタレート(DIDP; diisodecyl phthalate)、ジブチルテレフタレート(DBTP; dibutyl terephthalate)、ジオクチルテレフタレート(DOTP; dioctyl terephthalate)、ジイソノニルテレフタレート(DINTP; diisononyl terephthalate)、ジイソデシルテレフタレート(DIDTP; diisodecyl terephthalate)、ジブチルイソフタレート(DBIP; dibutyl isophthalate)、ジオクチルイソフタレート(DOIP; dioctyl isophthalate)、ジイソノニルイソフタレート(DINIP; diisononyl isophthalate)、またはジイソデシルイソフタレート(DIDIP; diisodecyl isophthalate)などが挙げられ、これらの混合物であり得る。

10

【0020】

本発明に係るフタレート系化合物の水素化反応において液相原料は前記アルコール、または水添されたフタレート系化合物などをさらに含むことができる。水添されたフタレート系化合物はシクロヘキサン系化合物であり得る。また、液相原料にアルコールを含む場合、水素の溶解度が増加して水素化反応が改善され、触媒の寿命が改善される。

【0021】

本発明に係るフタレート系化合物の水素化反応において気相原料は水素を含む。反応器に供給される水素圧力は100 barg ~ 200 barg、好ましくは120 barg ~ 170 bargである。また、反応器に投入される水素量はフタレート系化合物1モルに対して3モル ~ 10モル、好ましくは3モル ~ 6モルである。

20

【0022】

本発明に係るフタレート系化合物の水素化反応は、前記液相原料が気相原料に含まれている水素と反応する。この時、水素化反応が行われる反応器の運転温度は100 ~ 300で行われ、好ましくは120 ~ 250の温度で行われる。反応温度が100未満の場合、反応速度が遅すぎて反応が円滑に行われず、300を超えると副生成物が急激に増加して製品の酸化を大きく増加させ、触媒の寿命に悪影響を与える可能性がある。

30

【0023】

また、前記反応器の運転は100 barg ~ 200 bargの圧力で行われ、好ましくは120 barg ~ 170 bargの圧力で行われる。反応圧力が100 barg未満の場合反応が進行せず、200 bargを超えると過剰な電力が消費して反応器などの設備製作費用が大きく増加する問題が発生する可能性がある。

【0024】

また、本発明の一実施形態によるフタレート系化合物の水素化方法において、前記水素化反応は水素化触媒の存在下で行われる。

【0025】

前記水素化触媒は活性成分として遷移金属を含むことができ、好ましくは、ルテニウム(Ru)、パラジウム(Pd)、ロジウム(Rh)および白金(Pt)からなる群より選択される1種以上を含み得る。

40

【0026】

このような水素化触媒は、担体に担持させて用いられ、この時、担体としては当業界で公知の担体を制限なく使用することができる。具体的には、ジルコニア(ZrO₂)、チタニア(TiO₂)、アルミナ(Al₂O₃)、シリカ(SiO₂)などの1種以上の担体を使用することができる。

【0027】

前記水素化触媒の活性成分は、担体100重量部に対して0.3重量部 ~ 5重量部の量で含まれる。

50

【 0 0 2 8 】

前記水素化反応によって、フタレート系化合物の芳香族環が水素化され、これに相応する化合物に転換される。

【 0 0 2 9 】

本発明に係るフタレート系化合物の水素化方法は、前記フタレート系化合物の反応段階後、第1気相-液相分離器を通して行われる第1解圧段階と、第2気相-液相分離器を通して行われる第2解圧段階とを含む。

【 0 0 3 0 】

本発明の一実施形態によれば、前記反応器から排出される反応生成物は、前記第1気相-液相分離器に直接連結される。この時、直接連結されるとは、反応器から排出されるストリームが別途の熱交換、圧縮などを経ずに第1気相-液相分離器に直接投入されるという意味である。一例として、前記第1気相-液相分離器に投入される反応生成物は冷却せずに直ちに気相-液相分離器に投入することができる。気相-液相分離器に投入される反応生成物を冷却すると、未反応水素の溶解度が増加し、気相-液相分離器から水素の分離排出が難しくなり、工程条件が厳しくなる。また、別途の冷却段階を経ずに気相-液相分離器に投入することでエネルギー効率を高めることができ、溶存水素を回収できる利点がある。

10

【 0 0 3 1 】

前記第1気相-液相分離器を通して行われる第1解圧段階は、反応器から排出される反応生成物を、第1気相-液相分離器に投入して、第1溶液と水素とを分離排出する段階である。反応器を経た前記反応生成物には水素化されたフタレート系化合物、未反応フタレート系化合物、未反応水素、アルコールなどが含まれる。

20

【 0 0 3 2 】

第1気相-液相分離器で行われる第1解圧段階では、具体的には、前記第1気相-液相分離器の上部からは水素を含む気相物質が排出され、下部からは水素化されたフタレート系化合物、溶解した水素などを含む第1溶液が排出される。また、前記気相物質としては水素、蒸発された水素化されるかまたは水素化されないフタレート系化合物、および蒸発されたアルコールなどを含むことができ、前記第1溶液としては水素化されたフタレート系化合物、未反応フタレート系化合物、アルコール、および溶解した水素などを含むことができる。

30

【 0 0 3 3 】

本発明の一実施形態によれば、第1気相-液相分離器の運転圧力は100 barg ~ 200 barg、好ましくは、120 barg ~ 170 bargであり得る。運転圧力が100 barg未満の場合副生成物が急激に増加する問題が発生し、200 bargを超えると商業的規模の設備製作が難しくなるか、設備費用が急激に増加する問題が発生する可能性がある。

【 0 0 3 4 】

前記第1気相-液相分離器の上部から排出される気相物質の圧力は5 barg ~ 50 barg、好ましくは20 barg ~ 30 bargであり得る。排出される気相物質の圧力が5 barg未満の場合水素の損失を防止するために排出された水素の回収、およびリサイクルのための圧縮機などの追加設備が必要であり、50 bargを超えると追加の減圧設備なしには分離/精製工程などの運転に問題があり得る。

40

【 0 0 3 5 】

本発明に係るフタレート系化合物の水素化方法は、第1気相-液相分離器の下部から排出される液相、つまり、解圧を経た第1溶液を、第2気相-液相分離器に投入して、第1溶液に含まれている溶解した水素、気相未反応物などをさらに分離する段階を含む。

【 0 0 3 6 】

前記第2気相-液相分離機の上部からは水素を含む気相物質が排出され、下部からは水素化されたフタレート系化合物を含む第2溶液が排出される。また、前記気相物質としては水素、蒸発された水素化されたかまたは水素化されていないフタレート系化合物、およ

50

び蒸発されたアルコールなどを含むことができ、前記第2溶液としては水素化されたフタレート系化合物、未反応フタレート系化合物、アルコール、および溶解した水素などを含むことができる。

【0037】

前記第2気相-液相分離器の運転圧力は5 barg ~ 100 barg、好ましくは20 barg ~ 30 bargであり得る。第2気相-液相分離器の運転圧力が5 barg未満の場合、気相から排出される水素を、水素圧縮機などを設置して回収しなければならない問題が発生し、100 bargを超えると水素分離のための設備の投資費用が増加し、液相から排出される原料内水素が多量含まれて水素の損失が発生し、水素排出による安全上の問題が発生する可能性がある。

10

【0038】

前記第2気相-液相分離器の上部から排出される気相物質の圧力は5 barg ~ 50 barg、好ましくは20 barg ~ 30 bargであり得る。排出される気相物質の圧力が5 barg未満の場合水素の損失を防止するために排出された水素の回収、およびリサイクルのための圧縮機などの追加設備が必要であり、50 bargを超えると追加の減圧設備なしには分離/精製工程などの運転に問題があり得る。

【0039】

前記第2気相-液相分離器の下部から排出される第2溶液の圧力は-1 barg ~ 25 barg、好ましくは-0.95 barg ~ 10 bargであり得る。排出される圧力が-1 barg未満の場合、過度な減圧による工程費用の上昇が発生する問題があり得る。排出される圧力が25 bargを超えると、その後に分離する容器の設備投資の費用が増加し、発生した気相の原料内水素および一部のアルコールを回収するための追加設備などが必要であり、商業運転時の安全上の問題があり得る。

20

【0040】

また、前記第2気相-液相分離器の下部から排出される第2溶液内の水素濃度は0.005重量% ~ 0.1重量%であり、好ましくは0.01重量% ~ 0.07重量%である。

【0041】

本発明の一実施形態によれば、前記第1気相-液相分離器、および第2気相-液相分離器の上部から排出される水素を、反応器に再循環することができる。具体的には、前記第1解圧段階を経て第1気相-液相分離器の上部から排出される水素と、第2解圧段階を経て第2気相-液相分離器の上部から排出される水素とを一つのストリームに合わせて熱交換、圧縮して反応器に再循環するか、またはそれぞれのストリームを個別に熱交換、圧縮して反応器に再循環することができる。また、気相-液相分離器から排出される水素を、直ちに再循環して反応器に供給される水素と混合して反応に必要な圧力に昇圧後、反応器に供給することもでき、排出された水素の圧力を一部昇圧して反応器に供給される水素と混合して反応に必要な圧力に昇圧して反応器に供給することもでき、排出された水素を直接反応圧力まで別途昇圧して、反応器に供給される水素と混合して反応器に供給することもできるが、これらに限定されるものではない。

30

【0042】

また、本発明の一実施形態によれば、前記第2気相-液相分離器の下部から排出される第2溶液に含まれている水素を反応器に再循環する段階をさらに含むことができる。一例として、第2溶液に含まれている水素は一部が蒸発し、蒸発された水素を、水素圧縮機を通して昇圧して最初の水素供給ラインに再循環させることができる。

40

【0043】

本発明のフタレート系化合物の水素化方法は、上記のように2段の解圧段階を経ることによって、反応器から排出される高圧の反応生成物に溶解している水素を段階的に回収することができる。段階的な減圧により設備/運転の安全性を高めることができる。また、急激な減圧による水素、液相生成物の蒸発を抑制することによって、反応原料である水素と生成物の損失を減らすことができ、これによって工程の効率性および経済性を高めることができる。

50

【 0 0 4 4 】

図 1 は、本発明のフタレート系化合物の水素化方法に使用される工程装置を示す図である。

【 0 0 4 5 】

図 1 を参照すると、前記水素化方法の装置は、水素圧縮機 a、高圧ポンプ c、熱交換器 b、d、反応器 e、第 1 気相 - 液相分離器 f、第 2 気相 - 液相分離器 g、および熱交換器 h などからなる。

【 0 0 4 6 】

熱交換器 b は、気相原料を昇温して反応が行われる温度に準備する装置であって、必要に応じて省略可能である。

10

【 0 0 4 7 】

反応器 e は、液相原料に含まれているフタレート系化合物と気相原料に含まれている水素の水素化反応が行われる装置であり、反応熱制御のために除熱用外部ジャケットをさらに含むことができる。気相原料は反応器の上部または下部に供給され、液相原料は反応器の上部に供給される。

【 0 0 4 8 】

第 1 気相 - 液相分離器 f および第 2 気相 - 液相分離器 g は、反応後に反応生成物から目的生成物と水素とを分離するための装置である。

【 0 0 4 9 】

熱交換器 h は、分離された水素を熱交換して反応器に再循環させるための装置である。

20

【 0 0 5 0 】

一例として、本発明のフタレート系化合物の水素化方法は以下の通り行われる。気相原料 1 および液相原料 3 は、それぞれ水素圧縮機 a、高圧ポンプ c を通して昇圧され、昇圧された各原料物質は熱交換器 b、d を通じて反応に好適な温度まで昇温される。昇温された気相原料 2 および液相原料 4 は反応器 e に供給される。反応器 e では液相原料 4 に含まれているフタレート系化合物と気相原料 2 に含まれている水素の反応が行われる。反応終了後、生成した反応生成物 5 は反応器の下部に排出され、熱交換を行わずに第 1 気相 - 液相分離器 f に供給される。第 1 気相 - 液相分離器 f で最初の水素解圧段階が行われ、第 1 気相 - 液相分離器の上部から水素を含む気相物質 6 が排出され、下部からは水素化されたフタレート系化合物を含む第 1 溶液 7 が排出される。第 1 気相 - 液相分離器の下部に排出された第 1 溶液 7 には未反応水素が溶解しており、追加回収が必要であるため、第 1 溶液 7 は第 2 気相 - 液相分離器 g に投入される。第 2 気相 - 液相分離器では 2 番目の水素解圧が行われ、第 2 気相 - 液相分離器の上部から水素を含む気相物質 8 が排出され、下部からは高純度の水素化されたフタレート系化合物が含まれている第 2 溶液 9 が排出される。第 1 気相 - 液相分離器 f、および第 2 気相 - 液相分離器 g の上部に排出された気相物質は、熱交換器 h を通じて温度が下げられた後、気相原料が投入される水素圧縮機 a に供給されて再循環される。

30

【 0 0 5 1 】

但し、図 1 において各装置の位置は変更可能であり、必要に応じて図 1 に図示していない他の装置を含むこともできるため、本発明の水素化方法は、図 1 に示す装置および工程順序に限定されるものではない。

40

【 発明の効果 】

【 0 0 5 2 】

本発明のフタレート系化合物の水素化方法によれば、反応生成物から安定的に水素を分離して水素をリサイクルし、目的生成物の蒸発を防止して工程の安定性、経済性を向上させることができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 5 3 】

【 図 1 】 本発明の一実施形態による解圧運転方法に適用される装置を概略的に示す模式図である。

50

【発明を実施するための形態】

【0054】

以下、発明の具体的な実施例によって発明の作用および効果をより詳しく説明する。ただし、下記の実施例は、本発明を例示するためのものに過ぎず、発明の権利範囲がこれによって定まるものではない。

【実施例】

【0055】

<実施例>

実施例 1

液相原料としてジオクチルテレフタレート (DOTP)、2-エチルヘキサノール (2-EH) を 8 : 2 の重量比で混合した原料を 9 kg / hr で反応器に投入した (120、150 barg)。DOTP : 水素のモル比は 1 : 6 となるように水素圧縮機を用いて高圧で水素を反応器に投入した (約 20 ~ 40、150 barg)。水素化反応時の圧力は 150 barg、温度は 150 で ASPEN ツールを用いて工程を構成した。

10

【0056】

水素化反応器から排出される反応生成物を第 1 気相 - 液相分離器に投入し (約 150、150 barg)、第 1 気相 - 液相分離器の運転圧力は 150 barg、第 1 気相 - 液相分離器から排出される気相 (水素) / 液相の圧力はコントロールバルブを用いて 20 ~ 25 barg に設定した。

【0057】

その後、第 1 気相 - 液相分離器の下部から排出される第 1 溶液は第 2 気相 - 液相分離器に投入した。第 2 気相 - 液相分離器の運転圧力は 20 ~ 30 barg、第 2 気相 - 液相分離器の下部から排出される溶液の圧力はコントロールバルブを用いて常圧 (1 barg) に設定した。

20

【0058】

実施例 2

実施例 1 で、第 2 気相 - 液相分離器の下部から排出される溶液の圧力を -0.9 barg に設定したことを除いては実施例 1 と同様に構成した。

【0059】

実施例 3

実施例 1 で、第 2 気相 - 液相分離器の下部から排出される溶液に含まれている水素を水素圧縮機を通して 20 barg に昇圧後、リサイクルしたことを除いては実施例 1 と同様に構成した。

30

【0060】

比較例 1

実施例 1 で、第 2 気相 - 液相分離器を除去し、第 1 気相 - 液相分離器の下部から排出される溶液の圧力を 0 ~ 5 barg に設定したことを除いては実施例 1 と同様に構成した。

【0061】

比較例 2

比較例 1 で第 1 気相 - 液相分離器の前段に冷却器を設置し、反応生成物を、冷却器を経て第 1 気相 - 液相分離器に投入したことを除いては比較例 1 と同様に構成した。

40

【0062】

【表 1】

表1.

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2
反応生成物内水素の比率 (溶存水素量/ 総水素の投入量)	9.8%	9.8%	9.8%	9.8%	9.8%
水素回収率 ¹⁾	77%	90%	97%	0.0%	0.0%
水素排出濃度 ²⁾	0.032%	0.011%	0.004%	0.140%	0.140%

*¹⁾水素回収率=(気相-液相分離器の上部からの排出水素量/反応生成物内溶存水素量)*100

*²⁾実施例;第2気相-液相分離器の下部から排出された溶液内水素濃度(重量%)、比較例;第1気相-液相分離器の下部から排出された溶液内水素濃度(重量%)。

【0063】

上記表1を参照すると、実施例のフタレート化合物の水素化方法では、2段の解圧段階により反応生成物内溶存水素の約70%以上を安定的に回収することができ、最終的に気相-液相分離器の下部から排出される水素の濃度を低減することができた。反面、1段の気相-液相分離器からなる比較例では気相で水素を回収できず、下部から排出される水素の濃度も実施例に比べて高いことを確認することができた。これによって、本発明のフタレート化合物の水素化方法は、工程の安定性が高く、水素回収率が増加したことを確認することができた。

【符号の説明】

【0064】

- a・・・水素圧縮機
- b・・・熱交換器
- c・・・高圧ポンプ
- d・・・熱交換器
- e・・・反応器
- f・・・第1気相-液相分離器
- g・・・第2気相-液相分離器
- h・・・熱交換器
- 1、11、2・・・気相原料
- 3、33、4・・・液相原料
- 5・・・反応生成物
- 6、8、10・・・気相物質
- 7・・・第1溶液
- 9・・・第2溶液

10

20

30

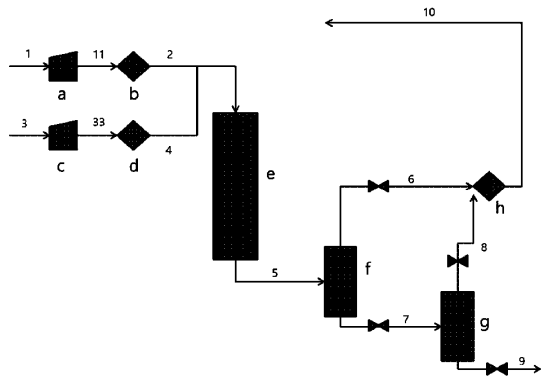
40

50

【図面】

【図 1】

[図1]



10

20

30

40

50

フロントページの続き

ン - グ・ガジョン - ロ・76

(72)発明者

ヒョ・スク・キム

大韓民国・テジョン・34128・ユソン - グ・ガジョン - ロ・76

(72)発明者

ソンミン・バク

大韓民国・テジョン・34128・ユソン - グ・ガジョン - ロ・76

審査官

藤代 亮

(56)参考文献

中国特許出願公開第106518608(CN, A)

特表2016-539106(JP, A)

特表2018-504268(JP, A)

特公昭47-003110(JP, B1)

中国特許出願公開第108940305(CN, A)

米国特許出願公開第2020/0283369(US, A1)

米国特許出願公開第2020/0361846(US, A1)

特表2021-511288(JP, A)

特表2021-511287(JP, A)

特開2020-124663(JP, A)

(58)調査した分野

(Int.Cl., DB名)

C07C 67/303

C07C 69/75