



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0057230
(43) 공개일자 2011년05월31일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) Int. Cl.
C01B 7/07 (2006.01) C07D 301/02 (2006.01)
C07D 303/08 (2006.01) C08G 59/02 (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2011-7008270</p> <p>(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년09월11일
심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2011년04월11일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/EP2009/061812</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2010/029153
국제공개일자 2010년03월18일</p> <p>(30) 우선권주장
0856138 2008년09월12일 프랑스(FR)</p> | <p>(71) 출원인
솔베이(소시에떼아노님)
벨기에왕국 브뤼셀스 비-1050 뤼 두 프린스 알버트 33</p> <p>(72) 발명자
크라프트, 필립
벨기에 베-1640 로드 생 제네스 21아 아브뉴 시몬느
길보, 파트릭
벨기에 베-7090 브렌느-르-콩트 20 슈맹 드 라 폰트넬</p> <p>(74) 대리인
양영준, 김영</p> |
|---|--|

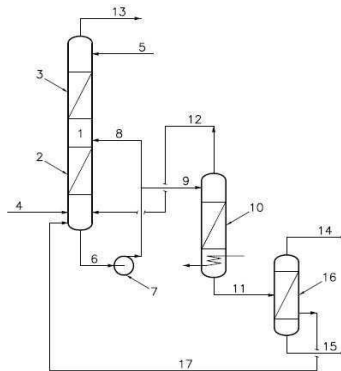
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 염화수소의 정제 방법

(57) 요약

염화수소를 1종 이상의 클로로히드린이 함유된 세정제와 접촉시키는 단계를 적어도 하나 포함하는, 염화수소의 정제 방법.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

염화수소를 1종 이상의 클로로히드린이 함유된 세정제(scrubbing agent)와 접촉시키는 단계를 적어도 하나 포함하는, 염화수소의 정제 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 염화수소의 적어도 일부가 기체 상태에 있는 것인 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 염화수소가 방향족 유기 화합물을 함유하는 것인 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 염화수소가 유기 이소시아네이트 제조 공정의 부산물인 것인 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 염화수소는 포스젠을 유기 아민과 반응시키는 유기 이소시아네이트 제조 공정의 부산물인 것인 방법.

청구항 6

제3항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 방향족 유기 화합물이 클로로방향족 화합물인 것인 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 클로로히드린이 모노클로로프로판디올, 디클로로프로판올 및 이들의 혼합물 중에서 선택되는 것인 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 세정제는 물, 알코올, 알데하이드, 케톤, 카복실산, 카복실산 에스테르, 에테르, 할로젠화 탄화수소, 에폭사이드, 금속물 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택된 1종 이상의 화합물을 부가적으로 함유하는 것인 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 세정제가 액체 상태의 디클로로프로판올로 실질적으로 이루어진 것인 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 세정제와 접촉시키는 단계를 10 내지 120℃의 온도 및 1 내지 20 bar바의 절대 압력에서 수행하는 방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 세정제의 유량이 정제 대상 염화수소의 유량에 대해 0.5 내지 50 중량%인 것인 방법.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 염화수소를 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 염화수소첨가 반응에 사용하기 위한 것인 방법.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 방법을 수행함으로써 정제된 염화수소를 얻는 단계와; 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소, 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이 둘의 혼합물을, 상기 정제된 염화수소-함유 염소화제와 반응시켜 클로로히드린을 얻는 단계를 포함하는, 클로로히드린의 제조 방법.

청구항 14

제13항에 따른 방법을 수행함으로써 클로로히드린을 얻는 단계와; 상기 클로로히드린을 탈염화수소 반응시키는 단계를 포함하는, 에폭사이드의 제조 방법.

청구항 15

제14항에 따른 방법을 포함하며, 에폭사이드는 에피클로로히드린이고, 에피클로로히드린을 모노알콜, 모노카복실산, 폴리올, 폴리아민, 아미노알콜, 폴리이미드, 폴리아미드, 폴리카복실산, 암모니아, 아민, 폴리아미노아미드, 폴리이민, 아민염, 인산, 인산염, 옥시염화인, 인산 에스테르, 포스폰산, 포스폰산의 에스테르, 포스폰산염, 포스핀산, 포스핀산의 에스테르, 포스핀 산화물, 포스핀, 에톡실화 알콜, 알킬렌 또는 페닐렌 산화물, 그리고 이들 화합물 중 2종 이상의 혼합물에서 선택된 화합물 1종 이상과 반응시키거나; 또는 본 발명에 따른 에피클로로히드린을 단독중합시키거나; 또는 에피클로로히드린을, 물을 이용하거나, 또는 선택적으로 할로겐화될 수 있고/있거나 또는 후속 단계에서 할로겐화될 수 있는 산화에테르 결합 및/또는 이중 결합을 갖는 디- 또는 폴리-하이드록실화 화합물을 이용한 올리고머화, 공-올리고머화, 축합, 탈염화수소 반응 및 가수분해 반응시키거나; 또는 에피클로로히드린을 물과 반응시키는 것인,

에폭시 수지; 글리시딜 에테르; 글리시딜 에스테르; 글리시딜 아미드; 글리시딜 이미드; 글리시딜 아민; 응집제, 습윤강화 수지, 양이온화제, 난연제 또는 세제 성분으로 사용될 수 있는 생성물; 에피클로로히드린 엘라스토머; 할로겐화 폴리에테르-폴리올; 모노클로로프로판디올; 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 에폭시 유도체의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 특허출원은 2008년 9월 12일에 출원된 특허출원 FR 0856138의 이점을 주장하며, 그 전체 내용이 본원에 참조로써 통합된다.

[0002] 본 발명은 염화수소(HCl)의 정제 방법에 관한 것이다. 더 구체적으로는 방향족 유기 화합물, 특히 염화 방향족 화합물을 포함하는 염화수소 기체를 정제하는 방법에 관한 것이다. 또한 본 발명에 따른 정제 방법을 통해 수득된 염화수소를 사용하여 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소에 염화수소를 첨가함으로써 클로로히드린을 제조하는 방법에 관한 것이다. 또한 수득된 클로로히드린으로부터 염화수소를 제거함으로써 에폭사이드를 제조하는 방법, 그리고 상기 에폭사이드로부터 유도된 생성물을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0003] 대다수의 산업 화학 공정들은 부산물로 염화수소, 특히 염화수소 가스를 생성한다. 가장 흔히 실행되고 있는 공정들 중에는, 염화비닐의 제조, 2개 이상의 탄소 원자를 함유한 분자인 클로로메탄 및 염화용액의 제조, 이소시아네이트의 합성, 그리고 불소화 탄화수소의 합성을 언급할 수 있다.

[0004] 다량의 염화수소를 제조하는 일은 다른 공정들을 위한 원료로 염화수소를 재사용해야 할 때 정제 상의 문제를 일으킨다.

[0005] 염화수소가 예를 들어 디이소시아네이트, 톨루엔 디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄 디이소시아네이트 또는 헥사메틸렌-1,6-디이소시아네이트의 제조 공정으로부터 유래된 경우에, 이러한 염화수소는 모노클로로벤젠 및 디클로로벤젠과 같은 방향족 유기 화합물로 오염되어 있다.

[0006] 따라서, 에피클로로히드린의 제조와 관련하여, 글리세롤에 염화수소를 첨가하여(hydrochlorination) 얻어지는 디클로로프로판올을 염기로 탈염화수소시키는(alkaline dehydrochlorination) 합성 과정은, 에피클로로히드린 및 그로부터 유도되는 생성물들에서 염화수소의 오염물질 발생을 방지하기 원한다면, 염화수소 첨가 단계에서,

미리 정제된 염화수소를 사용하는 것이 필요하다는 것이 밝혀졌다.

- [0007] 종래 기술에서 제안된 염화수소 정제 방법은 몇가지 단점을 가진다.
- [0008] 프랑스 특허 1417388에 언급된 바와 같은 용매 세정 공정(solvent scrubbing processes)은, 세정에 사용된 화합물이 결과적으로는 염화수소를 오염시킨다는 것과, 염화수소가 여전히 상기 화합물의 액상에 적어도 부분적으로 용해될 수 있다는 사실과 연관되어 이러한 화합물의 폐기가 문제점을 야기시킨다는 단점을 가진다.
- [0009] 에틸렌 옥시염소화 반응에서 반응물로서 사용될 수 있는 염화수소를 1,2-디클로로에탄으로 정제함으로써 염화수소를 정제하는 다른 방법이 특허문헌 FR 2 881 732에 언급되어 있다.
- [0010] 특허문헌 EP-B-0 774 450에 언급된 바와 같이, 응축 단계를 포함하는 분별 증류법, 적합한 액체 또는 고체에 의한 흡착법 또는 흡수법, 및 촉매 수소화 반응 또는 산화 반응을 이용한 방법들은 때때로, 사용되는 장치의 복잡함과 관련되거나, 때때로는 사용된 흡착제 또는 흡수제(정제대상 염화수소 내에 존재하는 불순물을 결과적으로 많이 함유함)의 재생 필요성과 관련되거나, 그 밖에는 사용된 고비용의 수소화 촉매 또는 산화 촉매의 재생시켜야 하는 필요성과 관련된 단점들을 가진다.
- [0011] 특허문헌 EP-A-0 618 170에 기재된 바와 같이, 염화수소 기체를 염산으로 전환시킨 후에 염산을 음이온교환수지와 접촉시키는 단계로 구성되는 방법들은 복잡하고 비용이 많이 드는 해결책이다.
- [0012] 특허문헌 US-A-2004/016411에 기재된 바와 같이, 2 단계 응축반응(가장 저온의 응축 상을 제2 단계로부터 제1 단계로 재순환시킴)에 의지하는 정제 방법들에서는 에너지 소비가 높은 값비싼 냉각 유닛을 포함하는 복잡한 장치가 이용된다. 게다가, 이러한 유형의 정제 방법의 효율성은, 응축 반응이 이루어진 온도에서, 제거 대상 화합물의 증기압에 의해 제한받는다.

발명의 내용

- [0013] 본 발명은 이러한 단점들이 없는 염화수소 정제 방법을 제공하는 데에 목적이 있다.
- [0014] 따라서 본 발명은, 제1 양상에 있어서, 염화수소를 정제하는 방법에 관한 것으로, 상기 염화수소를 1종 이상의 클로로히드린이 함유된 세정제와 접촉시키는 단계를 적어도 하나 포함한다.
- [0015] 염화수소는 액체, 기체, 수용액 또는 이들 형태 중 둘 이상이 조합된 형태로 있을 수 있다. 염화수소는 종종 기체 상태로 존재한다.
- [0016] 염화수소는 다양한 종류의 불순물을 함유할 수 있다. 이들 불순물은 유기 화합물, 무기 화합물 또는 이들의 혼합물일 수 있다. 염화수소는 종종 유기 화합물을 함유하며, 흔히 방향족 유기 화합물을 함유한다.
- [0017] 염화수소 내 불순물의 함량은 중량 기준으로 일반적으로는 100 ppm 이상, 보통 1000 ppm 이상, 종종 10,000 ppm 이상이다. 이 함량은 보통 10 중량% 이하, 자주는 5 중량% 이하, 많은 경우에 2 중량% 이하이다.
- [0018] 바람직하게 본 발명에 따른 방법은 방향족 유기 화합물을 이용한 합성공정으로부터 취득되는 염화수소를 정제시키는 데 적용된다. 이러한 원인으로 인해, 염화수소에는 표준 비점이 일반적으로 100℃를 상회하는 방향족 유기 화합물 1종 이상이 불순물로 함유되어 있으며, 이들 화합물은 적어도 부분적으로 세정제 중에 용해되거나 또는 세정제와 혼화될 수 있다. 바람직하게, 정제 대상 염화수소는 유기 이소시아네이트 제조 공정의 부산물이다. 더 바람직하게, 정제 대상 염화수소는 포스젠(phosgene)을 유기 아민과, 보통은 방향족 아민과, 바람직하게는 방향족 디아민과 반응시키는 유기 이소시아네이트 제조 공정의 부산물이다. 이러한 특정 경우에, 불순물은 본 제조 공정에서 용매로 사용되는 클로로방향족 화합물로, 통상 모노클로로벤젠 및 디클로로벤젠인 경우가 가장 흔하다. 디클로로벤젠은 1,2-디클로로벤젠, 1,3-디클로로벤젠, 1,4-디클로로벤젠 및 이들 이성질체 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0019] 염화수소 내 클로로방향족 불순물의 함량은 중량을 기준으로 일반적으로는 100 ppm 이상, 보통 1000 ppm 이상, 종종은 10,000 ppm 이상이다. 이 함량은 보통 10 중량% 이하, 자주는 5 중량% 이하, 많은 경우에 2 중량% 이하이다.
- [0020] 본 명세서에서, "1종 이상의 클로로히드린이 함유된 세정제" 또는 간단하게 "세정제"란 표현은 클로로히드린의 적어도 일부분이 액체 상태로 존재하는 조성물을 의미하는 것으로 이해하면 된다.
- [0021] 본 발명에 따라 사용가능한 세정제에는 주로 액체 상태로 있는 1종 이상의 클로로히드린이 종종 함유된다.

- [0022] 본원에서 사용된 "클로로히드린"이란 표현은 각종 포화 탄소원자들에 각각 부착된 하이드록실기 1개 이상 및 염소 원자 1개 이상을 함유하는 화합물을 설명하고자 사용된다. 클로로히드린은 클로로에탄올, 클로로프로판올, 클로로프로판디올, 디클로로프로판올 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다. 클로로히드린은 일반적으로 모노클로로프로판디올, 디클로로프로판올 및 이들의 혼합물 중에서 선택된다. 모노클로로프로판디올이 종종 사용된다. 디클로로프로판올이 매우 적합하다. 특히 사용되는 클로로히드린은 2-클로로에탄올, 1-클로로프로판-2-올, 2-클로로프로판-1-올, 1-클로로프로판-3-올, 1-클로로프로판-2,3-디올, 2-클로로프로판-1,3-디올, 1,3-디클로로프로판-2-올, 2,3-디클로로프로판-1-올, 선형 또는 환형 구조의 디글리세롤과 같은 폴리글리세롤의 클로로히드린, 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택된다. 종종 사용되는 클로로히드린은 디글리세롤 모노클로로히드린, 디글리세롤 디클로로히드린, 디글리세롤 트리클로로히드린, 1-클로로프로판-2,3-디올, 2-클로로프로판-1,3-디올 및 이들 중 2종 이상의 혼합물이다. 자주 사용되는 클로로히드린은 1,3-디클로로프로판-2-올, 2,3-디클로로프로판-1-올 및 이들의 혼합물이다.
- [0023] 상기 세정제 내에, 정제 대상 염화수소에 존재하는 불순물(들)을 용해할 수 있는 다른 화합물들이 존재하거나 또는 이러한 불순물(들)을 포함한 액체 혼합물을 형성할 수 있는 다른 화합물들이 존재한다는 점을 본 발명의 적용범위로부터 완전히 배제하지는 않는다.
- [0024] 세정제 내 클로로히드린의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 100g 이상, 보통 200g 이상, 습관적으로는 300g 이상, 많은 경우에 400g 이상, 종종 500g 이상이다. 이 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 950g 이하, 종종 900g 이하, 자주는 800g 이하, 많은 경우에 700g 이하이다.
- [0025] 또한 세정제 내 클로로히드린의 함량은 세정제 1kg 당 950g 이상, 때때로 990g 이상, 특정 경우에는 999g 이상일 수 있다. 주로 1종 이상의 클로로히드린으로 구성된 세정제가 특히 적합하다. 주로 디클로로프로판올로 구성된 세정제가 아주 특히 적합하다.
- [0026] 가장 구체적으로는, 실질적으로 세정제가 액체 상태의 클로로히드린으로 구성된다는 것이며, 더 구체적으로 이는 클로로히드린을 생성하기 위해 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 염화수소첨가 반응을 위한 방법에서 정제 대상 염화수소를 사용하고자 하는 경우에 해당된다. 이 경우, 본 발명의 방법의 본질적인 이점은 클로로히드린이 염화수소첨가 반응 동안에 형성되는 화합물이기 때문에 이러한 클로로히드린의 존재는 전혀 문제가 되지 않는다는 사실에 있다.
- [0027] 본 발명에 따른 세정제는 물, 알코올, 알데하이드, 케톤, 카복실산, 카복실산 에스테르, 에테르, 할로겐화 탄화수소, 에폭사이드, (금속 상태에 있거나 또는 염의 상태로 있는) 금속물, 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택된 화합물 1종 이상을 추가로 더 함유할 수 있다. 클로로히드린은 알코올이나, 또는 할로겐화 탄화수소나, 또는 에테르나, 또는 에스테르로 간주되지 않는다. 이 경우는, 세정제가 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 염화수소첨가 반응을 통해 클로로히드린을 제조하는 방법 중 피저 단계로부터 유래될 때에 해당된다.
- [0028] 세정제 내 물의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.01g 이상, 보통 0.1g 이상, 흔히 1g 이상, 종종 5g 이상, 자주는 10g 이상, 특히 20g 이상이다. 이러한 물 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 300g 이하, 보통 200g 이하, 흔히는 150g 이하, 종종 100g 이하, 자주는 70g 이하, 특히 50g 이하이다.
- [0029] 알코올은 모노알코올, 디올, 디올을 제외한 폴리올, 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0030] 모노알코올은 2-프로판올, 알릴 알코올, 클로로에탄올(종종, 2-클로로에탄올), 클로로프로판올(종종, 3-클로로-1-프로판올), 클로로프로펜올(종종, 2-클로로프로펜올), 페놀 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0031] 세정제 내 모노알코올의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 흔히 0.01g 이상, 종종 0.02g 이상, 자주는 0.04g 이상, 특히 0.05g 이상이다. 이러한 모노알코올의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 20g 이하, 보통 10g 이하, 흔히 5g 이하, 종종 2g 이하, 자주는 1g 이하, 특히 0.1g 이하이다.
- [0032] 디올은 1,3-프로판디올, 1,2-프로판디올, 부탄디올 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0033] 세정제 내 디올의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 자주는 0.01g 이상이다. 이러한 디올의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 40g 이하, 보통 20g 이하, 흔히 10g 이하, 종종 5g 이하, 자주는 1g 이하, 특히 0.5g 이하이다.
- [0034] 디올을 제외한 폴리올의 예는 글리세롤이다.

- [0035] 세정제 내 디올을 제외한 폴리올의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.01g 이상, 흔히 0.1g 이상, 종종 1g 이상, 자주는 2g 이상, 특히 5g 이상이다. 디올을 제외한 폴리올의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 100g 이하, 보통 80g 이하, 흔히 60g 이하, 종종 50g 이하, 자주는 20g 이하, 특히 10g 이하이다.
- [0036] 알데하이드는 아세트알데하이드, 아크롤레인 및 이들의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0037] 세정제 내 알데하이드의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 흔히 0.01g 이상, 종종 0.015g 이상, 자주는 0.02g 이상, 특히 0.05g 이상이다. 이러한 알데하이드의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 10g 이하, 보통 5g 이하, 흔히 2g 이하, 종종 1g 이하, 자주는 0.5g 이하, 특히 0.1g 이하이다.
- [0038] 케톤은 아세톤, 부탄온(종종, 2-부탄온), 하이드록시아세톤, 클로로아세톤, 펜탄디온(종종, 2,3-펜탄디온), 사이클로펜탄온, 메틸사이클로펜텐온(종종, 2-메틸-2-사이클로펜텐-1-온) 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0039] 세정제 내 케톤의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 흔히 0.01g 이상, 종종 0.05g 이상, 자주는 0.1g 이상, 특히 0.5g 이상이다. 이러한 케톤의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 10g 이하, 보통 8g 이하, 흔히 6g 이하, 종종 4g 이하, 자주는 2g 이하, 특히 1g 이하이다.
- [0040] 카복실산은 모노카복실산, 폴리카복실산(종종, 디카복실산) 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다. 모노카복실산의 예로는 아세트산이 있다. 디카복실산의 예로는 아디프산이 있다.
- [0041] 세정제 내 카복실산의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.01g 이상, 흔히 0.1g 이상, 종종 0.5g 이상, 자주는 1g 이상, 특히 5g 이상이다. 이러한 카복실산의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 100g 이하, 보통 80g 이하, 흔히 60g 이하, 종종 40g 이하, 자주는 20g 이하, 특히 10g 이하이다.
- [0042] 카복실산 에스테르는, 클로로히드린 및 알코올과 함께, 앞서 언급된 산의 에스테르 중에서 선택될 수 있다. 특히, 이들 에스테르는 글리세롤의 아디프산염, 디글리세롤의 아디프산염, 모노클로로프로판디올의 아디프산염, 디클로로프로판올의 아디프산염, 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0043] 세정제 내 카복실산 에스테르의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.01g 이상, 보통 0.1g 이상, 흔히 1g 이상, 종종 5g 이상, 자주는 10g 이상, 특히 15g 이상이다. 이러한 카복실산 에스테르의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 500g 이하, 보통 300g 이하, 흔히 150g 이하, 종종 100g 이하, 자주는 50g 이하, 특히 20g 이하이다.
- [0044] 할로겐화 탄화수소는 모노클로로프로판(종종, 2-클로로프로판), 모노클로로프로펜(종종, 염화알릴), 디클로로프로판(종종, 1,3-디클로로프로판), 디클로로프로펜(종종, 시스-1,3-디클로로프로펜, 자주는 트랜스-1,3-디클로로프로펜), 트리클로로프로판(종종, 1,2,3-트리클로로프로판), 클로로브로모프로판 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0045] 세정제 내 할로겐화 탄화수소의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 흔히 0.01g 이상, 종종 0.05g 이상, 자주는 0.1g 이상, 특히 0.5g 이상이다. 이러한 할로겐화 탄화수소의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 20g 이하, 보통 10g 이하, 흔히 5g 이하, 종종 3g 이하, 자주는 2g 이하, 특히 1g 이하이다.
- [0046] 에폭사이드의 예로는 에피클로로히드린이 있다.
- [0047] 세정제 내 에폭사이드의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 흔히 0.01g 이상, 종종 0.05g 이상, 자주는 0.1g 이상, 특히 0.5g 이상이다. 이러한 에폭사이드의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 10g 이하, 보통 8g 이하, 흔히 6g 이하, 종종 4g 이하, 자주는 2g 이하, 특히 1g 이하이다.
- [0048] 에테르는 폴리글리세롤(종종, 디글리세롤이고, 자주는 선형 구조 또는 환형 구조의 디글리세롤) 및 이들의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0049] 세정제 내 에테르의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.005g 이상, 보통 0.01g 이상, 흔히 0.05g 이상, 종종 0.1g 이상, 자주는 0.5g 이상, 특히 1g 이상이다. 이러한 에테르의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 50g 이하, 보통 40g 이하, 흔히 30g 이하, 종종 20g 이하, 자주는 10g 이하, 특히 5g 이하이다.
- [0050] 금속 상태로 있거나 또는 염의 상태로 있는 금속물은 철, 니켈, 크롬, 칼슘, 나트륨 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.

- [0051] 세정제 내에, 금속 원소로 표현되는, 금속 상태로 있거나 또는 염의 상태로 있는 금속물의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 0.001g 이상, 보통 0.005g 이상, 흔히 0.01g 이상, 종종 0.05g 이상, 자주는 0.1g 이상, 특히 0.5g 이상이다. 이러한 금속물의 함량은 세정제 1kg 당 일반적으로 20g 이하, 보통 15g 이하, 흔히는 10g 이하, 종종 5g 이하, 자주는 2g 이하, 특히 1g 이하이다.
- [0052] 금속물은 금속염의 형태로 존재할 수 있다. 이들 염은 유기염이거나 또는 무기염일 수 있다. "무기염"이란 표현은 그 구성 이온들이 탄소-탄소 결합 또는 탄소-수소 결합을 함유하지 않는 염을 의미하는 것으로 이해하면 된다. "유기염"이란 표현은 그 구성 이온들 중 적어도 하나가 1개 이상의 탄소-탄소 결합 또는 1개 이상의 탄소-수소 결합을 함유하는 염을 의미하는 것으로 이해하면 된다. 금속염은 금속 염화물, 황산염, 황산수소, 수산화물, 탄산염, 탄산수소, 인산염, 인산수소, 질산염 또는 붕산염, 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다.
- [0053] 각종 불순물은 염화수소 내에서 액적(droplets), 고체 입자 또는 기체 분획의 형태로 존재하는 것이 유리할 수 있다.
- [0054] 본 발명에 따른 방법은 정제 대상 염화수소의 적어도 일부분을 기체 상태로 유지하기에 부합한, 종종은 정제 대상 염화수소 전체를 기체 상태로 유지하기에 부합한 임의의 압력에서 수행되는 것이 유리하다. 이 압력은 일반적으로 1 바 이상이며, 종종 5 바 이상이다. 이 압력은 보통 20 바 이하이며, 자주는 15 바 이하이다. 10 바에 가까운 압력이 매우 적합하다.
- [0055] 세정제 내 불순물의 용해 및/또는 흡수를 촉진시키기 위해 당해 기술분야의 숙련자라면 본 방법이 수행되는 온도를 쉽게 선택할 수 있으며, 정제 대상 염화수소에 불순물로서 존재하는 방향족 유기 화합물의 증기압 값을 고려하여 선택된다. 이 온도는 일반적으로 10℃ 이상, 종종 20℃ 이상, 자주는 50℃ 이상, 많은 경우에 75℃ 이상이다. 이 온도는 관례적으로 120℃ 이하, 종종 100℃ 이하, 때때로 90℃ 이하이다. 예를 들어 세정제가 주로 디클로로프로판올과 같은 클로로히드린으로 구성된 경우에는 상온(약 25℃)에 가까운 값이 매우 적합하다. 예를 들어 세정제가 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 염화수소첨가 반응을 통한 클로로히드린의 제조 방법 중 퍼징 단계로부터 유래되는 경우에는 80℃에 가까운 값이 매우 적합하다.
- [0056] 세정제 및 정제 대상 염화수소의 각 유량 사이의 비율은 중요하지 않으며 넓은 범위에 걸쳐 변화될 수 있다. 실무에서 이러한 비율은 세정제의 가능한 재생 비용에 의해서만 제한된다. 정제 대상 염화수소의 유량에 대한 중량%로 표현되는 세정제의 유량은 일반적으로 0.5 이상, 종종 1 이상, 자주는 2 이상이다. 이 유량은 보통 50 이하, 자주는 20 이하, 종종 10 이하이다.
- [0057] 세정제 및 정제 대상 염화수소 각 함량(quantity) 사이의 비율은 중요하지 않으며 넓은 범위에 걸쳐 변화될 수 있다. 실무에서 이러한 비율은 세정제의 가능한 재생 비용에 의해서만 제한된다. 정제 대상 염화수소의 함량에 대한 중량%로 표현되는 세정제의 함량은 일반적으로 0.5 이상, 종종 1 이상, 자주는 2 이상, 특히 10 이상이다. 이 양은 보통 80 이하, 자주는 60 이하, 종종 40 이하, 특히 20 이하이다.
- [0058] 본 발명에 따른 방법의 접촉 단계는 연속 모드, 반연속 모드 또는 회분식 모드에서 수행될 수 있다. "연속 모드"란 표현은 기체 상에 대한 운전 모드가 연속적이고, 액체 상에 대한 운전 모드가 연속적임을 나타내는 것으로 이해하면 된다. "반연속 모드"란 표현은 기체 상에 대한 운전 모드가 연속적이고, 액체 상에 대한 운전 모드가 회분식 모드임을 나타내는 것으로 이해하면 된다. "회분식 모드"란 표현은 기체 상에 대한 운전 모드가 회분식 모드이고, 액체 상에 대한 운전 모드가 회분식 모드임을 나타내는 것으로 이해하면 된다. 반연속 또는 연속 모드로 수행하는 것이 바람직하다. 연속 모드가 바람직하다.
- [0059] 본 방법을 회분식 모드에서 수행하는 경우, 세정제와 정제 대상 염화수소 사이의 접촉 단계 지속시간은 일반적으로 0.01분 이상, 종종 0.02분 이상, 자주는 0.05분 이상이다. 이 지속시간은 보통 60분 이하, 흔히 40분 이하, 자주는 20분 이하이다.
- [0060] 본 방법을 연속 모드에서 수행하는 경우, 세정제와 정제 대상 염화수소 사이의 접촉 단계 동안 기체 상의 체류 시간은 일반적으로 1초 이상, 종종 2초 이상, 자주는 3초 이상이다. 이 체류시간은 보통 120초 이하, 흔히 90초 이하, 자주는 60초 이하이다.
- [0061] 본 방법을 연속 모드에서 수행하는 경우, 세정제와 정제 대상 염화수소 사이의 접촉 단계 동안 액체 상의 체류 시간은 일반적으로 10초 이상, 종종 15초 이상, 자주는 20초 이상이다. 이 체류시간은 보통 60분 이하, 흔히 50분 이하, 자주는 45분 이하이다.

- [0062] 본 방법을 반연속 모드에서 수행하는 경우, 세정제와 정제 대상 염화수소 사이의 접촉 단계 동안 기체 상의 체류시간은 일반적으로 1초 이상, 종종 2초 이상, 자주는 3초 이상이다. 이 체류시간은 보통 120초 이하, 흔히 90초 이하, 자주는 60초 이하이다.
- [0063] 세정제와의 접촉 단계 이전에 정제 대상 염화수소 내 존재하며 접촉 단계가 끝난 후에 세정제 내에서 발견되는 불순물의 비율은 일반적으로 50% 이상, 많은 경우에 60% 이상, 흔히는 70% 이상, 종종 80% 이상, 보통 90% 이상, 자주는 99% 이상, 더 종종 99.99% 이상, 대부분의 경우에 99.999% 이상이다.
- [0064] 본 발명에 따른 방법은 염화수소를 세정제와 접촉시키는 단계를 적어도 하나 포함한다. 바람직하게, 또한 연속 모드로 수행하는 경우, 본 방법은 2 단계로 수행된다; 따라서 이들 중 한 단계는 세정제의 루프 흐름(재순환)을 포함하고, 나머지 단계는 순수 세정제의 공급을 포함한다. 이 경우, 정제 대상 염화수소 유량에 대한 중량%로 표현되는 순수 세정제의 유량은 일반적으로 0.1 이상, 종종 1 이상, 자주는 3 이상이다. 이러한 유량은 흔히 20 이하, 종종 10 이하, 많은 경우에 7 이하이다. 5 중량%에 가까운 유량이 매우 적합하다.
- [0065] 그런 후에는 세정제를 포함한 액체 혼합물 또는 용액(하기 설명에서 분획(f)으로 표시됨)(이때, 세정제는 정제 대상 염화수소로부터 추출된 불순물과, 상기 세정제에 용해되거나 또는 세정제와 혼합된 염화수소 부분을 다량 함유함)을 적어도 부분적으로는 임의의 공지된 수단을 통해 처리함으로써, 특히 염화수소 및/또는 추출된 불순물을 예컨대 세정(scrubbing), 중화, 침전, "전량여과" 방식 또는 "교차여과" 방식의 여과에 의해서, 또는 세라믹 분리막과 같은 분리막을 통한 예컨대 증류, 흡수, 탈거 등에 의해서 세정제로부터 분리시킬 수 있다. 이 처리는 이들 수단 중 한 가지를 통해서나 또는 두 가지 이상을 조합하여 수행될 수 있다. 특히 탈거처리, 침전처리 또는 여과처리일 때는 이들 수단 중 한 가지를 하나 이상의 장치에서 구체적으로 실행할 수 있다. 탈거처리의 경우에는 1개 이상의 탈거탑에서, 종종 수 개의 탈거탑에서, 자주는 2개의 탈거탑에서 수행될 수 있다.
- [0066] 분획(f)의 전부 또는 적어도 일부를 탈거 조작함으로써, 다량의 불순물이 함유된 세정제로부터 염화수소를 분리시키는 것이 바람직하다. 바람직하게는, 분획(f)의 일부만을 탈거 조작한다. 이 목적을 위해, 분획(f)을 액체 분획(f1) 및 액체 분획(f2)으로 분할시키는 것이 유리하다. 이러한 분할은 액체 스트림을 둘로 분리시키고 그 결과로 얻은 흐름을 조절하는 임의의 공지된 장치(예컨대 유량제어 밸브를 구비한 T자형 분기관(tee fitting))를 이용하여 수행될 수 있다. 본 발명에 따른 정제 방법이 연속 모드에서 수행되는 경우에는, 염화수소와 세정제가 접촉되는 단계로 분획(f1)을 재순환시키는 것이 유리하다. 분획(f2)("퍼지 스트림"이라고도 표시됨) 자체가 유리하게는 앞서 언급한 탈거 조작을 거치며, 이러한 탈거 조작 시, 한편으로는 세정제와 접촉되는 단계로 재순환될 수 있으며 상기 분획(f2)에 함유된 염화수소, 그리고 다른 한편으로는 본질적으로 다량의 불순물이 함유된 세정제의 잔류물로 주로 이루어졌고 하기 설명에서 잔류 퍼지 스트림으로 표시되는 퍼지 스트림의 잔여분이 분리된다.
- [0067] 세정제가 실질적으로 액체 상태의 클로로히드린으로 구성되는 제1 구현예에 의하면, 클로로히드린과, 클로로히드린의 비점보다 낮은 비점을 갖는 오염물질과, 클로로히드린의 비점보다 높은 비점을 갖는 오염물질을 증류법에 의해 분리하는 유닛으로 잔류 퍼지 스트림을 이송시켜 재사용하는 것이 유리할 수 있다. 이렇게 얻은 클로로히드린을 어떠한 목적으로든지 사용할 수 있으며, 바람직하게는 에폭사이드를 생성하기 위해 클로로히드린을 탈염화수소화 반응시킨다.
- [0068] 세정제가 실질적으로 폴리하이드록실화 탄화수소의 염화수소첨가 반응을 위한 공정으로부터의 액체 상태 퍼지 스트림으로 구성되는 제2 구현예에 의하면, 고온 산화반응이 수행되는 유닛으로 잔류 퍼지 스트림을 이송시켜 재사용하는 것이 유리할 수 있다. 퍼지 스트림의 탄화수소계 함량은 에너지의 형태로 재사용되고, 퍼지 스트림의 염화탄소계 함량은 염화수소로 전환된다. 이 염화수소를 염화수소 수용액의 형태로 재사용하거나 또는 세정제와의 접촉 단계로 반환시킬 수 있다.
- [0069] 세정제가 실질적으로 폴리하이드록실화 탄화수소의 염화수소첨가 반응을 위한 공정으로부터의 액체 상태 퍼지 스트림으로 구성되는 제3 구현예에 의하면, 고온 산화반응이 수행되는 유닛으로 퍼지 스트림(f2)을 이송시켜 재사용하는 것이 유리할 수 있다. 퍼지 스트림의 탄화수소계 함량은 에너지의 형태로 재사용되고, 퍼지 스트림의 염화탄소계 함량은 염화수소로 전환된다. 이 염화수소를 염화수소 수용액의 형태로 재사용하거나 또는 세정제와의 접촉 단계로 반환시킬 수 있다. 이 경우에는, 퍼지 스트림(f2)을 먼저 탈거 조작하지 않는다.
- [0070] 순수 세정제 공급의 질량 유량에 대한 분획(f2)의 질량 유량의 각 비율은 일반적으로 50% 이상, 종종 60% 이상, 자주는 70% 이상이다. 이 비율은 일반적으로 500% 이하, 종종 200% 이하, 자주는 160% 이하, 많은 경우에 140% 이하이다.

- [0071] 본 발명에 따른 정제 방법은 매우 효율적이다.
- [0072] 세정제와의 접촉 단계 이전에 정제 대상 염화수소 내에 존재하는 방향족 유기 불순물과, 이러한 접촉 단계가 끝난 후에 세정제 내에서 발견된 방향족 유기 불순물의 비율은 일반적으로 50% 이상, 많은 경우에 60% 이상, 흔히 70% 이상, 종종 80% 이상, 보통 90%, 자주는 99% 이상, 더 종종은 99.99% 이상, 대부분의 경우에 99.999% 이상이다.
- [0073] 본 방법은 정제된 염화수소 내 방향족 유기 불순물의 함량(level)을 흔히 500 ppm 미만으로, 일반적으로는 100 ppm 미만으로, 보통 50 ppm 미만으로, 많은 경우에는 25 ppm 미만으로, 종종 10 ppm 미만으로, 자주는 5 ppm 미만으로, 구체적으로는 1 ppm 미만으로, 특히는 0.5 ppm 미만으로 감소시킬 수 있도록 한다. 이 함량은 일반적으로 1 ppb 이상이다. 앞서 언급한 클로로방향족 화합물의 경우에는, 본 발명에 따른 방법을 통해, 정제된 염화수소 내의 잔류 성분이 10 ppm을 넘지 않도록 할 수 있다.
- [0074] 본 발명에 따른 방법은 염화수소를 사용하는 제조 공정으로부터 얻은 생성물이 염화수소 내에 존재하는 불순물에 의해 오염되지 않도록 할 수 있는 장점을 가진다.
- [0075] 염화수소를 세정제와 접촉시키는 단계는 임의 종류의 장치, 특히는 기체 및 액체를 접촉시키기 위한 장치에서 수행될 수 있다. 이러한 종류의 장치가 "Perry's Chemical Engineers' Handbook", Sixth Edition, McGraw Hill Inc., 1984, Section 18에 기재되어 있다.
- [0076] 이들 장치는 예를 들어 카본스틸, 무함침 그래파이트, 폴리머 물질(예컨대, 폴리에스테르)와 같은 임의 종류의 재료로 만들어지거나 도포될 수 있다.
- [0077] 일반적으로 이들 장치는 염화수소 정제 단계의 조건 하에서 내부식성인 물질로 만들어지거나 도포될 수 있다. 이러한 재료는 에나멜 스틸, 금속 합금, 금속, 중합체(polymers), 함침 그래파이트, 무함침 그래파이트, 내화재(refractory materials), 세라믹, 서멧(cermets), 페놀 수지 및 에폭시 수지 중에서 선택될 수 있다.
- [0078] 금속 합금은 종종 예를 들어 Hastelloy B2와 같은 Ni-Mo 합금이다.
- [0079] 금속은 탄탈륨, 금, 은, 몰리브덴 및 니켈 중에서, 바람직하게는 탄탈륨 및 몰리브덴 중에서 선택될 수 있되, 가장 바람직한 금속은 탄탈륨이다.
- [0080] 중합체는 종종 폴리올레핀, 불소중합체 및 황-함유 중합체 중에서 선택된다.
- [0081] 폴리올레핀은 바람직하게 폴리프로필렌 및 폴리에틸렌 중에서 선택되되, 바람직하게는 폴리프로필렌이다.
- [0082] 불소중합체는 완전히 또는 부분적으로 불소화될 수 있다. 부분적으로 불소화된 중합체로는 폴리비닐리덴 플루오라이드가 있다. 과불소중합체는 종종 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리(퍼플루오로프로필비닐 에테르), 및 테트라플루오로에틸렌과 헥사플루오로프로필렌의 공중합체 중에서 선택된다.
- [0083] 함침 그래파이트는 페놀 수지로 또는 폴리테트라플루오로에틸렌으로 함침된 그래파이트 중에서 선택될 수 있다.
- [0084] 바람직한 재료는 에나멜 스틸, 탄탈륨, 과불소중합체, 페놀 수지 및 함침 그래파이트 중에서 선택되는 것이 좋다.
- [0085] 특정의 일 양상에 따르면, 염화수소, 특히는 염화수소 기체를 정제시키는 장치는 한편으로 정제 대상 염화수소의 향류(countercurrent flow)와 다른 한편으로는 전술된 세정제의 향류를 구비한 1개 이상의 세정탑(scrubbing column)을 포함하며, 상기 세정탑은 차례로 적층된 두 구획(section)을 포함한다. 정제된 염화수소 기체는 탑의 상부에서 빠져 나간다. 탑의 저부에서는 세정제, 정제 대상 염화수소로부터 추출된 불순물(전술된 같음) 및 세정제에 용해되었거나 혼합된 염화수소 부분을 포함한 분획(f)이 수거된다.
- [0086] 두 구획을 포함하는 세정탑에서, 유리하게 제1 구획에는, 탑의 저부에서 배출되어 루프(loop)에 재순환되는, 전술된 분획(f)의 적어도 일부가 제공된다. 유리하게는, 재순환 시에 이 분획(f)을 이러한 목적을 위해 공지된 임의의 수단에 의해 완전히 또는 부분적으로 처리함으로써, 염화수소로부터 추출된 불순물이 다량 함유된 세정제를 상기 분획으로부터 분리시킬 수 있다. 이들 수단은 분획(f)의 처리와 관련하여 앞서 언급한 수단일 수 있다. 분획(f)을 1개 이상의 탈거탑에서 적어도 부분적으로 처리함으로써, 상기 분획을 세정탑의 제1 구획의 상부로 재순환시키기 전에 그로부터 불순물을 추출한다.
- [0087] 두 구획을 포함하는 세정탑에서, 제1 구획의 위에 배치된 제2 구획에는 순수 세정제를 제공하는 것이 유리하다.

- [0088] 세정탑에는 기체 상태의 정제 대상 성분(염화수소)과 액체 세정제 사이의 교환을 촉진하는 공지된 임의 종류의 충전재(packing material)가 구비될 수 있다. 유리하게는, 무기 충전재, 특히 석기(stoneware), 세라믹, 그래파이트 또는 금속 탄화물로 만들어진 충전재를 사용할 수 있으며, 바람직하게는 석기 또는 세라믹으로 만들어진 충전재를 사용할 수 있다. 가장 흔히 사용되는 재료에 대한 설명이 예를 들어 1988년에 VCH에 의해 출판된 Unit Operations II of Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth Completely Revised Edition의 volume B3의 8-20 페이지로부터 8-21 페이지까지의 3.4, 3.5 및 3.6 단락들에 나타나있다. 석기 또는 세라믹 충전재의 예로는, 라시히 링, Berl 새들, Intalox 새들, 세라믹 촉매 지지체(예컨대, Macro Trap형 지지체 및 Denstone형 지지체)가 언급될 수 있다. 두 구획을 포함하는 세정탑의 경우에는 라시히 링 또는 Berl 새들로 이루어진 충전재가 유리한 것으로 밝혀졌으며, 아주 높은 액체 유량이 종종 제1 구획을 통과하는 것을 고려해 볼 때는 Berl 새들로 이루어진 충전재가 더 특히 바람직하다. 단지 추가 세정제가 제공되는 제2 구획에 액체상과 기체상의 매우 양호한 접촉을 확실하게 하는 버블 트레이들이 구비되는 것이 유리할 수 있다.
- [0089] 제2 양상에서 본 발명은 또한 본 발명에 따른 정제 방법으로 수득한 염화수소를 이용하여, 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소, 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르, 또는 이 둘의 혼합물을 염화수소첨가 반응시켜 클로로히드린을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0090] 더 구체적으로, 본 발명은 또한 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소, 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이 둘의 혼합물과, 본 발명에 따른 정제 방법으로 수득한 염화수소를 포함하는 염소화제 사이의 반응을 통해서 클로로히드린을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0091] "폴리하이드록실화 지방족 탄화수소란" 표현은 2개의 상이한 포화 탄소 원자에 부착된 2개 이상의 하이드록실기를 함유하는 탄화수소에 관한 것이다. 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소는 2 내지 60개의 탄소 원자들을 함유할 수 있되, 이에 한정되지는 않는다.
- [0092] 하이드록실(OH) 관능기를 갖는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 탄소들 각각은 1개 보다 많은 OH기를 소유할 수 없으며, sp³ 혼성 구조이어야 한다. OH기를 갖는 탄소 원자는 1차, 2차 또는 3차일 수 있다. 본 발명에 사용되는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소는 OH기를 갖는 sp³ 혼성 구조의 탄소 원자를 2개 이상 함유하여야 한다. 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소는 인접 디올(1,2-디올) 또는 인접 트리올(1,2,3-트리올)(고차의 인접 또는 이웃 반복 단위들을 포함함)을 함유하는 임의의 탄화수소를 포함한다. 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 정의에는 예를 들어 1,3-, 1,4-, 1,5- 및 1,6-디올 관능기 중 하나 이상이 포함된다. 또한 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소는 폴리비닐 알코올과 같은 중합체일 수 있다. 예를 들어 같은자리(geminal) 디올은 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 부류에서 제외된다.
- [0093] 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소는, 예를 들어 할로젠, 황, 인, 질소, 산소, 실리콘 및 붕소 유형의 헤테로원자 및 이들의 혼합물을 비롯한 방향족 물질(aromatic entities) 또는 헤테로원자를 함유할 수 있다.
- [0094] 본 발명에 사용될 수 있는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소로는, 예를 들어, 1,2-에탄디올(에틸렌 글리콜), 1,2-프로판디올(프로필렌 글리콜), 1,3-프로판디올, 1-클로로-2,3-프로판디올(클로로프로판디올), 2-클로로-1,3-프로판디올(클로로프로판디올), 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 사이클로헥산디올, 1,2-부탄디올, 1,2-사이클로헥산디메탄올, 1,2,3-프로판트리올("글리세롤" 또는 "글리세린"으로도 알려짐) 및 이들의 혼합물이 포함된다. 바람직하게, 본 발명에 사용되는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소로는, 예를 들어, 1,2-에탄디올, 1,2-프로판디올, 1,3-프로판디올, 클로로프로판디올, 1,2,3-프로판트리올 및 이들 중 2종 이상의 혼합물이 포함된다. 더 바람직하게, 본 발명에 사용되는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소로는, 예를 들어, 1,2-에탄디올, 1,2-프로판디올, 클로로프로판디올, 1,2,3-프로판트리올 및 이들 중 2종 이상의 혼합물이 포함된다. 1,2,3-프로판트리올 또는 글리세롤이 가장 바람직하다.
- [0095] 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소 내에 존재할 수 있고/있거나, 클로로히드린의 제조 공정에서 생성될 수 있고/있거나, 클로로히드린의 제조 공정에 앞서 제조될 수 있다. 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르의 예로는 에틸렌 글리콜 모노아세테이트, 프로판디올 모노아세테이트, 글리세롤 모노아세테이트, 글리세롤 모노스테아레이트, 글리세올 디아세테이트 및 이들의 혼합물이 포함된다.
- [0096] "클로로히드린"이란 용어에 대해서는 위에 정의하였다. 2개 이상의 하이드록실기를 함유하는 클로로히드린 또한 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소이다. 그러므로, 본 발명에 따른 염화수소첨가 방법에서는 출발물질 및 반응 생성물 각각이 클로로히드린일 수 있다. 이 경우에, 클로로히드린 "생성물"은 초기의 클로로히드린보다 더 염소

화되어 있으며, 다시 말해, 클로로히드린 생성물은 초기의 클로로히드린보다 더 많은 염소 원자들과 더 적은 하이드록실기를 가진다.

- [0097] 매우 적합한 일 구현예에 의하면, 클로로히드린은 디클로로프로판올이며, 염화수소의 정제는 디클로로프로판올을 함유한 세정제와 접촉시킴으로써, 종종은 본질적으로 디클로로프로판올로 구성된 세정제와 접촉시킴으로써 이루어지고, 정제된 염화수소는 디클로로프로판올의 제조 공정(정제된 염화수소가 함유된 염소화제를 글리세롤과 반응시킴)에 사용된다.
- [0098] 역시 매우 적합한 다른 한 구현예에 의하면, 염화수소의 정제는 상기 디클로로프로판올의 제조 공정으로부터의 퍼지 스트림을 함유한 세정제와 접촉시킴으로써, 종종은 이러한 퍼지 스트림으로 본질적으로 구성된 세정제와 접촉시킴으로써 이루어진다.
- [0099] 통상 이러한 퍼지 스트림은 1kg 당 150 내지 650g의 모노클로로프로판디올, 1 내지 70g의 글리세롤, 50 내지 350g의 디클로로프로판올, 100g 이하의 물, 25 내지 130g의 디글리세롤 디클로로히드린, 5 내지 25g의 디글리세롤 모노클로로히드린 및 20 내지 200g의 모노클로로프로판디올 에스테르를 포함한다. 폴리히드록실화 지방족 탄화수소 및 정제된 염화수소-함유 염소화제 사이의 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 출원 WO 2005/054167의 8 페이지 25번째 줄부터 10 페이지 10번째 줄까지에 기재된 바와 같은 온도, 압력, 지속시간 및 체류시간 조건들 하에 수행될 수 있다.
- [0100] 제2 양상의 바람직한 일 변형예에서, 본 발명은 또한 본 발명에 따른 정제 방법으로 수득한 염화수소를 이용하여, 글리세롤, 글리세롤의 에스테르, 또는 이 둘의 혼합물을 염화수소첨가 반응시켜 디클로로프로판올을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0101] 상기 변형예에서, 글리세롤은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2009/077528의 1 페이지 31번째 줄부터 3 페이지 24번째 줄까지에 기재된 바와 같이, 일반적으로 질소 화합물들, 보통은 질소 화합물 1종 이상을 함유한다. 질소 화합물은 유기 질소화합물이거나 또는 무기 질소화합물일 수 있다.
- [0102] 유기 질소화합물은 식물 유래의 세포에 존재하는 화합물일 수 있다. 이들은 종종 아민, 우레아, 단백질, 펩타이드, 아미노산, 핵산, 글루코시노레이트, 이들의 분해 생성물(예컨대, 이소티오시아네이트, 티오시아네이트, 니트릴, 옥사졸리딘티온(oxazolidinethiones), 질소-함유 포스포리피드(phospholipids), 클로로필, 페오파이틴(pheophytines), 시나핀(sinapine) 및 이들 중 2종 이상의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0103] 질소-함유 포스포리피드의 예로는 포스파티딜 콜린, 포스파티딜 세린 및 포스파티딜 에탄올아민이 있다.
- [0104] 펩타이드 또는 단백질을 함유하지 않거나 이들의 일부가 될 수 있는 아미노산의 예로는 알라닌, 아르기닌, 아스파르트산, 시스틴, 글루탐산, 글리신, 히스티딘, 이소루신, 루이신, 리신, 메티오닌, 페닐알라닌, 프롤린, 세린, 트레오닌, 트립토판, 티로신, 발린 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0105] 글루코시노레이트의 예로는 시니그린, 글루코나핀, 글루코브라시카나핀, 글리코루신, 글루코베르테로인, 글루코라파닌, 글루코알리신, 글루코나스투틴, 프로고이트린, 나플레이페린, 글루코브라시신(glucobrassicine), 네오글루코브라시신 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0106] 무기 질소화합물은 암모니아, 하이드라진, 클로르아민(chloramines), 암모늄 무기염, 질산염, 아질산염, 시아네이트, 이소시아네이트, 암모늄 이소티오시아네이트, 금속 이소티오시아네이트 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 자주 선택된다.
- [0107] 글리세롤 내의 총 질소 함량(N g/ 글리세롤 kg으로 표현됨)은 일반적으로 0.001 이상, 보통은 0.005 이상, 종종 0.01 이상, 더 종종 0.5 이상이다. 이 함량은 일반적으로 5 이하, 자주는 2 이하, 더 자주는 1 이하이다.
- [0108] 질소 함량은 화학발광 기법(chemiluminescence technique)을 통해 측정하였다.
- [0109] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 일반적으로 황화합물을 함유한다. 황 화합물은 유기 황화합물이거나 또는 무기 황화합물일 수 있다.
- [0110] 유기 황화합물의 예로는 황-함유 아미노산(예컨대, 메티오닌, 시스테인 및 시스틴), 펩타이드 또는 단백질을 함유하지 않거나 이들의 일부가 될 수 있는 조성물, 글루코시노레이트, 이들의 분해 생성물(예컨대, 이소티오시아네이트 및 티오시아네이트), 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0111] 무기 황화합물의 예로는 황산염-, 황산수소-, 아황산염-, 아황산수소-, 황화물-, 황화수소-함유 화합물, 및 이

들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다. 무기 황화합물은 종종 황산염-함유 화합물이다.

- [0112] 글리세롤 내 황의 총 함량(S g/글리세롤 kg으로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종 0.01 이상이다. 이 함량은 일반적으로 15 이하, 자주는 10 이하, 더 자주는 5 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다.
- [0113] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 일반적으로 인 화합물을 함유한다.
- [0114] 인 화합물은 유기 인 화합물이거나 또는 무기 인 화합물일 수 있다.
- [0115] 유기 인 화합물의 예로는 포스파티딜 콜린, 포스파티딜 에탄올아민, 포스파티딜 세린, 포스파티딜 리노시톨, 폴리포스포이노시타이드, 포스파티딜 글리세롤, 포스파타이드산 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물과 같은 글리세로포스포리피드가 있다.
- [0116] 무기 인 화합물의 예로는 인산염-, 인산수소-, 아인산염- 및 아인산수소-함유 화합물 및 이들의 혼합물이 있다. 무기 인 화합물은 종종 인산염-함유 화합물이다.
- [0117] 글리세롤 내 인의 총 함량(P g/글리세롤 kg으로 표현됨)은 일반적으로 0.00001 이상, 더 일반적으로는 0.0001 이상, 보통 0.001 이상, 종종 0.01 이상, 더 종종 0.5 이상이다. 이 함량은 일반적으로 20 이하, 자주는 15 이하, 더 자주는 10 이하, 훨씬 더 자주는 5 이하, 여전히 더 자주는 1 이하이다.
- [0118] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 일반적으로 무기 염소 화합물을 함유한다.
- [0119] 무기 염소 화합물의 예로는 염화물(chloride)-함유 화합물이 있다.
- [0120] 글리세롤 내 무기 염소의 총 함량(염화물 g/글리세롤 kg으로 표현됨)은 일반적으로 0.001 이상, 보통 0.05 이상, 종종 0.1 이상, 더 종종은 0.5 이상이다. 이 함량은 일반적으로 40 이하, 자주는 20 이하, 더 자주는 10 이하, 훨씬 더 자주는 5 이하, 여전히 더 자주는 1 이하이다.
- [0121] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2007/144335의 3 페이지 26번째 줄부터 31번째 줄까지에 기재된 모노알코올류와 같은 모노알코올을 또한 포함할 수 있으며, 보통은 1종 이상의 모노알코올을 포함한다.
- [0122] 모노알코올의 예로는 메탄올, 에탄올, 프로판올, 알릴알코올, 부탄올, 펜탄올, 헥산올, 헵탄올, 옥탄올, 메틸프로판올, 3-메틸부탄-1-올, 2-메틸부탄-1-올, 펜텐올, 헥센올, 2-페닐에탄올 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0123] 글리세롤 내 모노알코올의 함량(메탄올 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.01 이상, 더 종종은 0.1 이상, 훨씬 더 종종은 0.5 이상, 여전히 더 종종은 1 이상, 특히는 10 이상이다. 이 함량은 일반적으로 500 이하, 자주는 300 이하, 더 자주는 200 이하, 훨씬 더 자주는 100 이하, 여전히 더 자주는 50 이하이다. 모노알코올은 종종 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, n-부탄올 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0124] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2009/000773의 1 페이지 30번째 줄부터 3 페이지 21번째 줄까지에 기재된 바와 같이 일반적으로 디올을 함유하며, 보통은 1종 이상의 디올을 함유한다.
- [0125] 디올의 예로는 1,2-에탄디올(에틸렌 글리콜), 1,2-프로판디올(프로필렌 글리콜), 1,3-프로판디올, 1,2-부탄디올, 2,3-부탄디올, 1,4-부탄디올 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0126] 글리세롤 내 디올의 함량(디올 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.01 이상, 더 종종은 0.1 이상, 훨씬 더 종종은 0.5 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하이다. 자주, 디올은 에틸렌 글리콜, 1,2-프로판디올, 1,3-프로판디올, 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 2,3-부탄디올 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0127] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2007/144335의 1 페이지 33번째 줄부터 3 페이지 25번째 줄까지에 기재된 바와 같이 일반적으로 글리세롤 알킬 에테르류를 함유하며, 보통은 1종 이상의 글리세롤 알킬 에테르를 함유한다.
- [0128] 글리세롤 알킬 에테르의 예로는 글리세롤의 모노-, 디- 및 트리에테르가 있으며, 이들의 알킬기는 독립적으로 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기, 펜틸기, 헥실기, 헵틸기 및 옥틸기로 이루어진 군에서 선택된다.

- [0129] 글리세롤 내 글리세롤 알킬 에테르의 총 함량(글리세롤 알킬 에테르 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.01 이상, 더 종종은 0.1 이상, 훨씬 더 종종은 0.5 이상, 여전히 더 종종은 1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 15 이하, 자주는 10 이하, 더 자주는 5 이하이다. 글리세롤 알킬 에테르는 종종 3-메톡시-1,2-프로판디올, 2-메톡시-1,3-프로판디올, 3-모노프로필렌디올 또는 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물 중에서 선택된다.
- [0130] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 출원 WO 2006/100315의 특허 7 페이지 11번째 줄부터 9 페이지 10번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 알칼리 금속 및/또는 알칼리토 금속 함량을 가질 수 있다.
- [0131] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 출원 WO 2006/100319의 특허 2 페이지 3번째 줄부터 8번째 줄까지와 6 페이지 20번째 줄부터 9 페이지 14번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 알칼리 금속 및/또는 알칼리토 금속 이외의 원소들을 함유할 수 있다.
- [0132] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 또한 금속물을 함유할 수 있으며, 종종 1종 이상의 금속물을 함유할 수 있다. 이러한 금속물은 금속 형태, 염, 또는 이들의 혼합물로서 존재할 수 있다. 이러한 금속물은 종종 원소 주기율표의 IA, IIA, IVB, VB, VIB, VIIB, VIIIB, IB, IIB, IIA, IVA, IVA, VIA족의 원소들에서 발견된다.
- [0133] 글리세롤 내 IA족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.1 이상, 더 종종은 1 이상, 훨씬 더 종종은 10 이상, 여전히 더 종종은 100 이상, 특히는 500 이상이다. 이 함량을 금속 g/글리세롤 kg로 표현하면, 일반적으로 50 이하, 보통 30 이하, 자주는 10 이하, 더 자주는 5 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다. IA족 금속은 종종 Na, K 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0134] 글리세롤 내 IIA족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.005 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상, 여전히 더 종종은 0.1 이상, 특히는 1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 200 이하, 자주는 150 이하, 더 자주는 100 이하, 훨씬 더 자주는 50 이하, 여전히 더 자주는 10 이하이다. IIA족 금속은 종종 Ba, Ca, Be, Mg 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0135] 글리세롤 내 IVB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.005 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. IVB족 금속은 종종 Ti이다.
- [0136] 글리세롤 내 VB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.005 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. VB족 금속은 종종 V이다.
- [0137] 글리세롤 내 VIB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. VIB족 금속은 종종 Cr이다.
- [0138] 글리세롤 내 VIIB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. VIIB족 금속은 종종 Mn이다.
- [0139] 글리세롤 내 VIIIB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상, 여전히 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 50 이하, 자주는 30 이하, 더 자주는 20 이하, 훨씬 더 자주는 10 이하, 여전히 훨씬 더 자주는 1 이하이다. VIIIB족 금속은 종종 Co, Fe, Ni 및 이들 중 2종 이상의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0140] 글리세롤 내 IB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. IB족 금속은 종종 Cu이다.
- [0141] 글리세롤 내 IIB족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종은 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. IIB족 금속은 종종 Cd, Hg, Zn 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.

- [0142] 글리세롤 내 IIIA족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. IIIA족 금속은 종종 Al이다.
- [0143] 글리세롤 내 IVA족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. IVA족 금속은 종종 Pb, Sn 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0144] 글리세롤 내 VA족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 1000 이하, 자주는 500 이하, 더 자주는 100 이하, 훨씬 더 자주는 10 이하, 여전히 훨씬 더 자주는 1 이하, 특히는 0.1 이하이다. VA족 금속은 종종 As, Sb, P 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0145] 글리세롤 내 VIA족 금속의 함량(금속 mg/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.0001 이상, 종종 0.001 이상, 더 종종 0.01 이상, 훨씬 더 종종은 0.05 이상이다. 이 함량은 일반적으로 20 이하, 자주는 10 이하, 더 자주는 1 이하, 훨씬 더 자주는 0.1 이하이다. VIA족 금속은 종종 S, Se, Te 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0146] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 또한 카복실산을 포함할 수 있으며, 종종 1종 이상의 카복실산을 포함할 수 있다.
- [0147] 카복실산은 보통 아세트산, 프로피온산, 부틸산(butyric acid) 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0148] 카복실산은 지방산일 수 있다. 지방산은 일반적으로 발레르산(valeric acid), 카프로산(caproic acid), 카프릴산(caprylic acid), 카프르산(caprique acid), 라우르산(lauric acid), 미리스틴산(myristic acid), 팔미트산(palmitic acid), 마르가르산(margaric acid), 스테아린산(stearic acid), 아라키드산(arachidic acid), 베헨산(behenic acid), 리그노세르산(lignoceric acid), 헥사코산산(hexacosanoic acid), 옥타코산산(octacosanoic acid), 멜리스산(melissic acid), 도트리아콘탄산(dotriacontanoic acid), 알파-리놀렌산(alpha-linoleic acid), 스테아리돈산(stearidonic acid), 에이코사펜타엔산(eicosapentanoic acid), 도코사헥센산(docosahexenoic acid), 리놀렌산(linoleic acid), 감마-리놀렌산(gamma-linolenic acid), 디호모-감마-리놀렌산(dihomo-gamma-linolenic acid), 아라키돈산(arachidonic acid), 미리스톨레산(myristoleic acid), 팔미토올레산(palmitoleic acid), 페트로세닐산(petrosenilic acid), 올레산(oleic acid), 박센산(vacennic acid), 곤도산(gondoic acid), 엘라이드산(elaidic acid), 에루스산(erucic acid), 네르본산(nervonic acid), 알파-리놀레산(alpha-linolenic acid), 에이코사트리엔산(eicosatrienoic acid), 스테아리돈산(stearidonic acid), 옥타데카펜타엔산(octadecapentaenoic acid), 에이코사테트라엔산(eicosatetraenoic acid), 에이코사펜타엔산(eicosapentaenoic acid), 도코사펜타엔산(docosapentaenoic acid), 도코사헥사엔산(docosahexaenoic acid), 리시놀레산(ricinoleic acid), 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0149] 글리세롤 내 카복실산(바람직하게는 지방산)의 함량(카복실산 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.001 이상, 종종 0.01 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 5 이하, 자주는 3 이하, 더 자주는 2 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다. 지방산은 종종 팔미트산, 올레산, 리놀레산, 스테아린산 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0150] 글리세롤 내 카복실산의 함량(카복실산 관능기 mmol/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.1 이상, 종종 0.2 이상, 더 종종은 0.5 이상이다. 이 함량은 일반적으로 50 이하, 자주는 40 이하, 더 자주는 30 이하, 훨씬 더 자주는 20 이하, 여전히 훨씬 더 자주는 10 이하, 특히 1 이하이다.
- [0151] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 또한 카복실산 염을 포함할 수 있으며, 종종 1종 이상의 카복실산 염을 포함할 수 있다. 이들 염은 보통 앞서 언급된 카복실산의 금속염이다. 금속염은 종종 Na, K, Ba, Ca, Be, Mg, Ti, V, Cr, Mn, Co, Fe, Ni, Cu, Cd, Hg, Zn, Al, Pb, Sn, As, Sb 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0152] 글리세롤 내 카복실산 염의 함량(카복실산염 음이온 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 80 이하, 자주는 60 이하, 더 자주는 40 이하, 훨씬 더 자주는 20 이하, 여전히 훨씬 더 자주는 10 이하, 특히 5 이하이다. 카복실산 염은 종종 아세트산 염이다.

- [0153] 글리세롤 내 카복실산 염의 함량(카복실산염 음이온 관능기 mmol/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 1 이상, 종종 2 이상, 더 종종은 10 이상이다. 이 함량은 일반적으로 1000 이하, 자주는 800 이하, 더 자주는 600 이하, 훨씬 더 자주는 400 이하, 여전히 훨씬 더 자주는 200 이하, 특히 100 이하이다.
- [0154] 본 변형예에 의하면, 또한 글리세롤은 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2007/144335의 5 페이지 12번째 줄부터 20번째 줄까지에 기재된 바와 같이 지방산의 알킬 에스테르를 포함할 수 있으며, 보통은 1종 이상의 지방산 알킬 에스테르, 글리세롤 에스테르를, 일반적으로는 1종 이상의 글리세롤 에스테르 및 1종 이상의 염을, 흔히는 1종 이상의 염을 포함할 수 있다.
- [0155] 글리세롤 내 카복실산 에스테르의 함량(카복실산 에스테르 관능기 mmol/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.1 이상, 종종 0.2 이상, 더 종종은 0.5 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 1 이하이다.
- [0156] 보통, 지방산의 알킬 에스테르는 지방산의 에스테르이고, 이는 앞서 언급된 지방산들 군에서 자주 선택되며, 모노알코올은 메탄올, 에탄올, 프로판올 및 이들 중 2종으로 된 임의의 혼합물 중에서 종종 선택된다.
- [0157] 글리세롤 내 지방산의 알킬 에스테르의 함량(지방산 알킬 에스테르 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 2 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다. 지방산의 알킬 에스테르는 종종 팔미트산메틸(methyl palmitate), 올레인산메틸(methyl oleate), 리놀레산메틸(methyl linoleate), 리놀렌산메틸(methyl lenolenate), 스테아르산메틸(methyl stearate) 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0158] 글리세롤 에스테르는 보통 글리세롤의 모노-, 디- 또는 트리에스테르이며, 이때 카복실산은 앞서 언급된 카복실산으로 이루어진 군에서 자주 선택되고, 종종은 아세트산, 프로피온산, 앞서 언급된 지방산, 및 이들 중 2종으로 된 임의의 화합물로 이루어진 군에서 선택된다. 지방산을 포함하여 더 종종 사용되는 글리세롤 에스테르는 모노팔미테이트, 모노올리테이트, 모노리놀레이트, 모노리놀리네이트, 모노스테아레이트, 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이다.
- [0159] 글리세롤 내 지방산 알킬 에스테르의 함량(지방산 알킬 에스테르 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 2 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다.
- [0160] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2005/054167의 특히 1 페이지 26번째 줄부터 4 페이지 2번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 화석 원료 또는 재생가능한 원료를 출발물질로 하여 수득할 수 있되, 바람직하게는 재생가능한 원료를 출발물질로 하여 얻을 수 있다.
- [0161] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2009/000773의 특히 10 페이지 16번째 줄부터 23번째 줄까지와 11 페이지 4번째 줄부터 25번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 화석 원료 또는 재생가능한 원료를 출발물질로 하여 수득할 수 있되, 바람직하게는 재생가능한 원료를 출발물질로 하여 얻을 수 있다.
- [0162] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100316의 특히 15 페이지 32번째 줄부터 17 페이지 33번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 일반적으로 글리세롤 외에 임의량의 중화합물을 함유하며, 이러한 중화합물의 비점은 1 bar바의 절대 압력 하에서 15°C 이상으로 이는 디클로로프로판올의 비점보다 높다.
- [0163] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 PCT/EP2009/053766의 특히 1 페이지 25번째 줄부터 6 페이지 19번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 글리세롤 올리고머를 함유할 수 있다.
- [0164] 글리세롤 올리고머는 일반적으로 디글리세롤, 환형 디글리세롤, 3개 이상의 글리세롤 단위를 포함한 폴리글리세롤, 환형 폴리글리세롤(즉, 3개 이상의 글리세롤 단위 및 1개 이상의 환(ring)), 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0165] 디글리세롤은 종종 3-(2,3-디하이드록시프로폭시)-프로판-1,2-디올, 3-(2-하이드록시-1-하이드록시메틸에톡시)프로판-1,2-디올, 2-(2-하이드록시-1-하이드록시메틸에톡시)프로판-1,3-디올) 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.

- [0166] 환형 디글리세롤은 종종 시스- 및 트랜스-2,5-비스-(하이드록시메틸)-1,4-디옥산, 시스- 및 트랜스-2,6-비스-(하이드록시메틸)-1,4-디옥산, 시스- 및 트랜스-6-하이드록시-2-하이드록시메틸-1,4-디옥세판, 시스- 및 트랜스-3,7-디하이드록시-1,5-디옥소칸 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0167] 폴리글리세롤은 종종 트리글리세롤, 테트라글리세롤, 펜타글리세롤, 헥사글리세롤, 헵타글리세롤, 옥타글리세롤 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0168] 글리세롤 내 글리세롤 올리고머의 함량(글리세롤 올리고머 g/글리세롤 kg로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 2 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다. 글리세롤 올리고머는 종종 디글리세롤, (바람직하게는 앞서 언급된) 환형 디글리세롤 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0169] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 알데하이드를 함유할 수 있다. 알데하이드는 종종 포름알데하이드, 아세트알데하이드, 프로피온알데하이드, 부티르알데하이드, 펜타날, 헥사날, 헵타날, 옥타날, 노나날, 데카날, 운데카날, 메틸부타날, 글리세르알데하이드, 아크롤레인, 펜데날, 헥세날, 헥사디에날, 헵테날, 피루발데하이드(pyruvaldehyde), 벤즈알데하이드, 2-하이드록시-프로피온알데하이드, 3-하이드록시-프로피온알데하이드 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0170] 글리세롤 내 알데하이드의 함량(알데하이드 g/글리세롤 l로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 2 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다. 종종 사용되는 알데하이드는 글리세르알데하이드이다.
- [0171] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 케톤을 함유할 수 있다. 케톤은 종종 아세톤, 부타논, 펜타논, 헥사논, 헵타논, 옥타논, 노나논, 데카논, 운데카논, 2,3-부탄디온, 사이클로펜타논, 메틸사이클로펜테논, 아세트페논, 하이드록시아세톤, 디하이드록시아세톤 및 이들의 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0172] 글리세롤 내 케톤의 함량(케톤 g/글리세롤 l로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 10 이하, 자주는 5 이하, 더 자주는 2 이하, 훨씬 더 자주는 1 이하이다.
- [0173] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은, 글리세롤과 함께 앞서 언급된 알데하이드 및 케톤의 아세탈 및 케탈, 예컨대 아세탈 글리세롤 케탈, 3-하이드록시-프로피온알데하이드 케탈 및 이들의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0174] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 카로티노이드(carotenoids)를 포함할 수 있으며, 그 예로는 파이토엔(phytoene), 파이토플루엔, 시스-베타-카로텐, 베타-카로텐, 알파-카로텐, 시스-알파-카로텐, z-카로텐, d-카로텐, g-카로텐, 뉴로스포렌(neurosporene), 알파-지케로텐(alpha-zeacarotene), 베타-지케로텐, 리코펜 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0175] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 방향족 및 헤테로방향족 유도체를 포함할 수 있으며, 그 예로는 (알파, 베타, 감마 및 델타) 토코페롤, 토코트리엔올, 플라스토크로마놀(plastochromanol), 유비퀴논(ubiquinone), 퓨란, 메틸-퓨란, 디메틸퓨란, 프로필퓨란, 펜틸메틸퓨란, 모노- 및 디-치환 티오펜, 나프탈렌, 에틸나프탈렌, 디메틸나프탈렌, 아세나프텐(acenaphtene), 페난트렌, 파이렌, 플루오란트렌, 벤즈안트라센, 크라이센(chrysen), 페릴렌, 메톡시벤젠, 디메톡시벤젠, 페놀, 페놀산, 폴리페놀 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0176] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 당(sugar) 유도체를 포함할 수 있으며, 그 예로는 모노갈락토실디아실글리세롤(monogalactosyldiacylglycerols), 디갈락토실글리세롤, 스테로글리코사이드, 이들의 가수분해 생성물 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0177] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 물을 함유할 수 있다.
- [0178] 글리세롤 내 물의 함량(물 g/글리세롤 kg으로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 200 이하, 자주는 100 이하, 더 자주는 50 이하, 훨씬 더 자주는 10 이하, 여전히 더 자주는 5 이하, 특히 1 이하이다.
- [0179] 본 변형예에 의하면, 글리세롤이 나타낼 수 있는 회분(ash) 함량(중량%로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적으로 40 이하, 자주는 20 이하, 더 자주는 10 이하, 훨씬 더 자주는 5 이하, 특히 1 이하이다.
- [0180] 본 변형예에 의하면, 글리세롤이 나타낼 수 있는 MONG(non glycerinous organic matter: 비-글리세롤성 유기물질) 함량(중량%로 표현됨)은 보통 0.01 이상, 종종 0.05 이상, 더 종종은 0.1 이상이다. 이 함량은 일반적인

로 80 이하, 자주는 60 이하, 더 자주는 30 이하, 훨씬 더 자주는 20 이하, 특히 10 이하이다.

- [0181] 본 변형예에 의하면, 글리세롤은 다른 화합물을 함유할 수 있으며, 그 예로는 11 내지 35개 범위의 홀수 또는 짝수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{CH}_3$ 의 선형 n-알칸, 11 내지 35개 범위의 홀수 또는 짝수개의 탄소 원자를 가진 분지형 알칸, 34 내지 62개 범위의 짝수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{COO}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$ 의 알킬 에스테르, 22 내지 32개 범위의 짝수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_y\text{CH}_2\text{OH}$ 의 (1차) 지방 알코올, 22 내지 32개 범위의 짝수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_y\text{CHO}$ 의 지방 알데하이드, 23 내지 33개 범위의 홀수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{CO}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$ 의 케톤, 23 내지 33개 범위의 홀수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{CHOH}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$ 의 (2차) 지방 알코올, 27 내지 33개 범위의 홀수개의 탄소 원자를 가진 화학식 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x\text{COCH}_2\text{CO}(\text{CH}_2)_y\text{CH}_3$ 의 베타-디케톤, 트리테르페놀(triterpenols), 스테롤(예컨대, 콜레스테롤, 캠페스테롤, 스티그마스테롤 및 시토스테롤), 알파-아미린, 베타-아미린, 우바올(uvaol), 루페올(lupeol), 에리트로디올, 트리테르페노이드산(예컨대, 울솔레산(ursolic acid), 올레아놀산(oleanolic acid) 등), 하이드록시-베타-디케톤, 옥소-베타-디케톤, 알켄(스쿠알렌), 분지형 카복실산, 분지형 에스테르, 지방족 알코올의 아세테이트 및 벤조에이트, 메틸-, 페닐에틸- 및 트리테르페노이드 에스테르, 세라아미드(ceramides) 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물이 있다.
- [0182] 본 변형예에 의하면, 글리세롤과 염소화제 사이의 반응은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/106154의 특히 14 페이지 15번째 줄부터 17 페이지 10번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 반응매질 중에서 수행될 수 있다.
- [0183] 본 변형예에 의하면, 염소화제와의 반응은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 특허출원 WO 2005/054167의 6 페이지 24번째 줄부터 7 페이지 35번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 촉매의 존재 하에, 바람직하게는 카복실산 또는 카복실산 유도체의 존재 하에 수행될 수 있다.
- [0184] 본 변형예에 의하면, 염소화제와의 반응은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2005/054167의 특히 8 페이지 첫번째 줄부터 10 페이지 10번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 촉매 농도, 온도, 압력 및 체류시간 조건 하에 수행될 수 있다.
- [0185] 본 변형예에 의하면, 염소화제와의 반응은 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2007/054505의 특히 1 페이지 24번째 줄부터 6 페이지 18번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0186] 본 변형예에 의하면, 디클로로프로판올의 제조 공정은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2005/054167의 특히 6 페이지 3번째 줄부터 23번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 염소화제에 의해 내부식성을 띄는 물질로 만들어지거나 또는 도포된 장치에서 공정 조건 하에 수행될 수 있다.
- [0187] 본 변형예에 의하면, 디클로로프로판올의 제조 공정은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100317의 특히 23 페이지 22번째 줄부터 27 페이지 25번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 염소화제에 의해 내부식성을 띄는 물질로 만들어지거나 또는 도포된 장치에서 공정 조건 하에 수행될 수 있다.
- [0188] 본 변형예에 의하면, 본 발명에 따른 디클로로프로판올의 제조 공정은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2009/043796의 특히 1 페이지 30번째 줄부터 9 페이지 17번째 줄까지와 19 페이지 25번째 줄부터 20 페이지 33번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 염소화제에 의해 내부식성을 띄는 물질로 만들어지거나 또는 도포된 장치에서 공정 조건 하에 수행될 수 있다.
- [0189] 본 변형예에 의하면, 염소화제와의 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2008/145729의 특히 1 페이지 30번째 줄부터 2 페이지 33번째 줄까지와 6 페이지 22번째 줄부터 14 페이지 31번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이, 교반 시스템을 이용한 교반 하에 수행될 수 있다.
- [0190] 본 변형예에 의하면, 염소화제와의 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/106154의 특히 1 페이지 29번째 줄부터 2 페이지 6번째 줄까지와 14 페이지 15번째 줄부터 17 페이지 10번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 액체 반응매질 중에서 수행될 수 있다.
- [0191] 본 변형예에 의하면, 염소화제와의 반응은 반응기 내에서 수행될 수 있으며, 이 반응기의 공급물에 대해서는 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2008/107468의 특히 1 페이지 29번째 줄부터 4 페이지 27번째 줄까지와 5 페이지 34번째 줄부터 9 페이지 17번째 줄까지의 단락에 기재되어 있다.

- [0192] 본 변형예에 의하면, 반응 혼합물의 나머지 화합물들로부터 디클로로프로판올을 제거시키는 조작은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2005/054167의 특히 12 페이지 첫번째 줄부터 17 페이지 20번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0193] 본 변형예에 의하면, 반응 혼합물의 나머지 화합물들로부터 디클로로프로판올을 제거시키는 조작은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100313의 특히 2 페이지 첫번째 줄부터 23번째 줄까지와 21 페이지 7번째 줄부터 25 페이지 25번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 방법들에 따라 수행될 수 있다.
- [0194] 본 변형예에 의하면, 반응 혼합물의 나머지 화합물들로부터 디클로로프로판올을 제거시키는 조작은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100314의 특히 2 페이지 6번째 줄부터 3 페이지 4번째 줄까지와 18 페이지 33번째 줄부터 22 페이지 29번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 방법들에 따라 수행될 수 있다.
- [0195] 본 변형예에 의하면, 반응 혼합물의 나머지 화합물들로부터 디클로로프로판올을 제거시키는 조작은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100320의 특히 1 페이지 30번째 줄부터 2 페이지 23번째 줄까지와 6 페이지 25번째 줄부터 10 페이지 28번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 방법들에 따라 수행될 수 있다.
- [0196] 본 변형예에 의하면, 반응 혼합물의 나머지 화합물들로부터 디클로로프로판올을 제거시키는 조작은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100315의 특히 2 페이지 3번째 줄부터 29번째 줄까지와 23 페이지 3번째 줄부터 24 페이지 13번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 방법들에 따라 수행될 수 있다.
- [0197] 본 변형예에 의하면, 반응 혼합물의 나머지 화합물들로부터 디클로로프로판올을 제거시키는 조작은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2008/110588의 특히 1 페이지 31번째 줄부터 27 페이지 25번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 방법들에 따라 수행될 수 있다.
- [0198] 본 변형예에 의하면, 일반적으로 디클로로프로판올은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100319의 특히 23 페이지 34번째 줄부터 24 페이지 29번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 1,3-디클로로프로판-2-올 및 2,3-디클로로프로판-1-올 이성질체의 혼합물로서 수득된다.
- [0199] 본 변형예에 의하면, 디클로로프로판올은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA의 WO 2006/100311의 특히 2 페이지 22번째 줄부터 34번째 줄까지와 22 페이지 8번째 줄부터 23 페이지 35번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같은 할로젠화 케톤을 함유할 수 있다.
- [0200] 제3 양상에서 본 발명은 또한 클로로히드린의 제조 방법을 포함하는 에폭사이드 제조 방법에 관한 것으로, 상기 방법에서는 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소, 폴리하이드록실화 지방족 탄화수소의 에스테르 또는 이들의 혼합물과, 정제된 염화수소를 함유한 염소화제 사이의 반응을 통해 얻은 클로로히드린을, 종종 염기성 작용제의 존재 하에서, 탈염화수소 반응시킨다.
- [0201] 클로로히드린은 클로로에탄올, 클로로프로판올, 클로로프로판디올, 디클로로프로판올 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다. 클로로히드린은 종종 디클로로프로판올이다.
- [0202] 에폭사이드는 산화에틸렌, 산화프로필렌, 글리시돌, 에피클로로히드린 및 이들 중 2종 이상의 혼합물 중에서 선택될 수 있다. 에폭사이드는 종종 에피클로로히드린이다.
- [0203] 염기성 작용제는 알칼리 또는 알칼리토 금속 산화물, 수산화물, 탄산염, 탄산수소, 인산염, 인산수소, 붕산염 및 이들의 혼합물 중에서 선택될 수 있다. 알칼리- 및 알칼리토- 금속 산화물 및 수산화물이 바람직하다.
- [0204] 특정의 일 구현예에서, 클로로히드린은 디클로로프로판올이고, 염기성 작용제는 알칼리- 및/또는 알칼리토- 금속 수산화물이며, 에폭사이드는 에피클로로히드린이다.
- [0205] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법에서, 탈염화수소 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2005/054167의 특히 19 페이지 12번째 줄부터 22 페이지 30번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0206] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법에서, 탈염화수소 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2006/100311의 특히 2 페이지 22번째 줄부터 25번째 줄까지와 22 페이지 28번째 줄부터 23 페이지 35번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0207] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법에서, 탈염화수소 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2008/101866의 특히 2 페이지 첫번째 줄부터 13 페이지 16번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수

행될 수 있다.

- [0208] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법에서, 탈염화수소 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2008/152045의 특히 9 페이지 22번째 줄부터 13 페이지 31번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0209] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법에서, 탈염화수소 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2008/152043의 특히 7 페이지 35번째 줄부터 8 페이지 25번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0210] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2006/106155의 특히 2 페이지 26번째 줄부터 31번째 줄까지와 22 페이지 10번째 줄부터 23 페이지 19번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 디클로로프로판올을 제조하기 위한 포괄적 방식에 통합될 수 있다.
- [0211] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법에서, 탈염화수소 반응은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2006/100318의 특히 2 페이지 23번째 줄부터 3 페이지 26번째 줄까지와 24 페이지 17번째 줄부터 31 페이지 18번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0212] 본 발명에 따른 에폭사이드의 제조 방법은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 WO 2009/095429의 특히 1 페이지 24번째 줄부터 27 페이지 26번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수성 유출물을 처리하는 단계를 또한 포함할 수 있다.
- [0213] 또한 본 발명은 에폭시 수지; 글리시딜 에테르; 글리시딜 에스테르; 글리시딜 아미드; 글리시딜 이미드; 글리시딜 아민; 응집제, 습윤강화 수지(wet-strength resin), 양이온화제, 난연제 또는 세제 성분으로 사용될 수 있는 생성물; 에피클로로히드린 엘라스토머; 할로겐화 폴리에테르-폴리올; 모노클로로프로판디올; 및 이들 중 2종 이상으로 된 임의의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 에폭시 유도체의 제조 방법에 관한 것으로, 상기 방법은 에폭사이드가 에피클로로히드린인 에폭사이드 제조 공정을 포함하며, 이때 에피클로로히드린을 모노알콜, 모노카복실산, 폴리올, 폴리아민, 아미노알콜, 폴리이미드, 폴리아미드, 폴리카복실산, 암모니아, 아민, 폴리아미노아미드, 폴리이민, 아민염, 인산, 인산염, 옥시염화인, 인산 에스테르, 포스폰산, 포스폰산의 에스테르, 포스폰산염, 포스핀산, 포스핀산의 에스테르, 포스핀 산화물, 포스핀, 에톡실화 알콜, 알킬렌 또는 페닐렌 산화물, 그리고 이들 화합물 중 2종 이상의 혼합물에서 선택된 화합물 1종 이상과 반응시키거나; 또는 본 발명에 따른 에피클로로히드린을 단독중합시키거나; 또는 에피클로로히드린을, 물을 이용하거나, 또는 선택적으로 할로겐화될 수 있고/있거나 또는 후속 단계에서 할로겐화될 수 있는 산화에테르 결합 및/또는 이중 결합을 갖는 디- 또는 폴리-하이드록실화 화합물을 이용한 올리고머화, 공-올리고머화, 축합, 탈염화수소 반응 및 가수분해 반응시키거나; 또는 에피클로로히드린을 물과 반응시킨다.
- [0214] 본 발명에 따른 에폭시 유도체의 제조 방법은, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2008/152045의 특히 32 페이지 6번째 줄부터 63 페이지 4번째 줄까지의 단락, 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 WO 2008/152044의 특히 13 페이지 22번째 줄부터 44 페이지 8번째 줄까지의 단락, 그리고 그 내용이 본원에 참조로써 통합된 솔베이 SA 명의의 출원 PCT/EP2009/053766의 특히 27 페이지 10번째 줄부터 33 페이지 7번째 줄까지의 단락에 기재된 바와 같이 수행될 수 있다.
- [0215] 도 1을 참조하여 본 발명에 따른 정제 방법 및 장치를 설명하기로 한다. 도 1은 본 발명의 양상에 따른 실질적 구현예를 도식적으로 나타낸다. 염화수소 기체는 이소시아네이트 제조 유닛으로부터 배출되며, 이는 250 ppm 함량의 모노클로로벤젠으로 본질적으로 구성된 불순물로 오염되어 있다.
- [0216] 제1 구현예에 따르면, 본질적으로 세정제는 염화수소를 이용하여 글리세롤을 염화수소첨가 반응시킴으로써 디클로로프로판올을 제조하는 플랜트로부터 배출되는 디클로로프로판올로 구성된다. 정제된 염화수소는 글리세롤 염화수소첨가 유닛으로 이송된다.
- [0217] 정제 대상 염화수소를 함유한 제1 기체 스트림은 라인(4)을 통해 세정탑(1)의 구획(2)으로 주입된다. 본질적으로 (디클로로프로판올의 증기압에 의해 정제된 염화수소를 통하여 글리세롤 염화수소첨가 유닛으로 비발동반되며, 퍼지 시스템(하기 참고)을 통해 디클로로프로판올이 제거되므로, 공급을 증가(보충)시키기 위해 필요한) 순수 디클로로프로판올로 구성된 제1 액체 스트림은 라인(5)을 통해 세정탑(1)의 구획(3)으로 유입된다. 바람직하게 세정탑(1)의 구획(2)은 Ber1 새들로 충전된다. 세정탑(1)의 구획(3)에는 버블 트레이들이 채워져 있다. 정제 대상 염화수소로부터 추출된 불순물이 용해되어 있는 디클로로프로판올 및 상기 염화수소의 일부분을 포함하는 제2 액체 스트림은 라인(6)을 통해 탑(1)의 저부에서 배출되어, 펌프(7) 및 라인(8)을 통해 구획(2)의 상부에

루프로 재순환된다. 제3 액체 스트림을 구성하는 상기 제2 액체 스트림의 일부는 라인(9)을 통해 배출되어 탈거탑(10)을 제공한다. 제3 액체 스트림에 용해된 염화수소의 대부분을 포함하는 제2 기체 스트림이 탈거탑(10)으로부터 배출되어 라인(12)을 통해 세정탑(1)의 구획(2)으로 다시 보내진다. 염화수소로부터의 불순물을 다량 함유한 디클로로프로판올을 포함하는 제4 액체 스트림은 탑(10)으로부터 배출되어 라인(11)을 통해 증류탑(16)에 보내진다. 염화수소로부터의 불순물을 다량 함유한 제5 액체 스트림(디클로로프로판올의 비점보다 낮은 비점을 가짐)은 라인(14)을 통해 탑(16)으로부터 배출된다. 이러한 제5 스트림은 저장 유닛 또는 고온 산화 유닛으로 보내질 수 있다. 디클로로프로판올을 다량 함유한 제6 액체 스트림은 탑(16)으로부터 배출되어 라인(17)을 통해 세정탑(1)의 구획(2)으로 보내진다. 염화수소로부터의 불순물을 다량 함유한 제7 액체 스트림(디클로로프로판올의 비점보다 높은 비점을 가짐)은 라인(15)을 통해 탑(16)으로부터 배출된다. 이러한 제7 스트림은 저장 유닛 또는 고온 산화 유닛으로 보내질 수 있다.

- [0218] 정제된 염화수소 가스를 포함한 제3 가스 스트림은 라인(13)을 통해 탑(1)에서 빠져 나와 글리세롤 염화수소첨가 유닛으로 이송된다.
- [0219] 이러한 장치 덕분에, 라인(13)을 통해 탑(1)을 떠나는 제3 가스 스트림에서 HCl 내 모노클로로벤젠의 함량은 250 ppm에서 10 ppm 미만으로 감소될 수 있다. 따라서 이러한 조작은 모노클로로벤젠의 염화수소를 효과적으로 정제시킬 수 있게 한다. 이런 방식으로, 글리세롤 염화수소첨가 단계를 위해 아무런 문제점 없이 사용가능한 생성물을 수득한다.
- [0220] 제2 구현예에 따르면, 본질적으로 세정제는 염화수소를 이용하여 글리세롤을 염화수소첨가 반응시킴으로써 디클로로프로판올을 제조하는 플랜트로부터 배출되는 퍼지 스트림으로 구성된다. 정제된 염화수소는 글리세롤 염화수소첨가 유닛으로 이송된다.
- [0221] 제2 구현예의 제1 변형예에서는, 제1 구현예의 과정을 따르되, 각종 라인과 탑에서 디클로로프로판올 대신에 퍼지 스트림을 이용하였다.
- [0222] 제2 구현예의 제2 변형예에서는, 제1 구현예의 과정을 따르되, 라인(17)은 존재하지 않는다.
- [0223] 제2 구현예의 제3 변형예에서는, 제1 구현예의 과정을 따르되, 증류탑(16)과 라인들(14, 15 및 17)은 존재하지 않으며, 라인(11)을 통해 배출된 스트림은 고온 산화 유닛에 제공된다.
- [0224] 제2 구현예의 제4 변형예에서는, 제2 구현예의 과정을 따르되, 탈거탑(10)과 라인들(11 및 12)은 존재하지 않으며, 라인(9)을 통해 배출된 스트림은 고온 산화 유닛에 제공된다.

도면의 간단한 설명

- [0225] 도 1은 본 발명의 양상에 따른 실질적 구현예를 도식적으로 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0226] 실시예 1(본 발명에 따름)
- [0227] 25°C의 온도 및 1 bar바의 절대 압력으로 유지된 유리 플라스크에 함유되어 있는 액체 1,3-디클로로프로판-2-올에, 저용점 유리(fritted glass)로 만들어진 기체 분산 튜브를 통해 염화수소를 일정 유량으로 도입하였다. 초기에 클로로벤젠에 함유된 염화수소는 중량 기준으로 1000 ppm의 농도였다. 1.6g의 기체를 1g의 1,3-디클로로프로판-2-올로 2 시간 동안 처리하도록 염화수소의 유량을 설정하였다. 체류시간은 약 5초였다. 처리 유출구에서의 염화수소를 샘플링하고, 처리 도중과 처리가 끝났을 때를 비롯하여 여러 차례 분석하였다. 상기 기체의 클로로벤젠 내 함량은 중량 기준으로 항상 300 ppm보다 낮았다.
- [0228] 실시예 2(본 발명에 따름)
- [0229] 2.6g의 기체를 1g의 1,3-디클로로프로판-2-올로 2 시간 동안 처리하도록 염화수소의 유량을 설정하였다는 점을 제외하고는 실시예 1의 조건들을 이용하였다. 체류시간은 약 2.5초였다. 처리 유출구에서의 염화수소를 샘플링하고, 처리 도중과 처리가 끝났을 때를 비롯하여 여러 차례 분석하였다. 상기 기체의 클로로벤젠 내 함량은 중량 기준으로 항상 300 ppm보다 낮았다.
- [0230] 실시예 3(본 발명에 따름)
- [0231] 6.5g의 기체를 1g의 1,3-디클로로프로판-2-올로 4 시간 동안 처리하도록 염화수소의 유량을 설정하였다는 점을

제외하고는 실시예 1의 조건들을 이용하였다. 체류시간은 약 2.5초였다. 처리 유출구에서의 염화수소를 샘플링 하고, 처리 도중과 처리가 끝났을 때를 비롯하여 여러 차례 분석하였다. 상기 기체의 클로로벤젠 내 함량은 중량 기준으로 항상 500 ppm보다 낮았다.

도면

도면1

