(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.[5]
C07C 229/62

(11) 공개번호 특1993-0004249
(43) 공개일자 1993년03월22일

(21) 출원번호 특1992-0015048
(22) 출원일자 1992년08월21일

(30) 우선권주장 P4127736.8 1991년08월22일 독일(DE)
(71) 출원인 헥스트 아크티엔게젤샤프트 마이어, 라피체
독일연방공화국 데-6230 프랑크푸르트 암 마인 80 브뤼닝스트라세 50

(72) 발명자 에베르하르트 리터
독일연방공화국 데-6082 뫼르펠덴-발도르프 노르드링 74
한스 셰퍼
독일연방공화국 데-6233 바트 조덴 암 타우누스 암 레흐스타이그 15
토마스 폴하임
독일연방공화국 데-6450 하나우 랑겐-베르그하이머-스트라세 16
마르틴 쇼틀러
독일연방공화국 데-6200 비스바덴 카펠렌스트라세 33

(74) 대리인 김창세, 김영, 장성구

심사청구 : 없음

(54) 고순도의 2,5-디(페닐아미노)테레프탈산 및 그의 디알킬 에스테르의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

고순도의 2,5-디(페닐아미노)테리프탈산 및 그의 디알킬 에스테르의 제조방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 분무 장치를 사용하여 반응 혼합물을 순환시키는 제조 공정을 개략적으로 나타낸 도면이다.

제2도는 가스용 운반 펌프가 필요 없도록 분무 노즐이 위치된, 반응 혼합물의 순환 공정을 나타내는 도면이다.

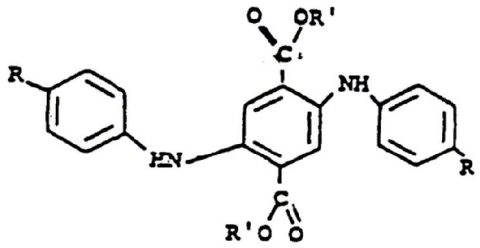
본 내용은 요부공개 건이므로 전문 내용을 수록하지 않았음

(57) 청구의 범위

청구항 1

교반 용기중에서 방향족 탄화수소중의 디알킬 2,5-디(페닐아미노)-3,6-디하이드로페레프탈레이트의 용액 또는 현탁액을 산소로 블랭킷시키고, 상기 반응 혼합물을 분무 장치를 거쳐 순환시켜 분무된 반응 혼합물을 교반 용기중에 존재하는 반응 혼합물 위에 분포시킴(분무된 반응 혼합물은 순환 가스와 혼합된다)을 포함하는, 상응하는 디알킬 2,5-디(페닐아미노)-3,6-디하이드로테레프탈레이트를 산소로 탈수소화(산

화)시킴으로써 하기 일반식(Ⅰ)의 디알킬 2,5-디(페닐아미노)테레프탈레이를 제조하는 방법.

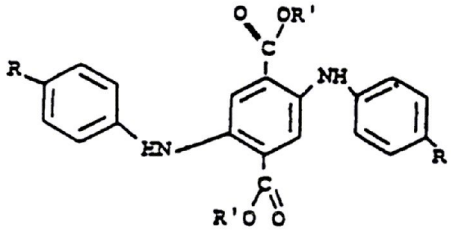


(I)

상기식에서, R은 수소원자 또는 메틸 그룹이고, R′는 메틸 그룹 또는 에틸 그룹이다.

청구항 2

(1)딕크만 축합 방식으로 디(C_1-C_2)알킬 숙시네이트를 크실렌중의 나트륨 알콜레이트와 반응시켜 2,5-디하이드록시사이클로 헥사디엔-1,4-디카복실레이트 디(C_1-C_2)알킬 에스테르의 이나트륨 염을 수득하고, (2) 상기와 같이 수득된 축합 생성물을, 산을 사용하여 이나트륨 염을 분해시킨 후에, 유기산의 존재하에 방향족 탄화 수소중에서 하기 일반식(Ⅱ)의 페닐아민과 븐응시켜 디(C_1-C_2)알킬, 2,5-디(페닐아미노)-3,6-디하이드로테레프 탈레이트를 수득하고, (3)상기와 같이 수득된 사이클로-1,4-헥사디엔 유도체를 산소로 탈수소화(산화)시켜 상응하는 디(C_1-C_2)알킬 2,5-디(페닐아미노)테레프탈레이트를 수득하고, (4)상기와 같이 수득된 디알킬 에스테르를 메탄올성 수산화나트륨 용액중에서 가수분해시켜 2,5-디(페닐아미노)테레프탈산의 상응하는 이나트륨염을 수득하고, (5)산을 사용하여 상기 이나트륨염으로 부터 2,5-디(페닐아미노)테레프탈산을 분리시킴으로써, 하기 일반식(Ⅰ)의 2,5-디(페닐아미노)테레프탈산 및 그의 디알킬 에스테르를 제조하는 방법에 있어서, 용액 또는 현탁액으로 존재하는 상기 단계(2)의 반응 혼합물을 교반 용기에서 산소로 블랭킷시키고 상기 반응 혼합물을 분무 장치를 거쳐 순환시켜 분무된 반응 혼합물을 교반 용기에 존재하는 반응 혼합물 위에 분포시키는 방식(분무된 반응 혼합물은 순환갓와 혼합된다)으로 상기 단계(3)에서의 산화 공정을 수행함을 특징으로 하는 방법.



(I)

(II)

상기식에서, R은 수소원자 또는 메틸 그룹이고, R′는 수소원자 또는 메틸 그룹 또는 에틸 그룹이다.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 산소를 공기 형태로 사용하는 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항중 어느 한 항에 있어서, 반응 혼합물이 1회 순환되는데 걸리는 시간이 0.5내지 10분, 바람직하게는 1내지 6분인 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항중 어느 한 항에 있어서, 상기 분무 장치가 하나 이상의 노즐을 포함하는 방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 노즐이 고체 원추형 노즐, 환상 노즐 또는 분사형 노즐인 방법.

청구항 7

제5항에 있어서, 상기 노즐이 자동-프라이밍되는 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응을 80내지 120℃, 바람직하게는 90 내지 110℃, 특

히 바람직하게는 95 내지 100℃의 온도에서 수행하는 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항중 어느 한 항에 있어서, 비 계면적이 반응기 부피에 대해 200 내지 7000㎡/㎥, 바람직하게는 300 내지 6000㎡/㎥, 특히 바람직하게는 400 내지 5000㎡/㎥인 방법.

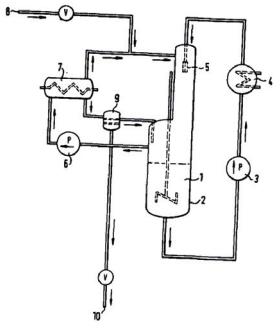
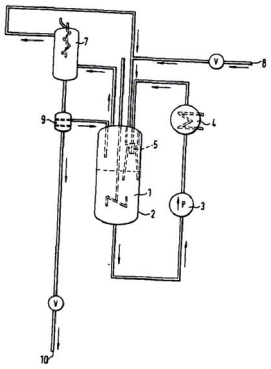
청구항 10

제1항 내지 제9항중 어느 한 항에 있어서, 반응기중의 가스상의 전체 압력이 1내지 10bar, 바람직하게는 대기압인 방법.

※참고사항:최초출원 내용에 의하여 공개하는 것임.

도면

도면1



도면2