



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년03월14일

(11) 등록번호 10-1716623

(24) 등록일자 2017년03월08일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07C 7/14 (2006.01) *C01B 13/02* (2006.01)
C07B 63/00 (2006.01) *C07C 15/08* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C07C 7/14 (2013.01)
C01B 13/02 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7002747(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2009년07월16일
심사청구일자 2016년01월29일
- (85) 번역문제출일자 2016년01월29일
- (65) 공개번호 10-2016-0017665
- (43) 공개일자 2016년02월16일
- (62) 원출원 특허 10-2011-7005822
- 원출원일자(국제) 2009년07월16일
심사청구일자 2014년04월28일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2009/050821
- (87) 국제공개번호 WO 2010/019342
국제공개일자 2010년02월18일
- (30) 우선권주장
12/191,745 2008년08월14일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문헌
US20070225539 A1*
- *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
비피 코포레이션 노쓰 아메리카 인코포레이티드
미국 77079 텍사스주 휴스턴 웨스트레이크 파크
볼러바드 501
- (72) 발명자
월삭 리차드 에이
미국 60540 일리노이주 네이퍼빌 슬라이트 스트리트 432에스
로버츠 스코트 에이
미국 60564 일리노이주 네이퍼빌 선버스트 레인 3747
자눌리스 로즈 엠
미국 60523 일리노이주 오크 브룩 레드 스테이블
웨이 824
- (74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 14 항

심사관 : 김범직

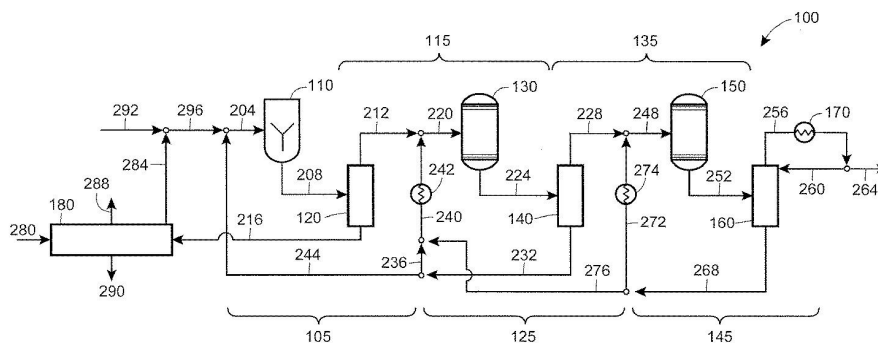
(54) 발명의 명칭 용융 결정화 분리 및 정제 공정

(57) 요약

분자 산소의 유입을 방지하는 조건하에서 고-액 슬러리로부터 고형물을 분리하는 공정이 유리한데, 분자 산소의 존재는 효율을 감소시키며, 생성물 수율을 제한하는데 기여하고, 하류 유닛 작업 또는 공정의 안전한 작업을 잠재적으로 절충시켜야 한다. 본원에 기재된 다양한 실시형태는 섞일 수 있는 성분의 초기 공급 혼합물로부터

(뒷면에 계속)

대표도



생성물 성분을 회수하기 위해 결정화 및 재슬러리 유닛 작업과 결합하여 고-액 분리기로서 필터 칼럼을 사용하는 공정이다. 개시된 공정의 실시형태는 화학 반응기가 후속되는 필터 칼럼에 직렬로 결정화기를 사용하고, 필터 칼럼에 직렬로 재슬러리 드럼을 이용하고, 그리고/또는 적어도 하나의 필터 칼럼에 직렬로 재슬러리 드럼을 이용하여 생성물 성분을 분리 및 정제하는 것을 포함할 수도 있다. 이러한 공정에서의 필터 칼럼의 사용은, 특히, 본원에 기재된 조건 하에 이들 칼럼이 작동될 때, 다양한 공정 스트림으로 분자 산소의 바람직하지 않은 유입을 제한하고, 생성물 성분 회수 및 작업 비용 양자에 관련된 공정 효율을 개선하기 때문에 이롭다.

(52) CPC특허분류

C07B 63/00 (2013.01)

C07C 15/08 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

생성물 결정화 공정으로서, 상기 공정은:

(a) 제 2 액체 성분 및 제 2 액체 성분의 융점보다 높은 융점을 갖는 액체 생성물 성분을 포함하는 액체 공급물 스트림을, 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 포함하는 슬러리 방출물을 형성하기 위해서 액체 생성물 성분의 적어도 일부를 결정화하기에 충분한 온도로 작동하는 결정화기에서, 결정화하는 단계;

(b) 필터 칼럼에서 슬러리 방출물의 제 2 액체 성분 및 생성물 성분 결정을 적어도 부분적으로 분리하여

i) 제 2 액체 성분을 포함하는 여과액, 및

ii) 생성물 성분 결정을 포함하는 필터 케이크를 형성하는 단계;

(c) 여과액의 제 2 액체 성분의 적어도 일부를 화학 반응기에서 액체 생성물 성분으로 전환하는 단계; 및

(d) (b) 단계의 분리에 이어, 적어도 하나의 재슬러리 공정 단계를 직렬로 수행하는 단계를 포함하고, 적어도 하나의 재슬러리 공정 단계는 각각,

(i) 재슬러리 드럼에서 생성물 성분 결정을 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분을 포함하는 추가적인 재슬러리 회석물과 조합하는 단계;

(ii) 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 포함하는 재슬러리 방출물을 형성하기에 충분한 시간 동안, 재슬러리 드럼에서 생성물 성분 결정을 액체 생성물 및 제 2 액체 성분과 평형화하는 단계; 및

(iii) 분리 유닛에서 적어도 부분적으로 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 분리하여,

(A) 제 2 액체 성분을 포함하는 여과액; 및

(B) 생성물 성분 결정을 포함하는 필터 케이크를 형성하는 단계를 포함하고,

여기서, 적어도 하나의 재슬러리 공정 단계 중 적어도 하나에서의 분리 유닛은 필터 칼럼을 포함하고; 적어도 하나의 재슬러리 공정 단계 중 마지막 단계에서의 분리 유닛은 필터 칼럼이 아닌, 공정.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 필터 케이크는 필터 케이크의 총 중량을 기준으로 50 내지 99 중량%의 생성물 성분 결정을 포함하는, 공정.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 액체 생성물 성분은 파라-크실렌이고, 제 2 액체 성분은 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 에틸벤젠, 및 이들의 조합으로 이루어지는 군으로부터 선택되는, 공정.

청구항 4

제 3 항에 있어서, 액체 공급물 스트림은 액체 공급물 스트림의 총 중량을 기준으로 10 내지 30 중량%의 액체 생성물 성분을 포함하는, 공정.

청구항 5

제 3 항에 있어서, 화학 반응기는 오르소-크실렌, 메타-크실렌 및 에틸벤젠 중 적어도 하나를 파라-크실렌으로 전환하기 위한 이성화 반응기를 포함하는, 공정.

청구항 6

제 1 항에 있어서, 단계 (a) 는 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분을 포함하는 재순환 스트림과 액체 공급물 스트림을 조합하는 것을 더 포함하며, 상기 액체 공급물 스트림은 재순환 스트림의 중량 농도 미만의 액체 생성

물 성분의 중량 농도를 갖는, 공정.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 필터 케이크는 여과액보다 높은 생성물 성분의 중량 농도를 갖는, 공정.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 적어도 하나의 제슬러리 공정 단계 중 마지막 단계에서의 분리 유닛은 세정 칼럼을 포함하는, 공정.

청구항 9

제 8 항에 있어서, 액체 생성물 성분은 파라-크실렌이고, 제 2 액체 성분은 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 에틸벤젠, 및 이들의 조합으로 이루어지는 군으로부터 선택되는, 공정.

청구항 10

제 9 항에 있어서, 화학 반응기는 오르소-크실렌, 메타-크실렌 및 에틸벤젠 중 적어도 하나를 파라-크실렌으로 전환하기 위한 이성화 반응기를 포함하는, 공정.

청구항 11

생성물 결정화 공정으로서, 상기 공정은:

(a) 제 2 액체 성분 및 제 2 액체 성분의 융점보다 높은 융점을 갖는 액체 생성물 성분을 포함하는 액체 공급물 스트림을, 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 포함하는 슬러리 방출물을 형성하기 위해서 액체 생성물 성분의 적어도 일부를 결정화하기에 충분한 온도로 작동하는 결정화기에서, 결정화하는 단계;

(b) 필터 칼럼에서 슬러리 방출물의 제 2 액체 성분 및 생성물 성분 결정을 적어도 부분적으로 분리하여

i) 제 2 액체 성분을 포함하는 여과액, 및

ii) 생성물 성분 결정을 포함하는 필터 케이크를 형성하는 단계;

(c) 여과액의 제 2 액체 성분의 적어도 일부를 화학 반응기에서 액체 생성물 성분으로 전환하는 단계; 및 적어도 하나의 추가적인 결정화 공정 단계를 직렬로 포함하고,

여기서, 적어도 하나의 추가적인 결정화 공정 단계는 각각

(i) 제 2 액체 성분 및 액체 생성물 성분을 포함하는 액체 공급물 스트림을 결정화하는 단계, 및

(ii) 분리 유닛에서 슬러리 방출물의 제 2 액체 성분 및 생성물 성분 결정을 적어도 부분적으로 분리하여

(A) 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분을 포함하는 여과액, 및

(B) 생성물 성분 결정을 포함하는 농후화된 생성물 스트림을 형성하는 단계를 포함하고,

여기서, 적어도 하나의 추가적인 결정화 공정 단계의 적어도 하나에서의 분리 유닛은 필터 칼럼을 포함하고, 적어도 하나의 추가적인 결정화 공정 단계의 마지막 단계의 분리 유닛은 필터 칼럼이 아닌, 공정.

청구항 12

제 11 항에 있어서, 적어도 하나의 추가적인 결정화 공정 단계의 마지막 단계의 분리 유닛은 세정 칼럼을 포함하는, 공정.

청구항 13

제 12 항에 있어서, 액체 생성물 성분은 파라-크실렌이고, 제 2 액체 성분은 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 에틸벤젠, 및 이들의 조합으로 이루어지는 군으로부터 선택되는, 공정.

청구항 14

제 13 항에 있어서, 화학 반응기는 오르소-크실렌, 메타-크실렌 및 에틸벤젠 중 적어도 하나를 파라-크실렌으로

전환하기 위한 이성화 반응기를 포함하는, 공정.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 일반적으로 고-액 슬러리로부터 고형물을 분리하는 공정, 예컨대, 용융 결정화 분리 및 정제 공정에 관한 것이다. 더욱 자세하게는, 본 발명은 소정의 작업 조건 하에서, 유리하게는 공정으로의 분자 산소의 유입을 방지하는 분리 또는 정제 공정에 관한 것이다. 따라서, 이들 공정은 고-액 슬러리로부터 고형물을 분리하는 종래 공정에 비해 더 효과적이며 적어도 안전하다.

배경 기술

[0002] 고-액 분리 방법은 화학 산업, 제약 산업 및, 용수 및 폐수 처리 산업 (이에 한정되지 않음) 을 포함하는 다양한 산업에서 중요하다. 이러한 고-액 분리 방법은 진공 또는 압력 여과, 원심분리, 침적 및 정화 (이에 한정되지 않음) 를 포함할 수도 있다. 많은 화학 공정에서, 이러한 고-액 분리 방법은 종종 특정한 화학적 중간 생성물의 제조에 있어 중대한 역할을 차지한다. 예컨대, 파라-크실렌 (P-크실렌 또는 pX) 은 정제시 테레프탈산의 제조에 유용한 화학적 중간 생성물이다. 결정화를 통한 파라-크실렌의 정제는 순도 약 99.7 % 의 파라-크실렌을 얻기 위해서 역사적으로 원심분리법이 요구되었다.

[0003] 파라-크실렌 정제 공정은 통상, 혼합된 C₈ 방향족 탄화수소를 포함하는 탄화수소 공급물로부터 파라-크실렌을 제조하는 공정의 대부분을 차지한다. 이러한 대부분의 공정중, 수화된 공급물은, 통상 증류탑에서 탈수화처리된다. 증류 공급물에서 존재하는 임의의 산소는 통상 오버헤드식 수증기로 증류탑을 나간다. 물론, 건식 공급물은 이러한 단계를 밟을 필요는 없다. (존재한다면) 공급물 탈수화 에 후속하여, 건식 C₈ 방향족 탄화수소는 다양한 유닛 작업을 채용하는 공정에서 정제된다. 정제 공정에 의해 생성된 파라-크실렌 회박 스트림은 오르소-크실렌 (o-크실렌 또는 oX), 메타-크실렌 (m-크실렌 또는 mX), 에틸벤젠, 및 기타 성분을 포함한다. 파라-크실렌 회박 스트림은, 통상 크실렌 이성질체의 평형화된 혼합물(즉, oX: mX: pX 의 중량비가 1: 2: 1 임) 을 얻기 위해서 (이성화 반응기에서) 촉매 및 수소의 존재하에 증기화되어 반응하며, 이후 혼합물은 분별화 섹션으로 보내지고, 여기서 C₈ 방향족 탄화수소가 분리되어 정제 공정으로 보내지며, 정제된 파라-크실렌이 얻어진다.

[0004] 공정으로의 산소의 유입은 공정의 이성화 부분에 악영향을 미치는 것으로 알려져 있다. 예컨대, 이성화 반응기로의 공급물 중의 산소의 존재는 상류 열교환기에서 뿐만 아니라 반응기에서 막힘 (fouling) 을 유발한다. 이로 인해 사이클의 길이가 감소된다. 사이클의 종료시, 촉매를 재생하고 열교환기에서 코크를 제거하기 위해서 (de-coke) 공정은 반드시 차단되어야 한다. 산소의 존재는 고액 분리를 사용할 수도 있는 다른 공정에서는 대수롭지 않을 수도 있다. 그러나, 혼합된 C₈ 방향족 탄화수소 공급물로부터 파라-크실렌을 제조하는 공정에서는, 산소의 부재 또는 최소화가 공정의 효율적인 작업을 위해서 중요한 것으로 알려져 있다.

[0005] 파라-크실렌의 정제는, 통상, 오르소 (ortho-), 메타 (meta-) 및 파라 (para-) 크실렌 이성질체, 에틸벤젠, 일부 비-방향족 탄화수소 및 일부 C₉₊ 방향족 탄화수소의 혼합물을 포함하는 우세한 C₈ 방향족 탄화수소 공급물에 의해 시작된다. C₈ 방향족 탄화수소의 통상적인 혼합물은, 일반적으로 약 22 중량 % 파라-크실렌, 약 21 중량 % 오르소-크실렌, 약 47 중량 % 메타-크실렌, 및 약 10 중량 % 의 기타 성분 (주로, 에틸벤젠) 을 포함한다. 이들 크실렌 이성질체를 분리하는 공정은 저온 결정화, 분별 증류 및 흡착을 포함한다.

[0006] (혼합물 성분의 상이한 비등점에 기초한) 증류 및 (고형물 흡착제 대한 혼합물 성분의 상이한 친화력에 기초한) 흡착의 공통 분리 방법이 종종 일반적인 액-액 혼합물에 적합하지만, 결정화는 흡착제를 필요로 하지 않으며 다양한 공급물 성분에 대해 더욱 내성이 있으며, 또한 통상 비용을 요하는 공급물 전처리를 필요로 하지 않는다. C₈ 방향족 탄화수소 공급물로부터 파라-크실렌을 분리할 때, 예컨대, 결정화가 (흡착 공정에서) 고가의 흡착제를 필요로 하지 않고, 또한 크실렌 이성질체 및 에틸벤젠이 바람직하지 않게 (증류를 어렵게 하는) 유사한 비등점을 갖지만, 상당히 다른 용점을 갖기 때문에, 종종 흡착 및 증류보다 결정화가 더 바람직하다. 순수 파라-크실렌은 56 °F (13 °C) 에서 냉각되며, 순수 메타-크실렌은 -54 °F (-48 °C) 에서 냉각되고, 순수 오르소-크실렌은 -13 °F (-25 °C) 에서 냉각되며, 순수 에틸벤젠은 -139 °F (-95 °C) 에서 냉각된다. 파라-크실렌 이 이들 혼합된 공급물 스트림에서 저농도로 존재하기 때문에, 결정화에 의해 이들 공급물 스트림을 효과적으로

회수하기 위해서는 일반적으로 극저온이 요구된다.

- [0007] 임의의 화학 공정에서와 같이, 자본 및 작업 비용은 만족스러운 생성물과 부산물을 얻기 위해서 적용되는 유닛 작업을 특성화하는 결정을 하게 한다. 물론, 이러한 결정이 생성물 및 부산물의 물리적 특성에 의해 복잡하며 제한될 수 있다. 게다가, 이러한 결정은, 예컨대 공정이 오염물의 유입 (또는 제조) 을 회피하기 위해서 설계되고 작동될 필요가 있을 때 복잡해질 것이다. 결정화를 통한 파라-크실렌의 회수 및 정제에 대한 중요한 고려사항은, 예컨대 저온 냉각을 이루기 위해 관련된 작업 비용 및 고-액 분리 유닛과 관련된 자본 비용을 포함한다. 게다가, 또한 본원에서 상세히 설명하는 바와 같이, 산소와 동량으로 파라-크실렌 제조 공정에 존재하는 오염물이 공정들에서는 하찮은 것으로 고려된다. 또한, 산소는 고-액 분리 및 정제 공정을 채용하는 다른 제조 공정에서 오염물로서 고려될 수도 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 따라서, 분리 및 정제를 초래하는 유닛 작업으로부터 산소를 제거하는 효율적인 고-액 분리 및 정제 공정이 요구된다. 게다가, 분리 및 정제를 초래하는 유닛 작업으로의 산소의 유입을 최소화하거나 또는 전체적으로 회피하는 효율적인 고-액 분리 및 정제 공정이 요구된다. 특히, 파라-크실렌 제조의 관점에서, 파라-크실렌의 회수 및 정제를 초래하는 유닛 작업으로부터 산소를 제거하는 파라-크실렌의 회수 및 정제를 위한 효율적인 공정이 요구된다. 게다가, 파라-크실렌의 회수 및 정제를 초래하는 유닛 작업으로의 산소의 유입을 최소화하거나 전체적으로 회피하는 파라-크실렌의 회수 및 정제를 위한 효율적인 공정이 요구된다.

과제의 해결 수단

- [0009] 전술한 바와 같이, 산소의 부재 또는 최소화는 파라-크실렌 제조 공정의 효율적인 작업에서 중요한 것으로 알려져 있다. 분리 유닛 (예컨대, 원심분리기) 은 다른 C₈ 방향족으로부터 파라-크실렌을 분리하기 위해서 통상적으로 사용되었다 (사용된다). 그러나, 원심분리기를 적용할지라도, 여전히 산소가 유입될 수 있다. 예컨대, 스크린-보울 원심분리기는 약간의 정압 하에 작동한다. 그 조건에도 불구하고, 예컨대, 크실렌을 정화하기 위한 원심분리기의 작업은 원심분리기 공급 파이프 및 원심분리기 회전 조립체 간의 시일의 진공을 잡아당길 것이다. 시일에서 누출의 존재는 원심분리기로의 공기 (및 그안의 산소) 의 유입을 유발할 것이다.
- [0010] 본 발명에 따른 정제 (또는 분리) 공정의 사용은, 예컨대 파라-크실렌 제조 공정에서 하류 이성화 반응기에 공급되는 스트림과 같은 다양한 공정 스트림으로의 분자 산소의 유입을 제한하는 것으로 현재 알려져 있다. 이에 따라, 소정의 분리 단계 (예컨대, 필터 칼럼을 사용함) 가, 현재 제공된 이들 공정의 안전과 효율을 위한 절충없이 파라-크실렌 제조 공정에서 본 발명에 따라서 사용될 수 있음이 또한 알려져 있다. 분자 산소의 환원은 파라-크실렌 제조 공정에서 지금까지 얻을 수 없던 다양한 이점을 제공한다. 예컨대, 환원은 이성화 반응기와 같은 분리 유닛의 하류 장비 및, 분리 유닛과 이성화 반응기 사이에 배치된 임의의 열교환 장비의 작업을 개선할 것이다. 환원은, 반응기의 경우에 반응기의 오염 및 막힘 및 촉매의 코킹의 부수적인 감소를 유발할 것이다. 또한, 환원은 덜 빈번한 촉매 재생 및 반응기 다운타임 (down-time) 을 유발할 것이다. 게다가, 환원은 분리 유닛과 이성화 반응기 사이에 배치된 임의의 열교환기의 오염 및 막힘의 경우를 회피할 것이다. 이러한 이점은 비용적으로 효율을 가지며, 파라-크실렌 공정의 수율을 개선할 것이다.
- [0011] 본원은 일반적으로, 공정으로의 분자 산소의 유입을 방지하는 조건하에서, 파라-크실렌 및 다른 크실렌 이성질체를 포함하는 슬러리로부터 파라-크실렌과 분자 산소를 분리하는 것을 포함하는 공정에 관한 것이다. 파라-크실렌 및 분자 산소는, 바람직하게는 공정으로의 분자 산소의 유입을 방지하는 조건하에서 필터 칼럼에서 슬러리로부터 분리되어, 파라-크실렌을 포함하는 필터 케이크를 생성하고 파라-크실렌 회박 생성물을 갖는 액체 생성물 성분을 포함하는 여과액을 생성한다.
- [0012] 다른 실시형태에서, 공정은 분자 산소의 분리 공정으로의 유입을 방지하는 조건하에서, 파라-크실렌 및 다른 크실렌 이성질체를 포함하는 슬러리로부터 파라-크실렌을 정제하여, 파라-크실렌 회박 생성물을 생성하는 단계 및 분리의 파라-크실렌 회박 생성물을 이성화하는 단계를 포함하는 분리 공정이다. 파라-크실렌은, 바람직하게는 분리 공정으로의 분자 산소의 유입을 방지하는 조건하에서 필터 칼럼에서 슬러리로부터 분리되어, 파라-크실렌을 포함하는 필터 케이크를 생성하고 파라-크실렌 회박 생성물을 갖는 액체 생성물 성분을 포함하는 여과액을 생성한다.

- [0013] 본원에서 특정화된 조건 하에서 작동하는 필터 칼럼은, 여과액의 분자 산소 함량을 최소화하여 이성화 유닛에서 바람직하지 않은 촉매 코킹, 오염 및 막힘을 방지하는 것으로 알려져 있다. 예컨대, 그리고 하기에서 더욱 상세히 설명하는 바와 같이, 적어도 대기압, 바람직하게는 대기압을 초과하는 압력 (예컨대, 약 2 psi(pounds per square inch)(psig) ~ 약 30 psig) 으로 작동되는 필터 칼럼은 여과액의 분자 산소 함량을 최소화할 것이다. 더 바람직한 작업에서, 필터 칼럼은 대기압을 초과하여 적어도 약 0.5 (psi) 의 상승된 압력 (즉, 적어도 약 0.5 psig) 으로 작동되며, 바람직하게는, 대기압을 초과하여 적어도 약 1.5 psi, 더 바람직하게는, 대기압을 초과하여 적어도 약 3 psi, 더 바람직하게는, 대기압을 초과하여 적어도 약 5 psi, 더욱 더 바람직하게는, 대기압을 초과하여 적어도 약 10 psi 및, 가장 바람직하게는 대기압을 초과하여 적어도 약 15 psi 의 상승된 압력으로 작동된다. 필터 칼럼을 작동시키기 위해 더욱 바람직한 압력 범위는 대기압을 초과하여 약 1.5 psi ~ 약 3 psi (즉, 약 1.5 psig ~ 약 3 psig) 이다. 대기압을 초과하는 압력이 분자 산소 유입을 최소화하거나 산소가 없음을 보장하는데 필요한 조건이긴 하지만, 대기압을 초과하는 과도한 압력은 공정의 경제적인 이점을 잃게 할 수도 있을 정도로 불필요한 작업 비용을 유발할 것이다. 게다가, 분리를 실행하기 위해 사용된 용기는 과도하지 않은 정격 압력 (pressure rating) 을 가질 것이며, 이 압력은 작동 가능한 압력의 상한을 효과적으로 설정하고, 대부분의 경우에는 접근할 수 없지만 그럼에도 불구하고 적절하다. 따라서, 본원의 교시에 의해 가능한 많은 이점을 누리기 위해서는 압력의 근접 준수가 유지되어야 한다.
- [0014] 파라-크실렌 제조 공정에서의 분자 산소의 파괴 영향을 추가로 회피하기 위해서는, 분리 유닛 (예컨대, 필터 칼럼) 으로의 공급 스트림은 실질적으로 분자 산소를 갖지 않는다. 본원에서 사용되는 바와 같이, 여과액 (상세하게는, 그의 제 2 액체 성분) 에 전달된다면, 하류 유닛 작업 (예컨대, 이성화 유닛 또는 이성화 및 분리 유닛 사이에 배치된 열교환기) 의 성능에 악영향을 미칠 수도 있는 분자 산소 (예컨대, 액체 스트림에 용융된 O₂, 가스 스트림의 기체 O₂) 의 양을 포함하지 않는다면, 스트림에는 실질적으로 분자 산소를 갖지 않는다. 예컨대, 필터 칼럼 공급물 스트림의 각각은, 바람직하게는, 스트림의 총 중량에 기초하여, 약 5 중량 ppm 이하 (더 바람직하게는, 약 2 ppm 이하, 더욱 더 바람직하게는, 약 1 ppm 이하) 의 분자 산소를 포함하며, 별개의 스트림은 단순히 분자 산소를 갖지 않을 수도 있다. 이에 따라, 필터 칼럼 여과액의 제 2 액체 성분의 분자 산소 농도는 공급물의 농도 미만이며, 바람직하게는, 필터 칼럼 여과액의 총 중량에 기초하여, 약 2 중량 ppm 이하 (더 바람직하게는, 약 0.7 중량 ppm 이하, 더욱 더 바람직하게는 약 0.4 중량 ppm 이하) 이다.
- [0015] 필터 칼럼의 사용은, 본원에 설명된 처리 조건에 따라서, 생성물 성분 회수 및 작업 비용 양자에 관련된 공정 효율을 더 개선한다. 예컨대, 파라-크실렌을 정제하고 회수하기 위해서 필터 칼럼을 사용하는 결정화/재슬러리 공정에서, 수율이 증가될 수 있고, 이와 동시에 결정화 냉각 듀티 및 이성화 재순환에 대한 작업 비용이 감소된다.
- [0016] 공정의 추가 실시형태가 또한 본원에 기재되어 있다. 예컨대, 이러한 일 실시형태에서, 슬러리 공급물로부터 고형물 생성물을 정제하는 공정은 슬러리 및 변위 유체를 필터 칼럼에 공급하는 것을 포함한다. 슬러리는, 생성물 성분 고형물과 제 2 액체 성분을 포함하고, 양자의 슬러리 및 변위 유체는 실질적으로 분자 산소를 갖지 않는다. 필터 칼럼은 생성물 성분 고형물과 슬러리의 제 2 액체 성분을 적어도 부분적으로 분리하여 여과액 (제 2 액체 성분과 변위 유체의 적어도 일부를 포함), 및 필터 케이크 (생성물 성분 고형물을 포함) 를 형성하며, 여과액의 분자 산소 농도는 슬러리의 분자 산소 농도 이하이다.
- [0017] 바람직하게는, 여과액의 분자 산소 농도는 약 2 중량 ppm 이하, 바람직하게는 0.7 중량 ppm 이하, 더 바람직하게는 약 0.4 중량 ppm 이하이다. 바람직하게는, 변위 유체는 실질적으로 분자 산소를 갖지 않으며, 기체 및/또는 액체를 포함하며, 이들 양자는, 예컨대 질소 (가장 바람직함), 이산화탄소, 수소, 메탄, 에탄, 천연가스, 헬륨, 제논, 아르곤, 네온, 및 그의 혼합물을 포함하는 생성물 성분과 반응하지 않는다. 선택적인 공정 단계는, 필터 칼럼에 플러쉬 유체 (여기서, 플러쉬 유체 또한 분자 산소를 갖지 않음) 를 공급하는 단계 및/또는 하류 화학적 반응기에서 여과액의 제 2 액체 성분의 적어도 일부를 액상 생성물 성분으로 전환하는 단계를 포함한다.
- [0018] 다른 실시형태에서, 생성물 결정화 공정은, 제 2 액체 성분 및 제 2 액체 성분의 용점보다 높은 용점을 갖는 액체 생성물 성분을 포함하는 액체 공급물 스트림을 먼저 결정화하는 것을 포함한다. 액체 공급물 스트림은, 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 포함하는 슬러리 방출물을 형성하기 위해서 액체 생성물 성분의 적어도 일부를 결정화하기에 충분한 온도로 작동하는 결정화기에서, 결정화된다. 이후, 생성물 성분 결정과 슬러리 방출물의 제 2 액체 성분은 필터 칼럼에서 적어도 부분적으로 분리되어, 제 2 액체 성분을 포함하는 여과액과 생성물 성분 결정을 포함하는 필터 케이크를 형성한다. 이후, 여과액의 제 2 액체 성분의 적어도 일부가 액

체 생성물 성분으로 전환된다.

[0019] 또다른 실시형태에서, 적어도 부분적으로 결정화된 생성물을 재슬러리화하는 공정은, 재슬러리 단계 공정을 포함하는데, 재슬러리 단계 공정은 (바람직하게는 필터 칼럼에서) 액체 생성물 성분으로 존재하는 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 적어도 부분적으로 분리하는 단계로서, 액체 생성물 및 제 2 액체 성분은 슬러리 공급물로 존재하고, 생성물 성분 결정은 제 2 액체 성분의 용점보다 높은 용점을 가져 여과액 (제 2 액체 성분을 포함), 및 농후화된 생성물 스트림 (생성물 성분 결정을 포함) 을 형성한다. 농후화된 생성물 스트림과 재슬러리 회석물 (액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분을 포함) 양자가 생성물 성분 결정을 포함하는 재슬러리 드럼에 공급된다(조합된다). 이후, 생성물 성분 결정은 생성물 성분 결정과 제 2 액체 성분 양자를 포함하는 재슬러리 방출물을 형성하기에 충분한 시간 동안 재슬러리 드럼에서 액체 생성물 및 제 2 액체 성분을 평형화하는 단계를 포함하는 공정.

[0020] 다른 실시형태에서, 결정화된 생성물의 생성 공정은 2 이상의 결정화 단계 공정을 직렬로 실행하는 것을 포함하며, 각각의 결정화 단계 공정은 제 2 액체 성분 및 제 2 액체 성분의 용점보다 높은 용점을 갖는 액체 생성물 성분을 포함하는 액체 공급물 스트림을 결정화하는 것을 포함한다. 액체 공급물 스트림은 생성물 성분 결정과 제 2 액체 성분을 포함하는 슬러리 방출물을 형성하기 위해서 액체 생성물 성분의 적어도 일부를 결정화하기에 충분한 온도로 작동하는 결정화기에서, 결정화된다. 이후, 생성물 성분 결정과 슬러리 방출물의 제 2 액체 성분은 (적어도 하나의 필터 칼럼이 사용되지만) 필터 칼럼, 세정 칼럼 또는 원심분리기에서 적어도 부분적으로 분리되어 액체 생성물 성분과 제 2 액체 성분을 포함하는 여과액, 및 생성물 성분 결정을 포함하는 농후화된 생성물 스트림을 형성한다. 제 1 결정화 단계 이외의 각각의 결정화 단계를 위한 액체 공급물 스트림은 선행하는 상류 결정화 단계로부터 여과액을 포함한다.

[0021] 또다른 실시형태에서, 원심분리기 여과액으로부터 고형물 생성물을 회수하는 공정은, 먼저 액체 및 원심분리기에서 분산된 고형물을 포함하는 슬러리 공급물 스트림을 적어도 부분적으로 분리하여 적어도 높은 고형물 여과액 및 원심분리기 케이크를 형성한다. 높은 고형물 여과액은 액체 및 분산된 고형물을 포함하며, 높은 고형물 여과액에서 분산된 고형물의 중량 농도는 높은 고형물 여과액의 총 중량에 기초하여 약 5 중량 % ~ 약 50 중량 % 이며, 원심분리기 케이크는 액체 및 분산된 고형물을 포함하며, 원심분리기에서 분산된 고형물의 중량 농도는 원심분리기의 총 중량에 기초하여 50 중량 % 초과이다. 이후, 높은 고형물 여과액에서 분산된 고형물과 액체는 필터 칼럼에서 적어도 부분적으로 분리되어 액체를 포함하는 필터 칼럼 여과액, 및 분산된 고형물을 포함하는 필터 칼럼 케이크를 형성하고, 필터 칼럼 케이크는 필터 칼럼 여과액의 중량 농도보다 큰 분산된 고형물의 중량 농도를 갖는다.

[0022] 전술한 실시형태 중 일부는 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 및/또는 에틸벤젠을 포함하는 C₈ 방향족 탄화수소의 혼합물로부터 파라-크실렌 (고형물 형태로 결정화될 수 있음) 을 분리하고 정제하는데 사용될 수 있다. 전술한 설명으로부터, 개시된 공정은 크실렌 이성질체의 혼합물로부터 파라-크실렌의 정제를 단순히 제한하는 것이 아니라, 분자 산소가 바람직하지 않은 공정 오염물로서 간주되는 임의의 고-액 분리 공정에 적용될 수 있다.

[0023] 본 발명의 추가의 특징은 도면, 실시예 및 첨부된 청구범위와 연관된 하기의 상세한 설명을 참조하여 당업자에게 명확해질 것이다.

[0024] 본 발명의 더 완전한 이해를 위해, 하기의 상세한 설명 및 첨부된 도면을 참조한다.

도면의 간단한 설명

[0025] 도 1 은 고형물 (결정질) 생성물 성분을 회수하기 위해서 2 개의 재슬러리 단계 및 필터 칼럼을 사용하는 결정화/재슬러리 공정을 도시하는 공정 흐름도이다.

도 2 는 고형물 (결정질) 생성물 성분을 회수하기 위해서 임의의 수의 재슬러리 단계 및 필터 칼럼을 사용하는 결정화/재슬러리 공정을 도시하는 공정 흐름도이다.

도 3 은 고형물 (결정질) 생성물 성분을 회수하기 위해서 결정화기 및 필터 칼럼의 직렬식 배열을 도시하는 공정 흐름도이다.

도 4 은 원심분리기로부터 고형물 (결정질) 생성물 성분을 회수하기 위해서 원심분리기 및 필터 칼럼의 직렬식 배열을 도시하는 공정 흐름도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 기재된 공정이 다양한 형태의 실시형태에 적합하지만, 본 발명의 특징의 실시형태는 도면 (하기에 설명됨) 에 기재된 것으로 이해되어야 하며, 이의 설명은 예시를 위한 것이지만 본 발명을 명세서에 기재하여 설명된 특징의 실시형태로 제한하고자 함은 아니다.
- [0027] 일반적으로, 공정 효율, 안전 및/또는 제조 수율에 악영향을 미칠 수도 있는 분자 산소 (O_2) 의 공정 내로의 진입을 바람직하게 방지하는 조건 하에서 고-액 슬러리로부터 고형물을 분리할 수 있는 공정이 본 명세서에 기재되어 있다. 따라서, 본 공정의 일반적인 예시적 실시형태에서, 파라-크실렌 및 분자 산소는, 분자 산소의 공정 내로의 진입을 방지하는 조건 하에서 파라-크실렌 및 다른 크실렌 이성질체를 포함하는 슬러리로부터 분리된다. 파라-크실렌 및 분자 산소는, 바람직하게는, 분자 산소의 공정 내로의 진입을 방지하는 조건 하에서, 필터 칼럼의 슬러리로부터 분리되어 파라-크실렌을 포함하는 필터 케이크를 제조하고, 파라-크실렌 회박 생성물을 함유하는 액체 생성물 성분을 포함하는 여과액을 제조한다.
- [0028] 다른 일반적인 예시적 실시형태에서, 공정은 분자 산소의 공정 내로의 진입을 방지하는 조건 하에서, 파라-크실렌 및 다른 크실렌 이성질체를 포함하는 슬러리로부터 파라-크실렌을 정제하여 파라-크실렌 회박 생성물을 제조하는 단계 및 분리의 파라-크실렌 회박 생성물 이성질화 단계를 포함하는 분리 공정이다. 파라-크실렌은, 바람직하게는 분자 산소의 분리 공정으로의 진입을 방지하는 조건 하에서, 필터 칼럼의 슬러리로부터 정제되어, 파라-크실렌을 포함하는 필터 케이크 및 파라-크실렌 회박 생성물을 함유하는 액체 생성물 성분을 포함하는 여과액을 제조한다.
- [0029] 이들 일반적인 예시적 실시형태에 따르면, 여과액은 변위 유체를 더 포함할 수도 있다. 바람직하게는, 필터 케이크 및 여과액 변위 유체중 적어도 하나는 공정에 도입되는 분자 산소를 적어도 일부 포함한다. 본원에서 사용되는 바와 같이, "공정에 도입되는 분자 산소의 적어도 일부" 는 공정에 도입되는 분자 산소의 적어도 약 40 %, 바람직하게는, 적어도 약 45 %, 및 더욱 더 바람직하게는 적어도 약 50 % 를 의미한다. 게다가, 필터 케이크 및 여과액 변위 유체중 적어도 하나는 공정에 도입되는 분자 산소의 실질적으로 전부를 포함한다. 본원에서 사용되는 바와 같이, "공정에 도입되는 분자 산소의 실질적으로 전부" 는 공정에 도입되는 분자 산소의 적어도 약 80 %, 바람직하게는 적어도 약 90 %, 및 더욱 더 바람직하게는 적어도 약 95 % 를 의미한다.
- [0030] 다양한 다른 실시형태 중 본원에 기재된 것은, 분자 산소가 여과액 공정 스트림에 존재하지 않도록 특정된 조건 하에서, 고-액 슬러리로부터 고형물을 분리하기 위해 필터 칼럼을 사용하는 공정, 예컨대 용융시 결정화 정제 공정이다. 이 공정은 하기에 일반적으로 기재된 수개의 유닛 작업을 이용한다. 이러한 일 실시형태는 필터 칼럼 여과액으로의 분자 산소의 진입을 제한하는 방식으로의 필터 칼럼 작업을 포함한다. 다른 실시형태는 결정화/재슬러리 공정과 조합하여 필터 칼럼을 사용하는데, 특히 이 실시형태는 결정화기 및 필터 칼럼 또는 재슬러리 드럼 및 필터 칼럼을 포함하는 하위 조합에 관한 것이다. 추가의 실시형태는 결정화기의 직렬식 배열과 조합하여 사용하는 필터 칼럼의 용도를 포함한다. 다른 실시형태는 원심분리기를 통과하는 잔류 고형물을 원심분리기 여과액으로 회수하기 위해서 원심분리기와 조합하여 사용하는 필터 칼럼의 용도를 포함한다. 시험 및 시뮬레이션 데이터는, 본 발명에 따른 필터 칼럼을 사용하는 공정이 분자 산소의 공정내로의 진입을 제한하는데 효과적이며, 추가로 공정 효율을 개선하는 것을 보여준다.
- [0031] 본 발명의 바람직한 일 실시형태는, 공정 유동 스트림 (예컨대, 고형물 생성물의 정제를 초래하는 유닛 작업을 나오는 하나 이상의 스트림) 으로의 분자 산소의 진입을 감소시키거나 방지하는 공정 조건 하에서 슬러리 공급물로부터 고형물 생성물을 정제하는 공정을 포함한다. 본 실시형태의 예시로서, 이 공정은 필터 칼럼에, 분리될 성분, 변위 유체, 및 선택적으로 플러쉬 유체를 포함하는 고/액 슬러리를 먼저 공급하는 단계를 포함할 수도 있는데, 이들 유동 흐름의 세가지는 실질적으로 분자 산소를 갖지 않는다.
- [0032] 고/액 슬러리 공급물은, 필터 칼럼에 의해 분리/회수되는 생성물 성분 및 슬러리 공급물로부터 제거되는 제 2 액체 성분을 포함한다. 개시된 정제 공정은 임의의 제 2 액체 성분에 의해 슬러리에서 분산된 임의의 생성물 성분 고형물의 분리에 적합하다. 정제 공정이 결정화 및/또는 재슬러리 단계에서 실행되는 경우, 분리되는 2 개의 성분은 융점 차이를 가지며, 생성물 성분 고형물은 액상 생성물 성분의 결정화를 통해 상류 결정화/재슬러리화 단계에서 형성된 생성물 성분 촉매일 수 있다. 바람직한 실시형태에서, 개시된 공정 (후술하는 것도 포함) 은 다른 탄화수소로부터 파라-크실렌을 분리하고 정제하는데 사용되며, 따라서, 생성물 성분 (액체 또는 고형물/결정질 형태인 것) 은 바람직하게는 파라-크실렌을 포함한다. 유사하게, 제 2 액체 성분은, 바람직하게는 오르소-크실렌, 메타-크실렌 및/또는 에틸벤젠을 포함한다. 본원에서 사용된 바와 같이, 제 2

액체 성분은 단일 "성분" 으로 불리지만, 단일 화학적 화합물 또는 개시된 공정을 사용하여 특별한 생성물 성분으로부터 분리될 수 있는 화학적 화합물의 집합물 중 어느 하나로 언급될 수 있다.

[0033] 필터 칼럼은 부유물을 집중시키는 고-액 분리 장치이다. 적절한 필터 칼럼의 예시는 본원에 참조인용되는 미국 특허 공개 공보 2005/0056599 및 2007/0225539 에 개시된다. 적절한 필터 칼럼은 특징의 외경을 가지며 중공 원통 내에서 축선 방향으로 신장하는 하나 이상의 튜브를 포함하는 중공 원통을 포함한다. 각 튜브의 벽은 튜브의 내부 및 중공 원통의 내부 사이의 단지 직접적인 연결을 형성하는 적어도 하나의 필터를 포함한다. 필터 칼럼은, 필터 칼럼의 제 1 단부 내로 부유물을 지향시킴으로써 고-액 부유물 (예컨대, 모액에 부유된 고형물 생성물 성분) 에서 액체로부터 고형물을 분리한다. 변위 유체 (예컨대, 부유물 액체와 혼합할 수 없는 가스 또는 액체) 는 필터 칼럼의 제 2 단부에 배압 (back pressure) 을 가하여, 필터 칼럼으로부터 여과액 (예컨대, 모액) 으로서 인출되도록 튜브 내부로 필터를 통해 부유물 액체의 일부를 구동시키는 것을 도와, 이에 의해 중공 원통 및 튜브 둘레에서 고형물의 농축 부유물 (즉, 베드) 을 형성한다. 고형물의 농축 부유물은 생성물 오버플로우 슈트 (chute) 를 통해, 예컨대 소량의 부유물 액체 (예컨대, 모액) 및/또는 변위 유체를 포함하는 농축 생성물 케익의 형태로 필터 칼럼의 제 2 단부로부터 인출된다.

[0034] 선택적으로, 플러쉬 유체는 장애물의 생성물 슈트를 제거하기 위해서 생성물 슈트에 공급된다. 바람직하게는, 플러쉬 유체가 사용될 때, 예컨대, 플러쉬 유체가 재순환된 부유물 액체 (모액) 및/또는 액체 생성물 성분을 포함할 때, 생성물 슈트는 또한 재슬러리 영역 저장소를 포함한다. 필터 칼럼의 이러한 재슬러리 실시형태에서, 재슬러리 영역 저장소는 별도의 재슬러리 드럼 (하기 참조) 의 기능을 실행한다. 재슬러리 드럼과 유사하게, 제 2 액체 성분을 포함하는 액체에서 분산된 생성물 성분 결정과 결정화되지 않은 액체 생성물 성분의 일부를 갖는 슬러리 방출물은 재슬러리 필터 칼럼의 제 1 단부에서 출구를 통해 재슬러리 필터 칼럼을 나온다. 재슬러리 영역 저장소에 결합된 필터 칼럼의 용도는, 칼럼이 콤팩트하여, 공정 장비의 부품 수를 감소하고, 추가로 (즉, 필터 케이크를 수송하기 위해서 중력에 의존하고 승강되어야만 하는 원심분리기에 비해) 유닛이 온-그레이드에 배치되게 하기 때문에 바람직한 구성이다. 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "필터 칼럼" 은 재슬러리 영역 저장소 및 플러쉬 유체를 추가로 포함하는 실시형태 뿐만 아니라 전술한 일반적인 실시형태 모두를 의미한다.

[0035] 일반적으로, 변위 유체는 가스 및/또는 액체를 포함할 수 있는데, 각각은 바람직하게는, 불활성이며, 혼합될 수 없고, 및/또는 생성물 성분과 용융되지 않는다 (예컨대, 생성물 성분 고형물/결정은 변위 유체와 용융되지 않고, 액체 생성물/제 2 성분은 변위 유체와 혼합될 수 없음). 생성물 성분이 파라-크실렌을 포함하는 경우, 변위 유체는 실질적으로 분자 산소 (예컨대, 액체 변위 유체에서의 용융된 O_2 , 기체 변위 유체에서의 기상 O_2) 를 갖지 않는다. 생성물 성분이 파라-크실렌을 포함하는 경우, 이후 변위 유체는, 바람직하게는 질소, 이산화탄소, 수소, 메탄, 에탄, 천연 가스, 하나 이상의 희귀 가스 (예컨대, 헬륨, 제논, 아르곤, 네온), 및 그의 혼합물로 구성된 군에서 선택된 가스이다. 질소가 특히 바람직한 변위 유체이다. 질소 가스는, 공급물에 존재하는 임의의 산소를 제거하고, 공급물에서의 산소보다 더 적은 산소를 포함하는 것을 보장한다. 질소 가스가 재순환되는 범위까지, 이러한 재순환에 존재하는 산소는 재순환된 질소 가스를 재사용하기 전에 제거될 수 있지만, 이러한 절차와 관련된 추가 비용이 존재할 수 있다.

[0036] 슬러리 공급물, 변위 유체, 및 (선택적인) 플러쉬 유체가 필터 칼럼에 도입된다면, 생성물 성분 고형물 및 슬러리의 제 2 액체 성분은 필터 칼럼에서 분리되어 여과액과 필터 케이크를 형성한다. 여과액은 제 2 액체 성분과 변위 유체를 포함하며, 생성물 성분의 낮은 잔류물 함량 (예컨대, 슬러리 공급물에서의 원래의 액체 생성물 성분 및/또는 필터 칼럼 필터를 통과할 수 있는 미세 생성물 성분 고형물) 을 더 포함할 수 있다. 필터 케이크는 우세하게는 생성물 성분 고형물로 구성되지만, 일반적으로 필터를 통해 여과액을 통과할 수 없는 제 2 액체 성분의 잔류 부분을 또한 포함할 수 있다. 파라-크실렌 정제 공정에서, 필터 케이크는, 일반적으로 약 15 중량 % ~ 약 20 중량 % 의 케이크 습도를 갖는데, 이는, 필터 케이크가 약 80 중량 % ~ 약 85 중량 % 의 고형물 파라-크실렌 결정 및 약 15 중량 % ~ 약 20 중량 % 의 액체 형태의 혼합된 C_8 탄화수소를 포함함을 의미한다.

[0037] 이러한 방식의 필터 칼럼의 작업은, 공정 흐름 스트림 (예컨대, 필터 칼럼 여과액) 에서 분자 산소의 부재 (또는 분자 산소의 도입 방지) 에 관련된 공정 이점을 제공할 수 있는 것으로 알려져 있다. 본원에 개시된 공정 조건에 따라 작동하는 필터 칼럼은 여과액의 분자 산소 함량을 최소화하여 이성화 유닛 (반응기) 의 원치 않는 코킹 및 막힘을 방지하는 것으로 알려져 있다. 다른 고-액 분리기 (예컨대, 일부 원심분리기) 와 달리, 본원에서 설명된 공정 조건에 따라 작동되는 필터 칼럼은 여과액의 분자 산소 농도가 슬러리 공급물의 분자 산

소 농도 이하인 것을 보장한다. 따라서, 필터 칼럼은 여과액의 분자 산소 함량을 최소화하기 위해서, 적어도 대기압, 바람직하게는 대기압을 초과하는 압력 (예컨대, 약 2 psig ~ 약 30 psig) 로 작동되어야 한다. 더욱 바람직한 작업에서, 필터 칼럼은 대기압을 초과하여 적어도 약 0.5 psi (즉, 적어도 약 0.5 psig), 바람직하게는 대기압을 초과하여 적어도 약 1.5 psi, 더 바람직하게는 대기압을 초과하여 적어도 약 3 psi, 더욱 더 바람직하게는 대기압을 초과하여 적어도 약 5 psi, 훨씬 더 바람직하게는 대기압을 초과하여 적어도 약 10 psi, 및 가장 바람직하게는 대기압을 초과하여 적어도 약 15 psi 의 상승된 압력으로 작동된다. 필터 칼럼의 작동을 위해 더욱 바람직한 압력 범위는 대기압을 초과하여 약 1.5 psi ~ 약 3 psi (즉, 약 0.5 psig ~ 약 3 psig) 이다. 대기압을 초과하는 압력은, 분자 산소 유입을 허용치 않는데 필요한 조건이지만, 대기압을 초과하는 과도한 압력은 공정의 경제적인 이점을 잃게 할 수도 있을 정도로 불필요한 작업 비용을 유발할 것이다. 게다가, 분리를 실행하는데 사용되는 용기는, 대부분의 경우에 접근될 수 없지만, 그럼에도 불구하고 적절한 작동 압력의 상한을 효과적으로 설정하는 초과하지 않는 압력을 가질 것이다. 이에 따라, 본원에서 발견한 것에 의해 가능한 수개의 이점을 유지하기 위해서는 압력의 근접 준수가 유지되어야 한다.

[0038] 분리 단계 작동 압력 (또는 상기에 기재된 필터 칼럼 압력) 에 대한 참조는 분리 유닛이 작동될 수도 있는 다양한 부분 (내부, 공급물 입구, 및 출구) 하에서 가장 낮은 다중 압력을 의미한다. 예컨대, 분리 유닛이 필터 칼럼이면, 칼럼은 등압이 아니며, 그의 실제 작동은 압력 구배에 기초하는 것으로 이해된다. 통상, 압력이 칼럼에서 3 개의 위치에서 측정되어 구배를 유추한다. 슬러리 공급물 압력은 3 개의 압력중 가장 높은 압력이다. 3 개의 압력중 2 번째로 높은 압력은 변위 유체 입구 압력이다. 3 개의 압력중 가장 낮은 압력은, 변위 유체와 여과액이 칼럼을 나갈 때의 압력이다. 칼럼 내의 임의의 위치에서의 압력은 이들 압력중 가장 높은 압력과 가장 낮은 압력에 의해 구속된다. 이에 따라, 변위 유체와 여과액이 칼럼을 나갈 때의 압력이 상압 (대기압) 보다 높은 한, 칼럼 내의 어느 곳에서나 압력은 상압 (대기압) 보다 높은 것으로 간주될 수도 있다. 게다가, 칼럼 (분리 유닛) 내의 압력이 상압 (대기압) 을 초과하는 한, 분자 산소 유입이 방지될 수 있다.

[0039] 일반적으로, 분리 유닛을 나가는 생성물-희박 (예컨대, 파라-크실렌-희박) 스트림에 존재하는 분자 산소량은 공급물을 통해 유닛에 진입하는 이러한 산소량에 관련되어 있으며, 변위 유체에 의해 유닛에서 제거된다. 필터 칼럼에 대한 공급물 스트림은 실질적으로 분자 산소가 없어야 한다. 본원에 개시된 공정 조건에 따르면, 필터 칼럼은 대기압을 초과하는 압력으로 작동되며, 움직이는 부품을 갖지 않는다. 본원에서 사용되는 바와 같이, 여과액 (상세하게는, 그의 제 2 액체 성분) 에 전달된다면, 하류 유닛 작업 (예컨대, 이성화 유닛과 이성화 및 분리 유닛 사이에 배치된 열교환기) 의 성능에 악영향을 미칠 수도 있는 분자 산소 (예컨대, 액체 스트림에 용융된 O₂, 가스 스트림의 O₂) 의 양을 포함하지 않는다면, 스트림에는 실질적으로 분자 산소가 없다. 예컨대, 필터 칼럼 공급물 스트림의 각각은, 바람직하게는, 스트림의 총 중량에 기초하여, 약 5 중량 ppm 이하 (더 바람직하게는 약 2 ppm 이하, 더욱 더 바람직하게는 약 1 ppm 이하) 의 분자 산소를 포함하며, 별개의 스트림은 단순히 분자 산소가 없을 수 있다. 이렇게 작동된다면, 필터 칼럼은 분자 산소가 대기로부터 진행하지 못하게 하여 유닛 작업에 스며들게 하여 이를 통해 흐르는 공정 스트림을 오염시킨다. 이에 따라, 필터 칼럼 여과액 중의 분자 산소 농도는, 바람직하게는 필터 칼럼 여과액의 총 중량에 기초하여, 약 2 중량 ppm 이하 (더 바람직하게는, 약 0.7 중량 ppm 이하, 더욱 더 바람직하게는 약 0.4 중량 ppm 이하) 이다.

[0040] 이미 언급한 바와 같이, 낮은 수준의 분자 산소는, 여과액 (특히, 여과액의 제 2 액체 성분) 이 화학 반응기에 공급되어 제 2 액체 성분을 생성물 성분으로 전환하는 화학 반응기, 예컨대 오르소-크실렌, 메타-크실렌 및 에틸벤젠을 파라-크실렌으로 전환하는 접촉 이성화 유닛에 공급될 때 특히 유용하다(하기에 상세히 설명함). 이성화 유닛 공급물에서 분자 산소는 접촉 반응기 및/또는 반응기의 히터의 코킹 및 막힘을 유발하는 오염물이다. 예컨대, W.T. Koetsier and J. van Leenen, "Oxygen Induced Fouling in a Xylene Isomerization Reactor Bed," Catalyst Deactivation, 1987 (G. Delmon 및 G.F. Froment 등) 참조.

[0041] 도 1 은 액체 다성분 공급물로부터 고형물 (결정질) 생성물 성분을 회수하기 위해서, 적어도 하나의 필터 칼럼과 연결하여 제 1 재슬러리 단계 (125) 및 제 2 재슬러리 단계 (145) 가 후속하는 결정화 단계 (105) 를 사용하는 결정화/재슬러리 공정 (100) 을 기재하는데, 여기서, 고형물 생성물 성분은 연속적으로 용융되어 실질적으로 순 액체 생성물 성분을 형성할 수 있다. 결정화 단계 (105) 는 결정화기 (110) 및 분리 유닛 (120) 을 포함한다. 결정화 단계 (105) 에는 재슬러리 드럼 (130) 및 분리 유닛 (140) 을 포함하는 제 1 재슬러리 단계 (125) 가 후속한다. 제 1 재슬러리 단계 (125) 에는 재슬러리 드럼 (150) 및 분리 유닛 (160) 을 포함하는 제 2 (또는 "생성물" 또는 "최종") 재슬러리 단계 (145) 가 후속된다.

- [0042] 동등하게, 결정화/재슬러리 공정 (100) 은 결정화기 (110) (제 1 분리/재슬러리 단계를 공급함) 에 후속되며 분리 유닛 (160)(최종 분리/재슬러리 단계로부터 생성물 방출물을 정제시킴) 에 선행하는 하나 이상의 일련의 분리/재슬러리 단계로서 나타낼 수 있다. 2 개의 분리/재슬러리 단계 (115 및 135) 에 의해 도 1 에 도시되어 있지만, 일반적인 결정화/재슬러리 공정 (100) 은 단지 하나의 분리/재슬러리 단계, 또는 2 이상의 분리/재슬러리 단계를 가질 수 있다. 분리/재슬러리 단계 (115) 는 분리 유닛 (120) 및 재슬러리 드럼 (130) 을 포함하고, 분리 유닛 (140) 및 재슬러리 드럼 (150) 을 포함하는 분리/재슬러리 단계 (135) 가 후속된다.
- [0043] 결정화 용기 (결정화기) 는 액체 공급물 성분 중 하나를 회수하기 위해서 적어도 2 개의 혼화할 수 있는 성분을 포함하는 상류 액체 공급물을 냉각시킨다. 용융 결정화 정제 공정의 적절한 실시에는, 참조인용된 문헌인 미국 특허 3,177,265 에 개시되어 있다. 액체 공급물은, 공급물로부터 분리되는 액체 생성물 성분 및 액체 생성물 성분에 의해 바람직하게 회수되지 않으며 결정화기의 입구에 공급되는 제 2 액체 성분을 포함한다. 액체 생성물 성분은 제 2 액체 성분의 융점 보다 더 높은 융점을 갖는다. 결정화기는 액체 생성물 성분의 적어도 일부를 결정화하는데 충분한 온도로 액체 공급물 스트림을 냉각시킨다. 특별한 액체 공급물을 위해서, 온도는 공급물 시스템의 공정 온도 (eutectic temperature) 까지 제한될 수 있다. 이에 의해, 결정화기는, 바람직하게는 생성물 성분과 함께 제 2 성분의 공동 결정화를 회피하기 위해서 생성물과 제 2 성분의 혼합물에 의해 규정된 공정 온도를 초과하는 온도에서 작동한다. 결정화기는, 바람직하게는 액체 공급물에서 액체 생성물 성분의 상당 부분을 결정화하기에 충분한 체적/체류 시간을 갖는다. 슬러리 (즉, 고-액 부유물) 방출물은 출구를 통해 결정화기를 나간다. 슬러리 방출물은, 주로 제 2 액체 성분을 포함하는 액체에 분산된 실질적으로 순 생성물 성분 결정을 갖지만, 또한 결정화되지 않은 액체 생성물 성분의 일부를 포함할 수 있다.
- [0044] 재슬러리 드럼은 하류 공정에 적합한 슬러리를 제공하기 위해서 추가의 (액체) 생성물 성분을 포함하는 통상 따뜻한 회석물 스트림과 생성물 성분 결정의 상류 필터 케이크의 평형을 유지한다. 적절한 재슬러리 드럼은 참조인용된 문헌인 미국 특허 6,565,653 에 개시되어 있다. 생성물 성분 결정의 고품질 케이크와 액체 생성물 및 제 2 성분을 포함하는 액체 회석물이 적절한 재슬러리 드럼의 입구에 공급된다. 고품질 케이크와 액체 회석물이 별개로 (즉, 2 개의 상이한 공급 라인을 통해) 재슬러리 드럼에 추가될 수 있으며, 또는 이들은 재슬러리 드럼의 상류에서 혼합되어 단일 공급 라인을 통해 거기에 추가될 수 있다. 재슬러리 드럼은 생성물 성분 결정을 포함하는 저장소이며, 저장소에서 액체 생성물 성분과 생성물 성분 결정이 평형을 이루기에 충분한 체적/체류 시간을 갖는다. 재슬러리 드럼 내용물은, 바람직하게는 교반되면서 평형을 이룬다. 슬러리 (즉, 고-액 부유물) 방출물은 출구를 통해 재슬러리 드럼을 나간다. 슬러리 방출물은 제 2 액체 성분을 포함하는 액체에서 분산된 생성물 성분 결정 및 결정화되지 않은 액체 생성물 성분의 일부를 갖는다.
- [0045] 일반적으로, 각각의 분리 유닛은 공지된 필터 칼럼, 세정 칼럼, 또는 원심분리기 (본원에 기재됨), 또는 임의의 다른 유형의 고-액 분리기일 수 있다. 본원에 따른 실시형태에서, 분리 유닛 중 적어도 하나는 필터 칼럼이며, 필터 칼럼은, 바람직하게는 적어도 하나의 논 (non)-생성물 (또는 논-최종) 재슬러리 단계에서 사용된다. 예컨대, 도 1 에 도시된 실시형태에서, 분리 유닛 (120, 140 및 160) 중 적어도 하나는 필터 칼럼이며, 필터 칼럼은, 바람직하게는 분리 유닛 (120, 140) 모두 또는 그 중 하나로서 사용된다. 이에 반해, 분리 유닛 (160) 은, 바람직하게는 논-필터 칼럼, 예컨대 세정 칼럼 또는 원심분리기이다.
- [0046] 필터 칼럼은 이들에 부과되는 다양한 공정 효율에 기초하여 상류 (즉, 논-생성물 단계) 분리 유닛으로 바람직하다. 예컨대, 원심분리기에 비해서, 필터 칼럼은 회전 부품을 갖지 않으며 (이에 의해, 구조 및 유지보수가 단순함), 필터 칼럼은 공정 유체에 기계적 에너지를 거의 부과하지 않으며 (이에 의해, 원심분리기 케이크에서 생성물 결정을 용융시키는 것에 기인한 냉각 비용 및 생성물 손실을 감소시킴), 여과액에서의 낮은 고품질 함량에 기초하여 원심분리기보다 더 많이 회수한다. 게다가, 필터 칼럼은 변위 유체의 양을 변화시킴으로써 필터 케이크 습기 (wetness) 를 용이하게 조절할 수 있고, 원심분리기를 필터 칼럼으로 대체함으로써 기존 공정의 용량을 증가시키거나 및/또는 더 공간적으로 조밀한 공정을 만드는데 사용될 수 있다. 또한, 본원에 개시된 소정의 작업 조건 하에서, 필터 칼럼은 공정 스트림으로의 산소 유입을 제거하는 것으로 알려져 있다. 세정 칼럼에 비해서, 회전 부품의 부재는 또한 이점을 갖는데, 그 이유는 세정 칼럼이, 세정 칼럼의 단위 체적당 비교적 낮은 처리량의 비용으로 회전 부품을 갖거나 또는 회전 부품을 제거하는 것 중 하나를 갖기 때문이다. 게다가, 필터 칼럼은 유사한 조건으로 더 높은 처리량을 가질 수 있고, 세정 칼럼보다 더 넓은 온도 범위에 걸쳐 작동할 수 있다.
- [0047] 이에 반해, 논-필터 칼럼은 공정의 생성물 단계에서 분리 유닛으로서 사용하는 것이 바람직하다. 통상, 세정 칼럼 및 원심분리기는 필터 칼럼에 대해 생성물 스트림에 높은 순도를 제공하고, 이에 의해 생성물 스트림은

하류 저장 또는 사용 이전에 추가 공정을 덜 필요로 한다. 필터 칼럼이 생성물 스트림에서 분리 유닛에 진입하는 생성물 성분 결정의 더 큰 분류물을 회수하고, 필터 칼럼은 통상, 생성물 스트림에서 제 2 액체 성분의 더 많은 부분을 회수한다.

[0048] 세정 칼럼 (또는 유압 세정 칼럼) 은 부유물을 농축시키는 고-액 분리 장치이다. 적절한 세정 칼럼의 예시는 참조인용된 문헌인 미국 특허 4,734,102 및 4,735,781 에서 개시된다. 세정 칼럼은 중공 원통 내에서 축 방향으로 신장하며 특정한 외경을 갖는 하나 이상의 튜브를 포함하는 중공 원통을 갖는다. 각각의 튜브의 벽은 튜브의 내부와 중공 원통의 내부 간의 단지 직접적인 연결을 형성하는 적어도 하나의 필터를 포함한다. 세정 칼럼은, 세정 칼럼의 제 1 단부로 부유물, 그리고 부유물에 대향류로 세정 칼럼의 제 2 단부로 세정 액체를 지향시킴으로써 고형물을 고-액 부유물 (예컨대, 모액에서 부유된 고형물 생성물 성분) 에서 액체와 분리한다. 부유물로부터 여과액 (예컨대, 모액) 은 필터 튜브의 필터를 통해 튜브의 내부로 빠져나가며, 이후 세정 칼럼 (예컨대, 세정 칼럼의 제 1 단부) 으로부터 인출된다. 생성물 성분 고형물의 농축된 부유물은 세정 칼럼의 제 2 단부로부터 인출된다. 세정 칼럼의 제 2 단부에서 도입된 세정 액은 고형물의 농축된 부유물을 재슬러리화하여 회수된 고형물의 일부를 용융시킬 수 있다. 세정 칼럼이 용융 결정화 공정으로부터 유도된 부유물을 분리/정제하는데 사용되고, 세정액은 부유물로부터 용융 결정 생성물을 포함한다.

[0049] 고-액 분리기로서의 사용에 적합한 원심분리기는 특별히 제한되지 않으며, 예컨대, 여과 원심분리기 및 특히 스크린-보울 (bowl), 솔리드-보울 및/또는 푸셔 원심분리기와 같은 종래 기술에서 공지된 것을 포함한다. 적절한 원심분리기는 일반적으로, 분리될 고-액 부유물 (예컨대, 모액에 부유된 고형물 생성물 성분) 용 입구, 농축 고형물 부유물 (예컨대, 생성물 필터 케이크) 용 제 1 출구 및 입구 부유물로부터 여과된 액체 (예컨대, 모액) 용 제 2 출구를 포함한다. 일부 실시형태 (예컨대, 스크린-보울 원심분리기가 사용되는 경우) 에서, 원심분리기는 입구 부유물로부터 여과된 액체용 제 3 출구를 포함하는데, 제 2 및 제 3 출구 스트림은 각각에 포함된 고형물 (예컨대, 잔류의, 회수되지 않은 생성물 성분) 의 상대량에서 차이가 있다. 이러한 실시형태에서, 제 2 출구는 낮은 고형물 여과액 스트림일 수 있고, 제 3 출구는 높은 고형물 여과액 스트림일 수 있다.

[0050] 도 1 에 도시된 실시형태에서, 생성물 성분의 정제 및 회수 공정은 결정화기 (110) 에 액체 공급물 스트림 (204) 을 공급함으로써 시작된다. 전술한 바와 같이, 공급물 스트림 (204) 은 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분을 포함하는데, 액체 생성물 성분은 제 2 액체의 용점보다 더 높은 용점을 갖는다. 공급물 스트림 (204) 이 일반적으로 제 2 액체 생성물 성분과의 사이에 임의의 바람직한 분포를 갖는데, 파라-크실렌의 정제를 위해 바람직한 공급물 스트림 (204) 은 약 10 중량 % ~ 약 30 중량 % (더 바람직하게는 약 15 중량 % ~ 약 25 중량 %) 의 파라-크실렌을 포함한다. 결정화기 (110) 는 액체 공급물 스트림 (204) 으로부터 액체 생성물의 적어도 일부를 결정화시키기에 충분한 온도로 작동하여, 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분 양자를 포함하는 슬러리 방출물 (208) 을 포함한다. 예컨대, 공급물 스트림 (204) 은 약 22 중량 % ~ 약 23 중량 % 파라-크실렌을 포함하고, 상압에서의 적절한 결정화 온도는 약 -89 °F (-67 °C) 이며, 또는 약 -91 °F (-68 °C) 의 2 원 공정 온도보다 약 2 °F (1.1 °C) 더 따뜻하다. 결정화 온도는 일반적으로 공급물 스트림 (204) 에서 재생된 임의의 스트림에 존재하는 파라-크실렌의 양에 기초하여 변경될 수 있다. 연속의 파라-크실렌 정제 공정에서, 결정화기 (110) 에서의 체류 시간은 공급물 스트림 (204) 에서의 액체 생성물 성분의 상당 부분을 결정화시키는 데 충분하며, 예컨대, 공급물 스트림 (204) 에서 액체 생성물 성분의 적어도 약 50 중량 % (더 바람직하게는, 적어도 약 70 중량 %) 이다.

[0051] 이후, 슬러리 방출물 (208) 은, 바람직한 실시형태에서 필터 칼럼이지만, 세정 칼럼 또는 원심분리기일 수도 있는 유닛 (120) 에 공급된다. 필터 칼럼 (120) 은 필터 케이크 (212) 및 여과액 (216) 을 형성하기 위해서 슬러리 방출물 (208) 의 제 2 액체 성분과 생성물 성분 결정과 부분적으로 분리된다. 필터 케이크 (212) 는, 우세하게는 생성물 성분 결정의 고형물 케이크이다. 바람직하게는, 슬러리 방출물 (208) 로부터 생성물 성분 결정의 실질적으로 전부가 필터 케이크 (212) 에서 회수되고, 필터 케이크 (212) 는 여과액 (216) 의 농도보다 더 큰 생성물 성분 중량 농도 (즉, 액체와 고형물이 조합됨) 를 갖는다. 또한, 필터 케이크 (212) 는, 일반적으로 제 2 액체 성분 및 액체 생성물 조성 모두를 포함하는 소량의 액체를 포함한다. 자세하게는, 필터 케이크 (212) 는, 바람직하게는 필터 케이크의 총 중량에 기초하여 임의의 액체를 포함하는 생성물 성분 결정을 약 50 중량 % ~ 약 99 중량 % (더 바람직하게는, 약 75 중량 % ~ 약 88 중량 %) 포함한다. 여과액 (216) 은 우세하게는 제 2 액체 성분의 액체 스트림이며, 바람직하게는 슬러리 방출물 (208) 로부터 제 2 액체 성분의 실질적으로 전부가 여과액 (216) 에서 회수된다. 그러나, 여과액 (216) 은 액체 생성물 성분 및/또는 생성물 성분 결정의 소량을 포함할 수 있다. 일반적으로, 여과액 (216) 은 리펙트 스트림으로서 버려지거나 또는 바람직하게는 추가의 공정을 위해 재순환되거나 할 수 있다. 필터 칼럼 (120) 은, 바람직하게는

슬러리 방출물 (208)로부터 액체 생성물과 제 2 성분을 변위시켜 여과액 (216)을 형성하도록 구동력을 제공하기 위해서 추가의 변위 유체 공급물 스트림 (도시 생략)을 포함한다.

[0052] 이후, 필터 케이크 (212) 및 재슬러리 회석물 (240)이 스트림 (220)을 통해 제 1 재슬러리 드럼 (130)에 공급된다. 재슬러리 회석물 (240)은 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분 양자를 포함하는 액체 스트림이다.

도 1에 도시하는 바와 같이, 필터 케이크 (212) 및 재슬러리 회석물 (240)은 제 1 재슬러리 드럼 (130)의 상류에서 혼합되고, 이후 단일 스트림 (220)을 통해 공급된다. 그러나, 대안의 실시형태 (도시 생략)에서, 필터 케이크 (212) 및 재슬러리 회석물 (240)은 2개의 별개의 스트림으로서 제 1 재슬러리 드럼 (130)에 공급될 수 있다.

[0053] 추가의 실시형태 (도시 생략)에서, 상류 분리 유닛 (120)은 원심분리기일 수 있다. 이 경우, 제 1 재슬러리 드럼 (130)에 공급된 원심분리기 방출물은 필터 케이크 (212)(즉, 소량의 제 2 액체 성분 및 액체 생성물 성분을 갖는 생성물 성분 결정의 우세한 고형물 케이크)와 유사하다.

[0054] 재슬러리 드럼 (130)은 생성물 성분 결정, 액체 생성물 성분, 및 제 2 액체 성분을 포함하는 고-액 슬러리를 갖는 저장소이다. 재슬러리 드럼 (130)에서, 생성물 성분 결정은 재슬러리 방출물 (224)을 형성하기에 충분한 시간 동안 액체 생성물과 제 2 성분이 평형을 이룬다. 이러한 평형은 필터 케이크 (212)의 온도에 대해 재슬러리 방출물을 가열한다. 연속의 공정에서, 필터 케이크 (212) 및 재슬러리 회석물 (240)의 공급 속도와 재슬러리 드럼 (130)의 체적이 선택되어 평형을 위해 충분한 체류 시간을 제공한다.

[0055] 이후, 재슬러리 방출물 (224)은 분리 유닛 (120)과 유사하게 작동하는 분리 유닛 (140)에 공급된다. 분리 유닛 (140)은 필터 칼럼, 세정 칼럼 또는 원심분리기일 수 있다. 바람직하게는, 분리 유닛 (140)은 필터 칼럼이다. 필터 칼럼 (140)은 필터 칼럼 (120)과 유사하게 작동하여, 필터 케이크 (212)와 유사한 내용물을 갖는 필터 케이크 (228) 및 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분모두를 갖는 여과액 (232)을 포함한다. 여과액 (232)이 리젝트 스트림으로서 제거될 수 있지만, 바람직하게는 추가 공정을 위해 재순환된다. 도 1에 도시된 바와 같이, 여과액 (232)의 일부분 (236)은 재슬러리 회석물 (240)(이 경우, 여과액 (232)은 적어도 일부의 액체 생성물 성분을 포함함)로서 재슬러리 드럼 (130)에 재순환되고, 여과액 (232)의 일부분 (244)은 액체 공급물 스트림 (204)으로의 분배장치로서 결정화기 (110)에 재순환된다. 재슬러리 회석물 (240)은, 재슬러리 드럼 (130)에서 고-액 슬러리의 결과물 온도가 원하는 값으로 조절되도록 선택된 열 입력을 제공하는 회석물 히터 (242)에 의해 가열될 수 있다.

[0056] 이후, 필터 케이크 (228) 및 재슬러리 회석물 (272)은 스트림 (248)을 통해 제 2 재슬러리 드럼 (150)에 공급된다. 제 2 재슬러리 드럼 (150)은 제 1 재슬러리 드럼 (130)과 유사하게 작동하며, 이에 의해 생성물 성분 결정, 액체 생성물 성분, 및 제 2 액체 성분을 포함하는 재슬러리 방출물 (252)을 형성한다.

[0057] 이후, 재슬러리 방출물 (252)은 도 1에 도시된 실시형태에서 최종 분리 유닛 (150)에 공급된다. 최종 분리 유닛 (160)은, 바람직하게는 필터 칼럼, 예컨대 세정 칼럼 또는 원심분리기 이외에 고-액 분리기이다. 분리 유닛 (160)은 제 1 출력으로서 여과액 (268)(다른 상류 여과액 (216 및 232)과 유사함)을 포함한다. 여과액 (268)은 소량의 생성물 성분 결정을 포함할 수도 있지만, 액체 생성물 성분과 제 2 액체 성분 모두를 포함하는 액체 스트림이다. 여과액 (268)이 리젝트 스트림으로서 배출될 수 있지만, 바람직하게는 추가의 공정을 위해 재순환된다. 도 1에 도시된 바와 같이, 여과액 (268)의 일부는 재슬러리 회석물 (272)로서 제 2 재슬러리 드럼 (150)에서 재순환되고, 여과액 (268)의 일부 (276)는 재슬러리 회석물 (240)에 분배기로서 제 1 재슬러리 드럼 (130)에서 재순환된다. 재슬러리 회석물 (272)은, 제 2 재슬러리 드럼 (150)이 원하는 값으로 조절되도록 선택된 열 입력을 제공하는 회석물 히터 (274)에 의해 가열된다. 또한, 분리 유닛 (160)은 생성물 스트림 (256)을 포함한다. 생성물 스트림 (256)은 일부의 액체 생성물 성분 (예컨대, 분리 유닛 (160)이 원심분리기일 때 형성된 세정된 필터 케이크)과 함께 우세한 생성물 성분 결정을 포함할 수도 있고, 또는 생성물 성분 결정 및 액체 생성물 성분 (예컨대, 분리 유닛 (160)이 세정 칼럼일 때 형성된 세정된 슬러리 출력) 양자와 함께 상당한 분류물을 포함할 수 있다. 히터 (170)는, 바람직하게는 생성물 스트림 (256)에서 임의의 잔류하는 생성물 성분 결정을 용융시키는데 사용된다. 용융된 생성물 스트림 (256)의 일부는, 바람직하게는 세정 액체 (260)로서 분리 유닛 (160)에서 재순환되고, 일부는 정제된 액체 생성물 성분 스트림인 최종 생성물 스트림 (264)으로서 인출된다. 바람직하게는, 세정 액체 (260) 및/또는 최종 생성물 스트림 (264)은 적어도 약 99.5 중량 % (바람직하게는 적어도 약 99.7 중량 %, 더 바람직하게는 적어도 약 99.8 중량 %, 예컨대 약 99.9 중량 %)의 중량 농도로 액체 생성물 성분을 포함한다.

[0058] 개시된 공정의 수율은, 결정화 단계 분리 유닛으로부터 제 2 액체 성분의 적어도 일부를 액체 생성물 성분으로

전환하는 화학 반응기에 여과액을 재순환시킴으로써 증가될 수 있고, 이후 결정화 단계 (105) 에서 재순환될 수 있다. 예컨대, 개시된 공정이 파라-크실렌을 분리하고 정제하는데 사용되면, 분리 유닛 (120) 으로부터 여과액 (216) 이, 바람직하게는 제 2 액체 성분 (즉, 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 및/또는 에틸벤젠) 을 액체 생성물 성분 (즉, 파라-크실렌) 으로 전환하여 전체 공정 (100) 의 잠재적 수율을 증가시키기 위해서 이성화 유닛 (180)(즉, 화학 반응기) 에서 재순환된다. 이성화 유닛 (180) 은, 일반적으로 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 및/또는 에틸벤젠의 파라-크실렌으로의 접촉 전환을 위한 반응기, 및 중질 및 경질 성분으로부터 C₈-방향족 탄화수소 생성물 스트림의 분리를 위한 증류 유닛 양자를 포함한다. 이성화 및 증류에 대한 상세는 종래 기술, 예컨대, 참조인용된 문헌인 미국 특허 5,284,992 에 개시되어 있다.

[0059] 도 1 에 도시된 바와 같이, 파라-크실렌-고갈 (depleted)(즉, 파라-크실렌-희박) 여과액 (216) (예컨대, 약 15 중량 % 까지 파라-크실렌을 포함함) 및 수소 공급물 (280) 이 이성화 유닛 (180) 에 공급된다. 유닛 작동 스트림을 나타내기 위해 관련지어 사용될 때의 용어 "파라-크실렌-고갈," "파라-크실렌-희박," 및 다양한 변형 예들은 유닛 작업에 공급되는 스트림에 포함된 것보다 적은 파라-크실렌을 포함하는 유닛 작업을 나가는 스트림을 말한다. 이성화 유닛 (180) 에서 접촉 반응은, 입구 오르소-크실렌, 메타-크실렌 및/또는 에틸벤젠을 파라-크실렌으로 전환하고, 중질 및 경질 탄화수소 성분을 발생시킨다. 반응 생성물은 이성화 유닛 (180) 증류 부분에서 분리되어 중질 탄화수소 폐기 스트림 (288)(예컨대, C₁ 내지 C₇ 지방족 및 방향족 탄화수소를 포함함), 중질 탄화수소 스트림 (290)(예컨대, C₉ 및 높은 지방족 및 방향족 탄화수소를 포함함), 및 이성질체 (284) 를 형성한다. 이성질체 스트림 (284) 은, 일반적으로 하기의 C₈ 방향족 탄화수소 혼합물을 포함한다: 약 20 중량 % ~ 약 25 중량 % (예컨대, 약 22 중량 %) 파라-크실렌, 약 15 중량 % ~ 약 30 중량 % 오르소-크실렌, 약 40 중량 % ~ 약 55 중량 % 메타-크실렌, 및 약 5 중량 % ~ 약 15 중량 % 에틸벤젠. 도 1 에 도시된 바와 같이, 이성질체 스트림 (284) 및 혼합된 크실렌 공급물 (292) 이 조합되어 결정화 단계 공급물 (296) 을 형성한다. 이후, 결정화 단계 공급물 (296) 및 여과액 (232) 의 재순환 부분 (244) 이 조합되어 결정화기 (110) 에서 액체 공급물 스트림 (204) 을 형성한다.

[0060] 도 1 에 도시된 필터 칼럼을 사용하여 결정화/재슬러리 공정의 기술된 실시형태가 2 개의 재슬러리 단계에 의해 직렬식으로 후속되는 결정화 단계를 포함하지만, 개시된 공정은 이것으로 제한되지 않는다. 도 2 는 임의의 수 (n) 의 중간 재슬러리 단계 (325) 및 최종 재슬러리 단계 (345) 가 직렬식으로 후속되는 결정화 단계 (305) 를 포함하는 필터 칼럼을 사용한 일반적인 결정화/재슬러리 공정을 도시한다. 0 을 포함하여 임의의 수의 중간 재슬러리 단계 (325) 가 가능하며, (즉, n > 0, 여기서 n = 0 은 단일 재슬러리 공정을 나타냄), 정제/분리 단계의 최소 수는 2 인데, 즉 최종 재슬러리 단계 (345) 가 결정화 단계 (305) 에 후속한다. 재슬러리 단계의 수가 증가함으로써 인한 이점은, 부여된 생성물 순도가 훨씬 에너지 효율적으로 얻어질 수 있고, 또는 더 안으로 더 높은 생성물 순도가 등가의 에너지 입력에 의해 얻어질 수 있다. 재슬러리 단계의 수의 잠재적인 차이 이외에, 도 1 및 도 2 의 동일한 번호의 유닛 작업 및 스트림은 유사한 기능을 가지며 그리고 이에 대해서는 상세한 설명하지 않는다.

[0061] 예컨대, 결정화 단계 (305) 에서, 도 2 의 결정화기 (310) 는, 도 1 의 전술한 결정화기 (110) 의 기능과 유사하며, 공급물 스트림 (404) 및 슬러리 방출물 (408) 을 갖는다. 이후, 슬러리 방출물 (408) 은, 슬러리 방출물 (408) 의 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분을 적어도 부분적으로 분리하여 필터 케이크 (412) 와 여과액 (416) 을 형성하는 분리 유닛 (320) (바람직하게는, 필터 칼럼) 에 공급된다.

[0062] 도 2 에 도시된 바와 같이, 각각의 재슬러리 단계 (325_n) 를 위한 재슬러리 공급물 스트림은 선행의 상류 정제 또는 재슬러리 단계로부터 농후화된 생성물 스트림을 포함한다. 이는, 다음과 같이, n = 3 인 공정을 고려하고, 3 개의 재슬러리 단계중 중간 즉, 재슬러리 단계 (325₂) 에서 다양한 공정 스트림을 상징함으로써 더욱 쉽게 시각화될 수도 있다. 중간 재슬러리 단계 (325₂) 에서, 재슬러리 드럼 (330₂) 으로의 공급물 (420₂) 은 상류 필터 케이크 (428₁) 로부터의 분배물이다. 중간 재슬러리 단계 (325₂) 에서, 이후, 재슬러리 방출물 (424₂) 이 분리 유닛 (340₂)(바람직하게는, 필터 칼럼) 에 공급되어 하류 필터 케이크 (428₂) 및 여과액 (432₂) 을 형성한다. 더 일반적으로 고려하면, n 번째의 재슬러리 단계 (325) 에서 재슬러리 드럼 (330) 으로의 공급물 (420) 은 상류 필터 케이크 (즉, n = 1 이며 농후한 생성물 스트림이 결정화 단계 (305) 출력인 경우 필터 케이크 (412), 또는 n > 2 이고 농후한 생성물 스트림이 n-1 번째 재슬러리 단계 (325) 출력인 경우 상류 필터 케이크 (428)) 로부터의 분배물을 포함한다. n 번째 재슬러리 단계 (325) 내에서, 이후, 재슬러리 방출물 (424) 이 분리 유닛 (340)(바람직하게는, 필터 칼럼) 에 공급되어 필터 케이크 (428) 및 여과액 (432) 을 형성

한다. 바람직하게는, 각각의 재슬러리 단계를 위한 재슬러리 회석물은 적어도 하나의 동일한 재슬러리 단계 및 후속의 하류 재슬러리 단계로부터 재슬러리 단계 여과액의 재순환되는 부분을 포함한다. $n = 3$ 인 공정을 재시각화하고, 3 개의 재슬러리 단계 중 중간 단계 (즉, 재슬러리 단계 (325₂)) 에서 다양한 공정 스트림을 상정하면, 여과액 (432₂) 의 부분 (436₂) 은 중간 재슬러리 단계 (325₂) 에서 (예컨대, 재슬러리 히터 (442₂) 에 의해 가열된) 재슬러리 회석물 (440₂) 로서 재슬러리 드럼 (330₂) 에서 재순환된다. 여과액 (432₂) 의 부분 (444₂) 은 제 1 재슬러리 단계 (325₁) 의 재슬러리 드럼 (330₁) 으로 상류에서 재순환된다. 일반적으로, 도 2 에 도시된 것을 더 고려하면, 여과액 (432) 의 부분 (436) 은 n 번째 재슬러리 단계 (325) 에서 (예컨대, 재슬러리 히터 (442) 에 의해 가열된) 재슬러리 회석물 (440) 로서 재슬러리 드럼 (330) 에서 재순환되고, 여과액 (432) 의 부분 (444) 은 결정화기 (310)(즉, $n = 1$ 인 경우) 또는 $(n-1)$ 번째의 재슬러리 단계 (325) 의 재슬러리 드럼 (330)(즉, $n > 2$ 인 경우 스트림 (476) 을 통해) 중 어느 하나에서 상류에서 재순환된다.

[0063] 최종 재슬러리 단계 (345) 에서, 선행하는 중간 재슬러리 단계 (325) 로부터의 필터 케이크 (428) 와 재슬러리 회석물 (472) 은 스트림 (448) 을 통해 재슬러리 드럼 (350) 에 공급된다. 이후, 재슬러리 드럼 (350) 으로부터 재슬러리 방출물 (452) 이 분리 유닛 (360) (바람직하게는, 세정 칼럼 또는 원심분리기) 에 공급되어 생성물 스트림 (456) 과 여과액 (468) 을 형성한다. 바람직하게는, 여과액 (468) 의 부분은 (예컨대, 재슬러리 히터 (474) 에 의해 가열된) 재슬러리 회석물 (472) 로서 재슬러리 드럼 (350) 으로 재순환되고, 여과액 (468) 의 부분 (476) 은 재슬러리 회석물 (440) 에의 분배물로서 선행하는 재슬러리 단계 (325) 에 상류에서 재순환된다. 히터 (370) 는, 바람직하게는 생성물 스트림 (456) 에서 임의의 잔류 생성물 성분 결정을 용융시키기 위해서 사용된다. 용융된 생성물 스트림 (456) 의 일부는, 바람직하게는 세정액 (460) 으로서 분리 유닛 (360) 으로 재순환되고, 일부는 정제된 액체 생성물 성분 스트림인 최종 생성물 스트림 (464) 으로서 인출된다.

[0064] 도 3 은 다단 결정화 공정 (500) 을 포함하는 본 발명의 추가의 실시형태를 도시한다. 공정 (500) 은 적어도 2 개의 결정화 단계의 일련의 배열체, 예컨대, 다성분 액체 공급물로부터 고품의 (결정질) 생성물 성분을 회수하기 위해서 (예컨대, 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 및/또는 에틸벤젠으로부터 파라-크실렌을 분리하고 정제하기 위해서) 필터 칼럼과 관련하여 제 2 결정화 단계 (525) 가 후속되는 제 1 결정화 단계 (505) 를 포함한다. 제 1 결정화 단계 (505) 는 결정화기 (510) 및 분리 유닛 (520) 을 포함한다. 유사하게, 제 2 결정화 단계 (525) 는 결정화기 (530) 및 분리 유닛 (540) 을 포함한다. 분리 유닛 (520 및 540) 중 적어도 하나는 필터 칼럼이다. 나머지는 필터 칼럼일 수도 있고, 또는 세정 칼럼 또는 원심분리기와 같은 필터 칼럼 이외의 것일 수도 있다.

[0065] 도 1 의 실시형태와 유사하게, 생성물 성분의 정제 및 회수 공정은 액체 공급물 스트림 (604) 을 결정화기 (510) 에 공급함으로써 시작된다. 액체 공급물 스트림 (604) 은 액체 생성물 성분 및 제 2 액체 성분을 포함하는데, 액체 생성물 성분은 제 2 액체 성분의 융점 보다 높은 융점을 갖는다. 결정화기 (110) 와 유사하게, 결정화기 (510) 는 액체 공급물 스트림 (604) 으로부터 액체 생성물 성분의 적어도 일부를 결정화하기에 충분한 온도로 작동하여 생성물 성분 결정 및 제 2 액체 성분 양자를 포함하는 슬러리 방출물 (608) 을 형성한다.

[0066] 이후, 슬러리 방출물 (608) 은 필터 칼럼 (520) 에 공급되어 슬러리 방출물 (608) 의 생성물 성분 결정과 제 2 액체 성분을 적어도 부분적으로 분리하여 필터 케이크 (612) 및 여과액 (616) 을 형성한다. 필터 케이크 (612) 는 우세하게는 생성물 성분 결정의 고품체 케이크이다. 바람직하게는, 슬러리 방출물 (608) 로부터 생성물 성분 결정의 실질적으로 전부가 필터 케이크 (612) 에서 회수되고, 필터 케이크 (612) 는 여과액 (616) 의 중량 농도보다 더 큰 생성물 성분 (즉, 액체 및 고품체를 포함함) 의 중량 농도를 갖는다. 필터 케이크 (612) 는 생성물 스트림으로서 공정 (500) 으로부터 인출되거나 원한다면 추가로 정제될 수 있다. 여과액 (616) 은, 우세하게는 제 2 액체 성분의 액체 스트림이며, 바람직하게는, 슬러리 방출물 (608) 로부터 제 2 액체 성분의 실질적으로 전체가 여과액 (616) 에서 회수된다. 그러나, 여과액 (616) 은 액체 생성물 성분 및/또는 생성물 성분 결정을 포함할 수 있다.

[0067] 제 2 결정화 단계 (525)(및 임의의 후속 결정화 단계) 에서, 액체 공급물 스트림은 선행하는 상류 결정화 단계로부터 여과액을 포함한다. 이로써, 도시한 바와 같이, 여과액 (616) 이 결정화기 (530) 에 공급되어 필터 칼럼 (540) 에서 필터 케이크 (624) 및 여과액 (628) 으로 분리되는 슬러리 방출물 (620) 을 형성한다.

[0068] 직렬식 결정화기의 배열 (또는 전술한 바와 같은 결정화/재슬러리 실시형태) 의 원심분리기 대신에 필터 칼럼을 사용하는 것의 이점은, 필터 칼럼은 원심분리기에서 하는 것보다 여과액에 대해 상당히 적은 에너지 (열) 를 추가한다. 자세하게는, 분리중 원심분리기의 기계적 작동이 생성물 성분 결정에 열 에너지를 부가하여, 결정

의 일부의 용융을 유발하고, 이에 의해 원심분리기 필터 케이크에서 생성물 성분 결정의 회수 수율이 감소된다.

이에 반해, 필터 칼럼의 정상 작동중 발생하는 열이 거의 없어, 이에 의해, 용융물 손실을 방지하고 생성물 성분 결정의 회수 수율을 개선한다. 게다가, 상기에서 상세히 설명한 바와 같이, 파라-크실렌 제조 공정시, 본원에 개시된 조건 하에서 작동되는 소정의 분리 단계 (예컨대, 필터 칼럼을 사용함) 는 다양한 공정 스트림으로의 분자 산소의 유입을 유리하고 바람직하게 제한하는 것으로 알려져 있다.

[0069] 도 4 는 다단 고-액 분리 공정 (700) 을 포함하는 본원의 추가의 실시형태를 도시한다. 이 공정 (700) 은 필터 칼럼 (720) 과 직렬로 후속되는 원심분리기 (710) 의 배열체를 포함한다. 이러한 추가의 실시형태에서, 필터 칼럼 (720) 은 원심분리기 여과액 스트림에서 손실이 발생할 수도 있는 고형물의 회수를 증가시킬 수 있다.

[0070] 도 4 에서, 액체 및 분산된 고형물을 포함하는 슬러리 공급물 (804) 이 원심분리기 (710)(예컨대, 스크린 보울 원심분리기) 에 공급된다. 원심분리기 (710) 는 하기의 3 개의 출력 스트림을 형성하는 슬러리 공급물 (804) 의 성분을 적어도 부분적으로 분리한다: 액체 및 50 중량 % 초과 분산된 고형물을 포함하는 원심분리기 케이크 (808), 약 5 중량 % 이하의 분산된 고형물을 포함하는 저급 고형물 여과액 (812), 및 액체 및 약 5 중량 % ~ 약 50 중량 % (예컨대, 적어도 약 10 중량 %) 의 분산된 고형물을 포함하는 고급 고형물 여과액 (816). 이후, 고급 고형물 여과액 (816) 이 필터 칼럼 (720) 에 공급되어 액체를 포함하는 필터 칼럼 여과액 (824) 을 형성한다. 필터 칼럼 케이크 (820) 는 필터 칼럼 여과액 (824) 의 중량 농도보다 더 큰 분산된 고형물의 중량 농도를 갖는다.

[0071] 일반적으로, 원심분리기 케이크 (808) 및 필터 칼럼 케이크 (820) 는 생성물 스트림으로서 인출되어 추가의 공정 (예컨대, 정제, 용융, 저장) 을 따라 통과된다. 저급 고형물 여과액 (812) 및 필터 칼럼 여과액 (824) 은 폐기 스트림으로서 인출되거나 추가로 처리될 수 있다. 예컨대, 도 4 의 실시형태가 파라-크실렌의 분리 및 정제 공정 (즉, 분산된 고형물은 파라-크실렌 결정이며, 액체는 액체 파라-크실렌을 포함하는 C₈ 탄화수소의 혼합물임) 에 적용되는 경우, 파라-크실렌이 비교적 희박한 여과액 (812 및 824) 이 이성화 유닛으로 보내져 추가의 파라-크실렌을 생성할 수 있고, 이후, 분리/정제 공정 (예컨대, 전술한 바와 같음) 에서 재순환될 수 있다.

[0072] 공정을 실행하는데 필수적 적절한 처리 장비와 제어장치의 당업자에 의한 이해가 개시된 공정 (및 그의 다양한 실시형태) 에 포함된다. 이러한 처리 장비는, 이것으로 제한하는 것은 아니지만, 적절한 배관, 밸브, 유닛 작업 장비 (예컨대, 적절한 입구와 출구를 갖는 반응기 용기, 열교환기, 분리 유닛 등), 연관된 공정 제어 장비 및 품질 제어 장비를 포함한다. 게다가, 당업자는, 예컨대 도 1 에서와 같은 본원에 개시된 주 유닛 작업이, 분리 유닛 (120, 140, 160); 히터 (170, 242, 274); 및 재슬러리 드럼 (130, 150) 과 같은 장비를 병렬로 실행할 수도 있다는 것을 용이하게 이해해야 한다. 특히 바람직한 처리장비가 본원에서 특정된다.

[0073] 실시예

[0074] 하기의 실시예는 본 발명을 설명하고자 하는 것이지 그의 범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

[0075] 실시예 1

[0076] 분리기 공정 스트림의 분자 산소 함량에서 분리기의 효과를 측정하기 위해서, 상이한 고-액 분리기의 여과액 제 2 액체 성분 출구 스트림과 슬러리 공급물에서 시험이 실행된다. 20.9 % 산소 함량을 갖는 공기를 사용하여 측정하는 ORBISPHERE Model 261 IE 산소 분석장치 (Hach Ultra, Geneva, Switzerland로부터 입수 가능함) 에 의해 산소 측정이 이루어진다. 샘플이 산소 측정 이전에 25 °C 로 가열되고, 봉입된 샘플 시스템 (즉, 분위기 산소와 완전 고립됨) 이 모든 시험에 사용된다.

[0077] 파라-크실렌 정제 공정에서 변위 유체로서 질소를 사용하고 제 1 단 분리 유닛 (즉, 도 1 에서 분리 유닛 (120) 과 유사함) 으로서 작동하는 필터 칼럼이 시험된다. 필터 칼럼 슬러리 공급물 및 여과액이 대략 하루의 주기에 걸쳐 분자 산소를 분석하였다. 시험 주기 후, (표 1 에 요약된) 데이터는 필터 칼럼으로의 산소 유입이 없는 것을 나타낸다. 이 데이터는, 필터 칼럼이 공급물에 존재하는 산소의 일부를 제거하여, 필터 칼럼 여과액의 제 2 액체 성분이 공급물보다 더 낮은 산소 레벨을 갖는 것을 나타낸다. 자세하게는, 공급물은 대략 1.5 ppm 의 중량 산소를 포함하지만, 여과액 제 2 액체 성분은 약 0.4 ppm 미만의 산소를 포함한다. 여

과액 제 2 액체 성분의 비교적 낮은 산소 함량은, 여과액 제 2 액체 성분을 특히 추가의 파라-크실렌 제조를 위한 이성화 유닛으로의 재순환에 적합하게 한다. 필터 칼럼 압력 측정은 psig (pounds per square inch gauge) 단위로 기록되어 있으며, 이에 의해 상압/대기압의 기록 필요성을 제거한다.

표 1

필터 칼럼 스트림의 분자 산소 함량 및 필터 칼럼 작동 압력

측정 시간	필터 칼럼의 O ₂ (ppm)		필터 칼럼 압력 (psig)		
	공급물	여과액	슬러리 공급물 입구	N ₂ 입구	여과액 및 N ₂ 출구
0.00 시간	1.84	0.38	~150	~50	~2.5
19.67 시간	1.41	0.30	~100	~40	~2
25.25 시간	1.37	0.30	~100	~55	~2

[0078]

[0079]

비교로서, 파라-크실렌 정제 공정에서 제 1 단 분리 유닛 (즉, 도 1 에서 분리 유닛 (120) 과 유사함) 으로서 작동하는 종래의 원심분리기가 또한 시험된다. 슬러리 공급물 및 2 개의 원심분리기의 여과액이 분자 산소 함량을 위해 분석된다. 종래의 고속 원심분리기는, 안정 상태 작동시 및 유지보수 및 수리를 위해서 대기에 주기적으로 개방될 때, 공정으로 산소가 유입되게 한다. 필터 칼럼과 비교하여, (표 2 에 요약된) 데이터는, 산소가 종래의 원심분리기에 의해 도입되는 것을 도시한다. 자세히는, 산소 함량은 원심분리기 공급물에서 0.15 ppm 으로부터 원심분리기 여과액에서 약 0.7 ppm 초과 (예컨대, 약 0.8 ppm ~ 약 1.5 ppm) 까지 증가한다. 여과액 산소 함량이 필터 칼럼의 함량에 비해 증가하기 때문에, 산소 함량을 감소시키기 위해 추가의 공정 단계없이 파라-크실렌 제조를 위한 이성화 유닛에 원심분리기 여과액을 공급하면, 이성화 유닛 및 그의 프리 히터의 상당한 코킹 및/또는 막힘을 유발하게 된다.

표 2

원심 분리기 스트림의 분자 산소 함량

원심분리기 #	원심 분리기의 O ₂ 공급물 (ppm)	원심 분리기의 O ₂ 여과액 (ppm)
1	0.15	0.76
2	0.15	1.51

[0080]

[0081]

실시예 2

[0082]

파라-크실렌의 정제를 위한 (즉, 도 1 에 도시된 바와 같은) 결정화/이중-재슬러리 공정은 원심분리기 대신에 필터 칼럼 분리 유닛을 사용하는 것과 관련된 공정 효율을 비교하는 것을 시뮬레이션화한다. 표 3 은, 분리 유닛 (120, 140) 양자가 필터 칼럼이고, 분리 유닛 (160) 이 세정 칼럼인 도 1 의 공정을 위한 질량 발란스 정보를 나타낸다. 표 4 는, 분리 유닛 (120, 140, 160) 전부가 원심분리기인 도 1 의 공정을 위한 질량 발란스 정보를 나타낸다. 표 3 및 표 4 에서, "스트림 번호" 는 도 1 에 기록된 바와 같은 스트림을 말한다. "조성" 항목은 스트림에 존재하는 임의의 고형물 및/또는 액체 상으로부터 부여된 성분의 분포를 포함한다. "기타 C₈" 조성 항목은 오르소-크실렌, 메타-크실렌, 에틸벤젠, 및 임의의 다른 잔류 지방족 및 방향족 탄화

수소를 포함한다. 각각의 공정은 일반적으로 각 단계 출구에서 파라-크실렌 순도가 증가된 스트림 (예컨대, 필터 칼럼 공정에서 스트림 (264) 의 파라-크실렌 순도가 99.9 중량 % 까지임) 을 생성하고, 메타-크실렌, 오르소-크실렌, 및 에틸벤젠에서 비교적 농후한 여과액 스트림 (216) 을 생성시킨다.

표 3

필터 칼럼을 이용한 파라크실렌 정제 공정

스트림 번호	296	216	264	292
온도 (°F)	97.5	74.6	80.0	
유량 (lb/hr)				
총 스트림	710.9	610.9	100.0	130.4
p-크실렌	148.6	48.9	99.9	23.2
조성 (wt.%)				
p-크실렌	20.9	8.0	99.9	17.8
기타	79.1	92.0	0.1	82.2

[0083]

표 4

원심 분리기를 이용한 파라크실렌 정제 공정

스트림 번호	296	216	264	292
온도 (°F)	97.5	73.1	80.0	
유량 (lb/hr)				
총 스트림	732.3	632.3	100.0	130.7
p-크실렌	153.1	53.1	99.85	23.3
조성 (wt.%)				
p-크실렌	20.9	8.4	99.85	17.8
기타	79.1	91.6	0.15	82.2

[0084]

[0085]

표 3 및 표 4 에 기록된 값은 재료 밸런스 원리에 기초하여 최종 생성물 스트림 (264) 에서 생성된 100 lb/hr 의 파라-크실렌에 기초하여 연산된다. 공급물 스트림의 다양한 고-액 분리 유닛 (120, 140 및 160) 으로의 분할은 각각의 분리 유닛을 위해 필터 케이브 및 여과액이 통과하는 고형물의 규정된 중량 분율에 기초하여 한정될 수 있거나 한정되었다. 결정화기 (110) 및 재슬러리 드럼 (130, 150) 에서의 고형물의 형성 (즉, 파라-크실렌의 결정화에 기인함) 은 열평형의 가정에 기초한다.

[0086]

표 5 는 필터 칼럼 공정 (표 3) 과 원심분리기 공정 (표 4) 간의 전체적인 공정 특성의 비교를 나타낸다. 공정 효율 파라미터로서, "순도" 는 최종 생성물 스트림 (264) 에서의 파라-크실렌의 농도를 말하며, "회수" 는 결정화 단계 공급물 (264) 에서의 파라-크실렌의 양에 대한 최종 생성물 스트림 (264) 에서의 파라-크실렌의 양을 말하고, "수율" 은 혼합된 크실렌 공급물 (292) 에서 탄화수소의 양에 대한 최종 생성물 스트림 (264) 의 파라-크실렌의 양을 말한다. "이성화 유닛 공급물" 은 최종 생성물 스트림 (264) 에서 생성된 파라-크실렌의 단위당 여과액 (216) 을 통해 이성화 유닛 (180) 에 공급된 탄화수소의 총량을 말한다. "결정화기 듀티 (duty)" 는 결정화기 유닛 작업을 위한 냉각 듀티를 나타낸다. "이성화 유닛 공급물" 및 "결정화기 듀티" 양자는 무차원값 (dimensionless value) 이며, 원심분리기 케이스를 위해 연산된 공급물/듀티에 의해 정규화된다. 또한, 결정화기 (110) 에 공급되는 성분과 관련된 2 원 공정 온도 (binary eutectic temperature) 가

표 5 에 기록되어 있다.

표 5

파라 크실렌 정제 공정의 비교

공정 파라미터	필터 칼럼	원심 분리기	% 차이
p-크실렌 효율 (wt.%)			
p-크실렌 순도	99.9	99.85	
패스당 p-크실렌 회수	67.2	65.2	
p-크실렌 수율	76.6	76.4	
이성화 유닛 공급물 (-)	0.966	1.000	-3.4%
결정화기 듀티 (-)	0.973	1.000	-2.7%
2원 공정 (°F)	-90.9	-90.9	

[0087]

[0088]

표 5 의 데이터는, 종래의 원심분리기 고-액 분리 방법을 사용하는 유사한 공정과 비교하여, 본원에 개시된 공정 조건에 따른 파라-크실렌 정제 공정에서의 필터와 세정 칼럼을 사용하는 공정의 이점을 나타낸다. 일반적으로, 본원 (예컨대, 필터 칼럼 공정) 에 개시된 조건 하에서 작동되는 필터 칼럼 공정은 더 효과적이어서, 파라-크실렌 최종 생성물 순도, 회수, 및 수율이 높아진다. 또한, 필터 칼럼 공정은 이성화 유닛 (180) 에 부과된 듀티를 상당히 감소시킨다. 여과액 (216) 의 파라-크실렌 농도는 원심분리기 공정에 대해 0.4 중량 % 파라-크실렌만큼 높은데, 이는, 파라-크실렌의 많은 분류물이 회수되지 못하여, 원심분리기 공정에서 불필요하게 재순환되는 것을 의미한다 (즉, 필터 칼럼 공정에 비해 약 8.6 % 초과인 파라-크실렌이 재순환됨). 이러한 손실은, 예컨대 원심분리기에서 발생된 기계적 열에 의해 유발될 수 있는데, 이 열은 결정화기 (110) 에서 결정화된 고형의 파라-크실렌의 일부를 용융시켜, 파라-크실렌의 일부가 필터 케이크 (212) 에서 회수되는 것 대신에 여과액 (216) 을 통과한다. 본원에 개시된 조건 하에서, 필터 칼럼을 사용할 때 이성화 유닛 (180) 으로의 재순환된 재료의 감소된 유량 (즉, 3.4 % 감소) 은 이성화 유닛 (180) 을 위한 자동 비용의 감소를 유발한다. 또한, 필터 칼럼 공정은 훨씬 에너지 효율적이며, 낮은 결정화기 냉각 듀티 (즉, 2.7 % 감소) 를 갖는다. 이러한 효율은, 필터 칼럼이 일반적으로 원심분리기에 비해 더 축축한 생성물 케이크를 생성한다는 사실을 동반하여 임의의 비효율을 증가한다.

[0089]

특별한 작동 필요조건 및 분위기에 맞게 변화된 다른 변형에 및 변경예가 당업자에 의해 명확해질 것이기 때문에, 본원의 목적을 위해 선택된 실시예로 제한하는 것으로 고려되지 않으며, 본 발명의 범주 및 진정한 의도를 벗어나지 않는 모든 변경예 및 변형예를 포함한다.

[0090]

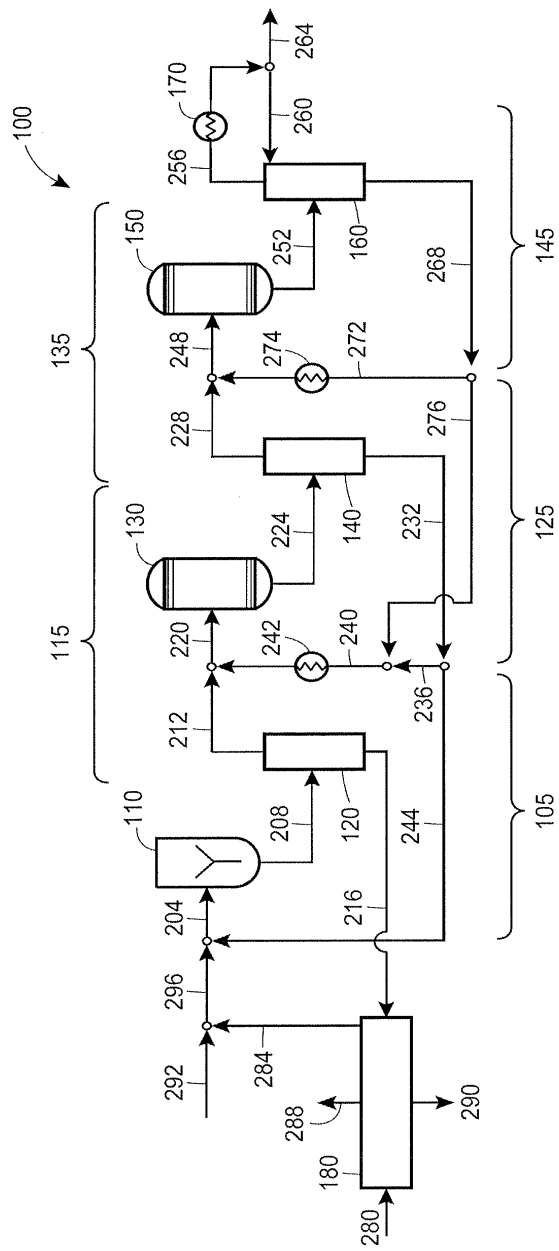
이에 따라, 본 발명의 범주 내의 변형예가 당분야에 일반적인 기술을 가진 자에게 명백할 수도 있기 때문에, 전술한 명세서는 단지 이해의 명확성을 위해 부여한 것이지, 그로부터 불필요한 제한을 하고자 하는 것으로 이해되어서는 안된다.

[0091]

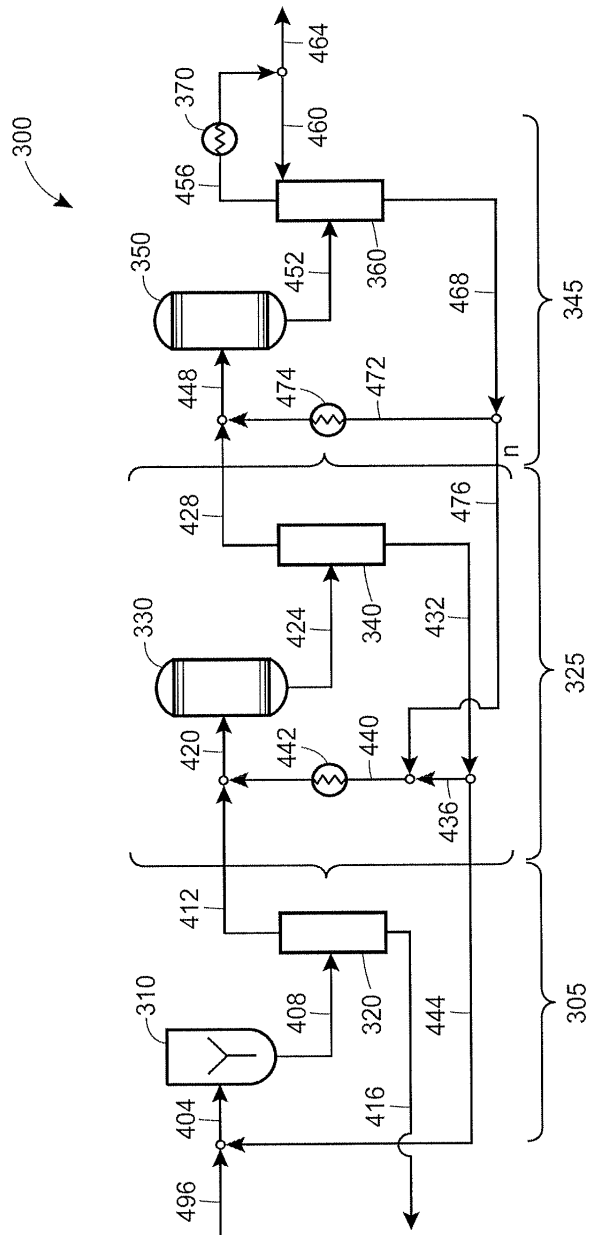
조성, 공정 또는 장치가 성분, 단계 또는 재료를 포함하는 것으로 기재된 명세서를 통해, 조성, 공정 또는 장치는, 달리 기재하지 않는다면, 인용된 성분 또는 재료의 임의의 조합을 포함하거나, 본질적으로 구성하거나 구성할 수 있다. 전술한 명세서의 관점에서 당업자에 의해 이해될 수 있는 바와 같이, 성분의 조합은 균질 및/또는 이성질 혼합물을 포함하는 것으로 상정된다.

도면

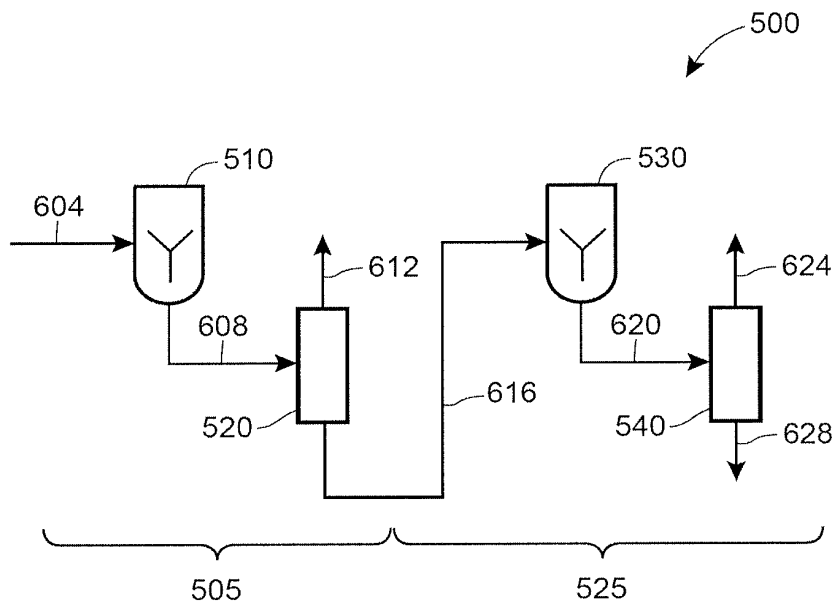
도면1



도면2



도면3



도면4

