



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2022-0028244  
(43) 공개일자 2022년03월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C07C 45/61 (2006.01) B01J 27/10 (2006.01)  
C07C 45/46 (2006.01) C07C 49/784 (2006.01)  
C08K 5/132 (2006.01) C08L 71/12 (2006.01)

(52) CPC특허분류  
C07C 45/61 (2013.01)  
B01J 27/10 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-0108990  
(22) 출원일자 2020년08월28일  
심사청구일자 2021년08월12일

(71) 출원인  
한화솔루션 주식회사  
서울특별시 중구 청계천로 86 (장교동)

(72) 발명자  
박성민  
대전광역시 유성구 가정로 76 한화케미칼 중앙연구소

서민국  
대전광역시 유성구 가정로 76 한화케미칼 중앙연구소

정기택  
대전광역시 유성구 가정로 76 한화케미칼 중앙연구소

(74) 대리인  
김창덕

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법 및 이에 의해 제조된 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠

**(57) 요약**

본 발명은 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 특정 온도에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠 합성 반응을 진행하는 경우, 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화할 수 있다. 또한, 제조 과정에서 발생하는 폐용매는 변색이 되지 않아 재사용이 가능하여 에너지 절감 효과를 제공할 수 있다.

**대표도 - 도1**



(52) CPC특허분류

*C07C 45/46* (2013.01)

*C07C 49/784* (2013.01)

*C08K 5/132* (2013.01)

*C08L 71/12* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

- (a) 테레프탈로일 클로라이드(TPC)와 디페닐 에테르(DPO)를 용매에 용해시켜 용액을 제조하는 단계;
- (b) 상기 용액을  $-10^{\circ}\text{C}$  내지  $-5^{\circ}\text{C}$ 로 냉각시켜 온도를 유지하는 단계;
- (c) 상기 용액에 촉매를 투입하여 혼합 용액을 제조하고, 혼합 용액을  $20^{\circ}\text{C}$  내지  $40^{\circ}\text{C}$ 로 승온하여 합성 반응을 진행하는 단계;
- (d) 상기 합성 이후,  $1^{\circ}\text{C}$  내지  $15^{\circ}\text{C}$ 로 냉각시켜 온도를 유지하면서 촉매를 탈착하는 단계; 및
- (e) 상기 혼합 용액에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠과 폐용매를 분리하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 수득하는 단계;를 포함하는 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 (a)단계에서 테레프탈로일 클로라이드(TPC)와 디페닐 에테르(DPO)의 중량비는 1: 1 내지 10인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 (a)단계에서 용매는 오쏘-다이클로로벤젠 및 다이클로로메테인에서 선택된 어느 하나 이상인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 (c)단계의 촉매는 루이스산으로 알루미늄 클로라이드( $\text{AlCl}_3$ ), 포타슘 카보네이트( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) 및 염화철( $\text{FeCl}_3$ )에서 선택된 어느 하나 이상인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 (c)단계의 합성 반응은 프리델-크래프츠 아실화반응(Friedel-Crafts Acylation)인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 (c)단계의 합성 반응은 2 내지 10시간 진행하는 것인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 (d)단계의 촉매를 탈착하는 것은 메탄올, 아세트산, 포름산, 에탄올, 이소프로판올 및 벤질 알코올에서 선택된 어느 하나 이상을 혼합 용액에 첨가하여 진행하는 것인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

#### 청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 첨가는 30분 내지 90분 진행되는 것인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

**청구항 9**

제 1항에 있어서,

상기 (e)단계의 폐용매는 중화 및 필터링 이후 이후, APHA값이 1 내지 10인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

**청구항 10**

제 1항에 있어서,

상기 (e)단계의 폐용매는 중화 및 필터링 이후, YI(Yellow Index)값이 0.1 내지 1인 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법.

**청구항 11**

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 제조방법으로 제조된 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠.

**청구항 12**

제11항에 따른 상기 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 포함하는 고분자 수지.

**청구항 13**

제12항에 있어서,

상기 고분자 수지는 폴리에테르케톤, 폴리에테르에테르케톤 및 폴리에테르케톤케톤에서 선택된 적어도 어느 하나 이상을 포함하는 것인 고분자 수지.

**청구항 14**

제12항에 있어서,

상기 고분자 수지를 포함하여 제조되는 플라스틱 소재.

**청구항 15**

제14항에 있어서,

상기 플라스틱 소재는 차량용 소재, 전자기기용 소재, 산업용 파이프 소재, 건축토목용 소재, 3D 프린터용 소재, 섬유용 소재, 피복 소재, 공작 기계용 소재, 의료용 소재, 항공용 소재, 태양광 소재, 전지용 소재, 스포츠용 소재, 가전용 소재, 가정용 소재 및 화장품용 소재에서 선택되는 어느 하나 이상인 것인 플라스틱소재.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 특정 온도에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠 합성 반응을 진행하는 경우, 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화할 수 있다. 또한, 제조 과정에서 발생하는 폐용매는 변색이 되지 않아 재사용이 가능하여 에너지 절감 효과를 제공할 수 있다.

**배경 기술**

[0002] 폴리에테르케톤은 이미 공지된 산업용 수지의 총칭류로 폴리에테르케톤, 폴리에테르에테르케톤(PEEK), 폴리에테르케톤케톤(PEKK) 및 폴리에테르케톤과 폴리에테르케톤케톤의 일부가 혼합된 공중합체 등이 있다.

- [0003] 폴리에테르케톤케톤(Polyether Ketone Ketone, PEKK)는 내열성이 높고, 강도가 우수하기 때문에 엔지니어링 플라스틱으로 많이 이용되고 있다. 엔지니어링 플라스틱은 자동차, 항공기, 전기 전자 기구, 기계 등의 분야에서 사용되고 있으며, 그 적용 영역은 점차 더욱 확대되고 있다.
- [0004] 이러한 PEKK의 중합반응에 투입되는 모노머는 디페닐 에테르 및 테레프탈로일 할라이드 및 이소프탈로일 할라이드 등이 사용되거나 중합 과정의 중간체로 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠(EKKE)가 사용된다.
- [0005] 특히, 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠은 루이스 산의 존재 하에 방향족 산 염화물 및 방향족 에테르 간의 친전자성 치환 반응인 프리델-크래프트 아실화반응(Friedel-Crafts Acylation) 연쇄반응을 통해 중합할 수 있다.
- [0006] 관련 기술을 살펴보면, 미국등록특허 제4,918,237호는 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠의 중합공정에 관한 것으로, 특정한 금속-함유 촉매를 사용하여, 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 사용하는 방법에 대하여 언급하고 있다.
- [0007] 한국공개특허 제10-2020-0007871호는 테레프탈로일 클로라이드, 디페닐 에테르, 용매 및 루이스 산을 이용하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법으로, 특히, 테레프탈로일 클로라이드가 특정 온도와 특정 농도에서 특정한 탁도(turbidity)를 갖는 용액을 수득하도록 순도 등급을 제공하는 기술에 관하여 언급하고 있다.
- [0008] 한국공개특허 제10-2020-0009038호는 테레프탈로일 클로라이드, 디페닐 에테르, 용매 및 루이스 산을 이용하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법으로, 특히, 합성 반응 이후 제조된 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 분리하는 과정에서 원심 여과를 이용하여 회수하는 기술에 대하여 언급하고 있다.
- [0009] 전술한 바와 같이 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠의 제조방법에 대한 기술은 다양하게 개발되고 있으며, 오늘날 산업용 수지로 수요가 높은 폴리에테르케톤을 제조하기 위한 반응물 또는 중간체로 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 생산성과 제조 효율성을 향상시키기 위한 연구의 일환으로 본 발명을 완성하였다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0010] 본 발명은 상술한 문제점을 모두 해결하는 것을 목적으로 한다.
- [0011] 본 발명의 목적은 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠의 제조 공정에 있어서, 특정 온도에서 합성 반응을 진행하여 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화하여 에너지 절감하는 것이다.
- [0012] 또한, 본 발명의 목적은 반응 과정에서 사용한 용매는 중화 반응 이후, 변색이 되지 않아 재사용이 가능케하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

- [0013] 상기한 바와 같은 본 발명의 목적을 달성하고, 후술하는 본 발명의 특징적인 효과를 실현하기 위한, 본 발명의 특징적인 구성은 하기와 같다.
- [0014] 본 발명의 일 실시예에 따르면, (a) 테레프탈로일 클로라이드(TPC)와 디페닐 에테르(DPO)를 용매에 용해시켜 용액을 제조하는 단계; (b) 상기 용액을 -10℃ 내지 -5℃로 냉각시켜 온도를 유지하는 단계; (c) 상기 용액에 촉매를 투입하여 혼합 용액을 제조하고, 혼합 용액을 20℃ 내지 40℃로 승온하여 합성 반응을 진행하는 단계; (d) 상기 합성 이후, 1℃ 내지 15℃로 냉각시켜 온도를 유지하면서 촉매를 탈착하는 단계; 및 (e) 상기 혼합 용액에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠과 폐용매를 분리하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 수득하는 단계;를 포함하는 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법이 제공된다.
- [0015] 특히, 상기 (e)단계의 폐용매는 중화 및 필터링 이후, APHA값이 1 내지 10으로 제공되며, YI(Yellow Index)값이 0.1 내지 1으로 제공된다.
- [0016] 본 발명의 다른 실시예에 따르면, 본 발명은 상기 제조방법에 의해 제조된 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠이 제공된다.

**발명의 효과**

- [0017] 본 발명에 따르면, 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠의 제조 공정에 있어서, 특정 온도에서 합성 반응을 진행하여 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화하여 에너지 절감 효과를 제

공할 수 있다.

[0018] 또한, 본 발명은 반응 과정에서 사용한 용매는 중화 반응 이후, 변색이 되지 않아 재사용이 가능하므로 에너지 절감에 도움을 줄 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0019] 도 1은 실시예 및 비교예의 제조과정에서 발생한 폐용매의 중화 이후, 용매 색깔을 육안으로 관찰한 것이다.

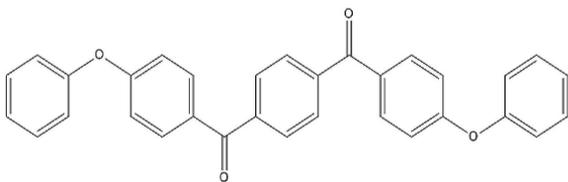
**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0020] 후술하는 본 발명에 대한 상세한 설명은, 본 발명이 실시될 수 있는 특정 실시예를 예시로서 도시하는 첨부 도면을 참조한다. 이들 실시예는 당업자가 본 발명을 실시할 수 있기에 충분하도록 상세히 설명된다. 본 발명의 다양한 실시예는 서로 다르지만 상호 배타적일 필요는 없음이 이해되어야 한다. 예를 들어, 여기에 기재되어 있는 특정 형상, 구조 및 특성은 일 실시예에 관련하여 본 발명의 정신 및 범위를 벗어나지 않으면서 다른 실시예로 구현될 수 있다. 또한, 각각의 개시된 실시예 내의 개별 구성요소의 위치 또는 배치는 본 발명의 정신 및 범위를 벗어나지 않으면서 변경될 수 있음이 이해되어야 한다. 따라서, 후술하는 상세한 설명은 한정적인 의미로서 취하려는 것이 아니며, 본 발명의 범위는, 적절하게 설명된다면, 그 청구항들이 주장하는 것과 균등한 모든 범위와 더불어 첨부된 청구항에 의해서만 한정된다. 도면에서 유사한 참조부호는 여러 측면에 걸쳐서 동일하거나 유사한 기능을 지칭한다.

[0021] 이하, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명을 용이하게 실시할 수 있도록 하기 위하여, 본 발명의 바람직한 실시예들에 관하여 첨부된 도면을 참조하여 상세히 설명하기로 한다.

[0022] 본 발명에서는 하기 화학식 1과 같은 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법과 그에 의해 제조되는 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제공하고자 한다.

[0023] [화학식 1]



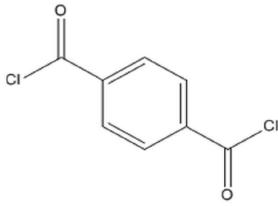
[0024]

[0025] 본 발명에 따르면, (a) 테레프탈로일 클로라이드(TPC)와 디페닐 에테르(DPO)를 용매에 용해시켜 용액을 제조하는 단계; (b) 상기 용액을 -10℃ 내지 -5℃로 냉각시켜 온도를 유지하는 단계; (c) 상기 용액에 촉매를 투입하여 혼합 용액을 제조하고, 혼합 용액을 20℃ 내지 40℃로 승온하여 합성 반응을 진행하는 단계; (d) 상기 합성 이후, 1℃ 내지 15℃로 냉각시켜 온도를 유지하면서 촉매를 탈착하는 단계; 및 (e) 상기 혼합 용액에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠과 폐용매를 분리하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 수득하는 단계;를 포함하는 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제조하는 방법이 제공된다.

[0026] 특히, 본 발명에서는 제조 공정 중에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠의 합성 반응을 진행하여 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화하고, 반응 과정에서 사용한 용매는 중화 반응과 필터링 이후, 변색이 되지 않아 재사용이 가능케 하고자 한다.

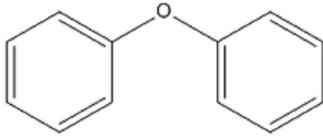
[0027] 먼저, (a) 하기 화학식 2와 같은 테레프탈로일 클로라이드(TPC)와 하기 화학식 3과 같은 디페닐 에테르(DPO)를 용매에 용해시켜 용액을 제조하는 단계가 제공된다.

[0028] [화학식 2]



[0029]

[0030] [화학식 3]



[0031]

[0032] 상기 (a)단계에서 테레프탈로일 클로라이드(TPC)와 디페닐 에테르(DPO)의 중량비는 1: 1 내지 10으로 제공될 수 있다. 바람직하게는 1: 1 내지 3으로 제공될 수 있다. 상기 범위에서 고수율의 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 얻을 수 있으며, 너무 과량의 디페닐 에테르를 사용할 경우에는 세정 및 분리공정에서 많은 부하가 발생하는 문제점이 있다.

[0033] 또한, 상기 (a) 단계에서 제공되는 용매는 오쏘-다이클로로벤젠 및 다이클로로메테인에서 선택된 어느 하나 이상이 제공될 수 있다. 이는 프리델-크레프츠 아실화반응(Friedel-Crafts Acylation) 중합 반응의 용매로 통상적으로 사용되는 것이면 가능하며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0034] 다음으로, (b) 상기 용액을 -10℃ 내지 -5℃로 냉각시켜 온도를 유지하는 단계가 제공된다. 촉매 투입 전에 용액의 온도를 낮춘 후 투입하게 되는데 이때 온도는 촉매에 따라 달라질 수 있으나, -10℃ 내지 -5℃인 것이 바람직하다.

[0035] 다음으로, (c) 상기 용액에 촉매 투입 후 혼합 용액을 제조하고, 혼합 용액을 20℃ 내지 40℃로 승온하여 합성 반응을 진행하는 단계가 제공된다. 바람직하게는 20℃ 내지 30℃로 제공될 수 있다.

[0036] 이 경우, 합성 반응은 프리델-크레프츠 아실화반응(Friedel-Crafts Acylation)을 의미한다. 또한, 제공되는 촉매는 루이스 산으로 작용하며, 알루미늄 클로라이드(AlCl<sub>3</sub>), 포타슘 카보네이트(K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) 및 염화철(FeCl<sub>3</sub>)에서 선택된 어느 하나 이상이 제공될 수 있다. 또한, 프리델-크레프츠 아실화반응(Friedel-Crafts Acylation)의 루이스 산으로 통상적으로 사용되는 것이면 가능하며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0037] 특히, 본 발명에서는 합성 반응의 온도를 20℃ 내지 40℃로, 바람직하게는 20℃ 내지 30℃으로 제공될 수 있다. 상기 온도 범위로 한정하여 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화 하고, 반응 과정에서 사용한 용매는 중화 반응 이후, 변색이 되지 않아 재사용이 가능케 하고자 한다. 이에 대한 결과는 후술할 표 1과 도 1에서 참고할 수 있다.

[0038] 또한, 합성 반응은 2 내지 10시간 진행할 수 있다. 합성 반응은 다양한 반응기에서 수행될 수 있으나, 예를 들어서, 회분식 반응기(Batch reactor), 연속교반반응기(CSTR) 또는 루프 반응기 내에서 수행될 수 있다. 압력은 1 bar(대기압) 내지 5 bar 범위로 제공될 수 있고, 바람직하게는 1 bar 대기압이 제공될 수 있다.

[0039] 다음으로, (d) 상기 혼합 용액을 1℃ 내지 15℃로 냉각시켜 온도를 유지하면서 촉매를 탈착하는 단계가 제공된다.

[0040] 탈착은 바람직하게는 촉매를 제거하는 것으로 의미하며, 보다 자세하게는 메탄올, 아세트산, 포름산, 에탄올, 이소프로판올 및 벤질 알코올에서 선택된 어느 하나 이상을 혼합 용액에 30분 내지 120분동안 첨가하여 촉매를 제거할 수 있다. 바람직하게는 메탄올(CH<sub>3</sub>OH)을 60분 내지 90분 동안 첨가하여 진행할 수 있다.

[0041] 다음으로, (e) 상기 혼합 용액에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠과 폐용매를 분리하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 수득하는 단계가 제공된다. 상기 혼합 용액에 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠이 고체로 침전되어 용액

속에 존재한다. 이 용액을 여과하여 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 분리하여 수득하고, 폐용매는 따로 회수할 수 있다.

- [0042] 여과의 경우, 배치식 여과나 연속식 여과가 제공될 수 있고, 예를 들어서, 압력 여과기, 누체 필터(Nutsche filter), 캔들 필터(candle filter), 원심 분리기 등으로 진행할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0043] 또한, 여과에 의해 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 분리하고 회수된 폐용매는 수산화나트륨(NaOH)과 같은 염기성 용액을 투입하여 중화를 진행한다. 이후, 남은 용액은 필터링을 통해 수산화알루미늄(Al(OH)<sub>3</sub>), 염화나트륨(NaCl) 및 미립자 등을 제거한다. 필터링의 경우 통상적으로 사용되는 누체 필터, 캔들 필터, 원심 분리기 등을 이용할 수 있다. 필터링 이후에는 필요에 따라 탈 이온수(DI water)로 수세하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0044] 이에 따라, 상기 폐용매는 중화 및 필터링 이후, APHA값은 10 이하로 제공될 수 있고, APHA 값이 1 내지 10인 것을 특징으로 한다.
- [0045] APHA color는 Hazen scale 또는 Cobalt(Pt/Co) scale이라고 하며, American Public Health Association에서 이름을 가져 온 색깔 표준 분석 방법(ASTM E1164)으로 측정하고자 하는 시료의 색깔은 APHA값으로 분석한다. 따라서, 본 발명에 따른 제조 과정에서 발생하는 폐용매의 APHA 값은 용매의 색깔을 투명에 가깝게 제공할 수 있다.
- [0046] 또한, 분리된 폐용매는 중화 및 필터링 이후, YI(Yellow Index)값이 0.1 내지 1인 것을 특징으로 한다.
- [0047] YI(Yellow Index)값은 황색의 진하고 연한 정도를 수치화하여 나타낸 것으로 색차계를 이용하여 측정이 가능하다. 빛, 화학적 노출, 공정에 의해 발생하는 일반적인 품질 저하, 오염, 그을림 등과 관련이 있으며, 분석방법(ASTM E 313)으로 측정하고자하는 시료의 황색도를 분석할 수 있다. 따라서, 본 발명에 따른 제조 과정에서 발생하는 폐용매는 YI값이 1이하로 제공하여, 비교적으로 오염이나 화학적 노출 등에 양호한 물성값을 제공할 수 있다.
- [0048] 따라서, 언급한 APHA값과 YI값에 비추어 폐용매는 증류 컬럼을 이용하여 분리하여 재사용이 가능하다. 증류 컬럼은 예를 들어서, 배치 증류(Batch distillation) 또는 연속 증류로 진행될 수 있다. 배치 증류는 원료를 증류 가마에 넣고 추가적인 부가 없이 증류하는 방법으로, 환류를 먼저 진행하고, 정상 상태에서 부분 환류를 하여 유출액을 적출하는 것으로 진행된다.
- [0049] 연속 증류는 단탑이나 충전탑을 사용하여 탑 중간부의 적당한 위치에서 원료를 연속적으로 공급하며, 탑 정상은 끓는 점이 낮은 성분이 유출되며, 탑 바닥에는 끓는점이 높은 성분이 유출되는 것으로 각 성분이 연속적으로 추출되는 것으로 진행된다.
- [0050] 이에 따라, 상기 언급한 바와 같이 중화 및 필터링을 거친 폐용매는 배치 증류 또는 연속 증류로 불필요한 성분을 추출하여 분리가능하여 재사용할 수 있다.
- [0051] 한편, 본 발명은 상기 제조방법에 따라 제조된 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 제공한다. 이에 따라, 산업용 수지로 수요가 높은 폴리에테르케톤의 반응중간체로 제공할 수 있다. 또한, 기존의 제조방법과 동일한 수율을 유지하면서 제조 공정에 사용되는 열량을 최소화하고, 제조 과정에서 발생하는 폐용매는 변색이 되지 않아 재사용이 가능하여 에너지 절감효과를 제공할 수 있음은 물론이다.
- [0052] 또한, 본 발명은 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 포함하는 고분자 수지를 제공한다.
- [0053] 이 경우, 고분자 수지는 폴리에테르케톤, 폴리에테르에테르케톤 및 폴리에테르케톤케톤에서 선택된 적어도 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다. 이들을 포함하는 고분자 수지는 엔지니어링 플라스틱으로 사용할 수 있으며, 고분자 수지를 포함하여 제조되는 플라스틱 소재는 예를 들어서, 차량용 소재, 전자기기용 소재, 산업용 파이프 소재, 건축토목용 소재, 3D 프린터용 소재, 섬유용 소재, 피복 소재, 공작 기계용 소재, 의료용 소재, 항공용 소재, 태양광 소재, 전지용 소재, 스포츠용 소재, 가전용 소재, 가정용 소재 및 화장품용 소재 등으로 제공될 수 있다.
- [0054] 보다 구체적인 예에서, 상기 플라스틱 소재를 포함하는 제품은 차량용 에어덕트, 플라스틱 및 고무 화합물, 접착제, 라이트, 고분자 광학 섬유, 연료 필터 캡, 라인 시스템, 전자기기의 케이블, 반사체, 케이블의 시스, 광학 섬유, 전선 보호관, 컨트롤 유닛, 라이트, 파이프용 관, 라이너, 파이프 코팅제, 유전 탐사 호스, 3D 프린터, 멀티 필라멘트, 스프레이 호스, 밸브, 덕트, 펄프, 기어, 의료용 카테터, 항공기용 난연제, 태양전지 보호관, 화장료, 고경도 필름, 스키부츠, 헤드셋, 안경 프레임, 칫솔, 물병 또는 아웃솔일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0055] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명의 구성 및 작용을 더욱 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0056] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0057] **실시예 1**

[0058] 테레프탈로일 클로라이드(TPC) 30.16g, 디페닐 에테르(DPO) 126.28g을 오쏘 디클로로벤젠 676g에 용해시킨 용액을 제조하고, 이를 -5℃로 냉각시킨 후 온도를 -5℃ 미만으로 유지하면서 알루미늄 클로라이드 81.7g을 첨가하여 혼합 용액을 제조한다. 혼합 용액의 온도를 20℃로 승온하여 합성 반응인 프리델-크래프츠 아실화반응(Friedel-Crafts Acylation)을 진행하였다. 합성 반응 이후 10℃로 냉각시킨 후 온도를 유지하며 메탄올 500ml를 60분 동안 첨가하여 촉매를 탈착하였다. 탈착 이후, 합성 반응이 완결된 혼합 용액에서 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠을 여과하여 폐용매와 분리하여 수득한다. 한편, 폐용매는 이에 포함된 AlCl<sub>3</sub> 제거를 위해 NaOH를 투입한 후 필터링을 통해 염 및 미립자 제거한다.

[0059] **실시예 2**

[0060] 실시예 1에서 혼합 용액을 30℃로 승온시킨 것을 제외하고는 다른 조건은 동일하게 진행하였다.

[0061] **비교예 1**

[0062] 실시예 1에서 혼합 용액을 40℃로 승온시킨 것을 제외하고 다른 조건은 동일하게 진행하였다.

[0063] **비교예 2**

[0064] 실시예 1에서 혼합물을 60℃로 승온시킨 것을 제외하고 다른 조건은 동일하게 진행하였다.

[0065] **실험예 1**

[0066] 실시예와 비교예의 합성 온도에 따른 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠인 EKKE 수득률과 에너지 소모량을 비교하기 위하여 승온 열량, 냉각 열량을 측정하였다. 또한, 제사용을 위한 폐용매의 변색 정도를 측정하기 위하여, APHA와 YI를 측정하였다. 이를 [표1]에 나타내었다. 또한, 폐용매의 중화 후 색상을 육안으로 비교한 결과는 도 1에 나타내었다.

[0067] APHA와 YI 측정은 HunterLab社의 Vista spectrophotometer를 사용하였으며 색깔 표준분석 방법(ASTM E1164, ASTM E 313)에 따른다.

**표 1**

[0068]

	합성온도 ℃	EKKE wt%	승온열량 kJ	냉각열량 kJ	APHA-10mm	YI E313
실시예 1	20	99.8	27.3	10.9	7.77	0.53
실시예 2	30	99.8	38.2	21.9	8.67	0.56
비교예 1	40	99.8	49.2	32.8	65.62	3.75
비교예 2	60	99.8	71.0	54.6	129.94	7.35

[0069] 상기 표 1에 기재된 바와 같이, 본 발명에 따라 반응물인 테레프탈로일 클로라이드(TPC), 디페닐 에테르 및 촉매를 합성하는 온도를 20℃ 내지 30℃으로 한정하는 실시예들의 경우, 비교예들과 대비하여 생성물 1,4-비스(4-페녹시벤조일)벤젠인 EKKE의 수득율은 동일하게 유지하면서, 승온 열량 및 냉각 열량은 현저하게 감소시키는 점에 비하여, 제조과정에 있어서 에너지 저감 효과를 기대할 수 있다.

[0070] 또한, 제조과정에서 발생하는 폐용매를 분리하여 중화한 경우, APHA 값은 비교예에 비하여 현저하게 낮은 점을 확인할 수 있고, 수치에 비추어 투명한 수지에 가까운 것을 확인할 수 있다.

[0071] 더불어, YI값 역시 비교예에 비하여 현저하게 낮은 점을 확인할 수 있으며, 수치에 비추어 실시예들의 값은 비교적으로 오염이나 화학적 노출 등에 양호한 것을 확인할 수 있다. 이는 곧 폐용매를 제사용이 가능함을 의미하는 것을 확인할 수 있다.

[0072] 이상에서 본 발명이 구체적인 구성요소 등과 같은 특정 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나, 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명이 상기 실시예들에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상적인 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형을 꾀할 수 있다.

[0073] 따라서, 본 발명의 사상은 상기 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니 되며, 후술하는 특허청구범위뿐만 아니라 이 특허청구범위와 균등하게 또는 등가적으로 변형된 모든 것들은 본 발명의 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

**도면**

**도면1**

