



티릭산을 손쉽게 제조할 수 있는 효과가 있으며, 또한 회분식 반응기내의 반응가스의 분압을 비활성 가스를 가압하여 반응가스와 반응물 또는 반응가스와 생성물간의 몰비율을 폭발범위 이하로 설정함으로써 보다 안전한 영역에서 반응이 진행되도록 하는 효과가 있다.

## 색인어

이소부틸알데히드, 이소부티릭산, 회분식, 반응온도, 선택도, 전환율

## 명세서

### 발명의 상세한 설명

#### 발명의 목적

##### 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 이소부티릭산의 제조 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 액상의 이소부틸알데히드를 원료로 하여 액상에서 분자상 산소 함유 가스와 연속적으로 산화시켜 이소부티릭산을 제조하는 방법에 관한 것이다.

이소부티릭산은 일반적으로 식품첨가제, 향료 및 각종 화학제품 제조에 사용되는 중간원료로써 매우 유용한 화학약품이다.

일반적으로 알데히드의 액상 산화에 의한 카르복실산의 제조는 잘 알려져 있는 공정이다. 알데히드의 산화는 산소나 공기로 반응이 진행되며 촉매를 사용할 수도 또는 촉매를 사용하지 않을 수도 있다. 또한 기상으로도 산화반응을 진행할 수도 있으나 통상은 용매 없이 액상산화반응을 통해 제조한다. 촉매의 존재시나 촉매가 존재하지 않을시에 모두 반응중간 생성물로는 과카르복실산이 생기며, 이러한 과카르복실산의 분해에 의해 이소부티릭산이 생성된다. 알데히드의 반응은 주로 스테인레스 스틸 재질의 반응기에서 반응이 진행되며 유리성분이나 에나멜로 코팅된 반응기에서 반응을 진행시키기도 한다.

촉매를 사용할 경우에는 금속의 염이 주로 사용되는데 대개는 하나나 그 이상의 산화가를 갖는 귀금속 또는 전이금속의 염 등이 주로 사용된다고 알려져 있다. 그러나 환경오염의 문제 및 반응 후 촉매 성분의 분리 및 회수 등의 문제점이 발생함에 따라 현재는 점차적으로 촉매를 사용하지 않는 공정으로 전환되고 있는 추세이다.

반면, 촉매를 사용하지 않는 경우에 있어서는 반응물인 알데히드와 산소와의 반응을 보다 효율적으로 진행하기 위해 반응물 내에 산소를 완전히 골고루 분산시켜 산소의 용해도를 높이는 것이 무엇보다도 중요하다. 그렇지만, 이와 같이 촉매를 사용하지 않는 경우에 있어서는 반응초기 즉, 전환율이 낮을 때는 반응물 또는 생성물 중에 용해된 산소가 높은 농도의 반응물과의 충분한 접촉을 통해 반응속도가 높지만 종료시점 즉, 전환율이 높을 때는 상대적으로 접촉이 적으며 또한 반응속도가 크게 저하되어 높은 전환율을 얻기 위해서는 온도를 높이고, 또한 장시간 운전해야 하는 등의 문제점이 종종 있어 왔다.

따라서 종래기술에서는 예를 들면 하나의 반응기에서 반응의 전환율이 90~95%에 이르러 반응 속도가 저하되면, 미 반응된 알데히드를 반응 생성물로부터 증류 회수하여 재 사용하거나 또는 별도의 부가적인 반응기를 연속적으로 준비하여 순차적으로 반응시킴으로써 보다 높은 전환율을 얻기 위한 조작들을 취하는 등의 방법 개선들이 제시되어 왔다.

그러나 상기와 같은 방법에 의하더라도, 이소부틸알데히드로부터 이소부티릭산을 제조하는 경우에는, 반응 생성물 중의 부생물로서 이소프로필포메이트가 수 퍼센트 존재하고, 이 이소프로필포메이트와 이소부틸알데히드간에는 비점 차이가 적기 때문에 증류 분리가 매우 어려운 문제가 있어 미 반응된 이소부틸알데히드의 회수가 사실상 불가능하므로 여러 가지 방법을 통해 반응공정에서의 수율을 최대한 향상시키기 위한 노력들이 있어 왔다.

이를 위하여 일본국 특허공개공보 공개번호 제 53-108915 호는 염기성 금속화합물 존재 하에서 이소부틸알데히드를 액상에서 분자상 산소와 반응시켜 이소부티릭산을 제조하는 방법에 대해 개시하고 있으며, 이 특허에서는 염기성 금속염을 사용하는 것을 그 특징으로 하여 특히 이소부틸알데히드의 전환율을 97% 될 때까지 산화시킨 후 이소부티릭산을 분리 회수함으로써 공정의 효율성을 갖고자 하였다. 그러나 이 경우에도 전환율에는 한계가 있어 3% 정도의 이소부틸알데히드의 손실이 있으며 더구나 최종적으로 알칼리 금속염을 제거해야 하는 등의 단점이 있었다.

또한 미합중국특허 특허번호 제 4,350,829 호, 일본국 특허공보 공고번호 제 55-13223 호, 55-13225 호 및 55-17311 호는 이소부틸알데히드를 액상에서 분자상 산소와 반응시켜 이소부티릭산을 제조하며 또한 적절한 반응조건 즉, 반응온도는 50 내지 70℃, 바람직하기로는 55 내지 65℃, 반응압력은 상압 내지는 10 kg/cm<sup>2</sup>, 바람직하기로는 3 내지 8 kg/cm<sup>2</sup>의 조건하에서 평균체류시간을 1 내지 10시간, 바람직하기로는 2 내지 8시간으로 유지하고 동시에 높은 수율을 유지하기 위해서는 반응물로 주입되는 이소부틸알데히드 대비 산소의 몰 비에 대한 범위를 제안하였다. 또한 상술한 바와 같이 전환율이 높은 반응 종료시점에서는 전환율 향상을 위한 조치가 필요함을 언급하였으며 이를 개선하기 위해서는 1단계 반응에서 전환율 90 내지 95%를 얻은 후 2단계 반응에서는 기포탑을 사용하거나 또는 연속적인 회분식 반응기를 사용하여, 최소한 1 단계 반응에서 보다는 약간 높은 온도조건 하에서 연속적으로 반응시켜 전환율을 향상시키는 공정을 제시하였다. 그러나 이들 특허에서도 상술한 바와 같이 최종 생성물로부터 금속성분을 회수해야 하는 점과 또한 수 %의 전환율 상승을 위해 2 단이나 그 이상의 반응기를 추가로 설치해야 하는 점 등의 문제점이 있었다.

유럽특허출원 출원번호 제 1073621 호는 이소부틸알데히드와 같은 부분산화 생성물을 액상에서 50%나 그 이상의 분자상 산소와 반응시켜 유기산으로 제조하는 방법에 관한 특허로서, 독특하게 설계된, 수직으로 위치해 있는 쉘 및 튜브 형태의 반응기를 적용하였으며 또한 가스흐름 저지판을 설치하여 산소의 효율도를 97.5% 이상으로 높이려고 하였으며, 또한 액상부와 기상부를 분리하여 기상부에서의 산소분압을 낮게 유지함으로써 폭발의 위험을 적게 하는 등의 특징이 있었다.

상기와 같이 설계된 반응기내에서 적게는 90 내지 92% 정도로 1차 전환을 시킨 후에 하나 또는 그 이상의 연속흐름식 탱크반응기(tank reactor)나 플러그플로 반응기(plug-flow reactor) 등을 도입하여 전환율을 최종적으로 99%나 그 이상을 유지하도록 하여 공정의 효율성을 높이도록 하였다. 그러나 이 경우에서도 하나의 반응기에서 효율적인 생산성을 위해서는 90 내지 92% 정도로 반응을 시킨 뒤 종료하였으며 그 이상의 최종 수율 상승을 위해서는 하나 또는 그 이상의 연속된 반응 공정을 시리즈로 준비하여 운전조작 해야되는 문제점이 있었다.

이에 본 발명자는 상술한 문제점 및 공정효율성 향상에 예의 주시하여 하나의 반응기만으로도 기존의 2개나 그 이상의 반응기를 이용하여 도달할 수 있었던 높은 전환율을 획득하며 동시에 이소부틸알데히드로부터 전환된 이소부티릭산으로의 높은 선택도를 얻을 수 있음과 아울러 반응기 기상부를 불활성 가스로 선 가압하여 기상부의 폭발위험성을 감소시킨, 보다 단순화되고 경제성 있는 이소부티릭산의 제조방법을 완성하기에 이르렀다.

### 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 이소부틸알데히드를 원료로 하여 액상에서 분자상 산소 함유 가스로 산화시킬 때, 종래의 2개나 그 이상의 연속식 산화반응보다는 하나의 회분식 반응기내에서 반응온도 및 산소의 분압과 비활성 가스의 분압 및 최종 반응압력을 적절히 조절함으로써 1회의 반응으로 전환율을 99%나 그 이상으로 극대화 시키고 이를 통해 이소부틸알데히드의 원료 손실을 최소화할 뿐만 아니라 부산물의 발생량을 최소화시켜 고순도의 이소부티릭산을 손쉽게 제조할 수 있는 이소부티릭산의 제조방법을 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 다른 목적은 회분식 반응기내의 반응가스의 분압을 비활성 가스의 압으로 적절히 조절하여 반응가스와 반응물 또는 반응가스와 생성물간의 몰비율을 폭발범위 이하로 설정함으로써 보다 안전한 영역에서 반응이 진행되도록 하는 이소부티릭산의 제조방법을 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 상기 목적 및 기타 목적들은 하기 설명되는 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

### 발명의 구성 및 작용

상기의 목적을 달성하기 위하여 본 발명은,

이소부틸알데히드를 액상에서 분자상 산소 함유 가스와 산화시켜 이소부티릭산을 제조하는 방법에 있어서, a) 하나의 회분식 반응기를 사용하여 상기 반응기에 이소부틸알데히드를 채우는 단계; b) 상기 반응기의 초기온도를 0 내지 70℃로 설정하는 단계; c) 상기 반응기의 기상부를 불활성가스를 이용하여 선가압하는 단계; d) 상기 반응기에 분자상 산소 함유 가스를 주입하는 단계; e) 상기 반응기의 반응압력을 3 내지 10 kg/cm<sup>2</sup>의 범위 내로 유지하는 단계; 및 f) 이소부틸알데히드의 전환율이 80 내지 98%인 시점에서 상기 반응기의 온도를 상승시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법을 제공한다.

또한 본 발명은, 상기 f)단계의 온도상승범위가 상기 반응기의 초기온도에 대하여 + (5 내지 60)℃, 바람직하기로는 + (10 내지 40)℃ 임을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법을 제공한다..

삭제

또한 본 발명은 상기 불활성가스가 질소, 헬륨, 아르곤, 이산화탄소 또는 이와 동등한 성질의 기체 중에서 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법을 제공한다.

또한 본 발명은 상기 불활성가스의 분압이 0.001 내지 0.999, 바람직하기로는 0.2 내지 0.8의 범위를 갖는 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법을 제공한다.

또한 본 발명은 상기 불활성가스의 압력이 2 내지 6 kg/cm<sup>2</sup>의 범위를 갖는 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법을 제공한다.

삭제

이하 본 발명에 대하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

본 발명에서 원료로 사용되는 이소부틸알데히드는 프로필렌 히드로포밀레이션(hydroformylation) 등에 의해 쉽게 제조가 가능하며, 이소부틸알데히드의 순도는 반응성에 크게 영향을 받지 않지만 대략 90% 이상, 더욱 좋게는 95%나 그 이상의 것을 사용한다. 이소부틸알데히드의 산화에 사용되는 분자상 산소함유 가스로는 통상, 불활성가스로 알려진 질소, 헬륨, 아르곤, 이산화탄소 등에 희석된 산소나 또는 순수한 산소를 사용하며, 연속적인 반응이 아닌 회분식 반응기에서는 순수 산소를 사용함이 보다 바람직하다.

이소부틸알데히드의 산화는 알데히드기의 수소기가 해리되면서 생성되는 탄소 라디칼이 연속적으로 산소 및 알데히드와 반응하여 최종적으로는 이소부티릭산을 생성하며, 이 과정에서 라디칼의 분해 및 부반응으로 인해 약간의 부생물을 형성하기도 한다. 주요 부생물로는 아세톤, 이소프로필포메이트, 이소프로판올, 이소프로필이소부티레이트(isopropylisobutyrate)등을 들 수 있으며, 이들의 발생 경로에 대해 구체적으로 밝혀진 바는 없다.

본 발명의 이소부틸알데히드를 산화시키는 공정은 다음과 같다.

이소부틸알데히드를 반응기에 채운 뒤 계내를 통상, 불활성가스로 알려진 질소, 헬륨, 아르곤, 이산화탄소 등으로 충분히 흘려보내고 난 후 반응기의 온도를 원하는 온도로 맞추고 반응기의 온도가 일정해지면 순수한 산소 또는 상술한 불활성가스에 희석된 산소를 주입하면서 반응을 시작한다.

반응온도는 0 내지 70℃, 바람직하기로는 5 내지는 60℃에서 행하는 것이 좋으며, 반응온도가 낮으면 이소부티릭산의 선택도를 높일 수 있는 장점이 있으나 반응계 내의 산소농도가 높아져서 안정성이 문제가 될 수 있으므로 지나치게 낮은 온도에서의 운전은 바람직하지 않다.

반응은 상압에서 행해도 좋으나 약간 가압된 상태에서 반응을 시키면 산소의 용해도가 높아져 높은 전환율을 얻을 수 있으며 동시에 이소부티릭산으로의 선택도도 증대될 수 있다. 반응압력은 상압 내지는 10 kg/cm<sup>2</sup>, 바람직하기로는 3 내지 8 kg/cm<sup>2</sup> 정도가 바람직하다.

반응은 다량의 반응열을 동반하므로 충분한 반응열의 제열이 필요하며 만약 충분한 제열이 되지 못하면 폭발을 초래할 수도 있다. 반응속도는 주입되는 산소의 유량과 제열방식에 따라 결정되나 통상 반응시간은 2 내지 10시간, 바람직하기로는 3 내지는 8시간 정도가 적당하다.

한편 일반적으로 유기물을 액상으로 산화시키는 공정은 반응물이 차지하고 있는 액상부분을 제외한 기상에서의 유기물의 농도와 산소의 농도범위에 따라 폭발범위를 가지기도 한다. 여기서 폭발범위라 함은 산소의 존재하에서 10%나 그 이상의 과량의 유기물이 기상에 존재하는 경우나 또는 기상에서 산소의 농도가 지나치게 높아지는 경우를 의미하는 것으로써 폭발범위는 폭발의 상한치와 하한치의 범위내에서 규정되는 것이 일반적이나, 본 발명에서는 주입되는 산소에 의한 반응기의 폭발을 방지하기 위하여 먼저 불활성기체로 선가압하며, 이러한 불활성기체의 분압을 조절함으로써 반응기 내의 반응가스와 반응물 또는 반응가스와 생성물간의 몰비율을 폭발범위 이하로 설정할 수 있게 되었다.

즉, 반응중 기상부의 폭발을 방지하기 위해 이소부틸알데히드를 반응기에 채운 뒤 통상, 불활성가스로 알려진 질소, 헬륨, 아르곤, 이산화탄소 등의 가스로 기상부를 충분히 가압한다. 통상 가압하는 불활성가스의 압력은 상압 내지는 10 kg/cm<sup>2</sup>, 바람직하기로는 2 내지 6 kg/cm<sup>2</sup> 정도가 바람직하며, 가압되는 불활성가스의 압력이 주입되는 순수한 산소 또는 불활성가스에 희석된 산소의 압력보다는 낮아야 함은 주지하지 않아도 알 수 있는 사항이다.

회분식 반응기를 이용한 산화반응에서, 반응은 산소를 주입함으로써 시작되며 주입되는 산소는 대부분 반응에 참여하여 이소부틸알데히드를 이소부티릭산으로 전환시킨다. 이소부틸알데히드의 산화 반응시 어느 정도의 전환율, 즉 이소부틸알데히드의 전환율을 기준으로 90%가 얻어질 때까지는 일정한 반응속도를 유지할 수 있으나 그 이상의 전환율에서는 반응속도가 점차적으로 감소하여 최종 전환율, 예를 들어 97 내지 98% 이상에 이르게 되면 반응속도는 매우 느리게 진행되고 반응을 계속 진행시키는 것은 경제적으로 이익이 되지 못하므로 본 발명에서는 이소부틸알데히드를 산화시킴에 있어서 이소부틸알데히드의 전환율을 기준으로 90% 이상이 되면 반응기의 온도를 점진적으로 상승시켜 이소부틸알데히드의 빠른 전환을 유도하게 되며, 본 발명의 온도조절을 적용하게 되면 만족할 만한 반응속도의 상승효과를 얻을 수 있다.

이때의 반응온도는 전환율이 90% 이하에서 설정된 반응온도보다는 작게는 5℃, 많게는 50℃ 이상의 온도상승을 적용할 수 있으나 통상적으로는 반응기의 온도 상승을 전환율 90% 이하에서 설정된 반응온도보다는 10 내지 40℃ 이상의 상승된 온도를 유지하여 최종 반응온도가 5 내지는 100℃, 더욱 바람직하게는 20 내지는 70℃가 되도록 한다.

이와 같이 온도를 상승시킴에 따라 미반응된 이소부틸알데히드는 급격히 줄고, 즉 이소부틸알데히드의 전환율은 증대되며, 동시에 이소부티릭산의 수율은 전환된 이소부틸알데히드의 몰만큼 비례하여 증대되는 반면에 반응기의 온도상승에 따른 상술한 반응시간의 증대나 수율 감소 등의 부정적인 영향은 전혀 관찰되지 않게 된다.

따라서 본 발명을 적용함으로써 하나의 반응기 만으로도 반응온도의 적절한 조절을 통해 최종적으로 얻어지는 이소부틸알데히드의 전환율은 99%나 그 이상, 더욱 바람직하기로는 99.5%나 그 이상이며, 또한 이소부티릭산으로의 선택도도 93%나 그 이상, 더욱 바람직하기로는 95%나 그 이상으로 되어, 앞서 언급한 선행기술에 기재된 2개나 그 이상의 반응기에서 최종적으로 획득할 수 있었던 최종 전환율이나 그 이상의 전환율을 확보할 수 있으며, 반응공정 또한 보다 단순화 되게 되었다.

이하, 실시예 및 비교예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하지만, 본 발명의 범위가 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[실시예 1]

1 리터의 유리재질 반응기에 이소부틸알데히드 300g을 질소를 충분히 흘린 뒤, 반응기의 온도를 30℃로 맞추었다. 반응기의 온도가 안정화되면 질소를 가압하여 반응기 내의 질소압력이 4 kg/cm<sup>2</sup>가 되도록 압력을 조절하였고, 산소를 분당 180ml로 서서히 주입하며 교반을 시작함으로써 반응을 개시하였다.

반응 초기에는 반응기의 압력이 약간 상승하였다가 점차 감소하며 반응이 진행됨에 따라 반응압력은 서서히 증가하며 최종 반응압력이 6 kg/cm<sup>2</sup>가 되면 반응을 종료하였다. 이때 반응에 소요된 시간은 6시간으로 하였으며, 반응시작 후 5시간이 지나면 반응기의 온도를 60℃로 상승시켰다. 반응기의 온도 상승 이후에는 전체적으로 반응속도는 초기부터 최종전환율에 이르는 시점까지 일정하게 나타났다. 반응이 6시간 진행 후 생성물을 분석하였으며, 또한 필요 시 중간에 샘플을 채취하여 분석하였다. 분석은 통상의 가스크로마토그래피(Gas chromatography)로 하였으며, 분석시스템은 본 발명에 제한받지 아니한다.

[실시예 2]

상기 실시예 1의 내용 중 반응온도를 15℃로 한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였으며 반응이 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

[실시예 3]

상기 실시예 1의 내용 중 불활성 가스의 일종인 헬륨을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였으며 반응이 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

[실시예 4]

상기 실시예 1의 내용 중 질소를 3 kg/cm<sup>2</sup> 되도록 압력을 조절한 뒤 산소를 주입하여 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였으며 반응이 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

[실시예 5]

1 리터의 유리재질 반응기에 이소부틸알데히드 200g을 넣고 질소를 충분히 흘린 뒤 반응기의 온도를 30℃로 맞추었다. 반응기의 온도가 안정화 되면 질소를 가압하여 반응기 내의 질소압력이 2 kg/cm<sup>2</sup>가 되도록 압력을 조절하였고, 질소에 20%로 희석된 산소를 분당 180ml로 서서히 주입하며 교반함으로써 반응을 개시하였다. 이 때의 최종 반응압력은 7 kg/cm<sup>2</sup>가 되도록 하였다. 반응 소요시간은 6시간으로 하고, 반응시작 후 5시간이 지나면 반응기의 온도를 60℃로 상승시켰다. 반응 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

[비교예 1]

1 리터의 유리재질 반응기에 이소부틸알데히드 300g을 넣고 질소를 충분히 흘린 뒤 반응기의 온도를 45℃로 맞추었다. 반응기의 온도가 안정화되면 질소를 가압하여 반응기내의 질소압력이 4 kg/cm<sup>2</sup>가 되도록 압력을 조절하였고, 산소를 분당 180 ml로 서서히 주입하며 교반함으로써 반응을 개시하였다. 반응초기에는 압력이 약간 상승하였다가 점차 감소하며 반응이 진행됨에 따라 반응압력은 서서히 증가하여 5시간 반응 후 최종 반응압력은 6 kg/cm<sup>2</sup>, 최종온도는 45℃가 되도록 하였으며, 6시간 반응 진행 후 생성물을 분석하였다.

[비교예 2]

상기 비교예 1의 내용 중 반응온도를 30℃로 하고 5시간 이후의 반응 최종온도를 30℃로 유지한 것을 제외하고는 비교예 1과 동일하게 실시하였으며, 반응 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

[비교예 3]

상기 비교예 1의 내용 중 반응온도를 60℃로 하고 5시간 이후의 반응 최종온도를 60℃로 한 것을 제외하고는 비교예 1과 동일하게 실시하였으며, 반응 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

[비교예 4]

상기 비교예 2의 내용 중 반응기 내의 질소압력이 5 kg/cm<sup>2</sup>가 되도록 압력을 조절한 뒤 산소를 주입한 것을 제외하고는 비교예 2와 동일하게 실시하였으며, 반응 6시간 진행 후 생성물을 분석하였다.

상기 실시예 및 비교예의 조건들을 하기의 표 1에 정리하였으며, 그 결과를 하기의 표 2에 나타내었다.

**[표 1]**

	이소부틸알데히드의 양 (g)	불활성 가스	초기온도 (℃)	초기압력 (kg/cm <sup>2</sup> )	산소투입량 (ml/min)	5시간후 최종압력 (kg/cm <sup>2</sup> )	5시간후 최종온도 (℃)
실시예1	300	N <sub>2</sub>	30	4	180(산소)	6	60
실시예2	300	N <sub>2</sub>	15	4	180(산소)	6	60
실시예3	300	He	30	3	180(산소)	6	60
실시예4	300	N <sub>2</sub>	30	3	180(산소)	6	60
실시예5	200	N <sub>2</sub>	30	2	180 (질소+20%산소)	7	60
비교예1	300	N <sub>2</sub>	45	4	180(산소)	6	45
비교예2	300	N <sub>2</sub>	30	4	180(산소)	6	30
비교예3	300	N <sub>2</sub>	60	4	180(산소)	6	60

비교예4	300	N <sub>2</sub>	30	5	180(산소)	6	30
------	-----	----------------	----	---	---------	---	----

**[표 2]**

	이소부틸알데히드 전환율 (%)	이소부티릭산 선택율 (%)
실시예 1	99.7	93.5
실시예 2	99.5	95.7
실시예 3	99.9	93.8
실시예 4	99.6	93.4
실시예 5	99.3	93.1
비교예 1	93.5	91.9
비교예 2	97.8	92.7
비교예 3	65.5	82.1
비교예 4	72.6	92.8

상기 표 1에서 알 수 있는 바와 같이 상기의 본 발명의 실시예의 방법을 적용할 경우에는 기존의 방법에 비해 높은 전환율을 얻을 수 있을 뿐만 아니라 생성물의 선택도 또한 높게 얻을 수 있음을 알 수 있었다.

**발명의 효과**

본 발명의 방법에 의하여 종래의 2개나 그 이상의 반응기를 이용하여야만 도달할 수 있었던 높은 전환율을 하나의 반응기 만으로도 달성이 가능하여 기존 공정보다는 보다 단순화되고 경제성 있는 이소부티릭산의 제조공정이 될 수 있는 효과가 있다.

또한 회분식 반응기내의 반응가스의 분압을 비활성 가스의 압으로 적절히 조절함으로써 반응이 반응물과 생성물간의 폭발 범위를 벗어난 보다 안전한 영역에서 반응이 진행될 수 있는 효과가 있다.

상기에서 본 발명은 기재된 구체예를 중심으로 상세히 설명되었지만, 본 발명의 범주 및 기술사상 범위 내에서 다양한 변형 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속하는 것도 당연한 것이다.

**(57) 청구의 범위**

**청구항 1.**

삭제

**청구항 2.**

삭제

**청구항 3.**

이소부틸알데히드를 액상에서 분자상 산소 함유 가스와 산화시켜 이소부티릭산을 제조하는 방법에 있어서,

- a) 하나의 회분식 반응기를 사용하여 상기 반응기에 이소부틸알데히드를 채우는 단계;
- b) 상기 반응기의 초기온도를 0 내지 70 °C로 설정하는 단계;

- c) 상기 반응기의 기상부를 불활성가스를 이용하여 선가압하는 단계;
- d) 상기 반응기에 분자상 산소 함유 가스를 주입하는 단계;
- e) 상기 반응기의 반응압력을 3 내지 10 kg/cm<sup>2</sup>의 범위 내로 유지하는 단계; 및
- f) 이소부틸알데히드의 전환율이 80 내지 98 %인 시점에서 상기 반응기의 온도를 상승시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법.

#### 청구항 4.

제 3 항에 있어서, 상기 불활성가스가 질소, 헬륨, 아르곤, 이산화탄소 또는 이와 동등한 성질의 기체 중에서 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법.

#### 청구항 5.

제 3 항에 있어서, 상기 불활성가스의 분압이 0.001 내지 0.999의 범위를 갖는 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법.

#### 청구항 6.

삭제

#### 청구항 7.

제3항에 있어서, 상기 f)단계의 온도상승범위가 상기 반응기의 초기온도에 대하여 + (5 내지 60)℃임을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법.

#### 청구항 8.

제3항에 있어서, 상기 불활성가스의 압력이 2 내지는 6 kg/cm<sup>2</sup>의 범위를 갖는 것을 특징으로 하는 이소부티릭산의 제조방법.