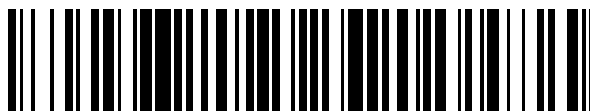


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 658 302**

51 Int. Cl.:

C07C 209/26 (2006.01)

C07C 253/10 (2006.01)

C07C 209/48 (2006.01)

C07C 45/74 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.11.2011 PCT/EP2011/070442**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.06.2012 WO12076317**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.11.2011 E 11788107 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.11.2017 EP 2649043**

54 Título: **Procedimiento para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina**

30 Prioridad:

08.12.2010 DE 102010062603

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.03.2018

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**GALLE, MARKUS;
GRUND, GERDA;
HENGSTERMANN, AXEL;
HINTON, MICHAEL D.;
HIRSCH, ROLF;
JANSEN, ROBERT;
KNOOP, CORD;
LETTMANN, CHRISTIAN;
LIPPE, JUERGEN;
MAIER, MARTIN;
NITZ, JÖRG-JOACHIM;
ORSCHL, MATTHIAS;
ORTELT, MARTINA;
RICHTER, NORBERT;
RIX, ARMIN;
SCHWARZ, MARKUS y
STREUKENS, GUIDO**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 658 302 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina

La invención se refiere a un procedimiento mejorado para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, a continuación llamada isoforondiamina o IPDA de manera abreviada, mediante

- 5 I. producción de isoforona mediante condensaciones aldólicas catalizadas con acetona como educto,
 II. reacción de isoforona con HCN bajo formación de isoforon-nitrilo (IPN, 3-ciano-3,5,5-trimetilciclohexanona);
 10 III. hidrogenación catalítica y/o aminación catalítica reductiva (también hidrogenación por aminación) de 3-ciano-3,5,5-trimetilciclohexanona, a continuación llamada isoforon-nitrilo o IPN de manera abreviada, para dar isoforondiamina.

Estado de la técnica respecto a I

15 La isoforona se emplea, entre otras cosas, como disolvente de punto de ebullición elevado en la industria de esmaltes, pinturas, pegamentos y agentes fitosanitarios. Según el estado de la técnica conocido, la isoforona se puede elaborar adicionalmente, a modo de ejemplo para dar isoforon-nitrilo, isoforondiamina, diisocianato de isoforona o cetisoforona.

En el caso de isoforona se trata del producto de condensación trímero de acetona. La producción de acetona se efectúa a través de una condensación aldólica de acetona catalizada.

20 Tanto la literatura de patentes existente, como también las publicaciones científicas para la producción de isoforona, se pueden dividir esencialmente en dos sectores. Se diferencia entre procesos en fase líquida y procesos en fase gaseosa. En el documento CN 101633610A se describe también la reacción de condensación para la producción de isoforona con acetona supercrítica.

Mientras que en los procesos en fase gaseosa descritos se trabaja principalmente con catalizadores heterogéneos, sólidos, en procesos en fase líquida entran en consideración sistemas catalizadores tanto homogéneos, como también heterogéneos.

25 La reacción en la fase líquida se describe en la literatura de patentes, casi exclusivamente, bajo condiciones alcalinas a temperaturas elevadas y presiones elevadas.

30 En el campo de la química de isoforona son conocidas diversas patentes de Shell Development Company (US 2,351,352, US 2,344,226, US 2,399,976, US 2,419,051). Entre otros, en el documento US 2,399,976 se describe un procedimiento de condensación para la producción de isoforona en el reactor de circulación por medio de catálisis alcalina. La disolución alcalina empleada se recircula de nuevo al reactor en el procedimiento tras separación de fases, mientras que el agua de reacción producida se elimina de la circulación del reactor con la fase orgánica.

35 Por lo demás, en el documento US 2,419,051 se describe un procedimiento en el que se puede disociar de nuevo una parte de sobrecondensados mediante hidrólisis de los productos de condensación superiores. La hidrólisis se lleva a cabo en un reactor de presión a temperaturas entre 130-235°C, con una concentración de disolución alcalina elevada.

40 Para impedir una separación de fases en la síntesis y, por consiguiente, obtener un control de reacción monofásico, en las solicitudes de la Societe Industrielle Des Derivatives De L'Acetylene (DE 10 58 047, GB733650) se describen alcoholes como solubilizadores. Este procedimiento conduce a un tiempo de reacción menor. Por lo demás, en éste se describe que la recirculación de productos secundarios separados en la zona de reacción del reactor aumenta la selectividad de formación de isoforona.

45 En los documentos de patente de Hibernia Chemie (DE 10 95 818, DE 11 44 269, DE 12 05 525, DE 11 65 018) de los años 60, además del empleo de una mezcla educto/catalizador monofásica con bajas concentraciones de lejía, también se describe la elaboración por medio de una columna de hidrólisis. En este caso, la isoforona se produce en un reactor de presión mediante condensación de acetona en fase líquida por medio de cantidades alcalinas (NaOH o KOH) de menos de un 1 % como catalizador, y bajo aplicación de cantidades de hidrógeno de menos de un 20 %, a temperaturas de 150-250°C. Las dos fases que se forman en la reacción se emulsionan tanto mediante un control de reacción apropiado (construcción de reactor, generador de impulsos), como también mediante el empleo de un emulsionante, para garantizar un buen contacto entre catalizador y reactivos (DE 10 95 818).

Además, en el documento DE 12 05 525 se describe la elaboración de productos secundarios, los denominados

sobrecondensados. A 120-300°C tiene lugar la hidrólisis de los sobrecondensados con una disolución alcalina acuosa en una denominada columna de destilación de presión, bajo eliminación continua de la acetona formada.

5 La obtención de isoforona pura a partir de productos de condensación que contienen isoforona se consigue mediante una separación de productos de bajo punto de ebullición bajo destilación bajo la misma presión a la que se lleva a cabo la condensación, y mediante una elaboración subsiguiente de los sobrecondensados aún existentes mediante destilación a presión reducida (DE 11 44 269).

Según la solicitud de BP Chemicals, mediante empleo de hidróxido potásico (KOH) en lugar del catalizador hidróxido sódico (NaOH), habitual por lo demás, el rendimiento en isoforona se puede aumentar hasta un 7 %, con selectividad constante (DE 25 20 681).

10 Además se describe que la calidad del producto de isoforona se puede aumentar excluyéndose substancias colorantes de la columna de reacción en una columna lateral, y purificándose esta corriente mediante destilación y reacción ácida (DE 26 45 281).

15 Además existen solicitudes para la producción de isoforona de Daicel Chemical Industries (JP 8245485, JP 8245486) de los años 90. Éstas describen que se puede aumentar la conversión de isoforona mediante reducción de la concentración de agua en la corriente de eductos, como también mediante recirculación de la fase de disolución alcalina acuosa, tras la separación de fases en la parte de hidrólisis de la destilación de reactivos.

Además de los procesos en fase líquida por medio de sistemas catalizadores homogéneos citados hasta la fecha, también existe una publicación de patente con sistemas catalizadores heterogéneos en la fase líquida.

20 De este modo, Elf Atochem S. A. describen en la patente US 5,849,957 el empleo de hidrotalcitas ($Mg_{1-x}Al_xO_{1+x}$) como sistema catalizador heterogéneo para la producción de isoforona. En ensayos de caldera de agitación discontinuos, con tal catalizador se pudieron obtener una conversión de acetona de un 38 % y una selectividad a isoforona de un 51 %.

En el estado de la técnica se describe frecuentemente la producción de isoforona por medio de catalizadores heterogéneos, también en la fase gaseosa.

25 En los documentos de Union Carbide (US 4,086,188, US 4,165,339, EP 095 783) se describe la producción de isoforona por medio de catalizadores de precipitación tipo hidrotalcita dopados con litio, o bien cinc. En el caso de una conversión de acetona de un 24 %, con estos catalizadores se puede obtener una selectividad de un 47 % respecto a isoforona (US 4,086,188), y el catalizador se puede regenerar completamente mediante combustión de residuos de coquefacción (US 4,165,339). Mediante optimización de las condiciones de preparación, el período de aplicación de tal catalizador se puede aumentar a hasta aproximadamente 1000 horas (EP 095 783).

35 En las patentes de Aristech Chemical Corporation (WO9012645, WO9507255) se describen diversos catalizadores oxídicos de magnesio/aluminio, que se producen mediante suspensión de pseudoboehmita y óxido de magnesio (WO 9012645). En el caso de una conversión de acetona de un 30 %, la selectividad respecto a isoforona se sitúa en un 76 %. Además de los catalizadores, la Aristech Chemical Company describe también un procedimiento para la producción de isoforona en fase gaseosa en un reactor de lecho fijo (WO 95072559). En este caso, la conversión de acetona se limita a un 10 – 35 %, para minimizar la formación de residuos de coquefacción.

Además existen una serie de publicaciones (JP 9059204, JP 9151152, JP 9151153, JP 9157207, JP 9157208, JP 9169687, JP 9169688) de Mitsui Toatsu Chemicals, que reivindican diversos catalizadores de zeolita y magnesio/metal alcalino para la producción de isoforona.

40 En publicaciones científicas, además de los sistemas catalizadores ya citados en las patentes se describe igualmente el empleo de nanotubos de carbono como catalizador para la síntesis de isoforona. M. G. Stevens (Chem. Commun. 3, 1999), con nanotubos de carbono dopados con cesio, obtiene una conversión de acetona de un 11,9 % con una selectividad de isoforona de un 61 %.

45 En la síntesis de isoforona se produce toda una serie de productos secundarios indeseables. Éstos son, a modo de ejemplo, alcohol diacetónico, óxido de mesitilo, forona, mesitileno, así como una serie de productos de condensación superiores (sobrecondensados) de acetona (por ejemplo xilitonas e isoxilitonas). Por este motivo es difícil obtener altos rendimientos y selectividades elevadas en isoforona.

Estado de la técnica respecto a II

La reacción de ácido cianhídrico (HCN) catalizada por bases con cetonas cíclicas alfa,beta-insaturadas (o acíclicas),

es una reacción conocida (Hydrocyanation of Conjugated Carbonyl Compounds, CHAPTER 3, Wataru Nagata and Mitsuru Yoshioka).

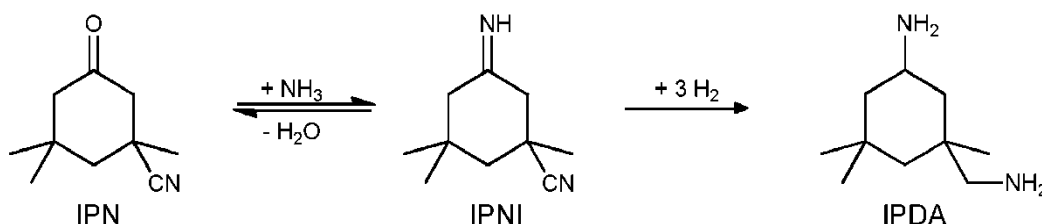
Más adelante se citan otros procedimientos

Estado de la técnica respecto a III

- 5 La producción de IPDA mediante hidrogenación por aminación de IPN es conocida y se ha descrito ya frecuentemente.

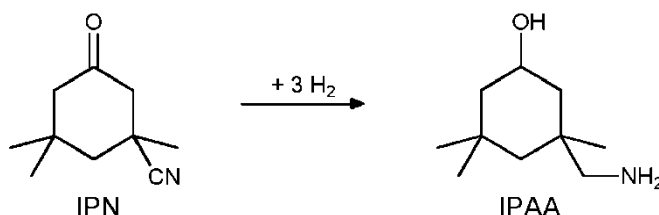
En el más sencillo de los casos (US 3,352,913) se hace reaccionar IPN en presencia de hidrógeno y un exceso de amoníaco en un catalizador de cobalto. En primer lugar se forma la nitriloamina de isoforona, IPNI, que se hidrogena a continuación para dar IPDA, a partir de IPN y amoníaco mediante eliminación de agua.

10



El rendimiento en IPDA se determina fundamentalmente mediante el exceso de amoníaco en este tipo de control de reacción. Los rendimientos en IPDA máximos obtenidos se sitúan en aproximadamente un 80 %. El producto secundario principal es el denominado aminoalcohol, IPAA, que resulta de la hidrogenación directa de IPN.

15



20

Se obtiene un aumento esencial del rendimiento en IPDA si la formación de IPNI se acelera mediante empleo de catalizadores de iminación apropiados. Como catalizadores de iminación son apropiados, por ejemplo, resinas de intercambio iónico ácidas (EP 042 119). Además, también se pueden emplear óxidos metálicos ácidos (EP 449 089), organopolisiloxanos que contienen grupos ácido sulfónico (EP 816 323), heteropoliácidos (DE 44 26 472) y carbón activo (EP 061 137) como catalizadores de iminación. Además de la reducción del aminoalcohol no deseado, también se inhibieron claramente otros productos secundarios, por ejemplo compuestos bicíclicos y aquellos productos secundarios que resultan de la disociación de HCN.

25

En la literatura se remite especialmente a la problemática de la eliminación de HCN a partir de gamma-cetonitrilos, como el IPN (US 3,352,913). Por una parte se observa que el rendimiento en IPDA se reduce mediante la eliminación de HCN (EP 042 119, DE 44 26 472).

30

Por otra parte se remite a que HCN actúa como veneno de catalizador y conduce a una desactivación del catalizador de hidrogenación (EP 394 967 A1, página 2 líneas 34 y siguientes, página 3 líneas 44 y siguientes). Por lo tanto, se recomienda llevar a cabo el paso de iminación de modo que no se disocie HCN en lo posible. Preferentemente, el proceso se debe controlar de modo que se elimine menos de 0,001 moles de HCN por mol de nitrilo empleado (EP 394 967 página 5 línea 49 ff). Respecto a la hidrogenación por aminación de IPN, éstos son 163 ppmw (0,0163 por ciento en peso).

35

Además de la reducción de la concentración de cianuro, se describen otros métodos para aumentar el rendimiento en IPDA en la hidrogenación por aminación de IPN IPDA.

Como ya se ha mencionado anteriormente, un exceso de amoníaco o el empleo de amoníaco como disolvente influye positivamente sobre el rendimiento (por ejemplo los documentos EP 449 089, EP 659 734, DE 12 29 078).

También la modificación con hidróxidos alcalinos (EP 729 937) conduce a un aumento del rendimiento en IPDA. A partir de diversas publicaciones es sabido que el rendimiento en amina primaria se puede aumentar mediante la

5 adición de hidróxidos alcalinos, sobre todo hidróxido de litio, en hidrogenaciones de nitrilo (US 4,375,003, EP 913 388). Los catalizadores se pueden tratar con hidróxidos alcalinos antes de la reacción, o bien el hidróxido alcalino se añade a la mezcla de reacción durante la reacción. En tanto no se empleen grandes cantidades de disolventes, como amoníaco, THF o metanol, la estabilidad de larga duración de los catalizadores modificados con LiOH es bastante conveniente. No obstante, en algunos ensayos debíamos determinar que el LiOH se lava continuamente por el catalizador en el caso de empleo de los disolventes citados anteriormente y, por consiguiente, la fracción de aminas secundarias aumenta de nuevo. En un control de proceso continuo, en el que el disolvente se separa de la mezcla por destilación y se recircula en el proceso, se produce además un depósito de hidróxidos alcalinos en las columnas de destilación. Las columnas se deben desconectar y purificar a intervalos regulares, de modo que la modificación alcalina conduce indirectamente a pérdidas de producción.

10 Según el documento EP 913 387, para el aumento de selectividad se pueden emplear también bases amónicas cuaternarias en la producción de IPDA. Especialmente en el empleo de un disolvente, los catalizadores modificados correspondientemente presentan un período de aplicación claramente más elevado que los catalizadores de modificación alcalina.

15 La tarea de esta invención era hallar un procedimiento mejorado para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina partiendo de acetona.

Por lo tanto, la tarea técnica de esta invención era encontrar un procedimiento que posibilitara aumentar la rentabilidad en la producción de isoforona. En este caso se debían considerar también aspectos ecológicos.

20 Otra tarea de la presente invención era encontrar un procedimiento para el aumento de selectividad en la hidrogenación catalítica y/o la aminación catalítica reductiva de IPN a IPDA, que eliminara los citados inconvenientes del procedimiento descrito anteriormente.

Se descubrió que la mezcla de reacción producida a partir del paso I se puede elaborar de manera especialmente rentable y ecológica para dar isoforona mediante el procedimiento inventivo.

25 Sorprendentemente, ahora se descubrió igualmente que la tarea se puede solucionar mediante un aumento de la concentración de iones cianuro en la mezcla de reacción en el paso III, a modo de ejemplo ocasionado por la eliminación selectiva de HCN de IPN. Esto es sorprendente en tanto que los iones cianuro se describen como venenos de catalizador y, por consiguiente, según el estado de la técnica se debe perseguir una concentración de iones cianuro lo más reducida posible para la optimización del rendimiento y la optimización de la selectividad.

30 El aumento de la concentración de iones cianuro en un determinado intervalo proporciona sorprendentemente un aumento de selectividad con conversión constante en la hidrogenación de IPNI a IPDA.

Es objeto de la invención un procedimiento para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, mediante

35 I. producción de isoforona mediante condensación aldólica catalizada con acetona como educto, elaboración del producto de reacción, hidrólisis de la corriente de valor y separación en una fracción orgánica y una fracción acuosa, obtención de isoforona a partir de la fracción orgánica, elaboración destilativa de la fracción acuosa y transferencia de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración destilativa a la instalación de hidrólisis; sometándose el agua de la cola de la elaboración destilativa de la fracción acuosa a una evaporación por descompresión, y recirculándose el agua purificada producida en el proceso para la producción de isoforona;

40 II. reacción catalizada por bases de isoforona con HCN, bajo formación de isoforon-nitrilo;

45 III. producción de isoforondiamina por medio de hidrogenación catalítica y/o aminación catalítica reductiva de isoforon-nitrilo (IPN) en presencia de amoníaco, hidrógeno, y al menos un catalizador, así como, en caso dado, un disolvente o una mezcla de disolventes, ascendiendo la concentración de iones cianuro en la mezcla de reacción, que se alimenta a la hidrogenación, a 200 ppmw hasta 5000 ppmw, referido a isoforon-nitrilo empleado, efectuándose la producción de IPDA mediante un proceso de dos etapas, y transformándose en la primera etapa al menos una parte de isoforon-nitrilo empleado, en presencia o ausencia de un catalizador de iminación y/o de disolventes mediante reacción con amoníaco, en isoforon-nitrilimina, ascendiendo la conversión de IPN a IPNI tras la iminación a más de un 80 %, preferentemente a más de un 90 %, de modo especialmente preferente más de un 95 %, e hidrogenándose por aminación en la segunda etapa el producto de reacción de la primera etapa, así como se produce o tras un tratamiento subsiguiente y/o adición de amoníaco ulterior, en presencia de al menos amoníaco e hidrógeno, y en presencia o ausencia de un disolvente orgánico, a una temperatura de 20 a 150°C, preferentemente 40 a 130°C, y a una presión de 0,3 a 50 MPa, preferentemente 5 a 30 MPa, en catalizadores de hidrogenación.

I: Producción de isoforona

En el primer paso del procedimiento según la invención se produce isoforona según la invención mediante condensaciones aldólicas catalizadas con acetona como educto. Por consiguiente, los siguientes datos se refieren a este paso I.

5 Según la invención, en el paso I se lleva a cabo el procedimiento para la producción de isoforona mediante condensaciones aldólicas con acetona como educto, elaboración del producto de reacción, hidrólisis de la corriente de valor y separación en una fracción orgánica y una fracción acuosa, obtención de isoforona a partir de la fracción orgánica, elaboración destilativa de la fracción acuosa y transferencia de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración destilativa a la instalación de hidrólisis.

10 Además, según el paso I es objeto de la invención adicionalmente un procedimiento para la producción de isoforona, sometiéndose el agua de la cola de la elaboración por destilación de la fracción acuosa a una evaporación por descompresión, y recirculándose el agua purificada producida en el proceso para la producción de isoforona.

El procedimiento inventivo en el paso I se puede llevar a cabo de manera continua, discontinua o semicontinua. No obstante, de modo preferente éste se lleva a cabo de manera continua.

15 La producción de isoforona se efectúa a través de condensaciones aldólicas catalizadas con acetona como educto. En este caso, en el primer paso reaccionan dos moléculas de acetona a través del producto intermedio alcohol diacetónico, bajo eliminación de agua, para dar óxido de mesitilo. En una reacción sucesiva, el óxido de mesitilo reacciona con una acetona adicional para dar isoforona, a su vez bajo eliminación de agua.

20 Por lo tanto, en el caso de isoforona se trata del producto de reacción de una condensación de tres moléculas de acetona, bajo la eliminación de dos moléculas de agua.

25 Como consecuencia de la similitud química del educto empleado (acetona) y de los productos (intermedios) formados, la síntesis de isoforona no se desarrolla de manera suficientemente selectiva. Debido a la pluralidad de reacciones de condensación aldólica competitivas, además de la molécula objetivo deseada isoforona, bajo las condiciones de reacción se obtiene tanto toda una serie de productos de condensación no deseados (superiores) (por ejemplo xilitonas e isoxilitonas), como también otros componentes secundarios (por ejemplo mesitileno).

Por lo tanto, la síntesis de isoforona está caracterizada por un retículo de reacción complejo; la selectividad es dependiente de la conversión en medida elevada. Para minimizar la formación de productos de condensación no deseados (superiores), se debe limitar la conversión de acetona. En especial en la reacción en fase gaseosa, el catalizador empleado se puede desactivar mediante residuos de coquefacción que se forman.

30 Se descubrió que la mezcla de reacción producida se puede elaborar de modo especialmente rentable y ecológico para dar isoforona mediante el procedimiento inventivo en el paso I.

La reacción de condensación de acetona para dar isoforona (reacción) se lleva a cabo preferentemente en una reacción en fase líquida catalizada. Alternativamente, también se puede producir isoforona por medio de una reacción en fase gaseosa, o también mediante reacción en acetona supercrítica.

35 Para la puesta en práctica de la reacción en el paso I conforme al procedimiento según la invención, se hace reaccionar la acetona en la fase líquida dentro del reactor empleado, mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 100 a 250 °C, preferentemente 150 - 250 °C, de modo especialmente preferente 180 - 250 °C, y en un intervalo de presión de 5 a 50 bar, preferentemente 10 - 50 bar, de modo especialmente preferente de 20 - 50 bar, para dar isoforona, pudiéndose combinar entre sí los valores indicados.

40 Para la puesta en práctica de la reacción en el paso I conforme al procedimiento según la invención, la acetona se hace reaccionar en fase gaseosa dentro del reactor empleado, mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 100 a 400°C, preferentemente 200 - 400°C, para dar isoforona.

45 Para la puesta en práctica de la reacción en el paso I conforme al procedimiento según la invención, se hace reaccionar la acetona en la zona supercrítica dentro del reactor empleado, mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 250 a 350°C, y en un intervalo de presión de 50 a 200 bar, para dar isoforona.

La reacción catalítica se puede llevar a cabo con los catalizadores citados en el estado de la técnica, en este caso se puede tratar de un catalizador homogéneo o de un catalizador heterogéneo. En la fase líquida se emplea preferentemente un catalizador homogéneo, en la fase gaseosa se emplea preferentemente un catalizador heterogéneo.

En la reacción preferente en la fase gaseosa se puede producir isoforona por medio de un catalizador homogéneo con cantidades de álcali (NaOH o KOH) de < 1 % en peso, preferentemente de < 0,5 % en peso, de modo especialmente preferente < 0,2 % en peso. De modo especialmente preferente, como catalizador se emplea NaOH en cantidades de un 0,015 a un 0,05 % en peso. La concentración de agua empleada resulta, entre otros factores, de las corrientes de recirculación de los procesos de elaboración, éstas se debían situar preferentemente por debajo de < 40 %, preferentemente < 30 %, referido a la cantidad de líquido total.

La reacción se puede llevar a cabo en cualquier reactor según el estado de la técnica, como por ejemplo reactores tubulares, calderas de agitación, cascadas de calderas de agitación, reactores de lecho fijo, reactores de destilación a presión, o bien destilaciones reactivas, reactores microestructurados, columnas de burbujas con circulación en bucles, etc, o en combinaciones de reactores a voluntad. En este caso, la elección de los reactores no está limitada a la citada selección.

En este caso, el concepto reactor de destilación a presión se puede equiparar a instalaciones en las que se lleva a cabo una destilación reactiva. La destilación reactiva se describe suficientemente en la literatura técnica, por ejemplo en Ullmann's Encyclopedie of Industrial Chemistry (M. Sakuth, D. Reusch, R. Janowsky: Reactive Distillation © 2008 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, Weinheim, DOI: 10.1002/14356007.c22_c01.pub2). En este caso y en la citada literatura se describen todos los procesos e instalaciones comunes de la destilación reactiva. Si en el siguiente texto de solicitud de patente se emplea el concepto de columna de destilación reactiva, de este modo se indican todas las formas de realización de la destilación reactiva, como se describe en la literatura.

En una forma preferente, la puesta en práctica de la reacción se efectúa en columnas de destilación reactiva, reactores tubulares o reactores de lecho fijo. Son especialmente preferentes reactores tubulares.

Tras la realización de la invención, la mezcla de reacción se elabora y se separa en los componentes aislados. Además de isoforona, éstos son los denominados productos de bajo punto de ebullición, como por ejemplo acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, así como una serie de productos de condensación superiores (sobrecondensados) de acetona (por ejemplo xilitonas e isoxilitonas), agua, y en caso dado catalizador. En este caso, la separación se lleva a cabo por completo o parcialmente.

La separación de fracciones aisladas se puede conseguir con todos los métodos de separación, como por ejemplo destilación, evaporación por descompresión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de las citadas, continua o discontinuamente, en una o varias etapas. La separación se consigue preferentemente mediante destilación en una o varias instalaciones. En este caso, la destilación se puede llevar a cabo de forma separada físicamente de la síntesis de isoforona (reacción), o puede tener lugar en una instalación. La separación de las fracciones aisladas se efectúa preferentemente mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva.

De modo especialmente preferente, la separación se lleva a cabo de manera separada físicamente de la síntesis de isoforona (reacción), en una columna de destilación reactiva con una extracción de corriente lateral.

Preferentemente se efectúa la separación en tres fracciones:

- a) una fracción de acetona no transformada, agua y productos de bajo punto de ebullición, como por ejemplo alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, que se condensa y, a continuación, se recircula al reactor para la reacción.
- b) Una fracción en la que se concentran en especial sustancias colorantes. Esta fracción se purifica ulteriormente, y las sustancias de valor contenidas se recirculan al proceso.
- c) Una fracción constituida en especial por isoforona, productos de punto de ebullición más elevado y agua, y en caso dado catalizador, llamada corriente de valor. Esta fracción se somete a continuación a una hidrólisis.

En la forma de realización preferente, la fracción a) se extrae como corriente de vapores, que contiene esencialmente acetona, agua y productos de bajo punto de ebullición, esencialmente alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se condensa y se añade de nuevo al reactor con las sustancias de empleo acetona, agua, y en caso dado catalizador.

En la forma de realización preferente, la fracción b) se extrae como corriente lateral de la columna de destilación, preferentemente una columna de destilación reactiva, en caso dado se neutraliza y se elabora adicionalmente. En este caso, en la elaboración se pueden emplear todos los métodos de separación comunes, como por ejemplo destilación, evaporación por descompresión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de las citadas. La purificación se puede llevar a cabo continua o discontinuamente, en una o varias etapas. La purificación se consigue preferentemente mediante destilación. De modo especialmente preferente, la purificación se consigue mediante una combinación de neutralización o extracción y subsiguiente destilación,

- preferentemente en una columna de destilación reactiva. La fase elaborada con los productos de valor, constituida por isoforona, productos de bajo punto de ebullición, y en caso dado catalizador, se conduce preferentemente a la hidrólisis. Otra fase obtenida, constituida por productos de valor, que contiene esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se recircula preferentemente a la reacción. Residuos, producidos en caso dado, se alimentan al empleo térmico.
- La fracción c) se somete a una hidrólisis. El objetivo de la hidrólisis es transformar productos secundarios parcial o completamente en isoforona, acetona y otros productos de valor. La hidrólisis se puede llevar a cabo en todos los reactores comunes, que se se describieron anteriormente, o columnas de destilación, o combinaciones de ambos. La hidrólisis se lleva a cabo preferentemente mediante una destilación reactiva, en la que los productos de bajo punto de ebullición formados, que contienen esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se eliminan y se recirculan a la reacción y, por consiguiente, ya no se encuentran disponibles para reacciones secundarias en la hidrólisis.
- De modo muy especialmente preferente, la hidrólisis de la fracción c) se lleva a cabo en una instalación, mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva, efectuándose simultáneamente la separación de la mezcla de reacción en las fracciones a) a c), de modo que los los productos formados se separan simultáneamente de modo correspondiente, y la fracción c) se hidroliza.
- En caso dado, la hidrólisis y la separación destilativa pueden tener lugar también en una instalación con la síntesis de isoforona (reacción).
- La hidrólisis se puede llevar a cabo en todas las proporciones de mezcla de componentes orgánicos con agua, con o sin catalizador. La concentración de agua en la hidrólisis asciende en este caso a un 0,1-99,9 % en peso, preferentemente a un 30-90 % en peso. En el caso de catálisis homogénea, en la hidrólisis se emplea preferentemente el catalizador que se emplea también en la parte de reacción. Son preferentes concentraciones de catalizador de un 0,001 - 10 % en peso, de modo especialmente preferente de un 0,05 - 1 % en peso. La presión en el reactor de hidrólisis asciende a 1-200 bar, preferentemente a 20-60 bar, de modo especialmente preferente, la hidrólisis se lleva a cabo al menos a la presión que domina también en el paso de síntesis de isoforona (reacción). La temperatura de hidrólisis asciende a 100-300°C, preferentemente a 210-260°C, de modo especialmente preferente, en el caso de empleo de una columna de destilación reactiva se ajustará una temperatura, o bien un perfil de temperatura, que corresponde a las temperaturas de ebullición en la cola y en las etapas de separación o reacción aisladas.
- La hidrólisis se puede llevar a cabo en una o varias instalaciones, en una etapa o en varias etapas.
- La fracción c) elaborada de este modo se separa a continuación a partir del reactor de hidrólisis, o bien de la columna de destilación reactiva, se enfría, y se somete a una separación de fases.
- La separación de fases se efectúa en una fracción d) esencialmente orgánica y una fracción e) esencialmente acuosa, que contiene también el catalizador en caso de una catálisis homogénea. En este caso se pueden emplear depósitos de separación de fases habituales con y sin elementos de inserción. La separación de fases se efectúa a una temperatura entre 0 - 200 °C, preferentemente a 0 - 100 °C, de modo especialmente preferente a 20 - 70 °C, y a una presión de 1 - 150 bar, preferentemente 20 - 60 bar, de modo especialmente preferente a la presión que domina también en la hidrólisis.
- La fracción d) sensiblemente orgánica con el producto objetivo isoforona se neutraliza en caso dado, y se purifica con métodos habituales, de modo que se obtiene una isoforona con la pureza y estabilidad de color deseadas. En este caso se pueden emplear todos los métodos de separación comunes, como por ejemplo destilación, evaporación por descompresión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de las citadas. La purificación se puede llevar a cabo continua o discontinuamente, en una etapa o en varias etapas, bajo presión o en vacío. La purificación se consigue preferentemente mediante destilación. De modo especialmente preferente, la purificación se consigue mediante una combinación de neutralización o extracción, y destilación subsiguiente.
- En este punto se describe más exáctamente la elaboración destilativa de la fase acuosa e) (purificación de agua residual), y la transferencia de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración destilativa en la instalación de hidrólisis.
- La fracción e) sensiblemente acuosa se alimenta a una purificación de agua residual. En este caso se efectúa la separación del agua de reacción como componente principal, y en caso dado del catalizador, de componentes orgánicos aún disueltos, como, por ejemplo, isoforona, acetona y productos de condensación superior. La purificación de agua residual se lleva a cabo preferentemente en una o varias columnas de destilación. En este caso es esencial para la invención que los vapores de la columna de agua residual se conduzcan directamente a la

instalación en la que tiene lugar la hidrólisis. De este modo se solucionan simultáneamente varios problemas del actual estado de la técnica:

- 1) ya que los vapores están constituidos esencialmente por agua, en la parte de hidrólisis se ajusta una concentración de agua necesaria, suficientemente elevada, de modo que no se deba introducir agua fresca adicional en la hidrólisis.
- 2) Las proporciones orgánicas disueltas en la fracción e) se recirculan parcial o completamente al proceso a través de los vapores de la columna de agua residual. Esto minimiza la carga orgánica en el agua residual y, ya que se trata esencialmente de isoforona, aumenta el rendimiento total en el proceso. Por consiguiente, esta conexión novedosa de la columna de agua residual contribuye esencialmente al control de proceso ecológico y económico.
- 3) Además, se pone a disposición el calor necesario para la hidrólisis, o bien la separación destilativa de la mezcla de reacción a través de los vapores, no se requiere una calefacción separada.

La presión en la columna de agua residual asciende a 1-200 bar, preferentemente a 20-60 bar. De modo especialmente preferente se trabaja a la presión de sistema que se ajusta en el sistema total hidrólisis/columna de agua residual, cuando los vapores de la columna de agua residual se conducen directamente a la parte de hidrólisis de la destilación reactiva. La temperatura en la columna de agua residual corresponde a la temperatura de ebullición de la fracción e) bajo las condiciones de presión. La temperatura de vapores preferente asciende a 200-300°C.

A continuación se describe más detalladamente cómo el agua de la cola de la elaboración destilativa de la fracción acuosa se somete a una evaporación por descompresión, y el agua purificada producida se recircula al proceso para la producción de isoforona.

El agua residual producida en la cola de la columna de agua residual (corriente f) se puede refrigerar y desechar. No obstante, el agua f) se alimenta preferentemente a una evaporación por descompresión y, por consiguiente, se separa adicionalmente. Los vapores g) de la etapa de evaporación por descompresión, que están constituidos esencialmente por agua pura, se pueden condensar y recircular como agua al proceso, preferentemente a la reacción, por ejemplo para la dilución del catalizador empleado (en el caso de catálisis homogénea). De este modo se reduce de nuevo la cantidad de agua residual. La evaporación por descompresión se puede llevar a cabo en una o varias etapas, continua o discontinuamente. En cualquier caso, la presión en la evaporación por descompresión se sitúa por debajo de la presión en la columna de agua residual. En el procedimiento según la invención es preferente la aplicación de una evaporación por descompresión.

Todos los pasos de destilación y reacción en el proceso se pueden llevar a cabo en reactores o instalaciones con o sin elementos de inserción, como por ejemplo desflectores, elementos de inserción desordenados o apilamientos, elementos de inserción ordenados o empaquetaduras, platos con o sin circulación forzada.

Todos los materiales metálicos en contacto con el producto empleados para la reacción y las instalaciones fabricadas a partir de los materiales metálicos, así como sus elementos de inserción, deben ser resistentes a disoluciones alcalinas. En este caso, en función del peligro pueden existir diferentes requisitos de estabilidad. Para las estabildades son significativos no solo las propiedades químicas y mecánicas, sino también los métodos de producción y las medidas de valoración que se aplican durante el estudio.

Para los materiales metálicos se hace referencia en parte a la ficha técnica AD 2000 HP 0 Edición 11-2008 (Bases generales para diseño, producción y ensayos vinculados a los mismos) y DIN EN 10020 Edición 07-2000 (Determinación de concepto para la clasificación de aceros). Los grupos materiales aquí indicados se citan para precisar las denominaciones (por ejemplo "acero austenítico inoxidable). En tanto sea razonable técnicamente, estas afirmaciones se consideran para todas las variantes de materiales disponibles técnicamente (por ejemplo variantes de forja, variantes de laminado y variantes de fundición) con estabilidad comparable frente a corrosión alcalina.

a) Para componentes sometidos a presión y en contacto con el producto se puede aplicar cualquier material apropiado según el estado de la técnica, como por ejemplo:

- Aceros resistentes al calor (por ejemplo subgrupo de materiales 5.1 a 5.4 und 6.1 a 6.4 según AD 2000 HP 0)
- Aceros austeníticos inoxidables (por ejemplo subgrupo de materiales 8.1 a 8.2 según AD 2000 HP 0)
- Aceros austeníticos inoxidables (por ejemplo subgrupo de materiales 8.1 a 8.2 según AD 2000 HP 0)

- Aceros ferríticos-austeníticos inoxidables (por ejemplo subgrupo de materiales 10.1 a 10.2 según AD 2000 HP 0)
- Níquel y aleaciones de níquel (por ejemplo subgrupo de materiales 41 a 46 según AD 2000 HP 0)

5 También se pueden aplicar combinaciones de los materiales citados anteriormente. En este caso, la elección de los materiales no está limitada a la citada selección, y comprende también variantes equivalentes o de valor superior en la técnica de corrosión. Son preferentes materiales que se distinguen por una estabilidad técnica frente a disoluciones alcalinas según el estado de la técnica, bajo consideración de las condiciones de tensión y los riesgos. No es posible prescindir de tratamientos térmicos, si debido a los mismos se modifica la estabilidad técnica frente a disoluciones alcalinas de modo inadmisibles.

10 b) Para componentes no sometidos a presión ni en contacto con el producto se puede aplicar cualquier material apropiado según el estado de la técnica, como por ejemplo:

- Todos los materiales citados en a)
- Aceros sin alear (por ejemplo subgrupo de materiales 1.1 a 1.2 según AD 2000 HP 0)
- Aceros sin alear y otros aceros aleados (por ejemplo según la norma DIN EN 10020)

15 También se pueden aplicar combinaciones de los materiales citados anteriormente. En este caso, la elección de los materiales no está limitada a la citada selección, y comprende también variantes equivalentes o de valor superior en la técnica de corrosión. Son preferentes materiales que se distinguen por una estabilidad técnica frente a disoluciones alcalinas según el estado de la técnica, bajo consideración de las condiciones de tensión y los riesgos. Para componentes no sometidos a presión se pueden aceptar, en caso dado, estabilidades temporales en función del riesgo. No es posible prescindir de tratamientos térmicos, si debido a los mismos se modifica la estabilidad técnica frente a disoluciones alcalinas de modo inadmisibles.

20 c) Las propiedades de materiales se modifican mediante procedimientos de producción apropiados, que se describen a continuación según las denominaciones citadas en la norma DIN 8580 Edición 09-2003 (Procedimiento de elaboración – conceptos, clasificación). Para la transformación de los materiales metálicos se pueden aplicar, por ejemplo, los siguientes procedimientos de producción:

- Moldeo elemental (por ejemplo colada)
- Conformación (por ejemplo conformación en frío y con formación por laminado)
- Separación (por ejemplo mecanizado con arranque de virutas con corte determinado geométricamente, y mecanizado con arranque de virutas con corte indeterminado geométricamente)
- Ensamblaje (por ejemplo soldadura por fusión)
- Revestimiento (por ejemplo revestimiento a partir del estado líquido, inmersión en baño fundido, chapeado, inyección térmica, sinterización, revestimiento galvánico, revestimiento químico y revestimiento a partir del estado gaseoso y de vapor)
- Procedimientos de producción que modifican las propiedades de los materiales (solidificación mediante conformación, como por ejemplo forja, laminado, soplado con chorro de arena; tratamientos térmicos, como por ejemplo endurecimiento por precipitación, recocido de recristalización, recocido de eliminación de tensiones, recocido de normalización; tratamientos termomecánicos, como por ejemplo la combinación de tratamiento térmico y tratamiento de conformación; sinterización y cochura)

35 También se pueden aplicar combinaciones de los procedimientos de producción citados anteriormente. En este caso, la elección de los procedimientos de producción no está limitada a la citada selección. Son preferentes procedimientos que garanticen la estabilidad frente a disoluciones alcalinas, necesaria según el estado de la técnica, de los respectivos materiales y aparatos.

45 d) A modo de ejemplo, se pueden aplicar los siguientes ensayos en instalaciones y elementos de inserción, así

como, en especial, en sus uniones por soldadura.

- Ensayo de polvo magnético MT
- Ensayo de penetración PT
- Ensayo radiográfico RT
- 5 ○ Ensayo ultrasónico UT
- Ensayo visual VT
- Ensayo de dureza HT
- Análisis de aleación

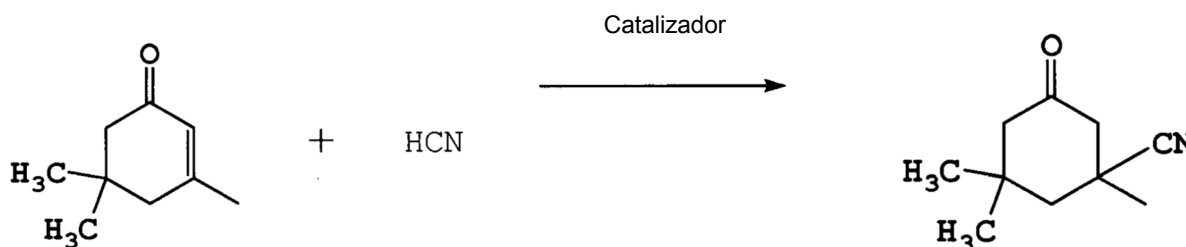
10 También son posibles combinaciones de los procedimientos de ensayo citados anteriormente. En este caso, la elección del procedimiento de ensayo no se limita a la selección descrita. Son preferentes procedimientos de ensayo y bases de valoración que contribuyen a garantizar la estabilidad frente a disoluciones alcalinas de los respectivos componentes según el estado de la técnica.

II: Producción de isofofon-nitrilo

15 En el segundo paso del procedimiento según la invención, la isofofona producida según la invención se hace reaccionar con HCN bajo formación de isofofon-nitrilo (IPN, 3-ciano-3,5,5-trimetilciclohexanona). Los siguientes datos se refieren, por consiguiente, a este paso II:

La reacción catalizada por bases de ácido cianhídrico (HCN) con cetonas alfa, beta-insaturadas cíclicas (o acíclicas) es una reacción conocida (hidrocianado de compuestos carbonílicos conjugados, CAPÍTULO 3, Wataru Nagata and Mitsuru Yoshioka).

20 La reacción de isofofona con HCN para dar IPN se puede describir con la siguiente ecuación de reacción



Los catalizadores para la producción de beta-cianocetonas, como por ejemplo IPN, son generalmente bases que proporcionan iones cianuro para la reacción de adición 1,4. La reacción con HCN se puede llevar a cabo en disolución o sin disolvente.

25 Como catalizadores son apropiados compuestos alcalinos o alcalinotérreos básicos, compuestos orgánicos, bases orgánicas, o procedimientos especiales bajo empleo de catalizadores de transferencia de carga. A continuación se explican más detalladamente los diversos sistemas catalizadores:

a) Catalizadores para la producción de isofofon-nitrilo a partir de isofofona y ácido cianhídrico, constituidos por compuestos alcalinos o alcalinotérreos básicos:

30 El documento DE 1085871 describe ejemplos correspondientes para la producción de cianocetonas mediante reacción de cetonas insaturadas de compuestos básicos con ácido cianhídrico en un catalizador alcalino, que forma iones cianuro. Como catalizadores empleados se citan metales alcalinos y sus carbonatos; además de metales alcalinotérreos y alcoholatos, óxidos, hidróxidos, peróxidos y cianuros alcalinos y alcalinotérreos; aminas terciarias y bases amónicas cuaternarias. El catalizador es necesario en una cantidad de un 0,1 a un 20 % en peso, referido al peso total de los reactivos. La reacción se efectúa preferentemente a temperaturas de 150 a 225°C y a presión normal.

35

- El documento DE 1240521 describe procedimientos para la producción de nitrilos de ácido gamma-cetocarboxílico a partir de cetonas alfa,beta-insaturadas. La producción se efectúa empleándose concentraciones elevadas de ácido cianhídrico y catalizadores heterogéneos (catalizadores alcalinos sobre soportes, a modo de ejemplo piezas de barro) sin disolvente. Como catalizadores básicos se citan, por ejemplo, óxidos, hidróxidos, cianuros o alcoholatos de metales alcalinos y alcalinotérreos. Es esencial que los catalizadores estén soportados de manera sólida. Se sintetiza a temperaturas entre 50 y 350°C. También por el documento DE 1240854 son conocidos procedimientos análogos. El documento EP 0433615 describe el empleo de hidróxido de litio (LiOH) como catalizador, según el documento EP 0558332 se puede emplear también cianuro de litio como catalizador, que se produjo previamente a partir de LiOH.
- 5
- 10 Además, el documento EP01418172 describe el empleo de un óxido de calcio con una superficie $de > 1,5 \text{ m}^2/\text{g}$. La reacción tiene lugar preferentemente a temperaturas entre 150 - 170 °C.
- b) Catalizadores para la producción de isoforon-nitrilo a partir de isoforona y ácido cianhídrico, constituidos por compuestos onio o su empleo especial:
- 15 El documento JP 61033157 describe la producción de isoforon-nitrilo mediante reacción de ácido cianhídrico e isoforona en presencia de hidróxidos amónicos o fosfónicos cuaternarios como catalizadores.
- Según el documento EP 558799, para la reacción de isoforona con HCN se pueden emplear también cianuros onio, a modo de ejemplo cianuro tetraalquilamónico o cianuro tributilsulfónico, como catalizador. El documento EP 0671384 se refiere al empleo de sales amónicas cuaternarias con hidrogenocarbonato, o bien contraiones de carbonato alcalino.
- 20 El empleo de sales amónicas o fosfónicas cuaternarias, a modo de ejemplo cianuros amónicos o fosfónicos, se describe también en los documentos US 5,183,915 o EP 0502707, empleándose en el último caso un cocatalizador básico (carbonato sódico o potásico).
- En el documento US 5,011,968 se describe la producción de IPN mediante reacción de isoforona con HCN e hidróxido tetrametilamónico como catalizador, y subsiguiente descomposición térmica del catalizador para dar trimetilamina, y eliminación con el gas de escape.
- 25
- c) Catalizadores para la producción de isoforon-nitrilo a partir de isoforona y ácido cianhídrico por medio de catálisis por transferencia de fases, o bajo empleo de un sistema de reacción bifásico:
- El documento EP28179 describe la producción de IPN a partir de IP (fase orgánica) y cianuros (fase acuosa) en un sistema de 2 fases con un agente de transferencia de fases empleado en cantidades catalíticas. Como catalizadores de transferencia de fases se emplean sales amónicas y fosfónicas cuaternarias (a modo de ejemplo bromuro tetrabutilamónico o fosfato disódico), que son solubles en la fase orgánica.
- 30
- Según el documento US 4 299 775 se puede emplear como catalizador cianuro sódico o potásico en presencia de agua y un disolvente inerte, así como un catalizador de transferencia de fases onio.
- El documento EP 0425806 (DE 69009394T2) describe la reacción de isoforona con cianuros alcalinos en cantidades estequiométricas en disolución homogénea con una mezcla de disolventes acuosos y orgánicos, neutralizándose simultánea y paulatinamente con ácidos inorgánicos. Las fases se disgregan nuevamente durante la reacción, y se pueden separar entre sí de este modo.
- 35
- d) Catalizadores para la producción de isoforon-nitrilo a partir de isoforona y ácido cianhídrico por medio de bases orgánicas especiales:
- 40 El documento EP0985659 (análogo al documento DE19836474) describe el empleo de 4-carboxilato de 1,3-dimetilimidazolio como catalizador.
- Los diazo-bicicloalquenos son igualmente apropiados como catalizadores para la producción de IPN mediante reacción de ácido cianhídrico e isoforona (JP 61033158).
- 45 En el documento JP04253948 se hace reaccionar isoforona para dar IPN con HCN en presencia de guanidina (0,01 - 0,5 moles, referidos a 1 mol de isoforona) como base.

e) Catalizadores para la producción de isofofon-nitrilo a partir de isofofona y ácido cianhídrico por medio de empleo de disolventes especiales:

En el documento JP57116038 se hace reaccionar isofofona para dar IPN con HCN en presencia de un catalizador básico y un glicol (a modo de ejemplo etilenglicol).

- 5 El documento JP04164057 describe la producción de IPN mediante reacción equimolar de IP con HCN, bajo catálisis básica en 1,3-dimetil-2-imidazolidinona como disolvente.

El documento JP04112862 incluye la producción de IPN mediante reacción de isofofona con HCN, catalizadores alcalinos y DMSO (dimetilsulfóxido) y/o DMF (dimetilformamida) como disolvente.

- 10 De los catalizadores citados anteriormente, en el paso de procedimiento según la invención se emplean preferentemente aquellos del grupo de compuestos metálicos alcalinos o alcalinotérreos básicos.

En este caso, la reacción se puede llevar a cabo mediante catálisis básica tanto homogénea, como también heterogénea. En el caso de la catálisis homogénea, catalizador y reactivos se presentan en la misma fase. Es típica una sal metálica disuelta en un disolvente (por ejemplo disolución de metanolato sódico al 25 % en peso, disuelto en metanol), en la que reaccionan los reactivos.

- 15 En la catálisis heterogénea, catalizador y reactivos se presentan en fases diferentes. En la mayor parte de los casos, un catalizador sólido (por ejemplo óxido metálico) está expuesto a los reactivos que se presentan en fase líquida, es decir, si entre el catalizador y la mezcla de reacción está presente un límite de fases. En este caso, el catalizador es generalmente un producto sólido, mientras que los reactivos son gaseosos y/o líquidos. En el caso de procesos catalizados por vía heterogénea, los procesos decisivos se desarrollan en la superficie del cuerpo sólido.

- 20 Generalmente, en el paso de procedimiento según la invención es apropiada la catálisis básica, tanto homogénea, como también heterogénea. En el caso de los catalizadores se trata especialmente de metales alcalinos y sus carbonatos; además de metales alcalinotérreos y alcoholatos, óxidos, hidróxidos, peróxidos y cianuros alcalinos y alcalinotérreos. En el paso de procedimiento según la invención se emplea preferentemente una catálisis básica homogénea. De modo muy especialmente preferente, a tal efecto se emplean alcoholatos alcalinos, en especial metanolato sódico, como catalizadores.
- 25

- El ácido cianhídrico empleado se puede emplear en forma pura, pero también como mezcla con estabilizadores. Como estabilizadores son apropiados todos los compuestos conocidos por el especialista para este fin, a modo de ejemplo ácido fosfórico, dióxido de azufre y ácido oxálico. Preferentemente se emplean ácido fosfórico, dióxido de azufre o mezclas de los mismos como estabilizadores para el ácido cianhídrico. La fracción de estabilizadores se sitúa habitualmente en el intervalo de un 0,1 a un 2 % en peso, referido al ácido cianhídrico empleado, preferentemente en el intervalo de un 0,5 a un 1 % en peso.
- 30

La reacción se puede efectuar en presencia o ausencia de disolventes inertes. De modo especialmente preferente se emplea isofofona en exceso molar, referido al ácido cianhídrico empleado, y no se añade disolvente externo.

- 35 En general, el procedimiento según la invención se lleva a cabo de modo que se emplee un exceso de isofofona, ya que de este modo se obtiene una selectividad más elevada respecto a isofofon-nitrilo. La proporción molar isofofona/HCN asciende generalmente a >1:1, por regla general 19:1 a 1,5:1, preferentemente 3:1 a 1,5:1.

La concentración de catalizador, referida a la cantidad de isofofona empleada, se sitúa en el intervalo de un 0,03 a un 20 % en peso, preferentemente en el intervalo de un 0,03 a un 1 % en peso.

- 40 La cantidad total de isofofona se puede disponer y llevar a la temperatura de reacción deseada, antes de añadirse el HCN en presencia del catalizador.

La adición con dosificación de HCN se efectúa preferentemente de modo que se garantice una distribución homogénea de los eductos (isofofona y HCN). La adición con dosificación de HCN se efectúa de modo habitual, conocido por el especialista, por ejemplo a través de mezcladores estáticos, bombas o inyección.

- 45 Las temperaturas de reacción se sitúan habitualmente en el intervalo de 130 a 225°C, preferentemente en el intervalo de 135 a 195°C, y de modo muy especialmente preferente en el intervalo de 140 a 175°C.

La reacción se lleva a cabo a presiones de 0,01 a 10 bar, preferentemente 1 a 5 bar, de modo especialmente preferente a presión normal (presión atmosférica).

- 5 Dentro de los parámetros de reacción expuestos anteriormente, el HCN se dosifica de modo que resulte una concentración de HCN suficientemente reducida y, por consiguiente, se pueda obtener una selectividad elevada, así como una conversión elevada para dar isofofon-nitrilo. La selectividad respecto a IPN se debía situar > 95 %, preferentemente > 98 %, de modo especialmente preferente > 99 %.

En este caso se puede producir solo una baja polimerización de HCN, ya que de este modo la conversión y la selectividad influirían negativamente.

- 10 Las concentraciones de HCN no transformado, libre, y la concentración total de iones cianuro (suma de HCN libre y cianuro enlazado como cianhidrina de isofofona e isofofon-nitrilo) se determinan, y las condiciones de reacción se ajustan de modo que se obtenga una selectividad optimizada respecto a IPN. La determinación de las citadas concentraciones de iones cianuro se efectúa preferentemente mediante titración.

De modo preferente, el procedimiento según la invención se puede llevar a cabo continua, discontinua o semicontinua, en especial continuamente.

- 15 En una realización preferente, la mezcla de reacción, según catalizador empleado, se lleva a cabo en una caldera de agitación, una cascada de calderas de agitación, un reactor de circulación, un tubo de circulación, uno o varios reactores de lecho fijo o una columna.

La elaboración de la mezcla de reacción una vez concluida la reacción se efectúa de modo habitual, conocido por el especialista.

- 20 Según el documento JP 06065182, una vez realizada la reacción de HCN con IP se puede neutralizar el catalizador alcalino, y elaborar la mezcla de reacción directamente en la destilación.

Alternativamente, según el documento JP 06065183, la mezcla de reacción alcalina se puede mezclar con un disolvente inerte y elaborar en un evaporador de capa fina. En este caso se separan el catalizador, los productos de punto de ebullición elevado y el disolvente. El isofofon-nitrilo obtenido se purifica entonces en una columna adicional.

- 25 La separación del catalizador se puede efectuar, a modo de ejemplo, según los procedimientos descritos en los documentos DE 1085871 o EP 0433615.

Preferentemente se separa isofofona en exceso mediante destilación, y ésta se emplea de nuevo ventajosamente. A tal efecto, la isofofona separada se mezcla con isofofona fresca, y se recircula al reactor de reacción. El isofofon-nitrilo formado se separa de posibles componentes secundarios mediante elaboración destilativa.

- 30 III: Producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina

En el tercer paso del procedimiento según la invención se hace reaccionar el isofofon-nitrilo producido según la invención para dar isofofondiamina por medio de hidrogenación catalítica y/o aminación catalítica reductiva. Por consiguiente, los siguientes datos se refieren a este paso III.

- 35 Según el paso III, es objeto de la invención un procedimiento para la producción de isofofondiamina por medio de hidrogenación catalítica y/o aminación catalítica reductiva de isofofon-nitrilo (IPN), en presencia de amoníaco, hidrógeno, y al menos un catalizador, así como, en caso dado, un disolvente o mezcla de disolventes, ascendiendo la concentración de iones cianuro en la mezcla de reacción, que se alimenta a la hidrogenación, a 200 ppmw hasta 5000 ppmw, referida al isofofon-nitrilo empleado.

- 40 El ajuste de la concentración de iones cianuro de 200 ppmw a 5000 ppmw, preferentemente a 3000, se puede conseguir mediante diversas medidas, a modo de ejemplo mediante dosificación selectiva de HCN o sales de cianuro, como KCN, o también mediante el empleo de calidades de IPN apropiadas. En el procedimiento según la invención, el ajuste de la concentración de iones cianuro se consigue preferentemente provocándose una rediseñación selectiva de IPN en la etapa de iminación. Según la invención, en contra de la enseñanza del documento EP 394 967 A1, esto se puede conseguir mediante un aumento de la temperatura en la etapa de iminación en 5-50 K, preferentemente 7-30 K, de modo especialmente preferente 10-20 K por encima de la temperatura que, dependiendo del empleo de un catalizador de iminación, es necesaria para obtener una conversión de IPN a IPNI de al menos un 80 % en la etapa de iminación.

Es posible llevar a cabo el procedimiento conforme a la invención según el paso III en una etapa o en varias etapas.

Si el procedimiento se lleva a cabo en una etapa, se hidrogena con aminación isofoforon-nitrilo directamente en presencia de amoniaco, hidrógeno, un catalizador de hidrogenación, y en caso dado otros aditivos, y en presencia o ausencia de disolventes orgánicos.

- 5 El concepto "en varias etapas" significa que, en primer lugar, en un reactor separado o en un tramo de reactor se transforma isofoforon-nitrilo, en primer lugar completa o parcialmente, en isofoforon-nitrilimina, y ésta isofoforon-nitrilimina se hidrogena con aminación como sustancia pura o en mezcla con otros componentes, en presencia de al menos amoniaco.

10 Una forma preferente de realización del procedimiento según la invención para la producción de IPDA según el paso III es un proceso de dos etapas: en la primer etapa se transforma al menos una parte de IPN empleado en isofoforon-nitrilimina, en presencia o ausencia de un catalizador de iminación y/o de disolventes, mediante reacción con amoniaco. La conversión de IPN a IPNI tras la iminación debía ascender a más de un 80 %, preferentemente a más de un 90 %, de modo especialmente preferente más de un 95 %. En la segunda etapa se hidrogena con aminación en catalizadores de hidrogenación el producto de reacción de la primera etapa, así como se produce o tras un
15 tratamiento ulterior y/o una adición de amoniaco adicional, en presencia al menos de amoniaco e hidrógeno, y en ausencia o presencia de un disolvente orgánico, a una temperatura de 20 a 150°C, preferentemente 40 a 130°C, y a una presión de 0,3 a 50 MPa, preferentemente 5 a 30 MPa.

20 En otra forma de realización según el paso III, la reacción de IPN a IPDA se efectúa en tres espacios de reacción separados entre sí. En el primer espacio de reacción se efectúa la reacción de IPN para dar isofoforon-nitrilimina con amoniaco excedente en catalizadores de iminación, a temperaturas entre 20 y 150°C y presiones entre 5 y 30 MPa. En el segundo espacio de reacción, los productos de reacción formados se hidrogenan con hidrógeno en presencia de amoniaco excedente en catalizadores de hidrogenación, a temperaturas entre 20 y 130°C y presiones de 5 a 30 MPa. En el tercer espacio de reacción, los productos de reacción formados se hidrogenan en los catalizadores empleados según la invención, a temperaturas entre 100 y 160°C y presiones de 5 a 30 MPa.

25 Para acelerar el ajuste de equilibrio de la reacción de iminación es conveniente emplear un catalizador de iminación. A tal efecto se pueden emplear los catalizadores de iminación conocidos por el estado de la técnica. A modo de ejemplo, son catalizadores apropiados intercambiadores iónicos inorgánicos u orgánicos (véase el documento EP 042 119), heteropoliácidos soportados (véase el documento DE 44 26 472), óxidos metálicos ácidos, en especial óxido de aluminio y dióxido de titanio (véase el documento EP 449 089), organopolisiloxanos que contienen grupos
30 ácido sulfónico (DE 196 27 265.3) y zeolitas ácidas, así como carbón activo (EP 061 137). En el caso de empleo de un catalizador de iminación, la temperatura de reacción se puede situar entre 10 y 150°C, preferentemente entre 30 y 130°C, y de modo especialmente preferente entre 40 y 100°C. La presión se sitúa entre la presión propia de la mezcla y 50 MPa. La reacción de iminación se lleva a cabo preferentemente a la presión a la que se lleva a cabo también la aminación reductiva subsiguiente.

35 Aunque la iminación de isofoforon-nitrilo con amoniaco líquido se lleva a cabo preferentemente sin adición de otros disolventes, también se puede trabajar en presencia de disolvente adicional. Son apropiados alcoholes monovalentes con 1 a 4 átomos de carbono, en especial metanol, así como éteres, especialmente THF, MTBE y dioxano.

40 En la etapa de iminación se emplean por mol de IPN utilizado entre 1 y 500 moles, preferentemente 5 a 200 moles, de modo especialmente preferente entre 5 y 100 moles de amoniaco. Las cargas de catalizador típicas se sitúan en el intervalo de 0,01 a 10 kg IPN por kg de catalizador y hora, preferentemente 0,5 a 10, y de modo especialmente preferente 0,5 a 5 kg IPN por kg de catalizador y hora.

45 En la iminación en presencia de un catalizador de iminación, el catalizador se puede presentar en forma de un catalizador en suspensión o catalizador de lecho fijo. Es ventajoso el empleo de catalizadores de lecho fijo. En una forma de realización especialmente preferente, IPN y amoniaco se conducen continuamente de abajo hacia arriba a través de un tubo de reacción cargado con catalizador de iminación.

50 La hidrogenación se efectúa habitualmente a temperaturas entre 20 y 150°C, preferentemente 40 y 130°C, y presiones de 0,3 a 50 MPa, preferentemente 5 a 30 MPa. También es posible llevar a cabo la hidrogenación en presencia de los disolventes ya citados en la etapa de iminación. La ventaja esencial en el caso de empleo de un disolvente consiste en que la hidrogenación se puede llevar a cabo a presiones menores, entre 0,3 y 10 MPa.

El hidrógeno necesario para la hidrogenación se puede alimentar al reactor en exceso, a modo de ejemplo con hasta 10000 equivalentes molares, o solo en una cantidad tal que se aplique el hidrógeno consumido por la reacción, así como la parte de hidrógeno que abandona el reactor disuelto en la corriente de productos. En el caso de régimen

continuo, el hidrógeno se puede alimentar en corriente paralela o en contracorriente.

En una forma de realización preferente, la hidrogenación se efectúa en amoniaco líquido como disolvente. Por mol de IPN se emplean entre 1 y 500 moles, preferentemente 5 y 200 moles, de modo especialmente preferente entre 5 y 100 moles de amoniaco. Convenientemente se emplea al menos la cantidad de amoniaco que se ajustó en la iminación previa. No obstante, la fracción de amoniaco se puede aumentar también al valor deseado antes de la hidrogenación, mediante adición de amoniaco adicional.

Como catalizador se pueden emplear en principio todos los catalizadores que catalizan la hidrogenación de grupos nitrilo y/o imina con hidrógeno. Son especialmente apropiados catalizadores de níquel, cobre, hierro, paladio, rodio, rutenio y cobalto, muy especialmente catalizadores de rutenio y cobalto. Para el aumento de la actividad, la selectividad y/o el período de aplicación, los catalizadores pueden contener adicionalmente metales de impurificación, u otros agentes de modificación. Metales de dopaje típicos son, por ejemplo, Mo, Fe, Ag, Cr, Ni, V, Ga, In, Bi, Ti, Zr y Mn, así como las tierras raras. Son agentes de modificación típicos, por ejemplo, aquellos con los que se puede influir sobre las propiedades ácido-base de los catalizadores, preferentemente metales alcalinos y alcalinotérreos, o bien sus compuestos, preferentemente compuestos de Mg y Ca, así como ácido fosfórico o ácido sulfúrico, así como sus compuestos.

Los catalizadores se pueden emplear en forma de polvos o cuerpos moldeados, como por ejemplo productos de extrusión o polvos prensados. Se pueden aplicar catalizadores de contacto macizos, catalizadores tipo Raney o catalizadores soportados. Son preferentes catalizadores tipo Raney y catalizadores soportados. Materiales soporte apropiados son, por ejemplo, dióxido de silicio, óxido de aluminio, aluminosilicatos, dióxido de titanio, dióxido de circonio, kieselgur, óxidos mixtos de aluminio-silicio, óxido de magnesio y carbón activo. El metal activo se puede aplicar sobre el material soporte de modo conocido por el especialista, como por ejemplo mediante impregnación, pulverización o precipitación. Según tipo de producción de catalizador son necesarios otros pasos de preparación, conocidos por el especialista, como por ejemplo secado, calcinación, conformación y activación. Para la conformación se pueden añadir opcionalmente otras sustancias auxiliares, como por ejemplo grafito o estearato de magnesio. El volumen necesario de catalizadores de hidrogenación a emplear se ajusta al valor de LHSV (liquid hourly space velocity), dependiente de la presión de operación, de la temperatura, de la concentración y de la actividad del catalizador, que se debe mantener para garantizar una hidrogenación lo más completa posible de IPN empleado. El valor de LHSV en el empleo de la mezcla de IPN, amoniaco e hidrógeno, a utilizar preferentemente, se sitúa habitualmente entre 0,5 y 4 litros de mezcla de IPN/amoniaco por litro de catalizador y hora, preferentemente entre 1 y 3 $l_{Dis} \cdot l_{Cat}^{-1} \cdot h^{-1}$.

Es preferente que los catalizadores de hidrogenación a emplear se acondicionen en primer lugar con amoniaco antes de su empleo. A tal efecto, los catalizadores se ponen en contacto con amoniaco o con mezclas de amoniaco y uno o varios disolventes. El acondicionamiento se efectúa preferentemente tras incorporación de los catalizadores en el reactor de hidrogenación, pero también se puede efectuar antes de la incorporación de los catalizadores. Para el acondicionamiento se emplean entre 0,2 y 3, preferentemente 0,5 y 2 m^3 de amoniaco por m^3 de catalizador y hora. Habitualmente se trabaja a temperaturas entre 20 y 150°C, preferentemente 40 a 130°C. De modo especialmente preferente se recorre una rampa de temperatura en la que el catalizador, comenzando a temperatura moderadamente elevada, de modo preferente entre 20 y 50°C, se calienta lentamente a la temperatura de reacción deseada posteriormente para la hidrogenación, preferentemente 20 a 150°C. El acondicionamiento se lleva a cabo preferentemente en presencia de hidrógeno, comprendiendo la presión parcial del hidrógeno empleado en el reactor el intervalo de 0,1 a 50 MPa, preferentemente 5 a 40 MPa, de modo especialmente preferente 10 a 30 MPa. El intervalo de tiempo de acondicionamiento es dependiente de la cantidad de amoniaco empleada, y se sitúa preferentemente entre 1 y 48 h, de modo especialmente preferente entre 12 y 24 h.

En el proceso de dos etapas preferente, la mezcla que contiene isoforon-nitrilimina se hidrogena en la segunda etapa con ayuda de un catalizador de hidrogenación moldeado. La mezcla alimentada a la etapa de hidrogenación puede ser directamente aquella que se produce en la iminación de IPN con amoniaco en la primera etapa, o la que se obtiene tras adición o eliminación componentes, como por ejemplo amoniaco, disolventes orgánicos, bases, cocatalizadores, sales de cianuro, ácido cianhídrico y/o agua. De modo preferente, la hidrogenación se lleva a cabo continuamente en reactores de lecho fijo, que se pueden accionar en régimen de pulverización o inundación. Reactores apropiados son, por ejemplo, hornos verticales, reactores de hordas o reactores de haz de tubos. También es posible conectar entre sí varios reactores de lecho fijo para la hidrogenación, accionándose cada uno de los reactores opcionalmente en régimen de lecho pulverizado y de inundación.

Aparte de los anteriormente citados componentes de la mezcla a alimentar a la etapa de iminación, ésta puede contener adicionalmente fracciones de punto de ebullición más elevado o más reducido que IPDA a partir de la elaboración destilativa de la mezcla de reacción extraída del reactor de lecho pulverizado. Además de restos de IPDA, tales fracciones pueden contener también aquellos productos secundarios a partir de los cuales se forma de nuevo IPDA bajo condiciones de reacción. Es especialmente ventajoso recircular la fracción de punto de ebullición superior al de IPDA, que contiene 2-aza-4,6,6-trimetilbicyclo[3.2.1]octano como producto principal, además de restos de IPDA. Es igualmente ventajoso recircular IPN no transformado completamente, en especial fracciones que

contienen isoforonaminonitrilo. Si se desea, las recirculaciones se pueden añadir también directamente a la mezcla de reacción a alimentar a la etapa de hidrogenación.

En la hidrogenación de IPN, o bien isoforon-nitrilimina, se pueden formar dos estereoisómeros diferentes. Mediante la selección de un perfil de temperaturas en el paso de hidrogenación se puede influir sobre la proporción de isómeros. Por ejemplo, es posible hidrogenar parcialmente una mezcla que contiene IPN o isoforon-nitrilimina, en primer lugar a una temperatura entre 20 y 90°C, y completar a continuación la reacción en un paso en un intervalo de temperaturas entre 90 y 150°C. Mediante el mantenimiento de temperaturas de reacción relativamente reducidas en el paso 1 se puede desplazar la selectividad en favor del isómero cis. El mantenimiento de temperaturas de reacción relativamente reducidas al comienzo de la reacción tiene además la ventaja de que la isoforon-nitrilimina, estable térmicamente, se hidrogena de modo especialmente cuidadoso y, de este modo, se inhiben reacciones secundarias. El isoforonaminonitrilo formado como intermedio es claramente más estable desde el punto de vista térmico y, por lo tanto, se puede hidrogenar a temperaturas más elevadas, sin que haya que temer reacciones secundarias adicionales. Entre las reacciones secundarias no deseadas cuenta también la eliminación de HCN. Conforme al procedimiento según la invención, una cierta concentración de iones cianuro actúa positivamente sobre la selectividad de la etapa de hidrogenación. Este efecto se produce de manera intensificada si los iones cianuro se presentan en la etapa de hidrogenación ya desde el comienzo, y no se producen únicamente durante la hidrogenación. Por lo tanto, se debe impedir una eliminación de HCN durante la etapa de hidrogenación.

La realización del perfil de temperatura deseado se puede efectuar, a modo de ejemplo, mediante la conexión en serie de dos o más reactores calentables separados entre sí. No obstante, también es posible realizar un perfil de temperatura ascendente en solo un reactor de hidrogenación. De modo especialmente preferente, la puesta en práctica de la reacción de hidrogenación se efectúa en un reactor de lecho pulverizado accionado adiabáticamente, en el que la mezcla de reacción se alimenta al reactor a temperaturas entre 20 y 90°C, y abandona el mismo nuevamente a entre 90 y 150°C debido al calor de reacción producido y absorbido por la mezcla de reacción.

La mezcla de reacción que abandona la hidrogenación se purifica ulteriormente con los métodos habituales, para obtener una IPDA con la calidad deseada. En este caso se pueden emplear todos los métodos de separación comunes, como por ejemplo destilación, evaporación por descompresión, cristalización, extracción, sorción, permeación, separación de fases, o combinaciones de las citadas. La purificación se puede llevar a cabo de manera continua, discontinua, en una o varias etapas, en vacío o bajo presión. Posibles componentes, que se separan, a modo de ejemplo, en la purificación ulterior, son hidrógeno, amoníaco, agua, así como los productos secundarios que se forman en la producción de IPDA a partir de IPN, como por ejemplo productos de eliminación de HCN hidrogenados, o impurezas de IPN, productos secundarios metilados y/o productos intermedios hidrogenados de manera incompleta.

La purificación se consigue preferentemente mediante destilación bajo presión y/o en vacío, en varios pasos. A tal efecto se puede emplear cualquier columna de destilación con o sin elementos de inserción, como por ejemplo desflemadores, paredes separadoras, elementos de inserción desordenados o apilamientos, elementos de inserción ordenados o empaquetaduras, platos con o sin circulación forzada.

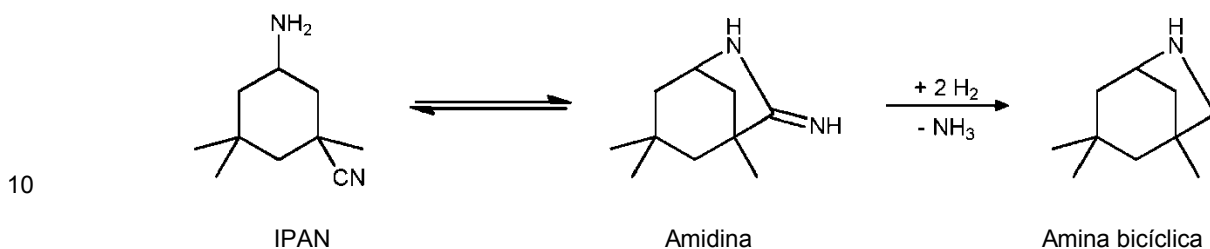
En un primer paso se separan completa o parcialmente, en especial, hidrógeno, gases inertes, amoníaco, impurezas de bajo punto de ebullición, y en caso dado también agua, en una o varias columnas de destilación.

En un primer paso se separan en especial hidrógeno, gases inertes, amoníaco, impurezas de bajo punto de ebullición, y en caso dado también agua, en una o varias columnas de destilación, completa o parcialmente. En este caso, la separación se efectúa preferentemente a una presión que es menor que en el paso de reacción. Si la separación se efectúa en varios pasos de destilación, es ventajoso reducir gradualmente la presión. De modo muy especialmente preferente, la separación se efectúa a más de 1 bar, y con temperaturas de cola de 0-200°C. El empleo de un gas de rectificación para la eliminación de impurezas de bajo punto de ebullición puede ser ventajoso. En especial amoníaco e hidrógeno, y fracciones de impurezas de bajo punto de ebullición, se pueden devolver completa o parcialmente al proceso (reacción). Las impurezas de bajo punto de ebullición, y en caso dado fracciones de hidrógeno y amoníaco, se alimentan al empleo térmico.

En un segundo paso se separan completa o parcialmente otras impurezas de bajo punto de ebullición, agua, e impurezas de punto de ebullición elevado. Esto se puede efectuar en una o varias columnas de destilación. En este caso se puede separar por destilación agua con impurezas orgánicas de bajo punto de ebullición, y en caso dado fracciones de IPDA, a través de la cabeza de la columna, y separar en una fase acuosa y una fase orgánica tras condensación. En este caso, la fase orgánica se puede devolver parcialmente a la columna como reflujo. Si el segundo paso de la destilación se lleva a cabo en una única columna (por ejemplo una columna de pared separadora), la IPDA se extrae a través de una corriente lateral con la pureza deseada, mientras que las impurezas de punto de ebullición elevado se producen en la cola de la columna. No obstante, si la separación se lleva a cabo en dos o más etapas, la IPDA se obtiene en la cabeza de la columna. La separación de impurezas de punto de ebullición bajo y elevado, y de agua, se efectúa preferentemente en vacío entre 100 Pa y 0,0999 MPa, y a

temperaturas de cola de 50 - 300 °C. Todos los componentes secundarios se pueden alimentar al empleo térmico.

Por lo tanto, la presente invención según el paso III está caracterizada en especial por que, en contra del estado de la técnica precedente, una maximización de la selectividad de aminación por reducción de IPN a IPDA no se efectúa mediante la minimización explícita de la concentraciones de iones cianuro. Más bien es necesaria una concentración mínima de 200 ppmw, referida a la masa de IPN empleado, para la selectividad de hidrogenación de IPNI para dar IPDA. En especial se reduce significativamente la formación del compuesto bicíclico 2-aza-4,6,6-trimetilbicyclo [3.2.1]-octano, un producto secundario principal en la aminación reductiva de IPN a IPDA, que se forma mediante el ataque nucleófilo intramolecular del grupo amina de IPAN al átomo de C del grupo nitrilo.



Los ejemplos respecto a III, 1 y 2, muestran dos ajustes de ensayo comparables, que se diferencian únicamente en la concentración de iones cianuro en la alimentación. Se evidencia que, mediante la adición con dosificación de una cantidad de cianuro, que corresponde a 1000 ppmw de HCN, la cantidad de amina bicíclica formada se reduce de un 4,13 % a un 2,03 %. El producto intermedio amidina se reduce de un 1,40 % a un 1,00 %. Ya que no se pudo determinar una actividad reducida (conversión de IPN e IPAN constante), el rendimiento en IPDA en el producto crudo aumenta de un 93,23 % a un 95,69 %. No obstante, además de la influencia positiva sobre la selectividad, los iones cianuro poseen paralelamente la acción envenenante de catalizador descrita en la literatura. Por lo tanto, un aumento excesivo de la concentración de iones cianuro no es oportuno, ya que, en caso contrario, aumenta la acción desactivante. Es preferente una concentración, referida a IPN empleado, de un máximo de 3000 ppmw. Una concentración de cianuro claramente más elevada, de 5000 ppmw, referida al IPN empleado, proporciona concentraciones de producto secundario reducidas tanto ahora como antes (amina bicíclica 2,36 %, amidina 1,03 %), aunque la fracción de IPAN no transformado aumenta de un 0,63 % a un 1,15 %, mediante lo cual el rendimiento total en IPDA se reduce en un punto de porcentaje, con un 94,62 %. Esto se explica en el ejemplo 3 respecto a III.

25 Ejemplos

Respecto a I.

Ejemplo según la invención:

Una mezcla de isoforona cruda, constituida por isoforona, componentes de bajo punto de ebullición, componentes de punto de ebullición elevado, así como agua y catalizador, que se generó con uno de los procedimientos descritos anteriormente, se extrae de la instalación de hidrólisis, se enfría a aproximadamente 40 - 60 °C, y se somete a una separación de fases. La proporción de fases asciende a 1 parte de fase orgánica, 4 partes de fase acuosa. A continuación, en la fase acuosa está aún contenido un 1 % en peso de isoforona, esto corresponde aproximadamente a un 4 % en peso de fase orgánica. En la subsiguiente destilación de agua residual se evapora la fracción de isoforona casi completamente y el agua hasta un 75 % en peso, y se conduce la misma a la instalación de hidrólisis. En el enfriamiento de la cola de la columna de agua residual mediante evaporación por descompresión se recupera un 25 % en peso adicional de agua.

Cálculo para 1 tonelada de producción de isoforona: 4 % en peso (aprox. 40 kg) de producción añadida de isoforona, minimización de la cantidad de agua residual, carga orgánica del agua residual reducida.

Comparación, no según la invención:

40 Comparación con el procedimiento convencional: aprox. 4 % en peso de pérdida de isoforona a través del agua residual, referida a 1 tonelada de producción de isoforona. La demanda añadida de agua corresponde a la cantidad quintuple, referida a 1 tonelada de producción de isoforona. Del mismo modo, la cantidad de agua residual es 5 veces más elevada, referida a 1 tonelada de producción de isoforona.

Respecto a II

45 Datos generales

ES 2 658 302 T3

Los ensayos para la formación de isoforon-nitrilo a partir de isoforona y ácido cianhídrico se llevaron a cabo por vía isotérmica y de manera discontinua, o bien semicontinua, en una instalación de caldera de agitación, con embudo de goteo y refrigerante de reflujo. La puesta en práctica de un ensayo estándar se efectuó de modo que la cantidad principal de isoforona y una cantidad parcial de ácido cianhídrico (estabilizado con un 0,5 – 1,0 % de ácido fosfórico) se dispusieron en el reactor y se llevaron a la temperatura de reacción deseada. El ácido cianhídrico se añadió en una mezcla con isoforona a través de un embudo de goteo. El momento $t = 0$ se determinó mediante la adición de catalizador. Poco antes de la adición de catalizador se determinó la composición de la mezcla de reacción mediante una toma de muestras y un análisis por cromatografía de gases, para considerar posibles modificaciones durante la fase de calentamiento. Tras adición del catalizador se añadió gota a gota continuamente la cantidad restante de ácido cianhídrico/isoforona. La adición con dosificación de ácido cianhídrico no se puede efectuar demasiado rápidamente, ya que, en caso contrario, se produciría una polimerización de ácido cianhídrico a través de los iones cianuro formados. En este caso se forma un producto sólido polímero marrón, que se debe separar. Las tomas de muestras se efectuaron en momentos predeterminados con una jeringa. Las muestras se pesaron y se analizaron (determinación del contenido en cianuro mediante titración y determinación por GC). Estas determinaciones de la mezcla de reacción se pueden efectuar mediante procedimientos conocidos por el especialista. La isoforona excedente se separa preferentemente mediante una destilación, y se alimenta de nuevo al proceso. La elaboración de la mezcla de reacción una vez concluida la reacción se efectúa de modo habitual, conocido por el especialista. Preferentemente se separa isoforona excedente mediante destilación, y se emplea de nuevo la misma de modo ventajoso. A continuación se separa el isoforon-nitrilo formado de componentes secundarios, preferentemente, del mismo modo, mediante destilación.

Determinación por cromatografía de gases de los productos de reacción:

Aparato: HP3 / Agilent GC 6890

Columna de separación: HP-5 Agilent (19091J-433) 30m x 250 μ m x 0.25 μ m nominal

Flujo constante: 0,9 ml/min

25 Inyector: Temperatura: 200 °C

Flujo total: 84,6 ml/min

Flujo de separación: 81,1 ml/min (1:94,8)

Detector: Temperatura: 250 °C

Flujo de H₂ :40ml/min

30 Flujo de aire: 450 ml/min

Flujo de compensación (N₂): 45 ml/min

Horno: programa de temperatura: 90°C/3min con 5°C/min a 150°C

mit 10 °C/min a 300 °C/ 29min

Preparación de muestras: 1000 mg Probe + 70 mg C-12 como ISTD en 10 ml de tolueno

35 Volumen de inyección: 1,0 μ L

Valoración : ISTD %

ES 2 658 302 T3

Tabla 1:

Clase de compuesto	Alcoholato	Alcoholato	Compuesto onio	Alcoholato
Catalizador	LiOMe	KOMe	(CH ₃) ₄ NOH * (5 H ₂ O)	NaOMe
Temperatura [°C]	150	150	150	150
Conversión de HCN [%]	98	92,8	95	98,5
Rendimiento (IPN en %)	45	40	40	45,9
Selectividad (IPN en %)	95,3	98,9	93	99
Tiempo de reacción [min]	345	266	84	305

5 Conclusión: NaOMe como catalizador homogéneo a 150°C muestra un muy buen resultado respecto al rendimiento y la selectividad.

Tabla 2:

Clase de compuesto	Hidróxido	Alcoholato	Óxido	Carbonato
Catalizador	NaOH	KOMe	MgO	Na ₂ CO ₃
Temperatura [°C]	170	170	170	170
Conversión de HCN [%]	76	96,3	24	82
Rendimiento (IPN en %)	31	43	1	42
Selectividad (IPN en %)	98	98,6	67,4	92
Tiempo de reacción [min]	262	262	248	202

Clase de compuesto	Carbonato	Carbonato	Carbonato	Cianuro
Catalizador	Li ₂ CO ₃	K ₂ CO ₃	CaCO ₃	NaCN
Temperatura [°C]	170	170	170	170
Conversión de HCN [%]	17	94,9	0,2	82
Rendimiento (IPN en %)	0,6	42	0,02	17
Selectividad (IPN en %)	66,9	99	5,6	98

ES 2 658 302 T3

Clase de compuesto	Carbonato	Carbonato	Carbonato	Cianuro
Tiempo de reacción [min]	103	120	102	129

Conclusión: los más diversos catalizadores básicos (en suspensión) mostraban un buen resultado a T = 170°C.

Respecto a III.

En los ejemplos 1-3 se añadió manualmente el cianuro. Esto asegura condiciones comparables bajo los resultados. Sin embargo, según la invención es preferente la generación de iones cianuro en el reactor previo.

5 Descripción de la instalación de ensayo continua:

Se mezclan continuamente IPN y amoniaco en un depósito. A través de una bomba, la mezcla llega desde el mismo al reactor previo de 2 l, que está cargado con intercambiador iónico según el documento EP 042 119 para la catálisis de la formación de imina a partir de IPN y amoniaco. A continuación, la mezcla se hidrogena en un reactor de lecho pulverizado de 6 l con tres zonas de temperatura calentables individualmente.

10 Tras la reacción se separa el amoniaco y se recircula al proceso, adicionalmente se reemplaza continuamente el amoniaco consumido.

Ejemplo 1:

15 En la instalación de ensayo descrita anteriormente se hidrogenó con aminación una disolución amoniaca de IPN al 21,5 % a una LHSV de $1,8 \text{ l}_{\text{Dis.}} \text{ l}_{\text{Cat}}^{-1} \text{ h}^{-1}$. Como catalizador se empleó un catalizador de contacto de cobalto soportado sobre kieselgur. La presión en la instalación ascendía a 252 bar. El perfil de temperaturas ajustado en la hidrogenación corresponde a un control de reacción adiabático, la temperatura ascendía a 70°C en la entrada del reactor, a 115°C en la salida. La mezcla que abandona la parte de reacción se analizó mediante cromatografía de gases. La composición se refleja en la tabla 1.

Tabla 1:

Substancia	Proporción según GC
IPDA	93,23
IPN	0,00
IPAN	0,71
TMCA	0,11
Amina bicíclica	4,13
Amidina	1,40
Suma de otros productos secundarios conocidos	0,28
Suma de productos desconocidos	0,14

20

Ejemplo 2:

Como el ejemplo 1, pero adicionalmente se añadieron con dosificación 40 g/h de una disolución acuosa de KCN al 10 % tras el reactor de iminación. Esto corresponde a una carga de 1000 ppmw de HCN, referida a IPN. Los resultados del análisis por cromatografía de gases del producto de reacción se reflejan en la tabla 2:

Tabla 2:

Substancia	Fracción según GC
IPDA	95,69
IPN	0,00
IPAN	0,63
TMCA	0,09
Amina bicíclica	2,03
Amidina	1,00
Suma de otros productos secundarios conocidos	0,42
Suma de productos desconocidos	0,14

Ejemplo 3:

- 5 Como el ejemplo 1, pero adicionalmente se añadieron con dosificación 100 g/h de una disolución acuosa de KCN al 20 % tras el reactor de iminación. Esto corresponde a una carga de 5000 ppmw de HCN, referida a IPN. Los resultados del análisis por cromatografía de gases del producto de reacción se reflejan en la tabla 3:

Tabla 3:

Substancia	Fracción según GC
IPDA	94,62
IPN	0,00
IPAN	1,15
TMCA	0,24
Amina bicíclica	2,36
Amidina	1,03
Suma de otros productos secundarios conocidos	0,47
Suma de productos desconocidos	0,13

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, mediante
- I. producción de isoforona mediante condensación aldólica catalizada con acetona como educto, elaboración del producto de reacción, hidrólisis de la corriente de valor y separación en una fracción orgánica y una fracción acuosa, obtención de isoforona a partir de la fracción orgánica, elaboración destilativa de la fracción acuosa y transferencia de los vapores de la cabeza de la instalación de elaboración destilativa a la instalación de hidrólisis; sometiéndose el agua de la cola de la elaboración destilativa de la fracción acuosa a una evaporación por descompresión, y recirculándose el agua purificada producida en el proceso para la producción de isoforona;
 - II. reacción catalizada por bases de isoforona con HCN, bajo formación de isoforon-nitrilo;
 - III. producción de isoforondiamina por medio de hidrogenación catalítica y/o aminación catalítica reductiva de isoforon-nitrilo en presencia de amoníaco, hidrógeno, y al menos un catalizador, así como, en caso dado, un disolvente o una mezcla de disolventes, ascendiendo la concentración de iones cianuro en la mezcla de reacción, que se alimenta a la hidrogenación, a 200 ppmw hasta 5000 ppmw, referido a isoforon-nitrilo empleado, efectuándose la producción de IPDA mediante un proceso de dos etapas, y transformándose en la primera etapa al menos una parte de isoforon-nitrilo empleado, en presencia o ausencia de un catalizador de iminación y/o de disolventes mediante reacción con amoníaco, en isoforon-nitrilimina, ascendiendo la conversión de IPN a IPNI tras la iminación a más de un 80 %, preferentemente a más de un 90 %, de modo especialmente preferente más de un 95 %, e hidrogenándose por aminación en la segunda etapa el producto de reacción de la primera etapa, así como se produce o tras un tratamiento subsiguiente y/o adición de amoníaco ulterior, en presencia de al menos amoníaco e hidrógeno, y en presencia o ausencia de un disolvente orgánico, a una temperatura de 20 a 150°C, preferentemente 40 a 130°C, y a una presión de 0,3 a 50 MPa, preferentemente 5 a 30 MPa, en catalizadores de hidrogenación.
- 2.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según la reivindicación 1, caracterizado por que la puesta en práctica de la reacción en el paso I se efectúa en la fase líquida, haciéndose reaccionar la acetona mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 100 a 250°C, preferentemente 150-250°C, de modo especialmente preferente 180-250°C, y en un intervalo de presión de 5 a 50 bar, preferentemente 10-50 bar, de modo especialmente preferente 20-50 bar, para dar isoforona, pudiéndose combinar entre sí los valores indicados a voluntad.
- 3.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según la reivindicación 1, caracterizado por que la puesta en práctica de la reacción en el paso I se efectúa en la fase gaseosa, haciéndose reaccionar la acetona mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 100 a 400°C, preferentemente 200-400°C, para dar isoforona.
- 4.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según la reivindicación 1, caracterizado por que la puesta en práctica en el paso I se efectúa en el intervalo supercrítico, haciéndose reaccionar la acetona mediante reacción catalítica a temperaturas en el intervalo de 250 a 350°C, y en un intervalo de presión de 50 a 200 bar, para dar isoforona.
- 5.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se emplea un catalizador homogéneo o heterogéneo, preferentemente un catalizador homogéneo.
- 6.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones 1 – 3, caracterizado por que, en el paso I, la reacción se efectúa en la fase líquida con un catalizador homogéneo.
- 7.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según la reivindicación 6, caracterizado por que, en el paso I, se emplean cantidades de álcali de < 1 % en peso, preferentemente de < 0,2 % en peso como catalizador, preferentemente NaOH en cantidades de un 0,015 a un 0,05 % en peso.
- 8.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la separación de las diversas fracciones se lleva a cabo de manera separada físicamente de la síntesis de isoforona, mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva, con una extracción de corriente lateral.
- 9.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se efectúa la separación en tres fracciones:
- a) una fracción de acetona no transformada, agua y productos de bajo punto de ebullición, que se condensa y

se recircula seguidamente al reactor para la reacción;

- b) una fracción en la que se concentran en especial sustancias colorantes, purificándose esta fracción ulteriormente y recirculándose al proceso las sustancias de valor contenidas se recirculan;
- c) una fracción constituida por isoforona, productos de punto de ebullición más elevado y agua y catalizador, sometiéndose a continuación esta fracción a una hidrólisis.

- 5
- 10.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se extrae la fracción a) como corriente de vapores, que contienen esencialmente acetona, agua y productos de bajo punto de ebullición, esencialmente alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se condensa y se añade al reactor con las sustancias de empleo acetona, agua y catalizador.
- 10
- 11.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se extrae la fracción b) como corriente lateral de una columna de destilación, preferentemente de una columna de destilación reactiva.
- 15
- 12.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se efectúa la purificación de la fracción b) mediante una combinación de neutralización o extracción, y subsiguiente destilación en una columna de destilación reactiva.
- 20
- 13.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se conduce a la hidrólisis la fase elaborada de la fracción b) con los productos de valor de isoforona, productos de punto de ebullición elevado, y en caso dado catalizador.
- 20
- 14.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se recircula a la reacción otra fase obtenida de la fracción b), constituida por productos de valor, que contiene esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo.
- 25
- 15.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se somete la fracción c) a una hidrólisis, en la que los productos secundarios se transforman parcial o completamente en isoforona, acetona y otros productos de valor.
- 25
- 16.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la hidrólisis se lleva a cabo en una columna de destilación reactiva, en la que los productos de bajo punto de ebullición formados, que contienen esencialmente acetona, alcohol diacetónico y óxido de mesitilo, se eliminan directamente de la zona de hidrólisis, y se recirculan a la reacción.
- 30
- 17.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la hidrólisis de la fracción c) se lleva a cabo en una instalación mediante una destilación reactiva, preferentemente en una columna de destilación reactiva, efectuándose simultáneamente la separación de la mezcla de reacción en las fracciones a) a c), de modo que los productos formados se separan de modo correspondiente simultáneamente, y la fracción c) se hidroliza.
- 35
- 18.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se efectúa la hidrólisis c), ascendiendo la concentración de agua en la hidrólisis en este caso a un 0,1-99,9 % en peso, preferentemente un 30-90 % en peso.
- 40
- 19.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se efectúa la hidrólisis c) a concentraciones de catalizador de un 0,001-10 % en peso, de modo especialmente preferente de un 0,05 - 1 % en peso.
- 40
- 20.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la hidrólisis se lleva a cabo c) a una presión en el reactor de hidrólisis de 1 – 200 bar, preferentemente 20-60 bar, de modo especialmente preferente al menos a la presión que domina también en el paso de síntesis de isoforona (reacción).
- 45
- 21.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la hidrólisis se lleva a cabo c) a una temperatura de 100-300°C, preferentemente 210-260°C.
- 50
- 22.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la hidrólisis se lleva a cabo c) en una columna de destilación reactiva, ajustándose una temperatura o un perfil de temperatura que corresponde a la temperatura de ebullición en la cola, y a las diversas etapas de separación o reacción.

- 23.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se somete la fracción elaborada c) a una separación de fases, en una fracción d) sensiblemente orgánica y una fracción e) sensiblemente acuosa.
- 5 24.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se efectúa la purificación de la fracción orgánica d) mediante destilación, de modo especialmente preferente una combinación de neutralización o extracción, y destilación subsiguiente.
- 25.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, se alimenta la fracción acuosa e) a una purificación de agua residual, llevándose a cabo la purificación de agua residual preferentemente en una o varias columnas de destilación.
- 10 26.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la presión en la purificación de agua residual en la columna de agua residual asciende a 1-200 bar, preferentemente a 20-60 bar.
- 15 27.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, en la columna de agua residual se trabaja a la presión de sistema que se ajusta en el sistema total hidrólisis/columna de agua residual, preferentemente cuando los vapores de la columna de agua residual se conducen directamente a la parte de hidrólisis de la destilación reactiva.
- 28.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, la presión en la evaporación por descompresión se sitúa por debajo de la presión en la columna de agua residual.
- 20 29.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso I, los vapores g) de la etapa de evaporación por descompresión, que están constituidos esencialmente por agua pura, se condensan y se recirculan a la reacción como agua.
- 25 30.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso II, se emplean compuestos alicanos o alcalinotérreos básicos, seleccionados a partir del grupo de óxidos, hidróxidos, cianuros y alcoholatos, preferentemente de alcoholatos, bases orgánicas, como catalizador.
- 31.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso II, se separa isoforona excedente mediante destilación, y la isoforona separada se mezcla con isoforona fresca y se recircula al reactor de reacción.
- 30 32.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, la concentración de iones cianuro se ajusta mediante adición con dosificación selectiva de HCN o sales de cianuro, o también mediante el empleo de calidades de IPN con una concentración de iones cianuro de 200 ppmw a 5000 ppmw.
- 35 33.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, el ajuste de la concentración de iones cianuro se consigue provocándose una redispersión selectiva de IPN en la etapa de iminación.
- 40 34.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, el ajuste de la concentración de iones cianuro se consigue provocándose una redispersión selectiva de IPN en la etapa de iminación, mediante un aumento de la temperatura en la etapa de iminación de 5-50 K, preferentemente 7-30 K, de modo especialmente preferente 10-20 K por encima de la temperatura que, dependiendo del empleo de un catalizador de iminación, es necesaria para obtener una conversión de IPN a IPNI de al menos un 80 % en la etapa de iminación.
- 45 35.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, la reacción de iminación se efectúa en presencia de al menos un catalizador de iminación.
- 36.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se efectúa la iminación de isoforon-nitrilo con amoniaco líquido sin adición de disolvente adicional, empleándose en la etapa de iminación por mol de IPN empleado entre 1 y 500 moles, preferentemente 5 y 200 moles, de modo especialmente preferente entre 5 y 100 moles de amoniaco.

- 37.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, la iminación se lleva a cabo en presencia de un catalizador en suspensión o un catalizador de lecho fijo, preferentemente al menos un catalizador de lecho fijo.
- 5 38.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, el hidrógeno necesario para la hidrogenación se alimenta al reactor en exceso, preferentemente con hasta 10000 equivalentes molares, o bien en una cantidad tal que se aplica el hidrógeno consumido mediante reacción, así como la parte de hidrógeno que abandona el reactor disuelto en la corriente de producto.
- 10 39.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, la hidrogenación se lleva a cabo en amoniaco líquido como disolvente, empleándose por mol de IPN entre 1 y 500 moles, preferentemente 5 y 200 moles, de modo especialmente preferente entre 5 y 100 moles.
- 15 40.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se emplean como catalizadores catalizadores de níquel, cobre, hierro, paladio, rodio, rutenio y cobalto, de modo muy especialmente preferente catalizadores de rutenio y/o cobalto.
- 41.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, los catalizadores contienen adicionalmente metales de impurificación, preferentemente Mo, Fe, Ag, Cr, Ni, V, Ga, In, Bi, Ti, Zr y Mn, así como las tierras raras.
- 20 42.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, los catalizadores contienen agente de modificación, preferentemente metales alcalinos y alcalinotérros, o bien sus compuestos, preferentemente compuestos de Mg y Ca, así como ácido fosfórico o ácido sulfúrico, así como sus compuestos.
- 25 43.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se emplean catalizadores en forma de polvos o cuerpos moldeados, como por ejemplo productos de extrusión o polvos prensados.
- 44.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se aplican como catalizadores catalizadores de contacto macizos, catalizadores tipo Raney o catalizadores soportados, preferentemente catalizadores tipo Raney y catalizadores soportados.
- 30 45.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se emplean materiales soporte seleccionados a partir de dióxido de silicio, óxido de aluminio, alumosilicatos, dióxido de titanio, dióxido de circonio, kieselgur, óxidos mixtos de aluminio-silicio, óxido de magnesio y carbón activo.
- 35 46.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, los catalizadores de hidrogenación se acondicionan en primer lugar con amoniaco antes de su empleo en la hidrogenación.
- 47.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se hidrogena la mezcla que contiene isofofon-nitrilimina con ayuda de un catalizador de hidrogenación moldeado mediante un proceso de dos etapas.
- 40 48.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, la hidrogenación se lleva a cabo continuamente en reactores de lecho fijo, que se accionan en régimen de pulverización o inundación.
- 49.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se purifica en una etapa o en varias etapas la mezcla de reacción que abandona la hidrogenación, y se obtiene la isoforondiamina.
- 45 50.- Procedimiento para la producción de isoforondiamina según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que, en el paso III, se purifica en dos pasos la mezcla de reacción que abandona la hidrogenación, separándose completa o parcialmente en el primer paso, en especial, hidrógeno, gases inertes, amoniaco, compuestos de bajo punto de ebullición, y en caso dado agua, en una o varias columnas de destilación, y separándose completa o parcialmente en un segundo paso otros compuestos de bajo punto de ebullición, agua, y compuestos de punto de ebullición elevado en columnas de destilación, y obteniéndose la isoforondiamina.
- 50