

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 897**

51 Int. Cl.:

C07C 209/84 (2006.01)

C07C 211/36 (2006.01)

B01D 3/10 (2006.01)

B01D 3/14 (2006.01)

B01D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.04.2016 E 16165898 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 3235805**

54 Título: **Acoplamiento de la purificación destilativa con un condensador parcial para la purificación previa de isoforondiamina**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.11.2018

73 Titular/es:
**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:
**RITTSTEIGER, ANNE;
RÜFER, ALEXANDER MARTIN;
STREUKENS, GUIDO;
KOHLSTRUK, STEPHAN;
ORSCHER, MATTHIAS;
MENDORF, MATTHIAS;
WALSCHARTS, JORN;
HENGSTERMANN, AXEL y
MÜLLER, ANJA**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 689 897 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

Acoplamiento de la purificación destilativa con un condensador parcial para la purificación previa de isoforondiamina

La invención se refiere a la purificación fina de isoforondiamina (IPDA) con ayuda de una estructura de columna de dos etapas con condensador parcial.

- 5 La producción de IPDA mediante hidrogenación aminante de nitrilo de isoforona (IPN) es conocida y se describió ya frecuentemente.

En el caso más sencillo (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, a partir de IPN y amoníaco se forma la nitrilimina de isoforona, IPNI, que se hidrogena a continuación para dar IPDA.

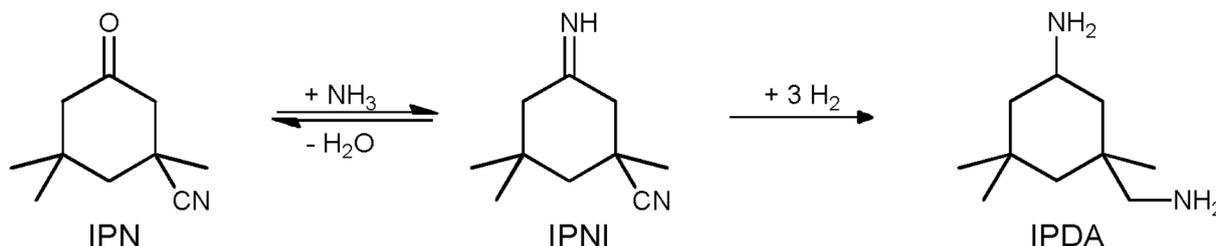


Figura 1

Además, por los documentos CN 104230721A, EP 2649042A y WO 2012126869A son conocidos procedimientos para la producción de isoforondiamina.

- 15 La isoforondiamina se produce según el documento EP 2 649 042A en una reacción de una o dos etapas a partir de nitrilo de isoforona. En este caso se imina en primer lugar nitrilo de isoforona con amoníaco para dar nitrilimina de isoforona. En el segundo paso se hidrogena la misma para dar isoforondiamina. La purificación que sigue a la reacción se estructura igualmente en dos pasos. En primer lugar se separan los productos de bajo punto de ebullición en columnas de destilación, a éstos pertenecen hidrógeno, gases inertes, amoníaco e impurezas de bajo punto de ebullición (separación de productos de bajo punto de ebullición). En un último paso se obtiene entonces la isoforondiamina pura mediante dos columnas de destilación en vacío. La primera columna sirve a su vez para la separación de productos secundarios de bajo punto de ebullición aún contenidos. En la segunda columna se obtiene la isoforondiamina en forma pura a través de la cabeza, y ésta se separa de este modo de los residuos orgánicos (productos de punto de ebullición elevado).
- 20

- 25 Es tarea de la presente invención encontrar un procedimiento sencillo para la purificación fina de isoforondiamina con demanda de energía reducida en forma de rendimiento de calefacción y refrigeración.

Sorprendentemente se descubrió que, mediante el empleo de un condensador parcial adicional en la primera columna de destilación en vacío, se puede reducir la demanda de energía para la destilación fina de isoforondiamina.

- 30 Es objeto de la invención un procedimiento para la purificación fina de isoforondiamina cruda a partir de la producción de isoforondiamina mediante hidrogenación aminante de nitrilo de isoforona en presencia de al menos amoníaco, hidrógeno, un catalizador de hidrogenación, y en caso dado otros aditivos en presencia o ausencia de disolventes orgánicos, obteniéndose una isoforondiamina cruda, caracterizado por que la isoforondiamina cruda se somete a una purificación fina a través de dos columnas de destilación en vacío, efectuándose la separación de productos secundarios de bajo punto de ebullición aún contenidos en la primera columna de destilación en vacío, y obteniéndose la isoforondiamina en forma pura a través de la cabeza, y separándose ésta de este modo de los residuos orgánicos en la segunda columna de destilación en vacío, y presentando la primera columna de destilación en vacío un condensador parcial aplicado.
- 35

- 40 El proceso total para la producción de IPDA pura se estructura en tres secciones (véase la Figura 2). En la sección a se efectúa la reacción mediante hidrogenación aminante de nitrilo de isoforona en un proceso de una o varias etapas en presencia de al menos amoníaco, hidrógeno y un catalizador. En la sección b se efectúa la separación por

destilación de amoníaco e hidrógeno para la producción de IPDA cruda. La destilación se puede llevar a cabo en una o varias columnas. En la sección c se efectúa la purificación fina de IPDA cruda mediante separación destilativa de IPDA, agua, productos de bajo punto de ebullición y productos de punto de ebullición elevado. La purificación fina se lleva a cabo en dos columnas.

5 La IPDA cruda presenta en general la siguiente composición en % en peso (% en peso):

IPDA	75-100 % en peso
Agua	0-15 % en peso
Productos de bajo punto de ebullición	0-6 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	0-6 % en peso

10 En este caso, los productos de bajo punto de ebullición se definen de modo que, en este caso, se trata de productos secundarios del proceso de producción con un punto de ebullición menor que IPDA. En este caso, los productos de punto de ebullición elevado se definen de modo que, en este caso, se trata de productos secundarios del proceso de producción con un punto de ebullición más elevado que IPDA.

15 La IPDA cruda I se conduce en primer lugar a la primera columna de destilación en vacío, véase la Figura 3. El condensador parcial se instala en la cabeza de la primera columna de destilación en vacío, y puede estar colocado en el interior de la columna de destilación en vacío, así como fuera de la columna de destilación en vacío. De este modo, la corriente de vapores se enfría previamente y, por consiguiente, se condensa parcialmente en el condensador parcial. El líquido condensado se emplea como corriente de reflujo en la columna de destilación en vacío. A continuación, la corriente de vapores no condensada se condensa completamente en un segundo condensador y se divide en una fase orgánica 3 y una fase acuosa 2, empleándose la fase orgánica 3 parcialmente como reflujo para la columna de destilación en vacío. La otra parte, así como la fase acuosa, sirven como esclusa para productos de bajo punto de ebullición y agua. La IPDA abandona la columna de destilación en vacío como corriente de cola y se alimenta a una segunda columna de destilación en vacío para la separación de productos de punto de ebullición elevado, en este caso se obtiene la IPDA pura en la cabeza de la segunda columna de destilación en vacío.

20 El condensador parcial se acciona bajo las siguientes condiciones:

Temperatura	40-120°C
Presión	10-200 mbar

25 La 1ª columna de destilación en vacío empleada presenta los siguientes parámetros:

Presión	10-200 mbar
Temperatura de cola	80-200°C
Etapas teóricas	10-80

La composición de la corriente de alimentación (IPDA cruda II) de la 1ª columna de destilación en vacío en la 2ª columna de destilación en vacío presenta la siguiente composición:

ES 2 689 897 T3

IPDA	90-100 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	0-10 % en peso

La 2ª columna de destilación en vacío empleada presenta los siguientes parámetros:

Presión	10-200 mbar
Temperatura de cabeza	80-200°C
Etapas teóricas	5-50

La pureza de la isoforondiamina pura ascenderá al menos a un 98 % en peso.

5 Ejemplos

Ejemplo 1: ejemplo comparativo

10 La simulación de la destilación se efectuó a través de Aspen Plus. En el ejemplo comparativo se seleccionó una estructura constituida por dos columnas de destilación en vacío. En la cabeza de la primera columna de destilación en vacío se empleó un decantador para la separación de ambas fases líquidas, empleándose solo la fase orgánica como reflujo para la columna de destilación en vacío. En este caso, la primera columna de destilación en vacío presentaba 36, y la segunda columna de destilación en vacío presentaba 15 etapas de separación teóricas, en proporciones de reflujo respecto a alimentación de 1,1 (primera columna de destilación en vacío) y 1,4 (segunda columna de destilación en vacío). En este caso se estableció la presión de la columna de la primera columna de destilación en vacío en 110 mbar, y la de la segunda columna de destilación en vacío en 80 mbar.

15 La corriente de alimentación empleada tenía la siguiente composición en % en peso (% en peso):

IPDA	88,6 % en peso
Agua	9,1 % en peso
Productos de bajo punto de ebullición	1,2 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	1,1 % en peso

20 En la primera columna de destilación en vacío se efectuó la separación del producto de bajo de ebullición y del agua a una temperatura de cola de 168°C y una temperatura de cabeza de 95°C. Por consiguiente, la corriente de alimentación de la primera en la segunda columna de destilación en vacío tenía la siguiente composición:

IPDA	98,7 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	1,3 % en peso

ES 2 689 897 T3

En la segunda columna de destilación en vacío se efectuó la purificación fina de IPDA a una temperatura de cola de 187°C y una temperatura de cabeza de 159°C. En este caso se obtuvo una pureza de un 99,95 % en peso. La pérdida de IPDA total a través del sistema de 2 columnas de destilación en vacío ascendía a un 0,2 % en peso.

En el caso de una corriente másica de alimentación seleccionada de 2160 kg por hora, la

Potencia de calefacción necesaria ascendía a: 1184 kW

Potencia de refrigeración necesaria ascendía a: 1232 kW

5

Ejemplo 2: estructura de columnas de destilación en vacío según la invención

La simulación de la destilación se efectuó a través de Aspen Plus. En el ejemplo según la invención se seleccionó una estructura constituida por dos columnas de destilación en vacío. En la cabeza de la primera columna de destilación en vacío se empleó un decantador para la separación de ambas fases líquidas. Adicionalmente se incorporó un condensador parcial antes del decantador. En primer lugar, la corriente de vapores se condensó parcialmente en este dispositivo, y se añadió a la columna de destilación en vacío como reflujo. La corriente de vapores residual se condensó totalmente a continuación y se separó en ambas fases líquidas a través del decantador. En este caso, la fase orgánica se empleó igualmente como reflujo para la columna de destilación en vacío. La primera columna de destilación en vacío presentaba 36, y la segunda columna de destilación en vacío presentaba 15 etapas de separación teóricas, en proporciones de reflujo respecto a alimentación de 1,1 (primera columna de destilación en vacío) y 1,4 (segunda columna de destilación en vacío). En este caso se estableció la presión en la columna de la primera columna de destilación en vacío en 110 mbar, y la de la segunda columna de destilación en vacío en 80 mbar.

10

15

La corriente de alimentación empleada tenía la siguiente composición en % en peso (% en peso):

IPDA	88,6 % en peso
Agua	9,1 % en peso
Productos de bajo punto de ebullición	1,2 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	1,1 % en peso

20

En la primera columna de destilación en vacío se efectuó la separación del producto de bajo de ebullición y del agua a una temperatura de cola de 168°C, una temperatura de cabeza de 117°C y una temperatura de condensador parcial de 74°C. Por consiguiente, la corriente de alimentación de la primera en la segunda columna de destilación en vacío tenía la siguiente composición:

25

IPDA	98,7 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	1,3 % en peso

En la segunda columna de destilación en vacío se efectuó la purificación fina de IPDA a una temperatura de cola de 187°C y una temperatura de cabeza de 159°C. En este caso se obtuvo una pureza de un 99,95 % en peso. La pérdida de IPDA total a través del sistema de 2 columnas de destilación en vacío ascendía a un 0,2 % en peso.

30 En el caso de una corriente másica de alimentación seleccionada de 2160 kg por hora, la

ES 2 689 897 T3

Potencia de calefacción necesaria ascendía a: 1006 kW

Potencia de refrigeración necesaria ascendía a: 1048 kW.

Las potencias de calefacción y refrigeración necesarias en la estructura de destilación según la invención con condensador parcial incorporado eran respectivamente un 15 % menores que en el caso de la estructura comparativa.

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la purificación fina de isoforondiamina a partir de la producción de isoforondiamina mediante hidrogenación aminante de nitrilo de isoforona en presencia de al menos amoniaco, hidrógeno, un catalizador de hidrogenación, y en caso dado otros aditivos en presencia o ausencia de disolventes orgánicos, obteniéndose una isoforondiamina cruda, caracterizado por que la isoforondiamina cruda se somete a una purificación fina a través de dos columnas de destilación en vacío, efectuándose la separación de productos secundarios de bajo punto de ebullición aún contenidos en la primera columna de destilación en vacío, y obteniéndose la isoforondiamina en forma pura a través de la cabeza, y separándose ésta de este modo de los residuos orgánicos en la segunda columna de destilación en vacío, y presentando la primera columna de destilación en vacío un condensador parcial aplicado.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la isoforondiamina cruda presenta en general la siguiente composición en % en peso (% en peso):

IPDA	75-100 % en peso
Agua	0-15 % en peso
Productos de bajo punto de ebullición	0-6 % en peso
Productos de punto de ebullición elevado	0-6 % en peso

3.- Procedimiento según la reivindicación 1-2, caracterizado por que el condensador parcial está instalado en la cabeza de la primera columna de destilación en vacío, y está colocado en el interior de la columna o fuera de la columna.

15 4.- Procedimiento según la reivindicación 1-3, caracterizado por que la corriente de vapores en la primera columna de destilación en vacío se enfría previamente en el condensador parcial y, por consiguiente, se condensa parcialmente, y el líquido condensado se emplea como reflujo en la columna de destilación en vacío.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 1-4, caracterizado por que la corriente de vapores no condensada, en la primera columna de destilación en vacío, se condensa completamente en un segundo condensador y se divide en una fase orgánica y una fase acuosa, empleándose la fase orgánica parcialmente como reflujo en la primera columna de destilación en vacío.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1-5, caracterizado por que la IPDA abandona la primera columna de destilación en vacío como corriente de cola y se alimenta a una segunda columna de destilación en vacío para la separación de productos de punto de ebullición elevado.

25 7.- Procedimiento según la reivindicación 1-6, caracterizado por que la IPDA pura se obtiene en la cabeza de la segunda columna de destilación en vacío.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1-7, caracterizado por que el condensador parcial se acciona bajo las siguientes condiciones:

Temperatura	40-120°C
Presión	10-200 mbar

30 9.- Procedimiento según la reivindicación 1-8, caracterizado por que la primera columna de destilación en vacío empleada presenta los siguientes parámetros:

Presión	10-200 mbar
Temperatura de cola	80-200°C

ES 2 689 897 T3

Etapas teóricas 10-80

10.- Procedimiento según la reivindicación 1-9, caracterizado por que la composición de la corriente de alimentación de la primera columna de destilación de vacío en la segunda columna de destilación en vacío (IPDA cruda II) presenta la siguiente composición:

IPDA 90-100 % en peso

Productos de punto de ebullición elevado 0-10 % en peso

5 11.- Procedimiento según la reivindicación 1-10, caracterizado por que la segunda columna de destilación en vacío empleada presenta los siguientes parámetros:

Presión 10-200 mbar

Temperatura de cabeza 80-200°C

Etapas teóricas 5-50

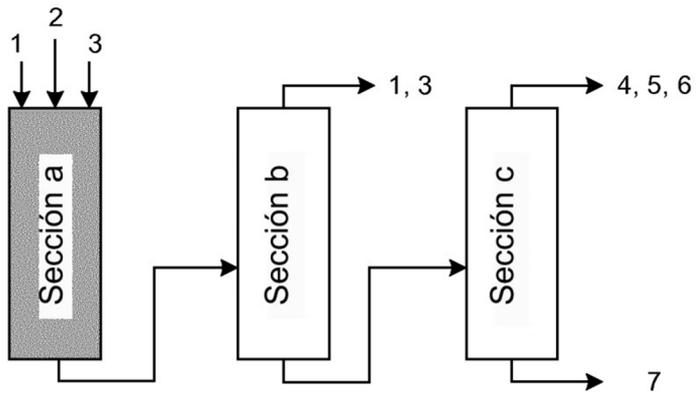


Figura 2: diagrama de flujo de bloques simplificado del proceso de isofofondiamina con a: parte de reacción de aminación reductiva; b: separación de amoniaco destilativa; c: destilación fina de IPDA; 1: amoniaco; 2: nitrilo de isofoforona; 3: hidrógeno; 4: isofofondiamina; 5: agua; 6: productos de bajo punto de ebullición; 7: productos de punto de ebullición elevado.

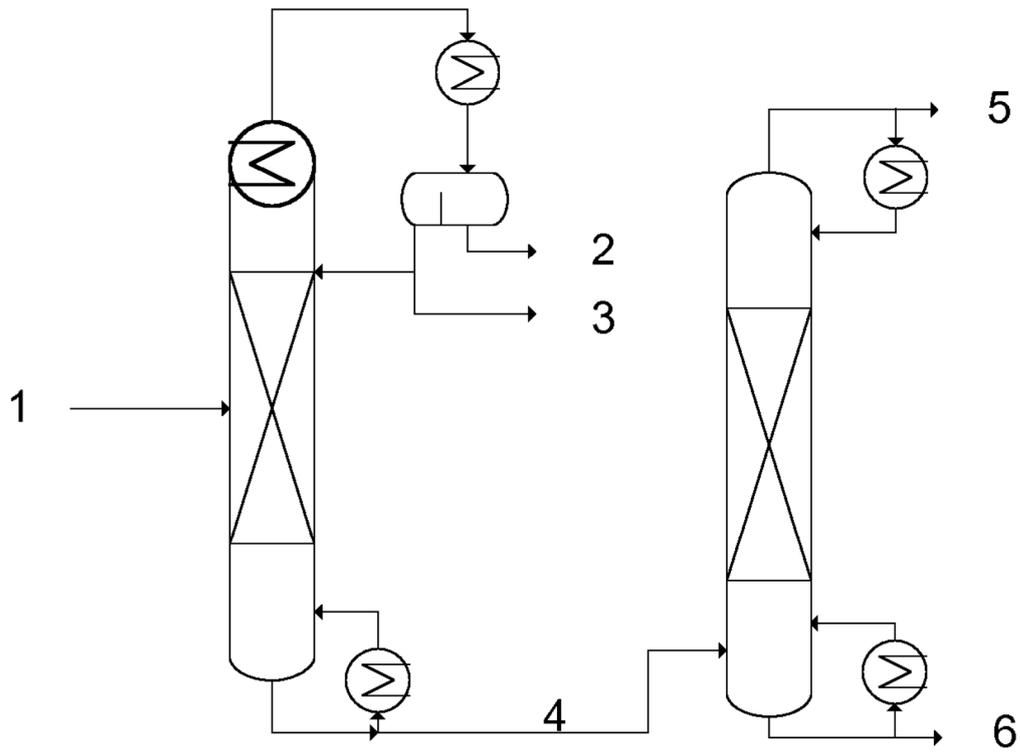


Figura 3: estructura de columna según la invención con condensador parcial para la destilación fina de IPDA con 1: IPDA cruda I; 2: fase acuosa; 3: fase orgánica; 4: IPDA cruda II; 5: IPDA; 6: productos de punto de ebullición elevado.