

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 693 451**

51 Int. Cl.:

C07C 209/78 (2006.01)

C07C 211/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.03.2009 PCT/EP2009/052768**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.11.2009 WO09132883**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.03.2009 E 09737927 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.08.2018 EP 2276721**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de diaminodifenilalcanos**

30 Prioridad:

30.04.2008 DE 102008001469

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

11.12.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KREZINSKI, MANFRED y
GRUND, GERDA**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 693 451 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 preparación de diaminodifenilalcanos

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de diaminodifenilalcanos, en particular de diaminodifenilmetano.

- 5 Es conocido preparar diaminodifenilalcanos mediante condensación de una amina aromática tal como anilina y aldehído en catalizadores de carácter ácido.

10 La reacción tiene lugar de manera que, primeramente, a partir de una amina aromática (anilina) y aldehídos se forman compuestos de N-alquilo. Estos condensados previos continúan entonces reaccionando en presencia de catalizadores de carácter ácido para dar aminaes. Estos aminaes se transponen a continuación bajo la acción de un catalizador de carácter ácido para formar diaminodifenilalcanos.

En el caso de la reacción resultan diferentes isómeros de los diaminodifenilalcanos. Resultan mezclas a base de 2,2'-, 2,4'- y 4,4'-diaminodifenilalcanos. Además, como productos secundarios se forman productos de condensación superiores con tres a seis núcleos, así como compuestos de N-alquilo.

15 Según el estado conocido de la técnica los diaminodifenilalcanos obtenidos se continúan elaborando para formar diisocianatos, tales como, por ejemplo, diisocianatodihexilmetano o diisocianatodifenilmetano o bien otros diisocianatos. Estos compuestos son importantes materias primas de barnices y productos brutos, por ejemplo, para la preparación de poliuretanos.

20 En el estado de la técnica, la preparación de diaminodifenilalcanos se lleva a cabo frecuentemente a partir de la condensación de anilina y aldehído, en particular anilina y formaldehído. En este caso, en función de la variante de reacción, se preparó primeramente el producto de condensación a partir de anilina y formaldehído y luego éste se transpuso en presencia de ácidos tales como, por ejemplo, ácido clorhídrico, o bien la condensación se llevó a cabo ya en presencia de ácidos bajo condiciones de transposición.

25 Un inconveniente de este modo de proceder es que en el caso de la catálisis homogénea con ácidos minerales resultan aguas residuales con contenido en sales que se forman durante la neutralización de los ácidos. Además de ello, los ácidos minerales acuosos conducen a problemas de corrosión en las instalaciones de producción. Por lo tanto, se desarrollaron adicionalmente en el estado de la técnica procedimientos en los que se emplean correspondientes catalizadores heterogéneos. En este caso, junto a intercambiadores de iones de carácter ácido se emplean también óxidos de silicio o aluminio sintéticos o naturales de carácter ácido, tales como zeolitas o minerales arcillosos.

30 En el documento US 4.294.981, en un procedimiento de este tipo se lleva a cabo la condensación en presencia de un ácido acuoso fuerte, tras lo cual mediante extracción del disolvente se separa el ácido. La transposición se lleva a cabo de nuevo en presencia de un ácido fuerte que se emplea en una cantidad menor. Tierra de diatomeas, arcillas o zeolitas pueden emplearse como catalizador en esta etapa de reacción.

35 El documento DE-A-12 30 033 describe un procedimiento para la preparación de diaminodifenilalcanos. En este caso, se emplea una arcilla con contenido en silicio, un catalizador de dióxido de silicio-óxido de aluminio sintético o un catalizador de óxido de magnesio-óxido de aluminio.

40 Otro procedimiento de reacción para la preparación de diaminodifenilalcanos se describe en el documento DE-A-14 93 431. Allí se emplea como catalizador dióxido de silicio, dióxido de silicio-óxido de aluminio u óxido de aluminio tratado con ácidos. Se prefieren gel de sílice o arcilla tipo bentonita que contiene dióxido de silicio y óxido de aluminio y preferiblemente está activado con ácidos.

El documento US 4.071.558 describe un procedimiento de preparación para la preparación de diaminodifenilalcanos, en el que se emplea un catalizador de arcilla activado con ácido, un catalizador de craqueo con contenido en dióxido de silicio-óxido de aluminio o un catalizador de dióxido de silicio-óxido de magnesio.

45 El documento US 4.039.580 describe un procedimiento de preparación, en el que la condensación de anilina y formaldehído se lleva a cabo en ausencia de un catalizador, y el producto de condensación se continúa haciendo reaccionar entonces en presencia de tierra de diatomeas, arcillas o zeolitas para dar diaminodifenilmetano. Reacciones similares las describe también el documento US 4.039.581.

Los catalizadores del grupo óxidos de magnesio o aluminio, catalizadores de arcilla o catalizadores de dióxido de silicio no se han acreditado en virtud de sus elevados precios, las bajas actividades, la calidad no constante y períodos de servicio del catalizador defectuosos.

5 En un estado más reciente de la técnica se propone, por lo tanto, para la preparación de diaminodifenilalcanos como catalizador un intercambiador de iones que posee grupos de carácter ácido. Así, el documento EP 0 043 933 A1 describe un procedimiento para la preparación de mezclas de poliaminas con una elevada proporción de 4,4'-diaminodifenilmetano y una baja proporción de 2,4'-diaminodifenilmetano, en el que como catalizador se emplea un intercambiador de iones a base de un copolímero de divinilbenceno/estireno. Este intercambiador de iones posee grupos ácido sulfónico, una superficie específica a 2 a 40 m²/g y una anchura de poros de 0,5 a 40 mm. Como grupos ácidos para el catalizador se utilizan grupos ácido sulfónico. Los rendimientos en el caso de este procedimiento se encuentran en el intervalo de 60 a 78 %. Con el catalizador de copolímero de estireno/divinilbenceno sulfonado se pueden preparar diaminodifenilmetanos que poseen un elevado contenido en 4,4'-diaminodifenilmetano. Este isómero se requiere, particularmente, para el tratamiento ulterior, a saber, para la reacción en correspondientes diisocianatos de la serie de difenilmetano que representan los materiales de partida en la preparación de poliuretanos o que se utilizan como materias primas de barnices. El documento describe, además, que la proporción de compuestos de 2,2'- y 2,4'-diisocianatodifenilmetano debe ser lo más baja posible, dado que estos isómeros no son deseados para muchos campos de aplicación en el sector de los poliisocianatos. Conforme al estado de la técnica del documento EP 0 043 933, los compuestos de diaminodifenilmetano obtenidos se someten directamente a una fosgenación con el fin de preparar diisocianatos correspondientes.

20 El procedimiento descrito en el documento EP 0 043 933 para la preparación de diaminodifenilalcanos tiene el inconveniente de que posee bajos rendimientos y, a pesar de una elevada temperatura de reacción, son necesarios tiempos de reacción muy largos con el fin de obtener un rendimiento técnicamente razonable. Otro inconveniente es que en el caso del procedimiento del estado de la técnica se forma una proporción solo escasa de isómero 2,4'.

25 Junto a isocianatos aromáticos, en algunos sectores especiales son de particular importancia los correspondientes isocianatos alifáticos.

La siguiente etapa en el proceso de preparación de isocianatos alifáticos es la hidrogenación del anillo aromático de los diaminodifenilalcanos.

30 En el caso de la hidrogenación del diaminodifenilmetano se forma, a partir del isómero 4,4', el 4,4'-trans/trans-, cis/cis- y cis/trans-diaminodiclohexilmetano (PACM). El contenido en trans/trans-4,4'-diaminodiclohexilmetano tiene una influencia considerable sobre la tendencia a la cristalización del diisocianato. Si en el caso del diisocianato preparado a partir de PACM por fosgenación u otros procedimientos, la proporción de trans/trans-4,4' del producto es demasiado elevada, el diisocianatodiclohexilmetano puede formar ya a temperatura ambiente cristales, lo cual es un impedimento para el tratamiento ulterior para formar poliuretanos. Antes del tratamiento ulterior deben realizarse, por lo tanto, complejas etapas de procedimiento con el fin de reducir el contenido en isómero 4,4' a un valor aceptable, de modo que ya no se manifieste formación de cristallitos alguna. Eso tiene lugar habitualmente mediante acumulación del isómero 2,4'.

35 Otro requisito en el contenido de isómeros durante la preparación del diaminodifenilmetano es que debe estar presente una proporción lo más baja posible de isómero 2,2', dado que este isómero provoca, en la posterior etapa de tratamiento para formar poliuretanos, una rotura de la cadena en la reacción de polimerización.

40 Con el fin de evitar esta complejidad adicional, para esta vía de reacción es importante que ya en la preparación de diaminodifenilmetano se consiga una determinada relación de isómeros.

Junto al estado actual de la técnica, esta relación de isómeros se obtiene debido a que el diaminodifenilmetano se purifica y destila de una manera compleja, con el fin de poder proporcionar los isómeros en la relación necesaria para el tratamiento ulterior.

45 El problema técnico de la invención es, por lo tanto, proporcionar un procedimiento para la preparación de diaminodifenilalcanos que conduzca directamente a la relación específica de isómeros que se requiere para el tratamiento ulterior para formar diisocianato alifático y la correspondiente reacción para dar poliuretanos. Otro problema técnico de la invención es desarrollar un procedimiento que trabaje de forma más rentable, ya que requiere tiempos de reacción menores y conduce a los rendimientos deseados. Al mismo tiempo, también se ha de evitar la formación de aguas residuales con carga de sales.

50 Este problema técnico se resuelve mediante un procedimiento para la preparación de diaminodifenilalcanos, en el que una amina aromática, que puede estar sustituida o no sustituida, se hace reaccionar con un aldehído C₁-C₃ en

5 presencia de un catalizador heterogéneo, en donde el catalizador es un intercambiador de iones ácido mesoporoso a base de un copolímero de divinilbenceno/estireno y el catalizador presenta centros ácidos medidos según la norma DIN 54 403 en una concentración de 2 a 6 eq/kg y el diámetro de poros medio de las partículas de catalizador, medido según la norma ASTM D 4222, asciende a 22 hasta 30 nm, y en donde el contenido en compuestos polinucleares en la mezcla de reacción formada es > 10 y $\leq 15\%$ en peso, y en donde la temperatura de la reacción catalítica se encuentra en el intervalo de 80 a 140°C, con la condición de que el catalizador se elija del grupo consistente en Amberlyst 35Wet, Amberlyst 39Wet y Amberlyst 70Wet.

10 Por intercambiadores de iones mesoporosos se entienden aquellos que poseen un diámetro medio de los poros, medido según la norma ASTM D 4222, de 2 a 50 nm. Sin embargo, de acuerdo con la invención se emplean intercambiadores de iones mesoporosos con un diámetro medio de los poros de las partículas de catalizador, medido según la norma ASTM D 4222, de 22 a 30 nm inclusive.

15 Como aldehído se emplea preferiblemente formaldehído. Formaldehído puede emplearse tanto en forma de una solución acuosa de formalina o también en forma gaseosa como formaldehído. Además, pueden utilizarse también sustancias que, bajo las condiciones de reacción, disocian formaldehído, tales como, por ejemplo, trioximetileno o paraformaldehído. De manera preferida, para la reacción se emplea una solución acuosa de formalina.

20 Como aminas aromáticas pueden emplearse aminas sustituidas o no sustituidas. De manera preferida, las aminas en el caso de que estén sustituidas, no deberían poseer sustituyentes en posición para. Aminas aromáticas adecuadas son, por ejemplo, N-metilanilina, N-etilanilina, o-toluidina, o-cloroanilina, m-cloroanilina, o-anisidina, 2,3-xilidina, 3,5-xilidina, o-ciclohexilanilina, o-bencilanilina, alfa-natilanilina, metilmercaptoanilina o anilina. Particularmente preferido es el uso de anilina como amina aromática.

En el caso del procedimiento de preparación de acuerdo con la invención se obtienen la siguiente composición y relaciones de isómeros, que están distribuidas preferiblemente de la siguiente forma:

25 64 a 85 % en peso de 4,4'-diaminodifenilalcano,
3 a 20 % en peso, preferiblemente 7 a 17 % en peso de 2,4'-diaminodifenilalcano y
 ≥ 1 % en peso a ≤ 2 % en peso de 2,2'-diaminodifenilalcano.

Con el procedimiento de acuerdo con la invención se prepara preferiblemente diaminodifenilmetano de la siguiente composición de isómeros:

30 64 a 85 % en peso de 4,4'-diaminodifenilmetano,
3 a 20 % en peso, preferiblemente 7 a 17 % en peso de 2,4'-diaminodifenilmetano y
 ≥ 1 % en peso a ≤ 2 % en peso de 2,2'-diaminodifenilmetano.

La proporción de compuestos polinucleares en la mezcla de isómeros del diaminodifenilalcano, en particular del diaminodifenilmetano, asciende a > 10 % en peso hasta ≤ 15 % en peso, de manera preferida a < 15 % en peso. Por compuestos polinucleares se entiende, en el marco de la invención, aquellas moléculas con más de dos núcleos aromáticos, en particular anillos de fenilo.

35 Las impurezas por parte de compuestos de N-metilo en la mezcla de isómeros del diaminodifenilalcano, en particular diaminodifenilmetano ascienden a $\leq 1,0$ % en peso, preferiblemente a $\leq 0,5$ % en peso y de manera particularmente preferida a $\leq 0,3$ % en peso.

40 Esta distribución de isómeros es particularmente adecuada con el fin de continuar elaborando a través de diaminodiclohexilmetano para dar el correspondiente compuesto de diisocianatodiclohexilmetano. La relación de isómeros que se obtiene en el procedimiento de acuerdo con la invención determina también la subsiguiente relación de isómeros en el compuesto de diisocianato.

45 Con el procedimiento de acuerdo con la invención se alcanza ya en la preparación de diaminodifenilalcano la relación de isómeros requerida, sin que, mediante procesos de separación adicionales que son complejos y costosos, esta relación de isómeros se tenga que ajustar, primeramente. También, estos procedimientos de purificación son desventajosos, debido a que en este caso se trata de sustancias muy reactivas, de modo que también en el caso de la purificación o destilación pueden aparecer posibles reacciones secundarias.

50 Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención es que la proporción de productos secundarios indeseados, en particular compuestos de N-metilo es muy baja. Compuestos de N-metilo conducen, mediante el tratamiento ulterior para formar diisocianato, a monoisocianatos indeseados y, con ello, al empeoramiento de la calidad del producto.

5 Los procedimientos del estado de la técnica que trabajan con intercambiadores de iones de carácter ácido como catalizadores conducen a proporciones de isómeros claramente más elevadas de 4,4'-diaminodifenilalcano. Así, los contenidos correspondientes en los ejemplos del documento EP 0 043 933 se encuentran en 94 % en peso, 92 % en peso y 91 % en peso. Sin embargo, estos contenidos de isómeros son demasiado elevados, dado que durante el tratamiento ulterior para dar el compuesto de diisocianato alifático se manifiesta una cristalización que es indeseada.

Los diaminodifenilalcanos obtenidos conforme al documento EP 0 043 933 deben, por lo tanto, ser ajustados mediante etapas de procedimiento adicionales, tales como destilación, a la relación de isómeros deseada de 64 a 85 % en peso, de 4,4'-diaminodifenilalcano, de 3 a 20 % en peso de 2,4'-diaminodifenilalcano y de $\geq 1,0$ % en peso a ≤ 2 % en peso de 2,2'-diaminodifenilalcano.

10 Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención se encuentra en su realización ecológica y económica. De manera preferida, la reacción catalítica se lleva a cabo a una temperatura de reacción en el intervalo de 80 a 140 °C, de manera particularmente preferida de 80 a 130 °C y de manera muy particularmente preferida de 80 a 120 °C. El tiempo de reacción requerido para la reacción catalítica asciende preferiblemente a 30 minutos hasta 5 horas, de manera particularmente preferida a 0,75 horas hasta 4,5 horas y de manera muy particularmente preferida a 0,75 a 3,0 horas.

15 Estos tiempos de reacción son considerablemente más bajos en comparación con el documento EP 0 043 933. A partir de los ejemplos del documento se desprende que los tiempos de reacción se encuentran aquí en hasta 20 horas y, por lo tanto, son aproximadamente veinte veces más altos que en el caso del procedimiento de acuerdo con la invención. La temperatura de reacción es similarmente elevada, y esto significa un consumo de energía aproximadamente veinte veces más alto con el fin de llevar a cabo la reacción.

20 El procedimiento de acuerdo con la invención posee, por lo tanto, la ventaja de que puede llevarse a cabo de manera más económica y rentable y, también, en virtud del tiempo de reacción más breve, ofrece una mayor conversión por unidad de tiempo.

25 También los rendimientos del procedimiento de acuerdo con la invención son más elevados que en el estado de la técnica. Así, los rendimientos conforme al documento EP 0 043 933 en los ejemplos se encuentran en el intervalo de 60 a 78 % en peso. En comparación con ello, en el caso del procedimiento de acuerdo con la invención se obtienen rendimientos totales de 80 a 95 % en peso, tal como se define en los ejemplos.

30 De manera preferida, las sustancias de partida amina aromática y aldehído se emplean en una relación molar de 5 : 1 a 15 : 1, preferiblemente de 7 : 1 a 12 : 1 y de manera muy particularmente preferida de 10 : 1. Se prefiere que la amina se emplee en exceso, ya que con ello se aumenta la selectividad. Amina en exceso puede ser separada por destilación después de concluida la reacción.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo de manera preferida de forma continua, discontinua o semicontinua.

35 En una ejecución preferida, la realización de la reacción se lleva a cabo en una caldera con agitación, una cascada de calderas con agitación, un tubo de flujo, uno o varios reactores de lecho fijo o una columna. La reacción catalítica se lleva a cabo en un catalizador heterogéneo.

40 Para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención, las sustancias de partida amina aromática y aldehído se mezclan de forma continua o discontinua. La reacción catalítica tiene lugar entonces a temperaturas en el intervalo de 80 a 140 °C. A continuación, se aísla la mezcla de isómeros de los diaminodifenilalcanos según métodos de separación habituales.

Los siguientes Ejemplos han de explicar con mayor detalle la invención.

Ejemplos

1.

45 93,1 g de anilina y 10 g de la resina de intercambio de iones húmeda, con contenido en grupos sulfona, Amberlyst 35Wet, se añadieron a un recipiente con agitación bajo una atmósfera de N₂ y se calentaron bajo agitación hasta 120 °C. A esta temperatura, se aportaron dosificadamente 8,1 g de solución de formaldehído (formaldehído al 37 % en peso en agua) correspondiente a una relación molar de anilina / formalina de 10:1 en el espacio de 60 minutos. La resina de intercambio de iones empleada presenta, de acuerdo con la hoja de datos del producto del fabricante,

ES 2 693 451 T3

una concentración de los centros ácidos de al menos 5,2 eq/kg y un diámetro medio de los poros de 300 Å (corresponde a 30 nm).

5 La composición del producto de reacción (análisis por cromatografía de gases después de retirada de la anilina presente en exceso) se representa como sigue: 0,9 % en peso de 2,2 MDA; 16,8 % en peso de 2,4 MDA; 70,6 % en peso de 4,4 MDA; 0,06 % en peso de N-metil-MDA y 11,7 % en peso de compuestos polinucleares. El rendimiento ascendió a 88,2% en peso.

2.

10 93,1 g de anilina y 10 g de la resina de intercambio de iones húmeda, con contenido en grupos sulfona, Amberlyst 39Wet, se añadieron a un recipiente con agitación bajo una atmósfera de N₂ y se calentaron bajo agitación hasta 120 °C. A esta temperatura, se aportaron dosificadamente 8,1 g de solución de formaldehído (formaldehído al 37 % en peso en agua) correspondiente a una relación molar de anilina / formalina de 10:1 en el espacio de 60 minutos. La resina de intercambio de iones empleada presenta, de acuerdo con la hoja de datos del producto del fabricante, una concentración de los centros ácidos de al menos 5,0 eq/kg y un diámetro medio de los poros de 230 Å (corresponde a 23 nm).

15 La composición del producto de reacción (análisis por cromatografía de gases después de retirada de la anilina presente en exceso) se representa como sigue: 1,5 % en peso de 2,2 MDA; 17,9 % en peso de 2,4 MDA; 66,8 % en peso de 4,4 MDA; 0,06 % en peso de N-metil-MDA y 13,8 % en peso de compuestos polinucleares. El rendimiento ascendió a 86,1% en peso.

3.

20 93,1 g de anilina y 10 g de la resina de intercambio de iones húmeda, con contenido en grupos sulfona, Amberlyst 70Wet, se añadieron a un recipiente con agitación bajo una atmósfera de N₂ y se calentaron bajo agitación hasta 120 °C. A esta temperatura, se aportaron dosificadamente 8,1 g de solución de formaldehído (formaldehído al 37 % en peso en agua) correspondiente a una relación molar de anilina / formalina de 10:1 en el espacio de 60 minutos. La resina de intercambio de iones empleada presenta, de acuerdo con la hoja de datos del producto del fabricante,
25 una concentración de los centros ácidos de al menos 2,55 eq/kg y un diámetro medio de los poros de 220 Å (corresponde a 22 nm).

30 La composición del producto de reacción (análisis por cromatografía de gases después de retirada de la anilina presente en exceso) se representa como sigue: 1,1 % en peso de 2,2 MDA; 15,9 % en peso de 2,4 MDA; 69,4 % en peso de 4,4 MDA; 0,03 % en peso de N-metil-MDA y 13,6 % en peso de compuestos polinucleares. El rendimiento ascendió a 86,3 % en peso.

35 Los Ejemplos demuestran que se puede generar la relación requerida de isómeros sin etapas de purificación o destilación adicionales. La selectividad (S) de la reacción se calcula a partir de la relación entre la cantidad de sustancia formada del producto (P) deseado (aquí la suma de los isómeros 2,2', 2,4' y 4,4' del MDA) y la cantidad de sustancias que han reaccionado del componente clave (K) (aquí formaldehído), teniendo en cuenta los índices estequiométricos (v). Para el funcionamiento del grupo se cumple, por lo tanto:

$$S_P = \frac{n^0}{n_K^0 - n_K} \cdot \frac{|v_K|}{v_P} \cdot 100$$

Después de los minutos indicados se alcanzó la conversión completa del formaldehído empleado. Por lo tanto, la selectividad de la reacción es idéntica al rendimiento.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de diaminodifenilalcanos, en el que una amina aromática, que puede estar sustituida o no sustituida, se hace reaccionar con un aldehído C₁-C₃ en presencia de un catalizador heterogéneo, en donde el catalizador es un intercambiador de iones ácido mesoporoso a base de un copolímero de divinilbenceno/estireno y el catalizador presenta centros ácidos, medidos según la norma DIN 54 403, en una concentración de 2 a 6 eq/kg y el diámetro de poros medio de las partículas de catalizador, medido según la norma ASTM D 4222, asciende a 22 hasta 30 nm, y en donde el contenido en compuestos polinucleares con más de dos núcleos aromáticos en la mezcla de reacción formada es > 10 y $\leq 15\%$ en peso, y en donde la temperatura de la reacción catalítica se encuentra en el intervalo de 80 a 140°C, con la condición de que el catalizador se elija del grupo consistente en Amberlyst^R 35Wet, Amberlyst^R 39Wet y Amberlyst^R 70Wet.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que como aldehído se emplea formaldehído.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que como amina se emplea anilina.
4. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que se prepara diaminodifenilmetano.
5. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la relación de isómeros del diaminodifenilalcano obtenido está distribuida de la siguiente forma:
- | | |
|--|----------------------------|
| 64 a 85 % en peso de | 4,4'-diaminodifenilalcano, |
| 3 a 20 % en peso de | 2,4'-diaminodifenilalcano |
| $\geq 1,0$ % en peso a ≤ 2 % en peso de | 2,2'-diaminodifenilalcano. |
6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por que la relación de isómeros del diaminodifenilmetano obtenido está distribuida de la siguiente forma:
- | | |
|--|----------------------------|
| 64 a 85 % en peso de | 4,4'-diaminodifenilmetano, |
| 3 a 20 % en peso de | 2,4'-diaminodifenilmetano |
| $\geq 1,0$ % en peso a ≤ 2 % en peso de | 2,2'-diaminodifenilmetano. |
7. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el contenido en compuestos de N-metilo asciende a ≤ 1 % en peso.
8. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el contenido en compuestos polinucleares asciende a < 15 % en peso.
9. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el tiempo de reacción para la reacción catalítica asciende a 30 min hasta 5 horas.
10. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que la relación molar de amina a aldehído asciende a 5 : 1 hasta 15 : 1.
11. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que el catalizador se puede emplear en forma seca o húmeda.
12. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que el procedimiento se lleva a cabo de forma continua, discontinua o semicontinua.
13. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo en una caldera con agitación, una cascada de calderas con agitación, un tubo de flujo, un reactor de lecho fijo o en una columna.
14. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado por que la temperatura de reacción se encuentra en el intervalo de 80 a 130 °C y de manera muy particularmente preferida de 80 a 120 °C.