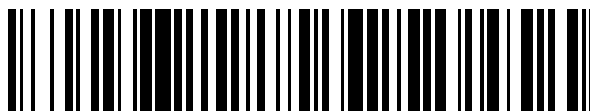


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 544**

51 Int. Cl.:

C07C 209/84 (2006.01)

C07C 211/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.07.2016** E 16181360 (5)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.11.2018** EP 3275858

54 Título: **Separación de componentes de bajo punto de ebullición así como reducción del contenido en amoníaco en la isoforondiamina mediante condensación parcial**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.05.2019

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

72 Inventor/es:
RITTSTEIGER, ANNE;
CASSENS, JAN;
HENGSTERMANN, AXEL;
KNOOP, CORD;
MÜLLER, ANJA y
RÜFER, ALEXANDER MARTIN

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 711 544 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).

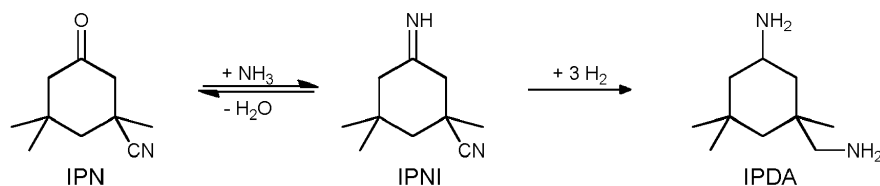
DESCRIPCIÓN

Separación de componentes de bajo punto de ebullición así como reducción del contenido en amoníaco en la isoforondiamina mediante condensación parcial

La invención se refiere a la purificación de isoforondiamina (IPDA) con ayuda de una estructura de columnas de dos fases con condensador parcial y realimentación.

La producción de IPDA mediante la hidrogenación aminante de isoforonitrilo (IPN) se conoce y se ha descrito ya múltiples veces.

En el caso más sencillo (documento US 3.352.913) se hace reaccionar IPN en presencia de hidrógeno y de un exceso de amoníaco con un catalizador de cobalto. En primer lugar se forma a partir de IPN y amoníaco mediante la disociación de agua la isoforonitriloimina, IPNI, que a continuación se hidrogena para zum IPDA:



Ecuación 1

Además se conocen procedimientos para la producción de isoforondiamina por los documentos CN 104230721A, EP 2 649 042A y WO 2012126869A.

La isoforondiamina se produce según el documento EP 2 649 042A en una reacción de una o dos fases a partir de isoforonitrilo. A este respecto, en primer lugar se imina el isoforonitrilo con amoníaco para dar isoforonitriloimina. En la segunda etapa, esta se hidrogena para dar isoforondiamina. La purificación que sigue a la reacción se divide igualmente en dos etapas. En primer lugar se separan en varias columnas de destilación los componentes de bajo punto de ebullición, a estos pertenecen el hidrógeno, gases inertes, amoníaco e impurezas de bajo punto de ebullición (separación de componentes de bajo punto de ebullición). En una última etapa se obtiene entonces la isoforondiamina pura mediante dos columnas de destilación a vacío. La primera columna sirve a su vez para la separación de los subproductos de menor punto de ebullición aún contenidos. En la segunda columna se obtiene la isoforondiamina pura a través de la cabeza y se separa así de los residuos orgánicos (componentes de alto punto ebullición).

En el documento WO 2015/038679 se describe un procedimiento para la separación de amoníaco y una diamina. A este respecto, la destilación tiene lugar a través de una sucesión de tres columnas de destilación, separándose en cada columna amoníaco como componente de bajo punto de ebullición a través de la cabeza.

En las dos solicitudes EP 1529027 y EP 1529028 se describe la purificación de IPDA mediante destilación en una estructura de al menos dos columnas. A este respecto tiene lugar tanto la separación de componentes secundarios de bajo y de alto punto de ebullición como la separación en dos fracciones de IPDA independientes. Estas se diferencian en cada caso en su relación cis/trans.

El objetivo de la presente invención es encontrar un procedimiento sencillo para la purificación de isoforondiamina con un contenido en amoníaco reducido en la isoforondiamina pura.

Sorprendentemente se ha encontrado que mediante la utilización de un condensador parcial adicional en la cabeza de la segunda columna de un sistema de dos columnas para la purificación de IPDA bruta con realimentación de una corriente parcial a la primera columna puede reducirse el contenido en amoníaco en la IPDA pura.

El objeto de la invención es un procedimiento para la purificación de isoforondiamina a partir de la producción de isoforondiamina mediante la hidrogenación aminante de isoforonitrilo en presencia de al menos amoníaco, hidrógeno, un catalizador de hidrogenación y dado el caso aditivos adicionales y en presencia o ausencia de disolventes orgánicos, obteniéndose una isoforondiamina bruta I,

caracterizado porque la isoforondiamina bruta I se somete mediante dos columnas de destilación a vacío a una purificación, en la que

- I. en la primera columna de destilación a vacío K I tiene lugar la separación de los subproductos de bajo punto de ebullición aún contenidos, y se pasa una IPDA bruta II de la cola de K I a la columna de destilación a vacío K II,

II. y en la segunda columna de destilación a vacío K II se obtiene la isoforondiamina de manera pura a través de la cabeza y se separa de los residuos orgánicos, estando colocados en la cabeza de la columna de destilación a vacío K II dos condensadores,

5 siendo el primer condensador un condensador parcial y en el que se separa la IPDA pura,

y siendo el segundo condensador un condensador total y en el que la parte restante de la corriente de vapor de K II se condensa completamente y se devuelve a la primera columna de destilación a vacío K I como corriente de retorno.

10 Todo el proceso para la producción de IPDA pura se divide en tres secciones (véase la Figura 1). En la sección a tiene lugar la reacción mediante la hidrogenación aminante de isoforonitrilo en un proceso de una o varias fases en presencia de al menos amoníaco, hidrógeno y un catalizador. En la sección b tiene lugar la separación destilativa de amoníaco e hidrógeno para la obtención de IPDA bruta. La destilación puede realizarse en una o varias columnas. En la sección c tiene lugar la purificación de la IPDA bruta mediante la separación destilativa de IPDA, agua, componentes de bajo punto de ebullición y componentes de alto punto de ebullición. La purificación se realiza en dos columnas de destilación a vacío.

20 La IPDA bruta I utilizada presenta en general la siguiente composición en tanto por ciento en peso (% en peso):

IPDA	75-100% en peso
Agua	0-15% en peso
Componentes de bajo punto de ebullición	0-6% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	0-6% en peso
Amoníaco residual	10-1000 ppm

25 A este respecto, los componentes de bajo punto de ebullición están definidos de tal manera que a este respecto se trata de subproductos del proceso de producto de IPDA con un menor punto de ebullición que la IPDA. A este respecto, los componentes de alto punto de ebullición están definidos de tal manera que a este respecto se trata de subproductos del proceso de producto de IPDA con un mayor punto de ebullición que la IPDA.

El procedimiento según la invención se caracteriza en general porque la isoforondiamina bruta I se somete mediante dos columnas de destilación a vacío a una purificación, en la que

30 I. en la primera columna de destilación a vacío K I tiene lugar la separación de los subproductos de bajo punto de ebullición aún contenidos, y se pasa una IPDA bruta II de la cola de K I a la columna de destilación a vacío K II,

35 II. y en la segunda columna de destilación a vacío K II se obtiene la isoforondiamina de manera pura a través de la cabeza y se separa de los residuos orgánicos, estando colocados en la cabeza de la columna de destilación a vacío K II dos condensadores,

siendo el primer condensador un condensador parcial y en el que se separa la IPDA pura,

40 y siendo el segundo condensador un condensador total y en el que la parte restante de la corriente de vapor de K II se condensa completamente y se devuelve a la primera columna de destilación a vacío K I como corriente de retorno.

La primera columna de destilación a vacío K I utilizada presenta los siguientes parámetros:

Temperatura	40-120°C
Presión	10-200 mbar
Fases teóricas	10-80

45 La composición de la corriente de suministro de IPDA bruta II de la primera columna de destilación a vacío a la segunda columna de destilación a vacío presenta la siguiente composición:

IPDA	90-100% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	0-10% en peso
Amoníaco residual	10-500 ppm

La segunda columna de destilación a vacío K II utilizada presenta los siguientes parámetros:

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

- 5 El condensador parcial utilizado en la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío presenta los siguientes parámetros:

Presión	10-200 mbar
Temperatura	80-200°C

- 10 La pureza de la isoforondiamina pura asciende al menos al 98% en peso. El contenido en amoníaco residual en la IPDA pura asciende a menos de 50 ppm.

Modos de proceder y esquema de procedimiento preferidos

- 15 La IPDA bruta I se conduce en primer lugar a la primera columna de destilación a vacío K I, véase la Figura 2.

A este respecto, los componentes de bajo punto de ebullición (corriente 2) y agua (corriente 3) se separan a través de la cabeza de la primera columna de destilación a vacío. La IPDA abandona la columna como corriente de cola 4 (IPDA bruta II) y se suministra a la segunda columna de destilación a vacío K II para la separación de los componentes de alto punto de ebullición (corriente 5) y la obtención de IPDA pura (corriente 6). En la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío están colocados dos condensadores E y F conectados en serie. A este respecto, el primer condensador E se hace funcionar como condensador parcial. A este respecto, una parte de la corriente de vapor de la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío se condensa y de ese modo se obtiene la IPDA pura como corriente 6. La parte restante de la corriente de vapor se condensa completamente en el segundo condensador F y se devuelve a la primera columna de destilación a vacío K II como corriente de retorno 7. De este modo se separa también la mayor parte del contenido en amoníaco de la IPDA bruta II a través de los condensadores de la IPDA y se devuelve a través de la corriente 7 a la columna de destilación a vacío K I. Esto posibilita la obtención de IPDA pura con una calidad muy alta y un contenido en amoníaco muy reducido.

Ejemplos

30 Ejemplo 1

La simulación de la destilación tuvo lugar a través de Aspen Plus. Para los cálculos se consideró una estructura de destilación compuesta por dos columnas de destilación a vacío.

35 La corriente de alimentación utilizada (IPDA bruta I) tenía la siguiente composición en tanto por ciento en peso (% en peso):

IPDA	85,8% en peso
Agua	9,7% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	2,3% en peso
Componentes de bajo punto de ebullición y NH ₃ residual	2,2% en peso

40 En la primera columna de destilación a vacío con 42 fases de separación se separaron los componentes de bajo punto de ebullición orgánicos y el agua de la corriente de IPDA bruta I entrante como destilado a través de la cabeza y a continuación se separaron la fase orgánica y la acuosa tras la condensación en un decantador. Una parte de la fase orgánica se proporcionó como retorno a la primera columna de destilación a vacío con una relación de retorno con respecto a alimentación de 1,2. La columna de destilación a vacío se hizo funcionar a 110 mbar, una temperatura de cola de 178°C y una temperatura de cabeza de 114°C.

45 La corriente de alimentación de la primera a la segunda columna de destilación a vacío tenía la siguiente composición (IPDA bruta II):

50

ES 2 711 544 T3

IPDA	97,4% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	2,6% en peso
Amoniaco residual	247 ppm

5 La segunda columna de destilación a vacío con 13 fases de separación teóricas se hizo funcionar a una temperatura de cola de 207°C, una temperatura de cabeza de 168°C y una presión de 110 mbar. A este respecto, los componentes de alto punto de ebullición se separaron a través de la cola de la columna de destilación a vacío, la IPDA y el amoniaco residual a través de la cabeza. El producto de cabeza se condujo como fase de vapor a un condensador parcial y se condensó en parte a 165°C y 110 mbar. La relación en masa de condensado parcial y fase de vapor no condensada se encontraba a 130. La corriente de vapor no condensada se condensó a continuación completamente en un segundo condensador a 133°C y 110 mbar y se condujo como corriente de retorno a la primera columna de destilación a vacío. A partir del condensado del condensador parcial se obtuvo IPDA pura con una pureza del 99,9% en peso y un contenido en amoniaco residual de 15 ppm.

10 Por consiguiente, mediante la utilización de un condensador parcial en la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío pudo reducirse el contenido en amoniaco residual de 247 ppm en la IPDA bruta a 15 ppm en la IPDA pura.

15 **Ejemplo 2**

La simulación de la destilación tuvo lugar a través de Aspen Plus. Para los cálculos se consideró una estructura de destilación compuesta por dos columnas de destilación a vacío.

20 La corriente de alimentación utilizada (IPDA bruta I) tenía la siguiente composición en tanto por ciento en peso (% en peso):

IPDA	85,8% en peso
Agua	9,7% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	2,3% en peso
Componentes de bajo punto de ebullición y NH ₃ residual	2,2% en peso

25 En la primera columna de destilación a vacío con 42 fases de separación se separaron los componentes de bajo punto de ebullición orgánicos y el agua de la corriente de IPDA bruta I entrante como destilado a través de la cabeza y a continuación se separaron la fase orgánica y la acuosa tras la condensación en un decantador. Una parte de la fase orgánica se proporcionó como retorno a la primera columna de destilación a vacío con una relación de retorno con respecto a alimentación de 1,2. La columna de destilación a vacío se hizo funcionar a 110 mbar, una temperatura de cola de 178°C y una temperatura de cabeza de 114°C.

30 La corriente de alimentación de la primera a la segunda columna de destilación a vacío tenía la siguiente composición (IPDA bruta II):

IPDA	97,4% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	2,6% en peso
Amoniaco residual	104 ppm

35 La segunda columna de destilación a vacío con 13 fases de separación teóricas se hizo funcionar a una temperatura de cola de 207°C, una temperatura de cabeza de 168°C y una presión de 110 mbar. A este respecto, los componentes de alto punto de ebullición se separaron a través de la cola de la columna, la IPDA y el amoniaco residual a través de la cabeza. El producto de cabeza se condujo como fase de vapor a un condensador parcial y se condensó en parte a 165°C y 110 mbar. La relación en masa de condensado parcial y fase de vapor no condensada se encontraba a 344. La corriente de vapor no condensada se condensó a continuación completamente en un segundo condensador a 133°C y 110 mbar y se condujo como corriente de retorno a la primera columna de destilación a vacío.

40 A partir del condensado del condensador parcial se obtuvo IPDA pura con una pureza del 99,9% en peso y un contenido en amoniaco residual de 15 ppm.

45 Mediante la utilización de un condensador parcial en la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío pudo reducirse el contenido en amoniaco residual de 104 ppm en la IPDA bruta a 15 ppm en la IPDA pura.

50

Ejemplo 3: ejemplo comparativo

5 La simulación de la destilación tuvo lugar a través de Aspen Plus. Para los cálculos consideró la destilación compuesta por dos columnas de destilación a vacío. En comparación con los ejemplos según la invención, en este caso se consideró únicamente un condensador total en la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío.

La corriente de alimentación utilizada (IPDA bruta I) tenía la siguiente composición en tanto por ciento en peso (% en peso):

IPDA	85,8% en peso
Agua	9,7% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	2,3% en peso
Componentes de bajo punto de ebullición y NH ₃ residual	2,2% en peso

10 En la primera columna de destilación a vacío con 42 fases de separación se separaron los componentes de bajo punto de ebullición orgánicos y el agua de la corriente de IPDA bruta I entrante como destilado a través de la cabeza y a continuación se separaron la fase orgánica y la acuosa tras la condensación en un decantador. Una parte de la fase orgánica se proporcionó como retorno a la primera columna de destilación a vacío con una relación de retorno con respecto a alimentación de 1,2. La columna de destilación a vacío se hizo funcionar a 110 mbar, una temperatura de cola de 178°C y una temperatura de cabeza de 114°C.

15 La corriente de alimentación de la primera a la segunda columna de destilación a vacío tenía la siguiente composición (IPDA bruta II):

IPDA	97,4% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	2,6% en peso
Amoniaco residual	50 ppm

20 La segunda columna de destilación a vacío con 13 fases de separación teóricas se hizo funcionar a una temperatura de cola de 207°C, una temperatura de cabeza de 168°C y una presión de 110 mbar. A este respecto, los componentes de alto punto de ebullición se separaron a través de la cola de la columna, la IPDA y el amoniaco residual a través de la cabeza. El producto de cabeza se condensó completamente a 133°C.

25 A partir del condensado se obtuvo IPDA pura con una pureza del 99,9% en peso y un contenido en amoniaco residual de 50 ppm. Por consiguiente, el contenido en amoniaco residual en la IPDA pura no pudo reducirse en comparación con la IPDA bruta.

30 De los ejemplos expuestos se deduce que el empleo de la condensación parcial conduce claramente a la reducción del contenido en amoniaco residual en la IPDA pura. Además, se mostró que mediante el uso del condensador parcial tras la segunda columna de destilación a vacío, también en el caso de contenidos en amoniaco residual variables en la corriente de IPDA bruta II, el contenido en amoniaco en la IPDA pura se encontraba claramente por debajo de 50 ppm.

35

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la purificación de isoforondiamina de la producción de isoforondiamina mediante a hidrogenación aminante de isoforonitrilo en presencia de al menos amoniaco, hidrógeno, un catalizador de hidrogenación y dado el caso aditivos adicionales y en presencia o ausencia de disolventes orgánicos, obteniéndose una isoforondiamina bruta I,

caracterizado porque la isoforondiamina bruta I se somete mediante dos columnas de destilación a vacío a una purificación, en la que

I. en la primera columna de destilación a vacío K I tiene lugar la separación de los subproductos de bajo punto de ebullición aún contenidos, y se pasa una IPDA bruta II de la cola de K I a la columna de destilación a vacío K II,

II. y en la segunda columna de destilación a vacío K II se obtiene la isoforondiamina de manera pura a través de la cabeza y se separa de los residuos orgánicos, estando colocados en la cabeza de la columna de destilación a vacío dos condensadores,

siendo el primer condensador un condensador parcial y en el que se separa la IPDA pura,

y siendo el segundo condensador un condensador total y en el que la parte restante de la corriente de vapor de K II se condensa completamente y se devuelve a la primera columna de destilación a vacío K I como corriente de retorno.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la isoforondiamina bruta I presenta en general la siguiente composición:

IPDA	75-100% en peso
Agua	0-15% en peso
Componentes de bajo punto de ebullición	0-6% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	0-6% en peso
Amoniaco residual	10-1000 ppm.

3.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la primera columna de destilación a vacío K I presenta los siguientes parámetros:

Temperatura	40-120°C
Presión	10-200 mbar
Fases teóricas	10-80.

4.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición de la corriente de suministro de IPDA bruta II de la primera columna de destilación a vacío a la segunda columna de destilación a vacío presenta la siguiente composición:

IPDA	90-100% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	0-10% en peso
Amoniaco residual	10-500 ppm.

5.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la segunda columna de destilación a vacío K II presenta los siguientes parámetros:

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

6.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el condensador parcial utilizado en la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío K II presenta los siguientes parámetros:

ES 2 711 544 T3

Presión	10-200 mbar
Temperatura	80-200°C.

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la isoforondiamina bruta I en general presenta la siguiente composición:

5

IPDA	75-100% en peso
Agua	0-15% en peso
Componentes de bajo punto de ebullición	0-6% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	0-6% en peso
Amoniaco residual	10-1000 ppm,

y

porque la primera columna de destilación a vacío K I presenta los siguientes parámetros:

10

Temperatura	40-120°C
Presión	10-200 mbar
Fases teóricas	10-80,

y

porque la composición de la corriente de suministro de IPDA bruta II de la primera columna de destilación a vacío a la segunda columna de destilación a vacío presenta la siguiente composición:

15

IPDA	90-100% en peso
Componentes de alto punto de ebullición	0-10% en peso
Amoniaco residual	10-500 ppm,

y

porque la segunda columna de destilación a vacío K II presenta los siguientes parámetros:

20

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

y

porque el condensador parcial utilizado en la cabeza de la segunda columna de destilación a vacío K II presenta los siguientes parámetros:

25

Presión	10-200 mbar
Temperatura	80-200°C.

30

8.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la pureza de la isoforondiamina pura asciende al menos al 98% en peso y el contenido en amoniaco residual en la IPDA pura asciende a menos de 50 ppm.

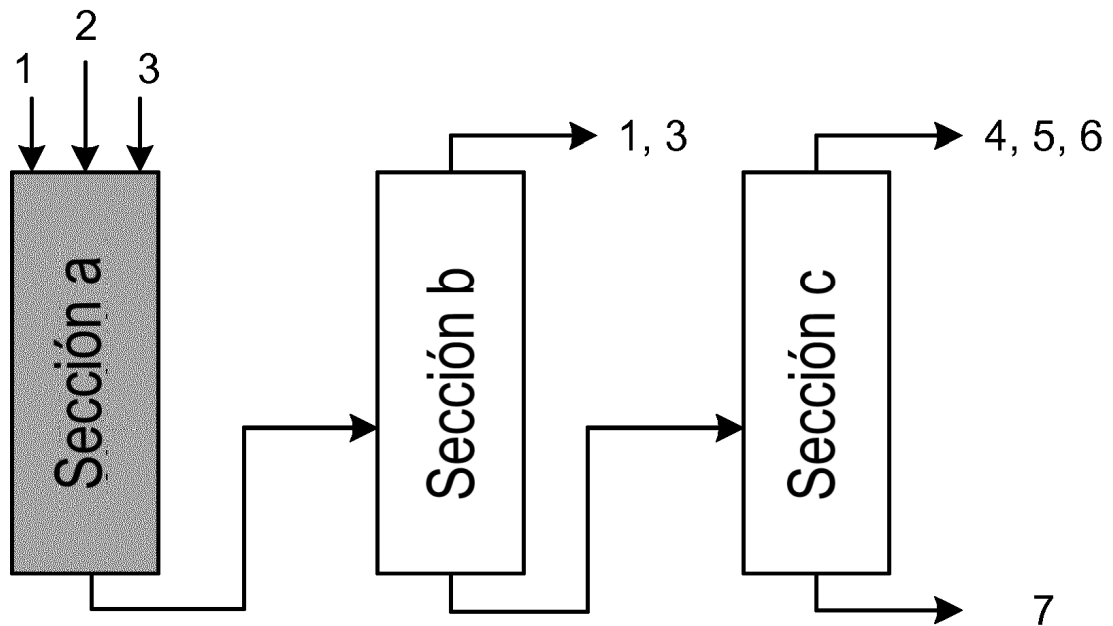


Figura 1: Diagrama de flujo simplificado del proceso de isoforondiamina con a: parte de reacción de la aminación reductora; b: separación destilativa de amoníaco; c: destilación fina de IPDA; 1: amoniado; 2: isoforonitrilo; 3: hidrógeno; 4: isoforondiamina; 5: agua; 6: componentes de bajo punto de ebullición; 7: componentes de alto punto de ebullición.

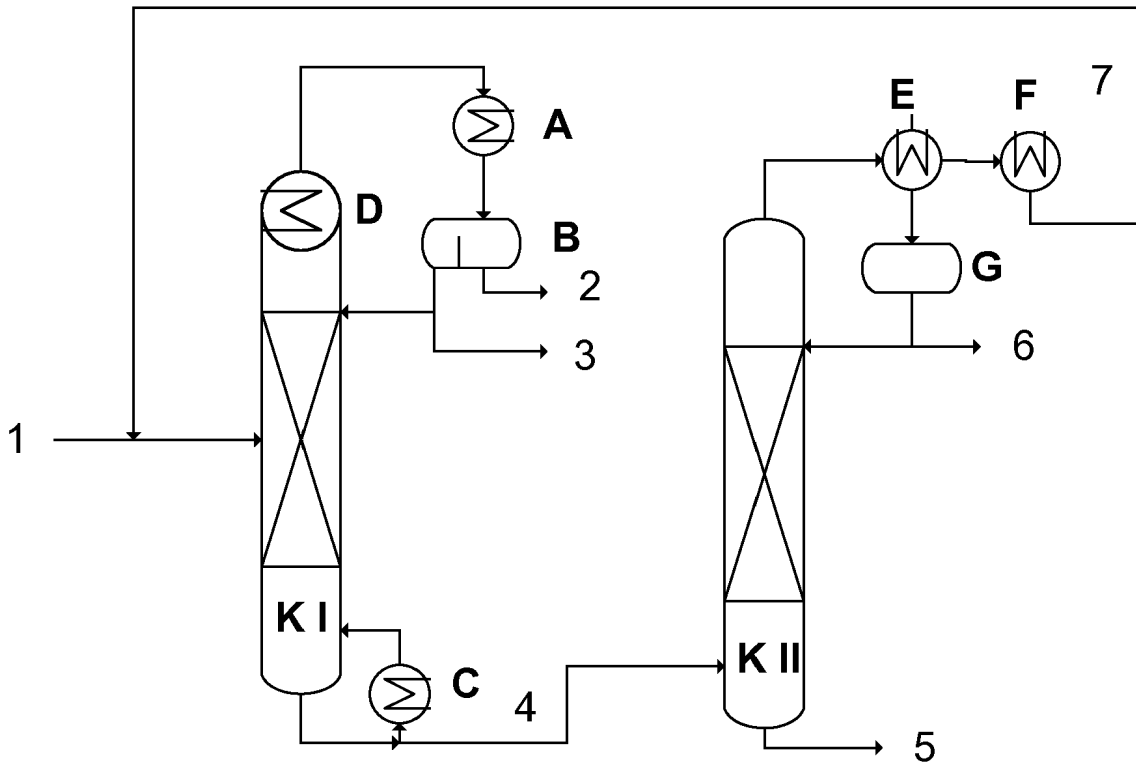


Figura 2: Estructura de columnas según la invención preferida con condensador parcial y retorno para la destilación fina de IPDA con
 1: IPDA bruta I; 2: fase acuosa; 3: fase orgánica; 4: IPDA bruta II; 5: componentes de alto punto de ebullición; 6: IPDA pura; 7: retorno de componentes de bajo punto de ebullición y de IPDA;
 A, C, D, E, F: condensadores; B: recipiente de decantación como reserva de destilado; G: reserva de destilado; K I: 1ª columna de destilación a vacío; K II: 2ª columna destilación a vacío