

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成16年10月28日(2004.10.28)

【公表番号】特表2000-502660(P2000-502660A)

【公表日】平成12年3月7日(2000.3.7)

【出願番号】特願平9-523263

【国際特許分類第7版】

C 0 7 D 201/08

C 0 7 C 209/48

C 0 7 C 209/86

C 0 7 C 211/12

【F I】

C 0 7 D 201/08

C 0 7 C 209/48

C 0 7 C 209/86

C 0 7 C 211/12

【手続補正書】

【提出日】平成15年11月4日(2003.11.4)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

手 続 補 正 書

平成15年 11月4日

特許庁長官 殿



1. 事件の表示

特願平09-523263号

2. 補正をする者

名称

ビーエーエスエフ アクチェンゲゼルシャフト

3. 代理人

住所

東京都中央区京橋2丁目8番18号 昭和ビル9階

氏名

~~(10035)~~ 弁理士 江藤 聡明

A035



4. 補正により増加する請求項の数 0

5. 補正対象書類名

請求の範囲

6. 補正対象項目名

請求の範囲

7. 補正の内容

別紙の通り



【特許請求の範囲】

1. アジポニトリルを出発物質としてカプロラクタムとヘキサメチレンジアミンとを同時に製造する方法において、

(a) アジポニトリルを部分的に水素化し、実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アンモニア、アジポニトリル及びヘキサメチレンイミンを含有する混合物を得、

(b) (a) で得られた混合物を蒸留に付し、搭頂生成物としてアンモニアと搭底生成物 I を得、その際該蒸留を蒸留条件下で不活性である化合物 A 又は 60～250℃で18バールにおいて沸騰する不活性化合物 A の混合物の存在下で、搭底温度 60～250℃、圧力 5～30バールにおいて、アンモニアを完全には分離することなく実施し、

(c) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アジポニトリル、ヘキサメチレンイミン、不活性化合物又は化合物 A 及びアンモニアを含有し且つ該アンモニアを段階 (b) で用いられる混合物よりも低い含有量で含む搭底生成物 I を、2度目の蒸留に付し、搭頂生成物として不活性化合物 A 並びにアンモニアの混合物及び搭底生成物 II を得、その際該蒸留を各蒸留塔において250℃以上でない搭底温度で20℃以上の搭頂温度が得られるように第1及び第2蒸留塔の圧力が互いに調和する条件で、搭底温度100～250℃、圧力2～15バールにおいて行い、又は、

第2蒸留塔の搭頂での濃縮をより低温で行い、純粋又は比較的高濃度のアンモニアから成る搭頂生成物を第1蒸留塔へ再循環させるか又は、

第2蒸留塔の搭頂生成物を、コンプレッサーによって圧力を増大した後、蒸気形で第1蒸留塔又はそのコンデンサーへ再循環し、

(d) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アジポニトリル、ヘキサメチレンイミン及び不活性化合物又は化合物 A を含有する搭底生成物 II を第3蒸留塔中で蒸留に付し、搭頂生成物として不活性化合物又は化合物 A 及び搭底生成物 III を得、その際該蒸留を搭頂生成物として得られる不活性化合物 A が第2蒸留塔へ供給される条件で、底部温度50～250℃、圧力0.05～2バールにおいて行い、また所望に応じて、蒸留を蒸留条件下で不活

性であり20～250℃で0.3バールにおいて沸騰する1種又はそれ以上の化合物Bの存在下で行い、

(e) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アジポニトリル、ヘキサメチレンイミン及び所望に応じて不活性化合物又は化合物Bを含有する搭底生成物IIIを第4蒸留塔中で蒸留に付し、蒸留塔の底部温度を50～250℃、圧力を0.05～1.5バールにして、実質的にヘキサメチレンイミン、所望に応じて不活性化合物又は化合物Bを含有する搭頂生成物KP1、及び実質的にヘキサメチレンジアミンを含有する側流SA1を得、そして搭底生成物IVを得、所望に応じて得られるヘキサメチレンジアミンが実質的にヘキサメチレンイミン並びに不活性化合物又は化合物B及び他の低沸点物を含まないように蒸留塔に供給口と側流分岐点との間の領域に隔壁を装着し(Petlyuk蒸留塔)、

搭頂生成物KP1を第3蒸留塔に供給し、あるいは、必要に応じて搭頂生成物KP1の一部を第3蒸留塔に供給し、残渣を除去し、かつ、

(f) 実質的に6-アミノカプロニトリル並びにアジポニトリル及びおそらくは高沸点物を含有する搭底生成物IVを第5蒸留塔中で蒸留に付し、搭頂生成物として少なくとも95%の純度を有する6-アミノカプロニトリル、実質的にアジポニトリルから成る側流、及び高沸点物と少量のアジポニトリルから成る搭底生成物Vを得、また、

所望に応じて、得られるアジポニトリルは比較的小量の高沸点物しか含まないように蒸留塔の供給口と側流分岐点との間の領域に隔壁を装着し、

その際の蒸留を底部温度50～250℃、圧力10～300ミリバールにおいて行い、

次いで、かくして得られる6-アミノカプロニトリルを環化してカプロラクタムを得ることを特徴とするカプロラクタムとヘキサメチレンジアミンの同時製造方法。

2. アジポニトリルを、蒸留塔5の側流から工程(a)に供給する請求の範囲第1項記載の方法。

3. 実質的に6-アミノカプロニトリルとヘキサメチレンジアミンを含有する

混合物を蒸留により夫々の化合物に同時に分離する方法において、

(a) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アンモニア、アジポニトリル及びヘキサメチレンイミンを含有する混合物を蒸留に付し、搭頂生成物としてアンモニアと搭底生成物Iを得、その際該蒸留を蒸留条件下で不活性である化合物A又は60～250℃で18バールにおいて沸騰する不活性化合物Aの混合物の存在下で、底部温度60～250℃、5～30バールにおいてアンモニアを完全には分離することなく行い、

(b) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アジポニトリル、ヘキサメチレンイミン、不活性化合物又は化合物A及びアンモニアを含有し且つ該アンモニアを段階(a)で用いられる混合物よりも低い含有量で含む搭底生成物Iを、2度目の蒸留に付し、搭頂生成物として不活性化合物A並びにアンモニアの混合物及び搭底生成物IIを得、その際各蒸留塔において250℃以下の搭底温度で20℃以上の搭頂温度が得られるように第1及び第2蒸留塔の圧力が互いに調和する条件で、蒸留を底部温度100～250℃、圧力2～15バールにおいて行い、又は、

第2蒸留塔の搭頂での濃縮をより低温で行い、純粋又は比較的高濃度のアンモニアから成る搭頂生成物を第1蒸留塔へ再循環させるか又は、

第2蒸留塔の搭頂生成物を、コンプレッサーによって圧力を増大した後、蒸気の形で第1蒸留塔又はそのコンデンサーへ再循環し、

(c) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アジポニトリル、ヘキサメチレンイミン及び不活性化合物又は化合物Aを含有する搭底生成物IIを第3蒸留塔中で蒸留に付し、搭頂生成物として不活性化合物又は化合物A及び搭底生成物IIIを得、搭頂生成物として得られる不活性化合物あるいは化合物Aが第2蒸留塔へ供給される条件で、蒸留を底部温度50～250℃、圧力0.05～2バールにおいて行い、また所望に応じて、蒸留は蒸留条件下で不活性であり20～250℃で0.3バールにおいて沸騰する1種又はそれ以上の化合物Bの存在下で行い、

(d) 実質的に6-アミノカプロニトリル、ヘキサメチレンジアミン、アジポニトリル、ヘキサメチレンイミン及び所望に応じて不活性化合物又は化合物Bを

含有する搭底生成物 I I I を第 4 蒸留塔中で蒸留に付し、蒸留塔の底部温度 50 ~ 250℃、圧力 0.05 ~ 1.5 バールにおいて、実質的にヘキサメチレンイミン、所望に応じて不活性化化合物又は化合物 B を含有する搭頂生成物 K P 1、及び実質的にヘキサメチレンジアミンを含有する側流 S A 1 を得、そして搭底生成物 I V を得、その際、所望に応じて得られるヘキサメチレンジアミンが実質的にヘキサメチレンイミン並びに不活性化化合物又は化合物 B 及び他の低沸点物を有さないように、蒸留塔に供給口と側流分岐点との間の領域に隔壁を装着し (P e t l y u k 蒸留塔)、

搭頂生成物 K P 1 を第 3 蒸留塔に供給し、あるいは、必要に応じて搭頂生成物 K P 1 の一部を第 3 蒸留塔に供給し、残渣を除去し、そして、

(e) 実質的に 6-アミノカプロニトリル並びにアジポニトリル及びおそらくは高沸点物を含有する搭底生成物 I V を第 5 蒸留塔中で蒸留に付し、搭頂生成物として少なくとも 95% の純度を有する 6-アミノカプロニトリル、実質的にアジポニトリルから成る側流、及び高沸点物と少量のアジポニトリルから成る搭底生成物 V を得、また、

所望に応じて、得られるアジポニトリルが比較的少量の高沸点物しか含まないように蒸留塔の供給口と側流分岐点との間の領域に隔壁を装着し、

蒸留を底部温度 50 ~ 250℃、圧力 10 ~ 300 m バールにおいて行うことを特徴とする 6-アミノカプロニトリルとヘキサメチレンジアミンの同時分離方法。

4. 実質的に、1 ~ 70 重量% の 6-アミノカプロニトリル、1 ~ 70 重量% のアジポニトリル、0.1 ~ 70 重量% のヘキサメチレンジアミン、0.01 ~ 10 重量% のヘキサメチレンイミン及び 5 ~ 95 重量% のアンモニアからなる混合物を、工程 (b) で用いる請求の範囲第 1 項又は第 2 項に記載の方法。

5. 実質的に、1 ~ 70 重量% の 6-アミノカプロニトリル、1 ~ 70 重量% のアジポニトリル、0.1 ~ 70 重量% のヘキサメチレンジアミン、0.01 ~ 10 重量% のヘキサメチレンイミン及び 5 ~ 95 重量% のアンモニアからなる混合物を、工程 (a) で用いる請求の範囲第 3 項記載の方法。

6. エタノールを、不活性化化合物 A として用いる請求の範囲第 1 項 ~ 第 5 項のう

ちいずれかに記載の方法。

7. ヘキサメチレンイミン又はヘキサメチレンジアミンを、成分Bとして用いる請求の範囲第1項～第6項のうちいずれかに記載の方法。

8. エタノールを、不活性化合物Aとして用いる請求の範囲第3項記載の方法。

9. ヘキサメチレンイミン又はヘキサメチレンジアミンを、成分Bとして用いる請求の範囲第3項記載の方法。