



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 546**

51 Int. Cl.:  
**C07C 209/84** (2006.01)  
**C07C 211/36** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03790870 .4**  
86 Fecha de presentación : **06.08.2003**  
87 Número de publicación de la solicitud: **1529027**  
87 Fecha de publicación de la solicitud: **11.05.2005**

54 Título: **Método para la producción de isoforondiamina (IPDA, 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina) que tiene una proporción alta de isómeros cis/trans.**

30 Prioridad: **09.08.2002 DE 102 36 675**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.02.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.02.2008**

73 Titular/es: **BASF Aktiengesellschaft  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Funke, Frank;  
Hill, Thomas;  
Von Watzdorf, Jobst, Rüdiger;  
Mattmann, Wolfgang;  
Harder, Wolfgang;  
Henkes, Erhard;  
Littmann, Gerd y  
Julius, Manfred**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

**ES 2 290 546 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).

# ES 2 290 546 T3

## DESCRIPCIÓN

Método para la producción de isoforonodiamina (IPDA, 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina) que tiene una proporción alta de isómeros cis/trans.

La invención se relaciona con procesos para preparar 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforonodiamina, IPDA) que tiene una proporción de isómeros cis/trans alta.

El IPDA se utiliza como producto de partida para preparar isoforono diisocianato (IPDI), un componente de isocianato para sistemas de poliuretano, como un componente amina para poliamidas y como un endurecedor para resinas epoxi. El IPDA es preparado de costumbre de 3-ciano-3,5,5-trimetilciclohexanona (isoforononitrilo, IPN) al convertir el grupo carbonilo a un grupo amino y en el grupo nitrilo a un grupo aminometilo en la presencia de amonio, hidrógeno y catalizadores de hidrogenación habituales. Se obtiene mezclas de IPDA-cis y IPDA-trans. Los dos isómeros tienen diferentes reactividades, que es de significancia para la aplicación técnica pretendida. De acuerdo a la DE-A 4211454, el uso de una mezcla de isómero IPDA que consiste de aproximadamente el 40% de isómero trans y menos del 60% de isómeros cis como un componente de la reacción en resinas de poliadición en particular resinas epoxi, ambas alargando la vida de recipiente y reduce la temperatura de curado máxima. Por el contrario, para lograr una proporción de reacción muy alta se le da preferencia a las mezclas de isómero IPDA que tiene un muy alto contenido de isómeros cis ( $\geq 70\%$ ). El IPDA comercialmente obtenible por lo tanto tiene una proporción de isómeros cis/trans de 75/25.

Varios procesos para lograr una proporción cis/trans alta o trans/cis alta ya son conocidos en la técnica.

De acuerdo con la DE-A 4343890, la hidrogenación aminante de IPN a IPDA se efectúa ante emitir una mezcla de IPN, amonio y un alcohol  $C_1-C_3$  para que gotee a través de un reactor del hecho de goteo equipado con un catalizador del hecho fijo de cobalto y/o rutenio en la presencia de hidrógeno a desde 3 a 8MPa y una temperatura de desde 40 a 150°C., preferiblemente de 90 a 130°C., y trabajando destilativamente la mezcla de reacción para remover el  $NH_3$ ,  $H_2O$  y los subproductos. Cuando se utiliza un catalizador soportado con Ru las proporciones de isómero cis/trans altas de 84/16 (rendimiento total de IPDA: 81%) se logran.

La DE-a 4343891 describe un proceso para preparar IPDA al hacer reaccionar IPN con hidrógeno en la presencia de amonio y una suspensión o catalizador de hidrogenación del hecho fijo desde el grupo de cobalto, níquel y catalizadores de metales nobles a una presión de desde 3 a 20 MPa y una temperatura de hasta 150°C., y trabajar destilativamente la mezcla de reacción. La reacción se lleva a cabo en dos etapas, y los rangos de temperatura definidos de manera precisa para ser observados en las etapas individuales. La proporción de isómeros cis/trans de 80/20 se puede lograr a un rendimiento IPDA total de 91.9%.

En el proceso de la EP-A 0926130, la hidrogenación se lleva a cabo en la presencia de un ácido sobre los catalizadores que comprenden cobre y/o un metal del grupo de transición octavo de la tabla periódica. Son utilizados tanto ácidos Lewis como Bronstedt; dándosele preferencia a utilizar ácidos 2-etilhexanoico. La adición de ácido incrementa la proporción de isómero cis/trans. Las proporciones de isómeros cis/trans son generalmente  $\geq 70/30$  a un rendimiento de IPDA total de  $\geq 90\%$ .

El proceso de la EP-B 0729937 es notable porque el proceso se lleva a cabo en tres cámaras de reacción espacialmente separadas que utiliza cobalto, níquel, rutenio y/o otros catalizadores de metal noble. Corriente arriba del segundo reactor, la solución de NaOH acuoso se mide, la cual reduce la formulación de los subproductos cíclicos tales como 1.3.3-trimetil-6azabicyclo [3.2.1] octano.

En el proceso de la DE-A 10142635.6, que tiene una prioridad de fecha anterior pero que no fue publicada en la fecha de prioridad de la presente invención, la IPDA que tiene una proporción de isómero cis/trans de por lo menos 70/30 se obtiene, partiendo del IPN, al utilizar un catalizador de hidrogenación en la etapa de hidrogenación que tiene un contenido de metal alcalino de  $\leq 0.03\%$  en peso, calculado como el óxido de metal alcalino.

Una desventaja de los procesos existentes para preparar IPDA que tiene un contenido cis alto es la preparación costosa e inconveniente de los catalizadores utilizados. Además, estos catalizadores generalmente sufren de envejecimiento lo cual reduce su actividad catalítica del curso del tiempo. Con el fin de compensar por esto, la temperatura de reacción se incrementa usualmente, lo que conduce, sin embargo, al deterioro en la proporción de isómeros cis/trans y la selectividad y por lo tanto a un incremento en la formación de subproductos. Además, la mayoría de los procesos conocidos de la técnica anterior son notables para un procedimiento de reacción complicado.

Un proceso para preparar isoforonodiamina que tiene una proporción de isómero trans/cis alta se puede tomar de la DE-A 4211454. En este proceso, la trans-isoforonodiamina se prepara de isoforononitrilo por vía de isoforononitrilo azina. También se describe que la trans/cis o que la isoforonodiamina-trans se obtendría al destilar la mezcla de isómeros cis/trans comercialmente obtenible. Sin embargo, en razón a que el isómero cis se presenta como el producto principal, este proceso es antieconómico.

Es un objeto de la presente invención suministrar un proceso para preparar isoforonodiamina (IPDA) que tiene una proporción de isómero cis/trans de por lo menos 73/27 lo que evita las desventajas de la técnica anterior.

## ES 2 290 546 T3

Hemos encontrado que este objeto se logra mediante un proceso para preparar 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina sustancialmente pura (isoforonodiamina, IPDA) que tiene una proporción de isómeros cis/trans de por lo menos 73/27, que comprende las siguientes etapas:

- 5 a) Suministrar un IPDA crudo que tiene una proporción de isómero cis/trans de <73/27.
- b) Purificar y separar el IPDA crudo en una fracción que tiene una proporción de isómeros cis/trans de por lo menos 73/27 y una fracción que tiene una proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37;
- 10 c) Isomerizar la fracción del IPDA sustancialmente puro que tiene una proporción de isómero cis/trans de menos de 63/37 obtenido en la etapa b) a IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans en el rango de desde 63/37 a 66/34 en la presencia de H<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> y un catalizador de hidrogenación y reciclarlo en la etapa a) del proceso.

15 Partiendo del IPDA que tiene cualquier proporción de isómeros cis/trans deseada <73/27, el proceso de acuerdo con la invención le permite al IPDA tener una proporción de isómeros cis/trans de  $\geq 73/27$  a ser obtenida. El proceso por lo tanto permanece económico aun cuando se envejezca el catalizador y el incremento asociado en la temperatura de reacción reduzca el contenido cis en el IPDA crudo en el curso del tiempo. En razón a que el proceso de acuerdo con la invención es independiente de tales influencias, es superior para aquellos procesos que prepara el IPDA que tiene una proporción de isómero cis/trans alta al utilizar los catalizadores especiales que son usualmente  
20 costosos para preparar y formar en complejo. Sin embargo, sin importar esto, el proceso de acuerdo con la invención también se puede combinar con tales procesos sintéticos más complicados. Es más económico preparar el IPDA utilizando catalizadores pocos costosos y aceptar las peores proporciones de isómeros cis/trans del IPDA crudo.

25 IPDA "sustancialmente puro" es el IPDA en el cual la fracción de las impurezas es de menos del 2% en peso, preferiblemente menos 1% en peso, mas preferiblemente menos de 0.3% en peso.

El proceso de acuerdo con la invención es preferiblemente utilizado para obtener IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans en el rango desde 73/27 a 76/24, mas preferiblemente que tiene una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 73/27 a 75/25. (Ver también discusión, etapa b).)

30

Las etapas individuales del proceso se ilustran ahora.

Etapa a)

35 En general, cualquier mezcla de producto, conocido como IPDA crudo que resulta de un proceso para preparar IPDA se puede utilizar. "El IPDA crudo" significa que la mezcla de producto contiene por lo menos 88% del peso de IPDA, preferiblemente por lo menos 92% en peso de IPDA, mas preferiblemente por lo menos 95% en peso de IPDA.

40 En razón a que el IPDA que tiene una proporción de isómero cis/trans de por lo menos 73/27 va hacer obtenido, es económicamente solo viable utilizar mezclas de producto que contengan IPDA que tengan una proporción de isómero cis/trans de menos de 73/27. En razón a que es posible preparar el IPDA que tenga una proporción de isómeros cis/trans de menos de 70/30 utilizando catalizadores de envejecimiento y sin un proceso de operación complicado, el proceso de acuerdo con la invención es particularmente económico cuando el IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans de menos de 70/30 se utiliza. También es posible utilizar mezclas de productos que contengan un IPDA que  
45 tenga una proporción de isómeros cis/trans mayor de 73/27, con el fin de enriquecer aun mas el isómero cis mediante destilación.

Etapa b)

50 La mezcla del producto suministrada en la etapa a) se puede purificar y separa mediante destilación o mediante cristalización.

55 El IPDA cis (que tiene una pureza del 98.9%) tiene un punto de ebullición bajo presión atmosférica de 253.4°C. El punto de fusión de 22°C, aunque el IPDA trans (que tiene una pureza de 98.4%) tiene un punto de ebullición bajo presión atmosférica de 250.7°C y un punto de fusión de -34.6°C. Aunque existe una mayor diferencia en el punto de fusión de los dos isómeros que entre sus puntos de ebullición, se le da preferencia a la purificación y separación mediante la destilación por razones de costo.

60 Esa purificación y separación del IPDA crudo mediante la destilación se puede llevar acabo en cualquier columna de destilación deseada. Se le da preferencia a efectuar la destilación en por lo menos dos columnas espacialmente separadas. Se le da preferencia particular a utilizar por lo menos una columna de pared de división.

65 La destilación dentro de la mezcla del producto (IPDA crudo) remueve usualmente el NH<sub>3</sub>, y también los componentes de ebullición bajos y altos, por ejemplo los productos subproducidos en la preparación del IPDA proveniente del IPN, tal como los productos de eliminación HCN, los subproductos metilados y/o los productos secundarios incompletamente hidrogenados por vía de la parte superior o inferior de la columna.

## ES 2 290 546 T3

Para los propósitos de la invención, los componentes/impurezas con ebullición baja son componentes/impurezas que tiene puntos de ebullición mas bajos que el IPDA cis y trans, y componentes/impurezas con ebullición alta son aquellos que tiene unos puntos de ebullición mayores que el IPDA cis y trans.

5 Una separación en una fracción enriquecida con isómeros cis y una fracción a la que le falta isómeros cis (y por lo tanto enriquecida en isómero trans) también se efectúa.

La fracción enriquecida en cis del IPDA tiene una proporción de isómeros cis/trans de por lo menos 73/27, preferiblemente una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 73/27 a 76/24, mas preferiblemente una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 73/27 a 75/25.

La fracción a la que le falta cis del IPDA tiene una proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37, preferiblemente  $\leq 60/40$ , mas preferiblemente  $\leq 58/42$ . La fracción enriquecida en isómeros cis es comercialmente deseable. La fracción a la que le falta isómeros cis puede de manera similar ser comercialmente utilizada (ver DE-A 4211454).

15 Cuando se utiliza una columna para la destilación, esta es generalmente operada a temperaturas de fondo de 150 a 300°C; preferiblemente de 170 a 250°C, mas preferiblemente de 170 a 185°C, y temperaturas superiores de 5 a 100°C, preferiblemente de 10 a 90°C, mas preferiblemente de 15 a 65°C. La presión en la columna es generalmente de 10 a 2000 mbar, preferiblemente de 20 a 200 mbar, mas preferiblemente de 35 a 50 mbar.

20 Cuando se utilizan dos columnas para la destilación, la primera columna se opera generalmente a temperaturas de fondo de 150 a 300°C, preferiblemente de 170 a 250°C, mas preferiblemente de 170 a 195°C, y temperaturas superiores de 5 a 100°C, preferiblemente de 10 a 90°C, mas preferiblemente de 15 a 65°C. La presión de la primera columna es generalmente de 10 a 1000 mbar, preferiblemente de 30 a 500 mbar, mas preferiblemente de 35 a 200 mbar. La segunda columna es operada generalmente a temperaturas de fondo de 140 a 300°C, preferiblemente de 150 a 250°C, mas preferiblemente de 160 a 195°C, y temperaturas superiores de 100 a 250°C, preferiblemente de 130 a 200°C, mas preferiblemente de 140 a 170°C. La presión en la segunda columna es generalmente de 10 a 1000 mbar, preferiblemente de 30 a 300 mbar, mas preferiblemente de 35 a 120 mbar.

30 El o las columnas generalmente tiene un desempeño de separación total de por lo menos 20 placas teóricas, preferiblemente de por lo menos 30 placas teóricas, mas preferiblemente de por lo menos 40 placas teóricas.

35 Las columnas pueden tener cada una diferentes internos. Ejemplo de tales internos incluyen empaques aleatorios tales como anillos Pall y anillos Raschig, empaques de metal con lamina estructurada tal como Mellapak 250Y.RTM. de Sulzer Ltd (Winterthur/Suiza), de Montz (Hilden/Alemania) y de Koch-Glisch (Wilchita, Kans/USA) y empaques de metal tejido estructurada tal como Sulzer BX.RTM de Sulzer Ltd (Winterthur/Suiza), de Montz (Hilden/Alemania) y de Koch-Glisch (Wilchita, Kans/USA).

40 Etapa c)

De acuerdo con la invención, la fracción a la que le falta isómeros cis se recicla en la etapa a) del proceso después de isomerización. Esta etapa de isomerización, es decir, pasar el IPDA que tiene cualquier proporción de isómeros cis/trans deseada sobre un catalizador de hidrogenación en la presencia de  $H_2$  y  $NH_3$  que resulta, sin importar la temperatura, en un equilibrio termodinámico que tiene una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 63/37 a 66/34, preferiblemente de 64/36 a 66/36, mas preferiblemente de 64/36 a 65/35, es conocido de la técnica anterior.

45 La invención por lo tanto suministra de manera similar un proceso para preparar 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforonodiamina, IPDA) que tiene un proporción de isómeros cis/trans en el rango de 63/37 a 66/34 al hacer reaccionar IPDA que tiene una proporción de isómero cis/trans de menos de 63/37 con  $H_2$  y  $NH_3$  sobre un catalizador de hidrogenación.

50 Aun que la isomerización del IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans mayor de 63/37 es posible, no tendría sentido económico cuando el objetivo primario se incrementa el contenido cis y la mezcla de isómeros cis/trans.

55 La isomerización del IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37 a IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 63/37 a 66/34 se lleva generalmente a cabo a temperaturas desde 70 a 200°C, preferiblemente de 80 a 150°C, mas preferiblemente de 90 a 130°C; y presiones desde 10 a 300 bar, preferiblemente desde 50 a 250 bar, mas preferiblemente de 100 a 240 bar. La duración de una reacción es dependiente de la temperatura de isomerización y del catalizador utilizado.

60 En el proceso de acuerdo con la invención para isomerizar IPDA, los catalizadores de hidrogenación útiles, son en principio cualquier catalizador de hidrogenación común, preferiblemente aquellos que contiene por lo menos un metal de transición seleccionados del grupo de cobre, plata, oro, hierro, cobalto, níquel, renio, rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio, platino, cromo, molibdeno y tungsteno, cada uno en forma metálica (estado de oxidación 0) o en la forma de compuestos, por ejemplo óxidos, que son reducidos al metal correspondiente bajo las condiciones de proceso.

## ES 2 290 546 T3

Entre estos catalizadores de hidrogenación, se le da particular preferencia aquellos que comprenden por lo menos un metal de transición seleccionado del grupo de cobre, plata, oro, hierro, cobalto, níquel, rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio y platino, cada uno en forma metálica (estado de oxidación 0) o en la forma de compuestos, por ejemplo óxidos, que se reducen al metal correspondiente bajo las condiciones de proceso.

5

Se le da preferencia muy particular a los catalizadores de hidrogenación que comprenden por lo menos un metal de transición seleccionado del grupo de cobre, cobalto, níquel, rutenio, iridio, rodio, paladio, y platino, cada uno en forma metálica (estado de oxidación 0) o en la forma de compuestos, por ejemplo óxidos, que se reducen el metal correspondiente bajo las condiciones de proceso.

10

Mayor preferencia se le da a los catalizadores de hidrogenación que comprenden un metal de transición seleccionado del grupo de cobalto y rutenio, cada uno en forma metálica (estado de oxidación 0) o en la forma de compuestos, por ejemplo óxidos, que se reducen el metal correspondiente bajo las condiciones de proceso.

15

Cuando los metales de transición catalíticamente activos se aplican a los soportes (seleccionados del grupo de óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dióxido de zirconio ( $\text{ZrO}_2$ ), dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ), compuestos que contiene carbono y/o oxígeno y silicio, calculado como  $\text{SiO}_2$ ), estos catalizadores generalmente comprenden un total, con base en el peso total del catalizador, desde 20 a 99.9% en peso, preferiblemente desde 30 a 99.9% en peso, mas preferiblemente desde 40 a 99.9% en peso, del soporte, y desde 0.1 a 80% en peso, preferiblemente desde 0.1 a 70% en peso, mas preferiblemente desde 0.1 a 60% en peso, del metal de transición, calculado como el metal en el estado de oxidación 0.

20

Durante la isomerización, la velocidad de espacio por hora del catalizador desde 0.1 a 2 kg, preferiblemente de 0.2 a 1.5 kg, mas preferiblemente desde 0.4 a 1 kg, de IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37 por 1 de catalizador y hora se mantiene.

25

Se le da preferencia al llevar a cabo la isomerización amonio líquido. Para cada mol de IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37, es ventajoso utilizar un exceso de  $\text{NH}_3$  en la isomerización desde 0.5 a 100 mol, preferiblemente de 2 a 50 mol, mas preferiblemente de 5 a 40 mol.

30

La isomerización del IPDA se puede llevar a cabo en la presencia de un solvente, por ejemplo alcoholes o éteres (tetrahidrofurano), aunque también es posible trabajar sin un disolvente.

La isomerización se puede llevar a cabo continuamente o en tandas. Se le da preferencia a la reacción continua. Es posible utilizar cualesquiera tanques deseados agitados resistentes a presión o batería de tanque agitadas. En una modalidad particularmente preferida son utilizados reactores en los cuales el IPDA que tiene la proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37 es continuamente pasado sobre un lecho de catalizador fijo en la fase líquida o en método de goteo. También es posible utilizar hornos de eje.

35

En otra implementación variante del proceso de isomerización de acuerdo con la invención, la isomerización no se lleva a cabo en un tanque agitado separado bajo las condiciones especificadas anteriormente, si no en su lugar el IPDA que tiene la proporción de isómeros cis/trans de <63/37 hacer isomerizada se alimenta a cualquier reacción deseada conocida de la técnica anterior para preparar un IPDA de IPN,  $\text{H}_2$  y  $\text{NH}_3$  en la presencia de un catalizador de hidrogenación. Ejemplos de los procesos de preparación IPDA de la técnica anterior son dados en la introducción.

40

En las figuras 1 y 2 del dibujo final muestra esquemas de plantas en los cuales la etapa b) del proceso de acuerdo con la invención para obtener IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans de por lo menos 73/27 se lleva a cabo en dos columnas, es decir.

45

La figura 1 es una descripción esquemática de una planta en la cual la primera columna es una columna de destilación convencional y la segunda columna es una columna de pared divisoria.

50

La figura 2 es una descripción esquemática de una planta donde la primera columna es una columna de pared divisoria y la segunda columna es una columna de destilación convencional.

55

En una planta de acuerdo con la figura 1, una mezcla de producto que contiene un IPDA crudo se introduce en una columna de destilación convencional 7 por vía de una entrada 1 y se destila allí. Los componentes con ebullición baja se remueven por vía de la parte superior 14 de la columna transferida después de condensación en un condensador 12 a un separador de fase 9 y separada allí en una fase acuosa orgánica más ligera y una mas pesada. La fase orgánica más ligera es parcialmente descartada por vía del despeje 4, parcialmente reciclada en la columna de destilación 7. La fase acuosa mas pesada es desechada por vía de la salida 8.

60

Las temperaturas en la parte superior de la columna de destilación 7 son generalmente de 20 a 100°C, preferiblemente de 30 a 80°C, y mas preferiblemente de 35 a 65°C., a una presión promedio en la columna de desde 50 a 1000 mbar. Las temperaturas en la parte inferior de la columna de destilación 7 son generalmente de 150 a 250°C, preferiblemente de 170 a 225°C, mas preferiblemente de 170 a 190°C. Se le da preferencia a una presión promedio en la columna de desde 100 a 500 mbar, se le da particular preferencia a una presión promedio de desde 110 a 200 mbar. Las partes inferiores 13 de la columna de destilación 7 son transferidas continuamente a una columna de pared divisoria 6.

65

## ES 2 290 546 T3

En la línea 15, una rama 16 conduce a un evaporador 11 donde una porción del efluente inferior se evapora de nuevo y se alimenta de regreso a la columna 7. Las fracciones enriquecidas con isómeros cis se retiran de la columna 6 por vía de un retiro de corriente lateral 2, y la fracción enriquecida en isómero trans se remueve por vía de la parte superior de la columna de destilación, condensada en un condensador 12 y luego parcialmente reciclada en la columna 6, retirada parcialmente por vía de la línea 3. Después de la isomerización, y el incremento asociado en el contenido cis, la fracción isomerizada de esta manera se alimenta en la línea 1. Las impurezas con alto punto de ebullición son removidas por vía de la parte inferior 13 de la columna de pared de división 6 y se descargan parcialmente por vía de la línea 5, se retroalimentan parcialmente a la columna 6 después de evaporación en un evaporador 11.

La columna de pared de división 6 generalmente se opera a una temperatura desde 100 a 250°C en la parte superior y temperaturas desde 150 a 300°C en la parte inferior y presiones de 10 a 1000 mbar, preferiblemente a temperaturas de 130 a 190°C en la parte superior y/o temperaturas desde 170 a 250°C en la parte inferior y/o presiones desde 30 a 200 mbar, mas preferiblemente a temperaturas desde 140 a 160°C en la parte superior y/o temperaturas de 170 a 195°C en la parte inferior o presiones desde 35 a 50 mbar.

Cuando en la etapa b) del proceso de acuerdo con la invención se lleva a cabo en una planta de acuerdo con la figura 2, el IPDA crudo se introduce en una columna de pared divisoria 6 por vía de la alimentación 1. Las impurezas con alto punto de ebullición obtenidas como los de cantados 13 de la columna son parcialmente descargados por vía de salida 5, parcialmente retroalimentados a la columna después de la evaporación en un evaporador 11, las impurezas con bajo punto de ebullición se remueven por vía de la parte superior 14 de la columna y transferidos después de condensación en un condensador 12 a un separador de fase 9. La fase orgánica más ligera que se recolecta es parcialmente descargada por vía de la salida 4, parcialmente reciclada en la columna de pared de división 6. La fase mas pesada es descargada por vía de la salida 8.

El IPDA purificado es retirado por vía del retirado de la corriente lateral 10 de la columna de pared divisoria 6 y transferida a una columna adicional 7 la cual en este caso se configura como una columna de destilación convencional. Los componentes de punto de ebullición bajo se remueve por vía de la parte superior 14 de la columna 7 y después de la condensación en un condensador 12, parcialmente retroalimentado a la columna 7, parcialmente introducido hacia la entrada 1, con el fin de alimentarlos a una separación renovada de la columna 6. Lo mismo ocurre en los componentes de ebullición más altos, que son removidos por vía de la parte inferior 13 de la columna 7 y parcialmente retroalimentados a la columna 7 después de la evaporación en un evaporador 11, parcialmente agregado a la mezcla del producto en la entrada 1.

La fracción enriquecida con isómeros cis es removida por vía del separado de corriente lateral 2, y la fracción enriquecida con isómero trans por vía del retirado de corriente lateral 3 y, después de isomerización, alimentados hacia la línea 1. El retirado de la corriente lateral para la fracción enriquecida con isómero cis está por debajo del retirado de corriente lateral para la fracción enriquecida en isómero trans.

Es particularmente ventajoso llevar a cabo la etapa b) del proceso en una planta de acuerdo con la figura 2 en razón a que las impurezas con punto de ebullición bajo y alto son cada uno removidas en dos puntos: los componentes con bajo punto de ebullición son removidos por vía de la parte superior 14 de la columna 6 y por vía de la parte superior 14 de la columna 7, aunque las impurezas con alto punto de ebullición son removidas por vía del efluente inferior 13 de la columna 6 y por vía del efluente inferior 13 de la columna 7.

En una planta de acuerdo a la figura 2, la columna de pared divisoria 6 es generalmente operada a temperatura desde 5 a 100°C, preferiblemente desde 10 a 90°C, mas preferiblemente de 15 a 50°C. Las temperaturas en la parte inferior son generalmente desde 150 a 300°C, preferiblemente de 170 a 250°C, mas preferiblemente de 170 a 195°C. La presión promedio en la columna de pared divisoria 6 es de 10 a 1000 mbar, preferiblemente de 30 a 200 mbar, más preferiblemente 35 a 50 mbar. Las temperaturas en la parte superior de la columna de destilación 7 son generalmente desde 130 a 250°C, preferiblemente desde 140 a 200°C, mas preferiblemente de 150 a 170°C. Las temperaturas en la parte inferior de la columna de destilación 7 son generalmente de 140 a 250°C, preferiblemente de 150 a 220°C, mas preferiblemente de 160 a 190°C. La presión promedio en la columna de destilación 7 en una planta de acuerdo a la figura 2 es de 30 a 1000 mbar, preferiblemente de 50 a 300 mbar, mas preferiblemente de 80 a 120 mbar.

La invención se ilustra adicionalmente ahora en los ejemplos de implementación que siguen.

### Ejemplos de implementación

#### Ejemplo comparativo 1

La preparación del IPDA proveniente de IPN y el posterior trabajo de destilación.

En la hidrogenación aminante de isoforonitrilo a isoforonodiamina se efectúa en un proceso continuo en tres reactores conectados en serie a una presión de 250 bar, como se describe en la EP-B 0729937. El catalizador es calentado hasta 280°C, a una tasa de calentamiento de 2 K/min bajo una atmósfera de hidrógeno. Después de mantener esta temperatura durante 12 h, la temperatura regresa a una temperatura de reacción particular.

## ES 2 290 546 T3

El isoforonitrilo (130 ml/h), amonio (600 g/h) e hidrógeno (300 l/h) pasan a una temperatura desde 80 a 100°C mediante el método de fase líquida a través del primer reactor (reactor de iminación de 200 ml), llenado con gamma-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (extruidos 4 mm) como un soporte para el catalizador. La iminación se efectúa allí. La mezcla de reacción se conduce en el primer reactor con el catalizador descrito en la EP-A 0742045. La temperatura allí es de 90°C. En el último reactor (130°C), la posthidrogenación se efectúa sobre el mismo catalizador. La secuencia es una fase líquida-fase líquida de goteo. La mezcla del producto es descomprimida en un separador (composición ver tabla 1) y es destilada en tandas en una columna de destilación. Detalles de la columna de destilación:

Diámetro de la columna: 30 mm, altura de empaque: 1.5 m, empaque: Sulzer DX de Sulzer Ltd (Winterthur, Suiza), 45 placas teóricas, presión de 30 mbar, proporción de reflujo 10/1.

Primero, la fracción que tiene una proporción de isómero cis/trans de 60/40 se remueve. El punto de ebullición de la fracción es 137.5°C. Luego, la fracción se aísla la cual contiene 75% de IPDA cis y 25% de IPDA trans y tiene un punto de ebullición de 138.7°C. Las muestras tomadas son cada una analizadas mediante cromatografía de gas.

### Ejemplo 2

*Preparación de IPDA del IPN, trabajo de destilación posterior y reciclamiento de la fracción a la que le falta cis en el reactor de síntesis*

El ejemplo 1 se repitió excepto que 50 ml/h cada uno de la primera fracción removida (IPDA que tiene una proporción de isómeros cis/trans de 60/40) se alimentan en la reacción además de la corriente de IPN (130 ml/h). Las muestras tomadas fueron analizadas mediante cromatografía de gas. La composición del IPDA crudo puede ser tomada de la tabla 1.

TABLA 1  
*Resultados de los ejemplos 1 y 2*

	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo 2
Rendimiento total de IPDA	92,8%	94,4%
Proporciones de isómeros Roh-IPDA	69,7 % en peso	66,1 % en peso
Subproductos crudos por eliminación de (Ia, Ib)	4,4 % en peso	2,7 % en peso
Subproductos metilados (IIa, IIb)	0,8 % en peso	0,4 % en peso
Subproductos cíclicos 1,3,3- trimetil -6-azabicyclo [3,2,1]octano (IV)	0,3 % en peso	0,5 % en peso
Aminonitrilo (II)	0 % en peso	0,1 % en peso
Proporción total de subproductos en Roh-IPDA	5,5 % en peso	3,7 % en peso

La remoción de acuerdo con la invención de la fracción de IPDA a la que le falta el isómero cis y su reciclamiento en el reactor de síntesis para la isomerización permiten un rendimiento total de IPDA por ser aun incrementado y la proporción de los subproductos para ser reducida. Un incremento ligero en la proporción del compuesto IV no afecta, en razón a que este puede ser fácilmente removido del IPDA. A pesar de hecho de que la proporción de isómeros cis/trans se vuelve un poco peor, este procedimiento es mas económico en total que el uso de los catalizadores costosos y la observancia de una secuencia de reacción complicada para preparar el IPDA que tiene un proporción de isómeros cis/trans en primer lugar, en razón a que el isómero cis se puede enriquecer mediante el proceso de destilación posterior.

### Ejemplo 3

*Isomerización del IPDA-trans*

Un auto clave de 300 ml equipado con un agitador magnético y una canasta catalizadora, 20 ml de un catalizador de cobalto preparado de acuerdo a la EP-A 0742045 y 40 ml de trans-isoforonodiamina fueron inicialmente cargados. El auto clave se sello, y se inyectaron 60 ml de amonio por vía de una ventana de inspección. Se utilizo hidrógeno para ajustar la presión a 50 bar. Después de calentar a una temperatura de reacción de 130°C, la inyección renovada de hidrógeno se utilizo para ajustar la presión a 250 bar. El auto clave se mantuvo bajo estas condiciones durante 24 horas. Después del final de los experimentos, el auto clave se descomprimió durante 6 horas con agitación y a temperatura

## ES 2 290 546 T3

ambiente. Con el fin de permitirle al amonio que estaba a un disuelto escapar. Para el análisis de cromatografía de gas, fueron tomadas muestras presurizadas. Los resultados se presentan gráficamente en la figura 3.

### Ejemplo 4

#### *Isomerización de IPDA-trans*

El ejemplo 3 se repitió, excepto que la temperatura de reacción de 110°C, el nivel de 130°C se ajustó. Los resultados se presentan gráficamente en la figura 3

#### *Evaluación de la figura 3*

La figura 3 muestra una evaluación gráfica de los ejemplos 3 y 4 de implementación. El eje y muestra la proporción del IPDA cis y la mezcla de isómero IPDA cis/trans en % en peso. El tiempo de reacción en horas es graficado sobre el eje x. el IPDA cis se representa mediante cuadros llenados, el IPDA trans mediante círculos llenados.

Partiendo de 100% de IPDA-trans en peso, se puede ver que la proporción del isómero trans cae continuamente en el curso del tiempo a un valor aproximado de 35% en peso, mientras que la proporción del isómero cis se incrementa continuamente a un valor de aproximado de 65% en peso a una temperatura de reacción de 130°C, ya se había logrado un equilibrio después de 7 horas, aunque el tiempo de reacción se incremento a 23 horas cuando la temperatura de reacción se redujo a 110°C, una mezcla de isómero que tenía aproximadamente 45% en peso de cis de aproximadamente 55% en peso de trans es por lo tanto obtenida después de 7 horas.

### Ejemplo 5

#### *Isomerización de IPDA-cis*

En un auto clave de 300 ml equipado con un agitador magnético y una canasta de catalizador, 20 ml de un catalizador de cobalto preparado de acuerdo a la EP-A 0742045 y 40 ml de IPDA- cis fueron inicialmente cargados. El auto clave se sello, y 60 ml de amonio se inyectaron por vía de una ventana de inspección. El hidrógeno se utilizo para ajustar la presión a 50 bar. Después de un calentamiento por etapas hasta una temperatura de reacción de 130°C, el hidrógeno se utilizo para ajustar la presión a 250 bar. El auto clave se mantuvo bajo estas condiciones durante 24 horas. Después del final de los experimentos, el auto clave se descomprimió durante 6 horas con agitación y a una temperatura ambiente. Con el fin de permitirle al amonio aun estaba disuelto a escapar. Para el análisis de cromatografía de gas, fueron tomadas muestras presurizadas. Los resultados se presentan gráficamente en la figura 4.

### Ejemplo 6

#### *Isomerización de IPDA-cis*

El ejemplo 5 se repitió, excepto que la temperatura de reacción de 110°C, el nivel de 130°C se ajusto. Los resultados fueron presentados gráficamente en la figura 4.

### Ejemplo 7

#### *Isomerización de IPDA-cis*

El ejemplo 5 se repitió, excepto que la temperatura de reacción de 90°C, en lugar de 130°C que ajusto. Los resultados fueron tomados de la figura 4.

#### *Evaluación de la figura 4*

La figura 4 muestra una evaluación gráfica de implementación ejemplos 5,6 y 7. El tiempo de reacción en horas se gráfica sobre el eje x. la proporción del IPDA cis en una mezcla de isómero IPDA cis/trans % en peso es dada sobre el eje y. el IPDA-cis se representa por cuadros llenos, el IPDA-trans por círculos llenos.

Partiendo del 100% en peso del IPDA-cis, se puede ver que la proporción del isómero cis cae continuamente con el tiempo a un valor aproximadamente de 65% en peso, aunque la proporción del isómero trans se eleva continuamente a un valor de aproximadamente de 35% en peso. Dependiendo de la temperatura de reacción, se logra equilibrio con una rapidez variante. A una temperatura de reacción de 130°C, ya se había logrado equilibrio después de 7 horas, aunque la reducción de la temperatura de reacción a 110°C resulta en un incremento en el tiempo de reacción a 22 horas y una reducción adicional en la temperatura de reacciona 90°C resulta en que se requieren 3 días.

## ES 2 290 546 T3

### Lista numerada referencia

- 1 Alimentación del IPDA crudo
- 5 2 Retiro de la fracción enriquecida en isómero cis
- 3 Retiro de la fracción enriquecida en isómero trans
- 4 Retiro de las impurezas con punto de ebullición bajo
- 10 5 Retiro de las impurezas con el punto de ebullición alto.
- 6 Columna de pared divisoria
- 15 7 Columna de destilación convencional
- 8 Retiro de los constituyentes relativamente pesados de la fracción de ebullición baja.
- 9 Separador de fase
- 20 10 Retiro de corriente lateral
- 11 Evaporador
- 25 12 Condensador
- 13 Parte inferior de la columna
- 14 Parte superior de la columna
- 30 15 Línea
- 16 Rama.
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65

## ES 2 290 546 T3

### REIVINDICACIONES

5 1. Un proceso para preparar 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforonodiamina, IPDA) sustancialmente pura que tiene una proporción de isómeros cis/trans de por lo menos 73/27, y comprende la siguientes etapas:

a) suministrar IPDA crudo que tenga una proporción de isómeros cis/trans de <73/27;

10 b) Purificar y separar el IPDA crudo en una fracción que tenga una proporción de isómero cis/trans de por lo menos 73/27 y una fracción que tenga una proporción de isómeros cis/trans de por lo menos 63/37;

15 c) Isomerizar la fracción de IPDA sustancialmente crudo que tenga una proporción de isómero cis/trans de menos de 63/37 obtenida en la etapa b) a IPDA que tenga una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 63/37 a 66/34 en la presencia de H<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub> y un catalizar de hidrogenación y reciclar en la etapa a) del proceso.

2. El proceso de acuerdo a la reivindicación 1 en donde el IPDA crudo se purifica y se separa en la etapa b) del proceso mediante destilación

20 3. El proceso de acuerdo a la reivindicación 2, en donde la etapa b) del proceso se lleva acabo en dos columnas de destilación espacialmente separadas.

4. El proceso de acuerdo a la reivindicación 3, en donde por lo menos una de las columnas de destilación es una columna de pared divisoria.

25 5. El proceso de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde le IPDA se separa en la etapa b) del proceso en una fracción que tenga una proporción de isómeros cis/trans en el rango de 73/27 a 76/24 y una fracción que tenga una proporción de isómeros cis/trans de menos de 63/37.

30 6. El proceso de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el IPDA crudo que tenga una proporción de isómeros cis/trans de 70/30 se suministra en la etapa a) del proceso.

35 7. El proceso de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el catalizador de hidrogenación utilizado en la etapa c) del proceso es un catalizador que comprende por lo menos un metal de transición seleccionado del grupo de cobro, plata, oro, hierro, cobalto, níkel, renio, rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio, platino, cromo, molibdeno y tungsteno, preferiblemente seleccionado del grupo de cobre, plata, hierro, cobalto, níkel, rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio y platino, mas preferiblemente seleccionado del grupo de cobre, cobalto, níkel, rutenio, iridio, rodio, paladio y platino.

40

45

50

55

60

65

FIG. 1

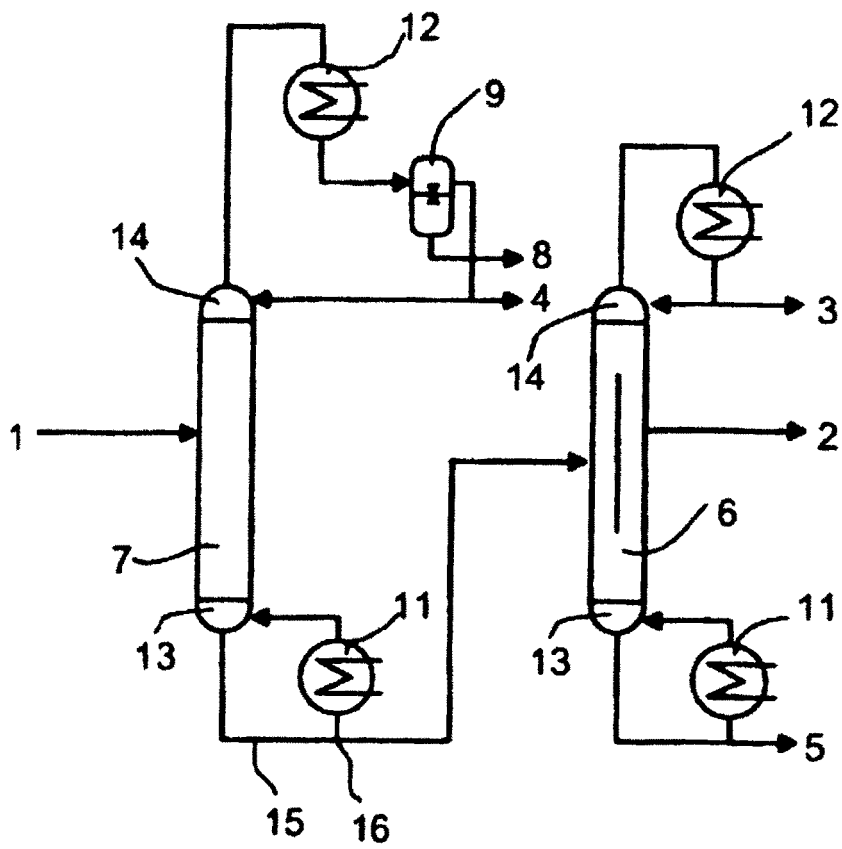


FIG. 2

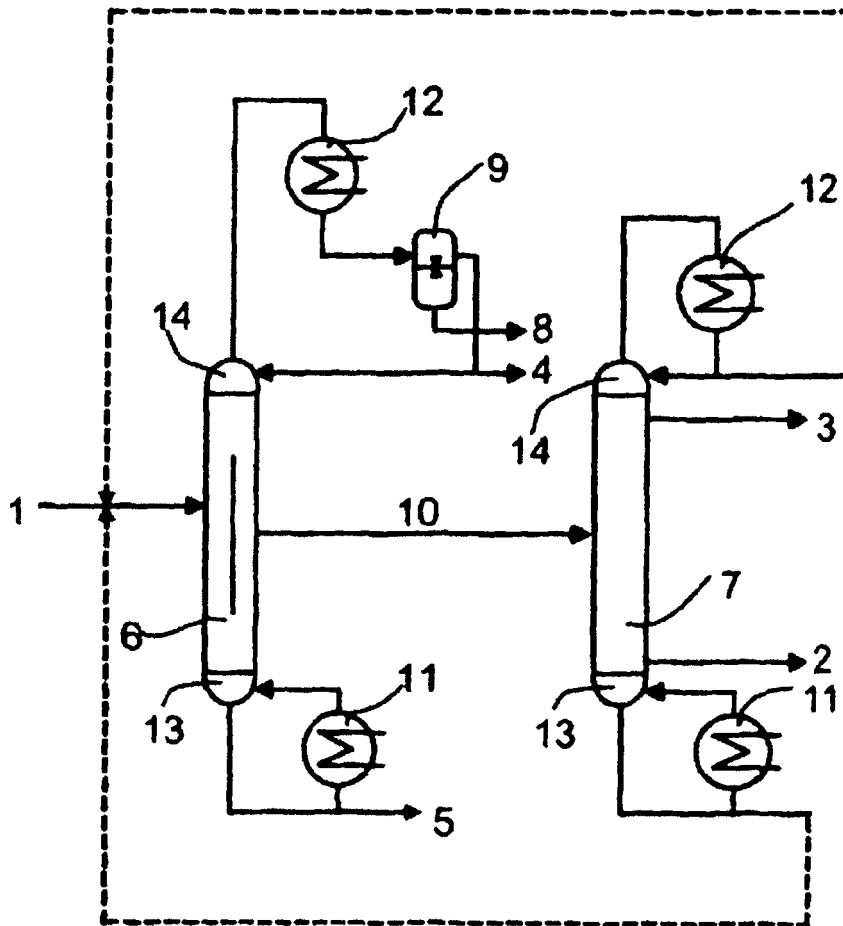


FIG. 3

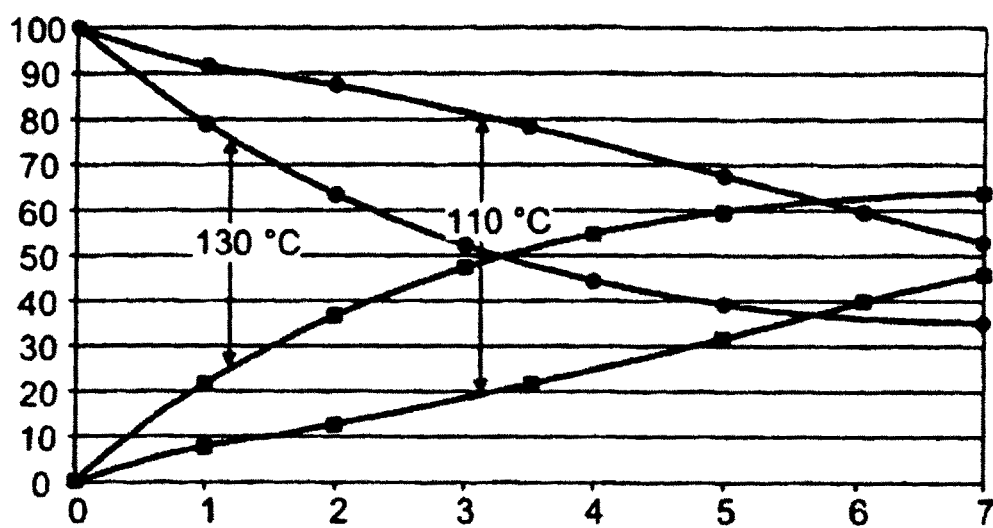


FIG. 4

