

【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23年4月14日 (2011.4.14)

【公表番号】特表2010-520170(P2010-520170A)

【公表日】平成22年6月10日 (2010.6.10)

【年通号数】公開・登録公報2010-023

【出願番号】特願2009-551210(P2009-551210)

【国際特許分類】

C 0 7 C 209/48 (2006.01)

C 0 7 C 211/14 (2006.01)

C 0 7 C 209/86 (2006.01)

C 0 7 D 295/14 (2006.01)

C 0 7 D 295/12 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 C 209/48 C S P

C 0 7 C 211/14

C 0 7 C 209/86

C 0 7 D 295/14 A

C 0 7 D 295/12 A

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成23年2月25日 (2011.2.25)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の段階：

a) エチレンジアミン (EDA) をホルムアルデヒド及び青酸 (HCN) と反応させてエチレンジアミンジアセトニトリル (EDDN) を取得する段階、

この際、EDA 対ホルムアルデヒド対 HCN のモル比は、1 : 1.5 : 1.5 ~ 1 : 2 : 2 であり、

b) 段階 a) で得られる EDDN を、触媒及び溶剤の存在下で水素添加する段階を含むトリエチレンテトラアミン (TETA) の製法。

【請求項 2】

段階 a) は、選択 a 1) ~ a 4) により実施され、この際、

a 1) 先ずホルムアルデヒド及び HCN を反応させて、ホルムアルデヒドシアンヒドリン (FACH) を生成させ、引き続いてエチレンジアミン (EDA) を FACH と反応させ、この際、EDA 対 FACH のモル比は 1 : 1.5 ~ 1 : 2 であり、又は

a 2) エチレンジアミンホルムアルデヒド付加物 (EDFA) を HCN と反応させ、この際、EDFA 対 HCN のモル比は 1 : 1.5 ~ 1 : 2 であり、又は

a 3) EDA をホルムアルデヒド及び青酸を含む混合物 (GFB) と反応させ、この際、EDA 対 GFB のモル比は 1 : 1.5 ~ 1 : 2 であり、又は

a 4) EDA をホルムアルデヒド及び HCN と同時に反応させ、この際、EDA 対ホルムアルデヒド対 HCN のモル比は 1 : 1.5 : 1.5 ~ 1 : 2 : 2 である、請求項 1 に記

載の方法。

【請求項 3】

段階 a) は、水相で及び / 又は 10 ~ 90 °C の温度で実施される、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

EDDN は、EDDN とともにエチレンジアミンモノアセトニトリル (EDMN) も含有するアミノニトリル混合物中に含有されている、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

示されたパラメーター範囲での、アミノニトリル混合物中の EDMN の割合を上昇させるために、より少ないモル割合の FACH (選択 a 1)、HCN (選択 a 2)、GFB (選択 a 3) 又はホルムアルデヒド及び HCN (選択 a 4) を使用する、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

アミノニトリル混合物は、EDDN 少なくとも 30 質量% 及び EDMN 少なくとも 5 質量% を含有する、請求項 4 又は 5 に記載の方法。

【請求項 7】

段階 a) は、選択 a 1) により実施される、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

水素添加の前に (段階 b) 反応混合物から低沸点物を分離させ、この際、選択 a 1) での低沸点物分離は、FACH の製造に続いて既に行なわれてよく、及び / 又は水素添加の前に、水の濃度の減少が実施される、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

段階 b) で、ラネー触媒を使用する、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

段階 b) で、ラネーニッケル触媒又はラネーコバルト触媒を使用する、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

段階 b) で、溶剤は、水及び / 又は有機溶剤であり、及び / 又は圧力は 30 ~ 250 バールであり、及び / 又は温度は 80 ~ 140 °C である、請求項 1 から 10 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

有機溶剤が、テトラヒドロフラン又はメタノールである、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

水素添加後に、TETA 及び / 又はジエチレントリアミン (DETA) 及び場合により、副生成物として各々得られる反応生成物中に含まれている他のエチレンアミンを単離させる、請求項 1 から 12 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

EDDN 又はアミノニトリル混合物を、EDDN 又はアミノニトリル混合物が水素添加の際に水素と反応する速度よりも早くない速度で水素添加に供給する、請求項 1 から 13 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

水素添加は、添加剤の存在下で実施される、請求項 1 から 14 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

段階 b) で得られる DETA を全部又は部分的に段階 a) に返送させる、請求項 1 から 15 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 17】

返送された D E T A を選択 a 1 ) により F A C H と反応させ、この際得られる反応生成物を水素添加する、請求項 1 6 に記載の方法。

【請求項 1 8】

水素添加後に、テトラエチレンペンタアミン ( T E P A ) を反応生成物から単離させる、請求項 1 6 又は 1 7 に記載の方法。

【請求項 1 9】

段階 b ) で得られるアミノエチルピペラジン ( A E P i p ) を全部又は部分的に段階 a ) に返送させる、請求項 1 から 1 8 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 2 0】

返送された A E P i p を選択 a 1 ) により F A C H と反応させ、この際得られる反応生成物を水素添加する、請求項 1 9 に記載の方法。

【請求項 2 1】

水素添加後に、ジアミノエチルピペラジン ( D A E P i p )、ピペラジノエチルエチレンジアミン ( P E E D A ) 及び / 又はアミノエチルピペラジニルエチルエチレンジアミン ( A E P E E D A ) を別々に反応生成物から単離させる、請求項 1 9 又は 2 0 に記載の方法。

【請求項 2 2】

ピペラジニルエチルアミノアセトニトリル ( P E A N ) , アミノエチルピペラジニルアセトニトリル ( A E P A N ) 又はシアノメチルピペラジニルエチルアミノアセトニトリル ( C M P E A N ) から選択されるアミノニトリル。

【請求項 2 3】

A E P i p を F A C H と反応させる、請求項 2 2 に記載のアミノニトリルの製法。