公告本

315363

申請日期	84.06.26
案號	84106538
類別	C07C 209/36, 209/90 Int.·Cl[6]

（以上各欄由本局填註）

A4
C4

315363

發明 ~~新型~~ 專利說明書

一、發明 新型 名稱	中文	儲存及運輸甲苯二胺的方法
	英文	Process for Storage and Transport of Toluenediamine
二、發明 創作 人	姓名	理查·凡·寇特·卡爾 安德魯·詹姆士·卡塞爾
	國籍	美國
	住、居所	美國賓州艾倫鎮南26街416號 美國賓州新崔玻里市奇斯特勒路5615號
三、申請人	姓名（名稱）	氣體產品及化學品股份公司
	國籍	美國
	住、居所（事務所）	美國賓州艾倫鎮漢彌爾頓大道7201號
	代表人姓名	威廉·F·馬許

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

315363

（由本局填寫）

承辦人代碼：	
大　　類：	
ＩＰＣ分類：	

A6
B6

本案已向：

美　　國（地區）　申請專利，申請日期994.10.5 案號08/318324，□有　□無主張優先權

有關微生物已寄存於：　　，寄存日期：　　，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（ 1）

發明領域

本發明涉及製備能在液相狀態下儲存和運輸的間甲苯二胺的方法。

發明背景

甲苯二胺在工業上是通過將用混合酸法製得的二硝基甲苯氫化製備的。在該方法中，甲苯與硝酸在硫酸的存在下，在能夠生成主要包含2,4-和2,6-二硝基甲苯異構物混合物(65-80% 2,4-和20-35% 2,6-)的反應產物的條件下接觸。將二硝基甲苯回收，然後在氫化催化劑(例如鎳催化劑)的存在下使其與氫接觸。氫化完成後，將含有甲苯二胺的反應產物在減壓和高溫(360-390℉)下蒸餾，以除去所有輕餾分、水、甲苯胺、鄰甲苯二胺和副產物。蒸餾之後，從大約390℉的塔底回收間甲苯二胺異構物混合物並送入產品冷卻器中降溫至大約230-250℉，並將壓力升至大氣壓。所得間甲苯二胺異構物混合物被送去儲存。

甲苯二胺是一種高熔點芳族二胺，其熔點約爲105℃(220℉)。因爲其熔點高，所以儲存和運輸變困難，尤其是在大容器(例如船運中的大容器)中。如果將間甲苯二胺異構物混合物轉變爲固體，則芳族二胺在再熔化時可能由於傳熱差而發生降解。不僅有穩定性的問題，而且存在由於傳熱差而需要再熔化大的固體塊的問題。人們已嘗試過將甲苯二胺粒化供再熔用，但由於固體顆粒之間傳熱差，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）
83.3.10,000

五、發明說明（ 2）

上述嘗試仍然是不能接受的。於是，甲苯二胺異構物通常存放在小容器中，並用裝備有能使甲苯二胺的溫度保持在其熔點以上的裝置的卡車或運輸車輛運輸。

在大容器如遠洋貨輪所用的容器中進行長期儲存是極其困難的。與這種儲存和/或運輸有關的一個問題是缺少將儲存的甲苯二胺保持在熔點溫度之上所必需的裝置。除了將甲苯二胺保持在其熔點溫度之上所需的裝置之外，還有在較長一段時間內將甲苯二胺的溫度保持在其熔點以上所引起的操作能量成本問題。

發明要旨

本發明涉及生產間甲苯二胺異構物混合物的改良方法，所述混合物能儲存和運輸，特別是長期儲存或在大容器(例如船用容器)中儲存。基本過程包括：將甲苯二硝基化，得到含2,4-有和2,6-二硝基甲苯的反應產物；將含有2,4-和2,6-二硝基甲苯的反應產物氫化成2,4-和2,6-甲苯二胺；將氫化反應產物在減壓和高溫下蒸餾製得最終的實質上無水的富含2,4-和2,6-甲苯二胺的產物；將最終產物冷卻，送去儲存或裝運。該方法的改良之處在於採用加入熔融態甲苯二胺的5-15%(重量)的水，混合並控制所得甲苯二胺-水混合物的溫度使得甲苯二胺-水混合物的最終溫度不超過沸點的方法明顯地降低了富2,4-和2,6-甲苯二胺無水產物的熔點。最終產物可直接儲存和

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）
83.3.10,000

五、發明說明（ 3）

運輸。引入無水甲苯二胺中的水濃度較適宜的爲大約7-10%(重量)。

本發明方法有幾個顯著的優點，它們包括：

能夠明顯降低間甲苯二胺的凝固點，方法是加入相對於間甲苯二胺爲少量的水，以便儲存和運輸，特別是遠洋貨運；

能夠降低由於長期儲存或長途運輸而將甲苯二胺保持液相狀態的能量耗費；

能夠將無水間甲苯二胺轉變爲適合於常規設備的較低熔點的間甲苯二胺；

能夠在不引起變色、大量副產物生成和儲存期的穩定性變化的情況下將間甲苯二胺轉變爲低熔點固體；

能夠在低溫下從間甲苯二胺中除去水，從而節省了高溫蒸餾引起的能量耗費。

發明之詳細說明

甲苯二胺通常是通過二硝基甲苯的氫化來生產的，二硝基甲苯又是通過用混合酸將甲苯硝化來生產的。將二硝基甲苯氫化得到的反應產物在眞空下分餾，以除去輕(高揮發性)物質(例如去氨基化產物)、氨和殘留水，它們是在反應中產生的。蒸餾除去反應產物中的副產物和殘留水，從而生成主要由2,4-和2,6-甲苯二胺組成的、含有極少量雜質的無水間甲苯二胺。從蒸餾塔底回收的間甲苯二胺異構物混合物的溫度一般爲大約380-400℉。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）
83.3.10,000

修正補充 85.12.23 本年月日

五、發明說明（ ）

4

我們發現將間甲苯二胺的熔點由大約200-250℉加予下降可以在對儲存中的產物不產生負面影響的情況下使得間甲苯二胺適合於長期儲存和船運。熔點降低是通過將熱的軟化水、去離子水或蒸餾水在加壓下加到200-250℉的間甲苯二胺中而實現的。混入可溶於甲苯二胺的水，能容易地將該混合物的凝固點降至大約145-165℉。本發明方法的顯著優點之一是如果引入熱(160-190℉)水，則僅將間甲苯二胺混合物的溫度從220-250℉降至大約210-235℉。如果水是80-90℉，則降至大約200-225℉。在上述兩種情況下，所得最終溫度水平可較長時間地提供足夠的內部熱量，從而可不需要外部熱源。主要的一點是間甲苯異構物混合物的最終溫度應在泡點(即沸騰開始時的溫度)以下。對於含有大約5%水的甲苯二胺混合物，泡點溫度大約爲256℉而當甲苯二胺混合物含有大約10%水時，泡點溫度則降至大約242℉。然而，該最終溫度仍遠高於間甲苯二胺混合物的凝固點，從而爲長期保持液相狀態提供了大量的殘留熱。

雖然也可以使水濃度大於大約15%，以便將甲苯二胺的凝固點降至一較低的溫度，然而這種凝固點的降低一般會較小而不具有能源效率。由於水的熱容高，所以水不僅降低了甲苯二胺的溫度，隨後蒸餾除去水所引起的能耗也增加。

實施例1

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）-

五、發明說明（ ）

5

凝固點的測定

爲測定水對於無水甲苯二胺的凝固點和穩定性的影響，我們在水存在下進行了一系列試驗。這裡所測定的凝固點是指結晶開始時的溫度，不是指全部甲苯二胺成爲固體時的溫度。

將熔融態間甲苯二胺異構物混合物(80% 2,4-及20% 2,6-甲苯二胺)與不同量的水混合得到不同濃度的混合物，並將其緩慢冷卻。隨時間測取物料的溫度。當溫度恒定大約15分鐘時，記錄凝固點。下表給出了結果。

凝固點				
溫度(°F)	170	165	160	150
水(重量百分數)	3.4	4.9	5.6	10.1

甲苯二胺-溶質混合物可在185°F穩定30天，不發生相分離。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

315363 84100008 A5 B5

85年12月23日 修正 補充

四、中文發明摘要（發明之名稱：）

儲存及運輸甲苯二胺的方法

本發明涉及一種儲存和運輸、特別是長期儲存或者在大容器(例如船運中的容器)中儲存甲苯二胺的改良方法。本發明方法的改良之處在於可顯著地降低由二硝基甲苯氫化產生的反應產物經分餾得到的無水甲苯二胺的熔點或凝固點。所述熔點降低是這樣實現的：加入重量爲甲苯二胺重量的5-15%的水並混合供儲存和運輸。向無水甲苯二胺中加入的水的量較適宜的爲大約7-10%(重量)。

英文發明摘要（發明之名稱：）

PROCESS FOR STORAGE AND TRANSPORT OF TOLUENEDIAMINE

This invention relates to an improved process for storing and transporting toluenediamine, particularly for long term storage or storage in large containers, e.g., shipboard containers. The improvement in the process resides in substantially reducing the melting or freezing point of anhydrous toluenediamine obtained by the fractional distillation of a reaction product generated by the hydrogenation of dinitrotoluene. Such melting point reduction is accomplished by adding water in an amount of from 5 to 15% by weight of the toluenediamine and mixing therein for storage and transport. Preferably the level of water introduced to the anhydrous toluenediamine is from about 7 to 10% by weight.

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

公告本 315363

84106538 A8 B8 C8 D8

85年12月23日 修正 補充

六、申請專利範圍

(八十五年十二月修正)

1、一種製備可供裝在大容器內儲存和/或運輸的間甲苯二胺的改良方法，其中的改良包含：

向溫度爲200-250℉之實質上無水的含65-80%之2,4-甲苯二胺和20-35%之2,6-甲苯二胺的間甲苯二胺異構物混合物中加入5-15%(重量)的軟化水，該混合物是藉由將二硝基甲苯氫化所產生的反應產物分餾得到的；將加入的水混合，以實質地降低該實質上無水的間甲苯二胺異構物混合物的凝固點；調節溫度，使產物的最終溫度在泡點以下。

2.如申請專利範圍第1項所述之方法，其中水的加入量爲(約)7-10%(重量)。

3.如申請專利範圍第2項所述之方法，其中當加入水時，實質上無水的間甲苯二胺異構物混合物的溫度是220-250℉。

4.如申請專利範圍第3項所述之方法，其中在向實質上無水的間甲苯二胺異構物混合物中加水時，水的溫度爲80-190℉。

5.一種生產間甲苯二胺混合物的方法，其中在硫酸存在下，在能夠生成主要包含2,4-和2,6-二硝基甲苯異構

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

六、申請專利範圍

物混合物的反應產物的條件下，使甲苯與硝酸接觸，回收二硝基甲苯，然後在氫化催化劑的存在下與氫氣接觸，將所得含有2,4-有和2,6-甲苯二胺的反應產物在減壓和高溫條件下在塔中蒸餾，以除去任何輕質餾分、水、甲苯胺、鄰甲苯二胺和副產物，從塔底回收實質上無水的間甲苯二胺異構物混合物，送入產品冷卻器，在冷卻器中溫度被降至(大約)200-250℉，壓力被升至至少大氣壓力，在將所得的間甲苯二胺異構物混合物製成能供儲存和/或運輸的最終間甲苯二胺異構物混合物方面的改良包含：

向溫度至少爲220℉的該實質上無水的間甲苯二胺異構物混合物中加入5-15%(重量)的去離子水；

將水與該實質上無水的間甲苯二胺異構物混合物混合，以及

調節最終溫度，使得產品的溫度在泡點溫度以下。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）