

【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30年8月2日(2018.8.2)

【公表番号】特表2017-520560(P2017-520560A)

【公表日】平成29年7月27日(2017.7.27)

【年通号数】公開・登録公報2017-028

【出願番号】特願2016-575025(P2016-575025)

【国際特許分類】

C 0 7 C 209/68 (2006.01)

C 0 7 C 211/54 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 209/68

C 0 7 C 211/54

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成30年6月21日(2018.6.21)

【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】

通常運転におけるホルムアルデヒド(2)に対するアニリン(1)のモル比、 A/F 通常運転で、アニリン(1)とホルムアルデヒド(2)との反応によるジフェニルメタン系ジアミンおよびポリアミン(MDA)の製造方法であって、前記方法が：
どちらかの変法の工程であって、変法A)に従って、

A . I) 反応器内に、アニリン(1)を質量流量 m_1 で導入し、ホルムアルデヒド(2)を質量流量 m_2 で導入して、前記反応器内において酸触媒(3)の非存在下、アニリン(1)とホルムアルデヒド(2)とを反応させてアミナールを生成し、次いで、得られた反応混合物を水相とアミナール含有有機相に分離する工程；

A . I I) 反応器内において、工程A . I)で得られた前記アミナール含有有機相の少なくとも一部を酸(3)と反応させて、前記アミナールが反応してジフェニルメタン系ジアミンおよびポリアミンを生成する工程；

ここで、以下の工程を実施して前記ジフェニルメタン系ジアミンおよびポリアミンの製造を停止する工程：

A . I . 1) 時点 t_0 において開始し、時点 t_1 ($t_1 > t_0$)において m_2 が0になるまで、工程A . I)の前記反応器中への前記ホルムアルデヒド(2)の質量流量 m_2 を低減し；

A . I . 2) 時点 t_2 ($t_2 > t_1$)において m_1 が0になるまで、工程A . I)の前記反応器中への前記アニリンの質量流量 m_1 を低減し；

A . I I . 1) m_3 が0になるまで、前記酸(3)の質量流量 m_3 を低減し；および

時点 t_1 に達するまで、工程A . I)の前記反応器内に導入されたホルムアルデヒド(2)に対する工程A . I)の前記反応器内に導入されたアニリン(1)の瞬間モル比、 A/F 瞬間が常に1.5、好ましくは $1.05 \cdot A/F$ 通常運転であるように、質量流量 m_1 および m_2 を減少させる工程、

あるいは、変法 B) に従って、

B . I) 反応器内においてアニリン (1) と酸 (3) を反応させて、使用した酸 (3) のアニリニウム塩を含有する反応混合物を生成する工程；

B . I I) 反応器内において、工程 B . I) で得られた反応混合物の少なくとも一部をホルムアルデヒド (2) と反応させて、必要に応じてさらなるアニリン (1) を導入し、必要に応じてさらなる酸 (3) を導入してジフェニルメタン系ジアミンおよびポリアミンを生成する工程；

ここで、以下の工程を実施して前記ジフェニルメタン系ジアミンおよびポリアミンの製造を停止する工程：

B . I I . 1) 時点 t_0 において開始し、時点 t_1 ($t_1 > t_0$) において m_2 が 0 になるまで、工程 B . I I) の前記反応器中への前記ホルムアルデヒド (2) の質量流量 m_2 を低減し；

B . I . 1) 時点 t_2 ($t_2 > t_1$) において m_1 が 0 になるまで、工程 B . I) の前記反応器内および必要に応じて工程 B . I I) の前記反応器内への前記アニリンの質量流量 m_1 を減少させ；

B . I . 2) m_3 が 0 になるまで、工程 B . I) の前記反応器内、および必要に応じて工程 B . I I) の前記反応器内への前記酸 (3) の質量流量 m_3 を低減し；および

前記時点 t_1 に達するまで、工程 B . I I) の前記反応器内に導入されたホルムアルデヒド (2) に対する工程 B . I) の前記反応器内に導入されたアニリン (1) および、存在する場合、工程 B . I I) の前記反応器内に導入されたアニリン (1) の瞬間モル比、 $A / F_{\text{瞬間}}$ が常に 1.5 、好ましくは $1.05 \cdot A / F_{\text{通常運転}}$ であるように、前記質量流量 m_1 および m_2 の減少が起こる工程を含んでなる、方法。

【請求項 2】

両方の変法の工程 I) および I I) を連続式プロセスの形態で実施する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記得られた混合物も、工程 A . I) または B . I I) 中および / または後に前記それぞれの反応器から排出する、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

両方の変法において、 $t_2 - t_1$ が > 0 時間である、請求項 1 ~ 3 の一項または複数項に記載の方法。

【請求項 5】

両方の変法において、前記酸 (3) の質量流量 m_3 を、時点 t_1 に開始してできるだけ早く減少させる、請求項 1 ~ 4 の一項または複数項に記載の方法。

【請求項 6】

両方の変法において、工程 A . I . 1) または B . I I . 1) を実施する前の質量流量 m_3 を時点 t_2 まで維持する、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

両方の変法において、さらなる酸 (3) の導入を時点 t_2 において停止する、請求項 8 または 6 に記載の方法。