

申請日期	90.6.5
案 號	090113615
類 別	C07D 201/16

A4 修正
C4 補正

(以上各欄由本局填註)

中文說明書修正本(91年8月)

發 明 專 利 說 明 書 506970		
一、發明 新 型 名 稱	中 文	自含己內醯胺及氨之溶液中移除氨之方法
	英 文	PROCESS FOR REMOVAL OF AMMONIA FROM SOLUTIONS INCLUDING LACTAM AND AMMONIA
二、發明人 創 作 人	姓 名	1.赫曼 路肯 HERMANN LUYKEN 2.法蘭克 歐貝克 FRANK OHLBACH 3.史帝芬 麥斯尼爾 STEFAN MAIXNER 4.拉夫-哈慕斯 菲斯齊 ROLF-HARTMUTH FISCHER 5.約翰-彼得 梅爾德 JOHANN-PETER MELDER 6.彼得 巴斯勒 PETER BABLER 7.安德斯 安斯曼 ANDREAS ANSMANN 均德國
	國 籍	均德國
三、申請人	住、居所	1.德國來恩河勞域沙芬市布魯斯勒街34號 2.德國杜森漢市斯巧街7號 3.德國史克威辛根市寇尼街53號 4.德國海德堡市伯格街98號 5.德國伯-伊格漢市菲克坦街2號 6.德國維恩漢市瑪麗亞-曼德街18號 7.德國威斯勒克市克普街6號
	姓 名 (名 稱)	德商巴地斯顏料化工廠 BASF AKTIENGESELLSCHAFT
三、申請人	國 籍	德國
	住、居所 (事務所)	德國來恩河勞域沙芬市
三、申請人	代 表 人 姓 名	1.安德瑞斯·拜伯拜奇 ANDREAS BIEBERBACH 2.維拉·史塔克 VERA STARK
	代 表 人 姓 名	

A6
B6

國（地區） 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

德國 2000年07月11日 10033516.0 ☒有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於： 寄存日期： ，寄存號碼：

裝訂線

五、發明說明 (1)

本發明係關於自包含內鹽胺及氨之溶液(I)中蒸餾移除氨之方法，該方法包括在絕對壓力低於10 bar下，於蒸餾裝置(a)中進行該移除。

許多化學製程中會產生包含內鹽胺及氨之溶液，例如在 Ω -胺基羧酸衍生物與水反應中產生環內鹽胺。

此等溶液於再使用上會有問題，因為內鹽胺，尤其是己內鹽胺，通常需要極高濃度之需求。

WO 95/14665及WO 95/14664敘述使液相中之6-胺基己腈("ACN")與水在非勻相觸媒及溶劑存在下反應，形成包含己內鹽胺及氨之溶液。但並未敘述此溶液之利用。

自含氨之溶液蒸餾移除氨一般係在高壓下進行(通常超過14 bar絕對壓力)，以得到在蒸餾裝置之塔頂處使氨冷凝適當之溫度。

本發明之目的係提供自包含內鹽胺及氨之溶液移除氨之技術上簡單且經濟之方法。

本發明者發現該目的由開始所定義之方法達成。

依據本發明，溶液(I)包含內鹽胺及氨。

理論上，已知對於內鹽胺並沒有限制。較佳者為C₄-C₂₀- Ω -羧酸之內鹽胺，如4-胺基丁內鹽胺、5-胺基戊內鹽胺、6-胺基己內鹽胺("己內鹽胺")、7-胺基庚內鹽胺或8-胺基辛內鹽胺，且最佳者為己內鹽胺。此等內鹽胺均可經取代，例如以C1-C4-烷基，鹵素，如氟、氯或溴，C1-C4-烷氧基或C1-C4-羧基取代，但較好內鹽胺為未經取代者。

亦可使用此內鹽胺之混合物。

五、發明說明 (2)

此等內鹽胺本身為已知。

此內鹽胺可藉由使相對應之胺基腈與水反應製備，例如對於己內鹽胺係與6-胺基己腈反應製備，如EP-A-0 659 741，WO 95/14664，WO 95/14665，WO 96/22874，WO 96/22974，WO 97/23454，WO 99/28296或WO 99/47500中之敘述。

此反應離開反應器之流動每莫耳內鹽胺至少含一莫耳之氨。離開反應器之流動可包含其他成分，如未反應之胺基腈、過量之水、在氣相反應中用於冷卻離開反應器之流動之水，或若適當之有機溶劑。

本發明之方法可使用內鹽胺及氨之任何混合物當作溶劑(I)，且較好為上述提及之離開反應器之流動，或此系統之混合物。

依據本發明，氨係在低於10 bar絕對壓力下，較好在低於8 bar絕對壓力下自溶液(I)蒸除。而有利地，所用之壓力為高於大氣常壓。

蒸餾壓力及蒸餾溫度較好應經選擇，使得基本之氨流可以以蒸氣形式自塔頂餾出物抽出。

蒸餾裝置(a)可為任一種常用之單段或多段蒸餾裝置，如Kirk-Othmer，化學技術手冊，第3版，Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979，第870-881頁中之敘述，如蒸發室或精餾室，例如篩板塔、氣泡蓋塔、依序充填之塔或隨機充填之塔。

此處可使用具有氣提及富含段之單段蒸餾室、純的氣提塔或精餾塔。

五、發明說明 (3)

較佳具體例中，蒸餾裝置(a)之塔頂處製得之基本上為氨流之蒸氣可通過冷凝器(ak)。沸點比氨高之化合物在該冷凝器中可有利地部份或全部冷凝，得到冷凝液(III)及基本上為氨之氣相。

冷凝液(III)可有利地部份或全部循環回到蒸餾裝置(a)中，尤其是當蒸餾裝置(a)為塔，且最好為該塔包含精餾段時。

氨可藉由吸附在液態溶劑(II)中，自裝置(a)或冷凝器(ak)中將基本上為氨之流部份或全部冷凝出來。該目的之流可事先經壓縮。

吸收器(b)可為一般常用之單段或多段蒸餾裝置，如Kirk-Othmer，化學技術手冊，第3版，Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979，第870-881頁中之敘述，如蒸發室或精餾室，例如篩板塔、氣泡蓋塔、依序充填之塔或隨機充填之塔。

在吸附塔(b)之分離段間進行冷卻較有利。

較佳具體例中，塔(a)可裝置以溶劑(IV)當作回流之精餾段。較佳之溶劑(IV)應為基本上不含氨者。較好使用吸附段中含氨之一部份溶劑(II)當作回流。

較好之溶劑(II)、溶劑(IV)或二溶劑為水，或者當由相對應之胺基腈製備內鹽胺時，此溶劑係用於該反應中。

較佳具體例中，係藉由在蒸餾裝置(c)中蒸餾或精製，自含溶劑(II)之塔(b)中移除氨。

蒸餾裝置(c)可為任一種常用之單段或多段蒸餾裝置，如Kirk-Othmer，化學技術手冊，第3版，Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979，第870-881頁中之敘述，如蒸發室或

五、發明說明 (4)

精餾室，例如篩板塔、氣泡蓋塔、依序充填之塔或隨機充填之塔。

此處可使用具有氣提及富含段之單段蒸餾室、純的氣提塔或精餾塔。

較好在該裝置(c)中移除氮係在比該塔(a)之壓力高之壓力下進行，且較好超過10 bar絕對壓力。

較佳之具體例為壓縮，尤其是在超過12 bar絕對壓力下，及部份或全部自壓縮塔(a)或冷凝器(ak)中冷凝基本上為氮流之蒸氣。

一部份冷凝流較好以回流循環回到塔(a)。期望得到以回流冷凝相對應之驟蒸發。

壓縮段所用之壓力尤其為氮在0至50°C下為液態之壓力。該溫度可依以例如驅動之水或空氣冷卻之技術上簡易之方式得到。

壓縮可使用一般之裝置進行，如渦輪、活塞、薄膜或較好為液態環壓縮機。

較佳之變化中，壓縮可使用液態環壓縮機進行，此情況下之液態環壓縮機可加入溶劑(II)，尤其是吸附段之含氮之溶劑(II)。

液態環壓縮機之溢流液體可部份或全部循環回到塔(a)中。

本發明方法之優點為自包含內醯胺，尤其是己內醯胺及氮，以及來自胺基腈與水反應之內醯胺製造產生之溶液蒸餾移除氮，以避免在蒸餾塔中形成固體，阻礙運轉之連續操作。

五、發明說明 (5)

比較例

在液相中之氧化觸媒上，將100公斤/小時之ACN轉化成含於1000公斤/小時乙醇中之己內醯胺。離開反應器之流動含12重量%之氨，且直接進入含20片篩板之篩板塔中進行蒸餾。塔之塔頂裝置冷凝器。塔在15 bar絕對壓力下操作。所得冷凝器之液態氨冷凝液以200公斤/小時之速率部分循環回流回到塔頂。塔底流出之流動中之氨含量低於1000 ppm。塔啟動後30小時，篩板受到阻塞，其可由在相同空間速度下，塔底與塔頂間之壓差急遽的上升得知。此時需關掉塔且以水沖洗。

本發明之實例

將比較例中離開液態反應器流動導引到相同之塔中，在該塔係在5 bar絕對壓力下操作。使塔頂之蒸氣流通過冷凝器，然而並不冷凝出全部之氨。將其餘之蒸氣氨抽出，且使液態冷凝液回流循環回到塔中。塔在數週內可安定的操作。

四、中文發明摘要(發明之名稱: 自含己內醯胺及氨之溶液中移除氨之方法)

本發明係關於自包含內醯胺及氨之溶液(I)中蒸餾移除氨之方法, 該方法包括在絕對壓力低於10 bar下, 於蒸餾裝置(a)中進行該移除。

英文發明摘要(發明之名稱: PROCESS FOR REMOVAL OF AMMONIA FROM SOLUTIONS INCLUDING LACTAM AND AMMONIA)

A process for distillative removal of ammonia from solutions (I) which include a lactam and ammonia comprises effecting said removal in a distillation apparatus (a) at an absolute pressure of less than 10 bar.

六、申請專利範圍

1. 一種自包含內醯胺及氨之溶液(I)中蒸餾移除氨之方法，該方法包括在絕對壓力低於10 bar下，於蒸餾裝置(a)中進行該移除。
2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該移除係在絕對壓力低於8 bar下進行。
3. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中基本上為氨之氣流係一蒸氣形式自塔頂抽出。
4. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中該蒸餾裝置(a)之塔頂裝置冷凝器(ak)，沸點高於氨之成分於其中部分或全部冷凝，得到冷凝液(III)。
5. 如申請專利範圍第4項之方法，其中該冷凝液(III)自該冷凝器(ak)循環到分離器(a)中。
6. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中來自蒸餾裝置(a)或該冷凝器(ak)之基本上為氨之該蒸氣係藉由吸附於液態溶劑(II)中冷凝。
7. 如申請專利範圍第6項之方法，其中該吸附發生在吸收器(b)中。
8. 如申請專利範圍第7項之方法，其中之冷卻發生在該吸收器(b)之分離段間。
9. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中該蒸餾裝置(a)包含以溶劑(IV)當作回流操作之精餾段。
10. 如申請專利範圍第9項之方法，其中該溶劑(IV)基本上不含氨。
11. 如申請專利範圍第9項之方法，其中係使用該吸收中含

六、申請專利範圍

- 氨之部分該溶劑(II)當作回流。
12. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中該溶劑(II)或該溶劑(IV)為水。
 13. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中該溶劑(II)或該溶劑(IV)在用於自相對應之胺基腈製造內鹽胺時為相同之溶劑。
 14. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中之氨係藉由在蒸餾裝置(c)中蒸餾或精餾，自該含氨之溶劑(II)中移除。
 15. 如申請專利範圍第14項之方法，其中在該蒸餾裝置(c)中自該含氨之溶劑(II)移除氨係在壓力比該蒸餾裝置(a)高之下進行。
 16. 如申請專利範圍第14項之方法，其中係使用單一蒸發段取代該蒸餾裝置(c)。
 17. 如申請專利範圍第15項之方法，其中該蒸餾裝置(c)中之壓力超過10 bar絕對壓力。
 18. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中來自該蒸餾裝置(a)或該冷凝器(ak)之該基本上為氨之蒸氣係經壓縮，且部份或全部冷凝。
 19. 如申請專利範圍第18項之方法，其中該壓縮蒸氣流之絕對壓力超過12 bar。
 20. 如申請專利範圍第18項之方法，其中一部份之該冷凝流以回流循環回到該蒸餾裝置(a)中，用於以回流冷凝相對應之驟蒸發。

六、申請專利範圍

21. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中來自該蒸餾裝置(a)或該冷凝器(ak)之基本上為氨之該蒸氣係經壓縮，接著如申請專利範圍第6至17項任一項般處理。
22. 如申請專利範圍第18項之方法，其中該基本上為氨流之壓縮係使用液體環壓縮機進行。
23. 如申請專利範圍第22項之方法，其中該液體環壓縮機中加入該溶劑(II)。
24. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其中該內鹼胺為己內鹼胺。