

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4216254号
(P4216254)

(45) 発行日 平成21年1月28日(2009.1.28)

(24) 登録日 平成20年11月14日(2008.11.14)

(51) Int.Cl. F I
C O 7 C 209/86 (2006.01) C O 7 C 209/86
C O 7 C 211/36 (2006.01) C O 7 C 211/36

請求項の数 9 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2004-535071 (P2004-535071)	(73) 特許権者	508020155
(86) (22) 出願日	平成15年8月8日(2003.8.8)		ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
(65) 公表番号	特表2005-535728 (P2005-535728A)		ア
(43) 公表日	平成17年11月24日(2005.11.24)		B A S F S E
(86) 国際出願番号	PCT/EP2003/008831		ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
(87) 国際公開番号	W02004/024668		D-67056 Ludwigshafen, Germany
(87) 国際公開日	平成16年3月25日(2004.3.25)	(74) 代理人	100061815
審査請求日	平成17年4月11日(2005.4.11)		弁理士 矢野 敏雄
(31) 優先権主張番号	10236674.8	(74) 代理人	100094798
(32) 優先日	平成14年8月9日(2002.8.9)		弁理士 山崎 利臣
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)	(74) 代理人	100099483
			弁理士 久野 琢也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高いシス／トランス異性体比を有する I P D A を蒸留により製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも 7 3 / 2 7 のシス／トランス異性体比を有する 3-アミノメチル-3, 5, 5-トリメチルシクロヘキシルアミン (イソホロンジアミン、I P D A) を分別蒸留により回収する方法において、以下の工程；

- a) 7 3 / 2 7 より小さいシス／トランス異性体比を有する I P D A を準備する、
 b) I P D A を、内装部品を有する蒸留塔の中央部分に供給し、この蒸留塔で 1 7 0 ~ 2 5 0 °C の底部温度および 1 0 ~ 9 0 °C の頭部温度および 2 0 ~ 2 0 0 ミリバールの圧力で I P D A を蒸留する、
 c) 工程 b) により得られた I P D A を少なくとも 1 個の他のカラムで蒸留することにより場合により更に精製する

ことからなり、その際工程 a) で使用される I P D A を工程 b) および c) により以下の少なくとも 5 個のフラクション i a) ~ i v)：

- i a) トランス I P D A より低い沸点を有する不純物のフラクションの有機部分、
 i b) トランス I P D A より低い沸点を有する不純物のフラクションの水性部分、
 i i) シス I P D A より高い沸点を有する不純物のフラクション、
 i i i) 7 3 / 2 7 以上のシス／トランス異性体比を有する I P D A フラクションおよび
 i v) 6 6 / 3 4 以下のシス／トランス異性体比を有する I P D A フラクション
 に分離することを特徴とする、少なくとも 7 3 / 2 7 のシス／トランス異性体比を有する I P D A を分別蒸留により回収する方法。

10

20

【請求項 2】

工程 b) および c) により得られるフラクション i b) 中のシス I P D A およびトランス I P D A の割合がフラクション i b) の全質量に対して 2 質量% 以下である請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

工程 a) において 70 / 30 より小さいシス / トランス異性体比を有する I P D A が使用される請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】

工程 b) で使用される蒸留塔が少なくとも 20 の理論段数の分離能力を有する請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載の方法。

10

【請求項 5】

1 個または 2 個のカラムを使用する場合に、少なくとも 1 個のカラムが隔壁カラムである請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 6】

2 個のカラムを使用し、このうちの 1 個が隔壁カラムである請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

2 個のカラムを使用し、フラクション i i i) または i v) の 1 つを側流排出口で取り出す請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 8】

20

3 個の一般的な蒸留塔を互いに接続する請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 9】

工程 b) および / または c) で使用されるカラムの内装部品が充填体、シート金属構造化充填物および繊維物金属構造化充填物の群から選択される請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は高いシス / トランス異性体比を有する 3-アミノメチル-3, 5, 5-トリメチルシクロヘキシルアミン (イソホロンジアミン、I P D A) を蒸留により製造する方法に関する。

30

【0002】

I P D A はイソホロンジイソシアネート (I P D I)、ポリウレタン系のイソシアネート成分を製造するための出発物質として、ポリアミドのアミン成分として、およびエポキシ樹脂の硬化剤として使用される。I P D A は一般に 3-シアノ-3, 5, 5-トリメチルシクロヘキサノン (イソホロンニトリル、I P N) からアンモニア、水素および一般的な水素化触媒の存在でカルボニル基をアミノ基におよびニトリル基をアミノメチル基に変換することにより製造される。シス-I P D A およびトランス-I P D A の混合物が得られる。2 つの異性体は反応性が異なり、この反応性が目的とされる技術的用途に重要である。ドイツ特許第 4 2 1 1 4 5 4 号により、重付加樹脂、特にエポキシ樹脂中の反応成分としての 40 % より多いトランス異性体および 60 % より少ないシス異性体からなる I P D A 異性体混合物の使用は可使時間を延長し、最高硬化温度を低下する。反対にきわめて高い反応速度を達成するために、きわめて高いシス異性体含量 (70 % 以上) を有する I P D A 異性体混合物が有利である。従って商業的に得られる I P D A はシス / トランス異性体比 75 / 25 を有する。

40

【0003】

技術水準から高いシス / トランス比または高いトランス / シス比を達成する種々の方法がすでに知られている。

【0004】

50

ドイツ特許第4343890号により、IPN、アンモニアおよびC₁～C₃-アルコールの混合物を、3～8MPaおよび40～150℃、有利に90～130℃の温度で水素の存在で、コバルトおよび／またはルテニウム固定床触媒を備えたトリクルベッド反応器を通過して少しずつ流し、反応混合物を蒸留により処理し、NH₃、H₂Oおよび副生成物を除去することによりIPNからIPDAへのアミノ化水素化を行う。担持されたRu触媒を使用する場合は、84／16の高いシス／トランス異性体比（IPDAの全収率：81％）が達成される。

【0005】

ドイツ特許第4343891号は、アンモニアおよび懸濁液またはコバルト、ニッケルおよび貴金属触媒の群からの固定床水素化触媒の存在で、3～20MPaの圧力および150℃までの温度でIPNを水素と反応させ、得られた反応混合物を蒸留により処理することによりIPDAを製造する方法を記載する。反応は二段階で行い、個々の段階のために正確に決められた温度範囲を維持しなければならない。全部で91.9％のIPDA収率で80／20のシス／トランス異性体比を達成することができる。

【0006】

欧州特許第0926130号の方法において酸の存在で銅および／または周期表の第8族遷移金属群の金属からなる触媒上で水素化を実施する。ルイス酸またはブレンステッド酸を使用する。2-エチルヘキサン酸の使用が有利である。酸の添加はシス／トランス異性体比を増加する作用を有する。シス／トランス異性体比はIPDA全収率90％以上で一般に70／30以上である。

【0007】

欧州特許第0729937号の方法は、この方法を3つの空間的に分かれた反応室で実施し、コバルト、ニッケル、ルテニウムおよび／または他の貴金属触媒を使用する。第2反応器の上流にNaOH水溶液を供給し、水溶液が1, 3, 3-トリメチルー6-アザビシクロ[3, 2, 1]オクタンのような環状副生成物の形成を減少する。

【0008】

本願より優先日が早いが、本願発明の優先日に公開されていなかったドイツ特許第10142635.6号の方法において、IPNから出発して、水素化工程でアルカリ金属酸化物として計算して0.03質量％以下のアルカリ金属含量を有する水素化触媒を使用することにより少なくとも70／30のシス／トランス異性体比を有してIPDAが得られる。

【0009】

高いシス含量を有するIPDAを製造する既存の方法の欠点は費用がかかり、使用される触媒の製造が不便なことである。更にこれらの触媒は一般に時間が経過して触媒活性が減少する老化の問題を有する。これを補償するために、反応温度を一般に高くするが、このことがシス／トランス異性体比および選択率を低下し、従って副生成物の形成を増加する。技術水準から公知の多くの方法が複雑な反応工程を記載している。

【0010】

高いトランス／シス異性体比を有するイソホロンジアミンの製造方法はドイツ特許第4211454号から引用される。この方法においてイソホロンニトリルからイソホロンニトリラジンを介してトランスイソホロンジアミンを製造することができる。商業的に入手可能なシス／トランス異性体混合物の蒸留によりトランスイソホロンジアミンが得られることも記載されている。しかし主要生成物としてシス異性体が生じるので、この方法は不経済である。蒸留に使用される装置の情報は記載されていない。

【0011】

本発明の課題は、技術水準の欠点を回避する、少なくとも73／27のシス／トランス異性体比を有するイソホロンジアミン（IPDA）を製造する方法を提供することである。

【0012】

前記課題は、少なくとも73／27のシス／トランス異性体比を有する3-アミノメチ

10

20

30

40

50

ルー 3, 5, 5-トリメチルシクロヘキシルアミン (イソホロンジアミン、I P D A) を分別蒸留により回収する方法により解決され、前記方法は以下の工程;

- a) 73/27より小さいシス/トランス異性体比を有するI P D Aを準備する、
- b) I P D Aを、内装部品を有する蒸留塔の中央部分に供給し、この蒸留塔で5~300℃の温度および10~2000ミリバールの圧力でI P D Aを蒸留する、
- c) 工程b)により得られたI P D Aを少なくとも1個の他の塔で蒸留することにより場合により更に精製する

ことからなり、工程a)で使用されるI P D Aを工程b)およびc)により以下の少なくとも5個のフラクションi a)~i v):

- i a) トランスI P D Aより低い沸点を有する不純物のフラクションの有機部分、
 - i b) トランスI P D Aより低い沸点を有する不純物のフラクションの水性部分、
 - i i) シスI P D Aより高い沸点を有する不純物のフラクション、
 - i i i) 73/27以上のシス/トランス異性体比を有するI P D Aフラクションおよび
 - i v) 66/34以下のシス/トランス異性体比を有するI P D Aフラクション
- に分離する。

【0013】

原則的に本発明による方法は、任意の所望のシス/トランス異性体比を有するI P D Aから出発して、決められた、一定のシス/トランス異性体比でI P D Aを取得することを可能にし、用途により特定化できる高いシス含量を決められたやり方で調節できる。従って前記方法は所定のシス/トランス異性体比に実質的に関係なく、時間が経過して触媒が老化し、これに関係して反応温度が増加し、I P D A中のシス含量が減少する場合に経済性を維持する。本発明の方法は73/27より小さいシス/トランス異性体比を有するI P D Aから73/27以上のシス/トランス異性体比を有するI P D Aが得られる場合に特に経済的である。

【0014】

フラクションi b)は処理が必要な本発明の方法で生じる排水である。工程b)およびc)により得られるフラクションi b)中のI P D Aの割合は一般にフラクションi b)の全質量に対して2質量%以下、有利に1000ppm以下、より有利に200ppm以下である。

【0015】

本発明の方法の個々の工程を以下に詳細に説明する。

【0016】

工程a)

本発明の方法は特に不純物含量が2質量%未満、有利に1質量%未満、より有利に0.3質量%未満であるI P D Aを取得することを可能にする。

【0017】

一般にI P D Aを製造する方法で生じる任意のI P D A含有生成物混合物を使用することができる。I P D A少なくとも70質量%、有利に少なくとも88質量%、より有利に92質量%、特に有利に少なくとも95%質量%を含有する生成物混合物を使用することが有利である。

【0018】

66/34以下のシス/トランス異性体比を有するI P D Aを、例えばI P N、H₂およびNH₃から、通常の水素化触媒、例えばR a ニッケルの存在でI P D Aを製造するためにすでに議論された任意の技術水準の方法により、特に欧州特許第0729937号および本願より優先日が早く、本願の優先日に公開されていなかったドイツ特許第10142635号に記載される方法により製造することができる。

【0019】

少なくとも73/27のシス/トランス異性体比を有するI P D Aを取得すべきであるので、73/27より小さいシス/トランス異性体比を有するI P D Aを含有する生成物混合物を分別蒸留することのみが経済的に実施できる。老化触媒を使用して、複雑な処理

10

20

30

40

50

方法なしに70/30より小さいシス/トランス異性体比を有するIPDAを製造することができるので、本発明の方法は、70/30より小さいシス/トランス異性体比を有するIPDAを使用する場合に、特に経済的である。分別蒸留によりシス異性体を更に多くするために、73/27より大きいシス/トランス異性体比を有するIPDAを含有する生成物混合物を使用することが可能である。

【0020】

シスIPDA(98.9%の純度を有する)は253.4℃の気圧下の沸点を有するが、トランスIPDA(98.4%の純度を有する)は250.7℃の気圧下の沸点を有する。シスIPDAとトランスIPDAの沸点が互いに近いので、少なくとも73/27のシス/トランス異性体比を有するIPDAを取得するために、特別な処理工程が必要である。

10

【0021】

工程b)およびc)

これらの工程は使用されるIPDA含有生成物混合物を分離し、精製する。IPDA含有生成物混合物(粗製IPDA)の蒸留により除去される可能な成分/不純物の例はNH₃であり、HCN脱離生成物、メチル化副生成物および/またはおおよび不完全に水素化された中間物質のようなIPNからのIPDAの製造に生じる副生成物である。

【0022】

工程b)においてIPDAをまず内装部品を有する(第1)蒸留塔の中央部分に供給する。この目的のために、任意の所望の蒸留塔を使用できる。蒸留塔の中央部分は頭部と底部の間の部分、すなわち蒸留塔の側面供給である。

20

【0023】

有効な内装部品は当業者に周知の任意の内装部品である。有利な内装部品はパールリングおよびラッシュヒリングのようなランダム充填物、Mellapak 250Y(登録商標) Sulzer社(Winterthur/スイス)、Montz(Hilden/ドイツ)およびKoch-Glitsch(Wichita, KS/USA)のような構造化シート金属充填物およびSulzer BX(登録商標)、Sulzer社(Winterthur/スイス)、Montz(Hilden/ドイツ)およびKoch-Glitsch(Wichita, KS/USA)のような構造化繊維物金属充填物の群から選択される。

【0024】

工程b)およびc)は1個、2個または3個のカラムで行うことができる。複数のカラムを使用することは一般に必要でないが、可能である。

30

【0025】

分別蒸留を1つのみのカラムで実施する場合は、隔壁カラムを使用する。2つの空間的に分かれたカラムで分別蒸留を実施する場合は、2つのカラムの少なくとも一方が隔壁カラムであるかまたは側流排出口でフラクションiii)およびiv)の一方が得られる。

【0026】

隔壁カラムを使用しない場合は、3つの接続された一般的な蒸留塔を使用することが有利である。これにより実施可能な分離および精製が達成される。

【0027】

IPDAを2つのカラムで分離し、精製することが有利であり、このうちの1つが隔壁カラムであり、第2カラムが隔壁カラムであることが特に有利である。

40

【0028】

工程b)およびc)を隔壁カラムで実施する場合に、低沸点不純物(フラクション1)をカラムの頭部を介して除去し、高沸点不純物をカラムの底部を介して除去する。カラムの底部で取り出された流れは蒸発器を用いて蒸発する。引き続き蒸発可能なフラクションをカラムに返送し、一方高沸点不純物である蒸発不可能なフラクション(フラクションii)は排出する。カラムの頭部で流れの取り出しを使用して相当する工程を実施する。この流れは付加的に凝縮器で凝縮し、相分離器で分離する。処理が必要である排水である重い方の水相(フラクションib)を排出し、一方軽い方の有機相(フラクションia)の

50

一部を更に分離するためにカラムに返送する。所望の価値生成物、シス異性体蓄積フラクション（フラクション i i i）を隔壁の反対側で取り出し、カラムの下側部分、すなわちカラムの底部より上に供給する。トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を隔壁の反対側で取り出し、カラムの上側部分、すなわちカラムの頭部より下に供給する。隔壁カラムは一般に 150～300℃、有利に 170～250℃、より有利に 170～200℃の底部温度および 5～100℃、有利に 10～90℃、より有利に 15～65℃の頭部温度で運転する。カラムの圧力は一般に 10～2000 ミリバール、有利に 20～200 ミリバール、より有利に 35～50 ミリバールである。

【0029】

一方が隔壁カラムである 2つのカラムを互いに接続する場合に、第 1 カラムまたは第 2 カラムとして隔壁カラムを使用することができる。低沸点不純物（フラクション i）を第 1 カラムおよび／または第 2 カラムの頭部を介して除去し、高沸点不純物（フラクション i i）を第 1 カラムおよび／または第 2 カラムの底部を介して除去する。第 1 カラムの頭部を介して低沸点不純物を除去することが有利であると判明した。

10

【0030】

1つのカラムだけを使用する場合に、頭部を介して除去される流れは凝縮器まで凝縮せず、引き続き相分離器で重い方の水性フラクション（フラクション i b）と軽い方の有機フラクション（フラクション i a）に分離する。有機フラクション（フラクション i a）の一部を更に分離するためにカラムに返送する。

【0031】

20

第 1 カラムの底部を介して高沸点不純物を除去する場合は、実質的に低沸点不純物および高沸点不純物を分離した I P D A 流を第 1 カラムの中央部分から取り出す。第 1 カラムの底部を介して高沸点不純物を除去しない場合は、高沸点不純物を分離した I P D A 流を第 1 カラムの底部を介して排出する。カラムの底部を介して排出される流れが蒸発器を通過し、部分的にカラムに返送される。カラムの底部を介して排出される流れが低沸点不純物であり、I P D A 流でない場合は、蒸発不可能なフラクション（フラクション i i）が排出される。

【0032】

引き続き I P D A 流を第 2 カラムの中央部分に供給する。第 1 カラムで低沸点不純物がすでに除去されなかった場合は、低沸点不純物をカラムの底部を介して除去し、排出する。

30

【0033】

所望の価値生成物、シス異性体蓄積フラクション（フラクション i i i）を第 2 カラムの側面出口から、すなわち頭部でも底部でもなく、間の部分で取り出す。トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を第 2 カラムの頭部または第 2 カラムの頭部より下の部分を介して除去するが、底部を介して除去しない。

【0034】

第 2 カラムの下側部分からシス異性体蓄積フラクション（フラクション i i i）を取り出し、トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を第 2 カラムの上側部分から取り出し、それぞれ第 2 カラムの頭部および／または底部から除去される流れを、第 1 カラムに導入される粗製生成物流に混合し、この流れを新たな分離に供給することが特に有利である。できるだけ少ない供給物を返送すべきであり、一般に約 1～5 質量%の供給物を返送する。

40

【0035】

第 1 カラムは一般に 150～300℃、有利に 170～250℃、より有利に 170～200℃の底部温度、および 5～100℃、有利に 10～90℃、より有利に 15～65℃の頭部温度で運転する。第 1 カラムの圧力は一般に 10～1000 ミリバール、有利に 30～500 ミリバール、より有利に 35～200 ミリバールである。

【0036】

第 2 カラムは一般に 140～300℃、有利に 150～250℃、より有利に 160～

50

200℃の底部温度、および100～250℃、有利に130～200℃、より有利に140～170℃の頭部温度で運転する。第2カラムの圧力は一般に10～1000ミリバール、有利に30～300ミリバール、より有利に35～120ミリバールである。

【0037】

3つの蒸留塔を互いに接続する場合は、それぞれ高沸点不純物を第1カラム、第2カラムおよび／または第3カラムの底部を介して除去する。底部排出物を蒸発器で蒸発する。蒸発可能なフラクションを新たに分離するために個々のカラムに返送し、蒸発不可能なフラクション（フラクション i i）を排出する。第1カラムまたは第3カラムの底部を介して高沸点不純物を排出することが有利である。低沸点不純物は第1カラム、第2カラムおよび／または第3カラムの頭部を介して除去し、凝縮器で凝縮し、引き続き相分離器で重い方の水性フラクション（フラクション i b）と軽い方の有機フラクション（フラクション i a）に分離する。重い方の水性フラクションを排出し、軽い方の有機フラクションを部分的にカラムに返送し、部分的に排出する。一般に最初に低沸点不純物を除去するかまたは最初に高沸点不純物を除去することが可能である。一般に同じカラムで低沸点不純物と高沸点不純物を除去しない。

10

【0038】

カラムの配置に応じて、シス異性体蓄積フラクション（フラクション i i i）を第2カラムまたは第3カラムの頭部または底部を介して取り出す。トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を同様に第2カラムまたは第3カラムの頭部または底部を介して取り出す。シス異性体蓄積フラクションおよびトランス異性体蓄積フラクションを同じカラム、一般に第3カラムまたは異なるカラムから取り出すことができる。2つのフラクション i i i）および i v）を同じカラムから取り出す場合は、所望の価値生成物、シス異性体蓄積フラクションをカラムの底部を介して取り出し、トランス異性体蓄積フラクションをカラムの頭部を介して取り出す。2つのフラクション i i i）および i v）を異なるカラムで取り出す場合は、両方のフラクションを頭部または底部を介して取り出すことが可能である。一方のフラクションを頭部を介して、他方のフラクションを底部を介して取り出すことが可能である。

20

【0039】

カラムの頭部または底部を介して取り出される流れを一般に凝縮器で凝縮するかまたは蒸発器で蒸発させ、更に分離するためにカラムに部分的に返送する。

30

【0040】

3つのカラムを互いに接続する場合は、カラムの頭部または底部を介して流れを一般に取り出し、頭部と底部の間の中央部分に、すなわち個々のカラムの側面供給を介して供給する。

【0041】

3つのカラムを一般に150～250℃、有利に170～225℃、より有利に170～200℃の底部温度および40～180℃、有利に70～170℃、より有利に70～150℃の頭部温度で運転する。カラムの圧力は一般に30～1500ミリバール、有利に100～500ミリバール、より有利に110～200ミリバールである。

【0042】

40

互いに接続された3つのカラムの1つの構成において、低沸点不純物（フラクション i）を第1カラムで頭部を介して除去する。第1カラムの底部流出物を第2カラムの中央部分に供給する。トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を第2カラムの頭部を介して取り出し、一方第2カラムの底部流出物を更に分離するために第3カラムの中央部分に供給する。引き続き高沸点不純物（フラクション i i）を第3カラムの底部流出物を介して除去し、一方所望の価値生成物（フラクション i i i）を第3カラムの頭部を介して取り出す。

【0043】

連続して接続された3つのカラムの他の構成において、高沸点不純物（フラクション i i）を第1カラムで底部を介して除去する。頭部を介して取り出される第1カラムの流出

50

物を第2カラムの中央部分に供給する。低沸点不純物（フラクション i）を第2カラムの底部を介して取り出し、一方第2カラムの底部流出物を更に分離するために第3カラムの中央部分に供給する。引き続き第3カラムの底部流出物として所望の価値生成物（フラクション i i i）が得られ、一方トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を第3カラムの頭部を介して取り出す。

【0044】

連続して接続された3つのカラムの他の構成において、高沸点不純物（フラクション i i）を第1カラムで底部を介して除去する。頭部を介して取り出される第1カラムの流出物を第2カラムの中央部分に供給する。シス異性体蓄積フラクション（フラクション i i i）を第2カラムの底部を介して取り出し、一方第2カラムの頭部を介して取り出される流れを更に分離するために第3カラムの中央部分に供給する。引き続きトランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を第3カラムの底部流出物として取り出し、一方低沸点不純物（フラクション i）を第3カラムの頭部を介して除去する。

10

【0045】

連続して接続された3つのカラムの第4の構成において、第2カラムおよび第3カラムが互いに独立している。第1カラムの底部流出物を第3カラムで更に分離し、一方頭部を介して取り出される流れを第2カラムで更に分離する。底部流出物および頭部を介して取り出される流れをそれぞれ第2カラムまたは第3カラムの中央部分に供給する。トランス異性体蓄積フラクション（フラクション i v）を第2カラムの底部を介して取り出し、一方低沸点不純物（フラクション i）を第2カラムの頭部を介して除去する。引き続き高沸点不純物（フラクション i i）を第3カラムの底部出口を介して除去し、一方所望の価値生成物（フラクション i i i）を第3カラムの頭部を介して取り出す。

20

【0046】

1個、2個または3個のカラムの配置の説明にすでに示されたように、IPDAを分別蒸留により少なくとも5個のフラクション、i a）、i b）、i i）、i i i）およびi v）に分離する。

【0047】

サブフラクション i a）および i b）を含むフラクション i）は低沸点成分／不純物、すなわちトランス IPDA より低い沸点を有する成分／不純物からなる。フラクション i）はそれぞれカラムの頭部を介して除去され、凝縮器で凝縮され、相分離器に移送され、有機相と水相に分離する。軽い方の有機相（フラクション i a）を引き続き更に分離するために完全にまたは部分的にカラムに返送し、部分的に排出する。排水である重い方の水相（フラクション i b）はごみ処理装置に供給する。排水中の IPDA の量はそれぞれ（フラクション i b の）排水の全質量に対して一般に2質量％以下、有利に1000 ppm 以下、より有利に200 ppm 以下である。

30

【0048】

フラクション i i）は高沸点成分／不純物、すなわちシス IPDA より高い沸点を有する成分／不純物を含む。フラクションはそれぞれカラムの底部流出物を介して除去される。この方法で除去される流れを蒸発器に供給する。蒸発可能なフラクションをカラムに返送し、一方蒸発不可能なフラクションを排出する。

40

【0049】

フラクション i i i）は所望の価値生成物である。従ってシス IPDA 蓄積フラクションである。フラクション i i i）は73／27以上のシス／トランス異性体比を有する IPDA、有利に73／27～76／24の範囲のシス／トランス異性体比を有する IPDA、より有利に73／27～75／25の範囲のシス／トランス異性体比を有する IPDA を含有する。カラムまたはカラム配置に応じて、フラクションをカラムの頭部を介して、上側、中央または下側部分または底部で取り出す。

【0050】

フラクション i v）はトランス IPDA 蓄積フラクションまたはシス IPDA 不足フラクションである。フラクションは一般に66／34以下のシス／トランス異性体比を有す

50

るIPDA、有利に63/37以下のシス/トランス異性体比を有するIPDA、より有利に60/40以下のシス/トランス異性体比を有するIPDAを含有する。フラクションiii)と同様にカラムの頭部を介して、上側、中央または下側部分または底部で取り出す。このフラクションは商業的に利用できる(ドイツ特許第4211454号参照)。

【0051】

しかし本発明を限定するものでない本発明の構成はこれらの構成に使用される装置を参照して詳細に説明する。装置は図1～7に記載されている。

【0052】

個々のカラムの温度、圧力および理論段数は前記方法の個々の構成に適合している。しかし一般に個々のカラムの平均温度および圧力がそれぞれ5～300℃および10～2000ミリバールであり、カラムが20～120の理論段数、有利に25～80の理論段数、より有利に30～60の理論段数の平均的棚段分離能力を有することが記載できる。

【0053】

図1～7は少なくとも73/27のシス/トランス異性体比を有するIPDAを取得するための本発明の方法の工程b)およびc)を1個、2個または3個のカラムで実施する装置を示す。

【0054】

図1は唯一のカラムが隔壁カラムである装置の図である。

【0055】

図2は第1カラムが一般的な蒸留塔であり、第2カラムが隔壁カラムである装置の図である。

【0056】

図3は第1カラムが隔壁カラムであり、第2カラムが一般的な蒸留塔である装置の図である。

【0057】

図4～7は3つのすべてのカラムが一般的な蒸留塔である装置の図である。

【0058】

図4～7の装置はカラムの配置、従ってフラクションの取り出し位置：低沸点フラクションia)およびib)(4)、高沸点フラクションii)(5)、シス異性体蓄積IPDAフラクションiii)(2)およびトランス異性体蓄積IPDAフラクションiv)(3)が異なる。

【0059】

図1による装置を使用する場合に、IPDA含有生成物混合物を、入口1を介して隔壁カラム6の中央部分に導入する。低沸点不純物(フラクションi)をカラムの頭部14を介して除去し、凝縮器12で凝縮し、凝縮後に相分離器9に移送する。軽い方の有機相(フラクションia)を部分的にカラム6に返送し、部分的に出口4を介して排出する。重い方の水相(フラクションib)を、出口8を介して除去し、廃棄する。高沸点不純物(フラクションii)を隔壁カラム6の底部13を介して取り出す。蒸発器11で蒸発後、この底部流出物の一部をカラム6に返送し、他の部分を出口5を介して排出する。

【0060】

隔壁カラム6は一般に5～100℃の頭部温度、150～300℃の底部温度および/または10～200ミリバールの圧力で、有利に10～90℃の頭部温度、170～250℃の底部温度および/または20～200ミリバールの圧力で、より有利に15～65℃の頭部温度、170～200℃の底部温度および/または35～50ミリバールの圧力で運転する。分離能力は一般に1～50の理論段数、有利に1～40の理論段数、より有利に1～35個の理論段数である。

【0061】

図2による装置において、IPDAを含有する生成物混合物を入口1を介して一般的な蒸留塔7に導入し、ここで蒸留する。低沸点成分をカラムの頭部14を介して除去し、凝縮器12で凝縮後、相分離器9に移送し、ここで軽い方の有機相と重い方の水相に分離す

10

20

30

40

50

る。軽い方の有機相を排出口 4 を介して部分的に排出し、蒸留塔 6 に部分的に返送する。重い方の水相を出口 8 を介して排出する。

【0062】

蒸留塔 7 の頭部の温度は一般に 20～100℃、有利に 30～80℃、より有利に 35～65℃であり、蒸留塔 7 の底部温度は一般に 150～250℃、有利に 170～225℃、より有利に 170～200℃である。カラム中の平均圧力は 50～1500 ミリバールである。100～500 ミリバールのカラム中の平均圧力が有利であり、110～200 ミリバールの平均圧力が特に有利である。

【0063】

蒸留塔 7 の底部生成物 13 を連続的に隔壁カラム 6 に移送する。ライン 15 中の分流 16 を蒸発器 11 に導き、ここで底部流出物の一部を再び蒸発し、カラム 7 に返送する。シス異性体蓄積フラクションを側流排出口 2 を介してカラム 6 から取り出し、トランス異性体蓄積フラクションを蒸留塔の頭部を介して除去し、凝縮器 12 で凝縮し、引き続き部分的にカラム 6 に返送し、部分的にライン 3 を介して取り出す。高沸点不純物を隔壁カラム 6 の底部 13 を介して除去し、ライン 5 を介して部分的に排出し、蒸発器 11 で蒸発後、カラム 6 に部分的に返送する。

10

【0064】

隔壁カラム 6 の頭部の温度は一般に 100～250℃、有利に 130～190℃、より有利に 140～160℃であり、隔壁カラム 6 の底部温度は一般に 150～300℃、有利に 170～250℃、より有利に 170～195℃である。カラム中の平均圧力は 10～1000 ミリバールである。30～200 ミリバールのカラム中の平均圧力が有利であり、35～50 ミリバールの平均圧力が特に有利である。

20

【0065】

本発明の方法の工程 b) を図 3 による装置で実施する場合に、IPDA を供給位置 1 を介して隔壁カラム 6 に導入する。高沸点不純物を底部生成物 13 としてカラムから除去し、出口 5 を介して部分的に排出し、蒸発器 11 で蒸発後、カラムに部分的に返送する。低沸点不純物を頭部 14 を介してカラムから除去し、凝縮器 12 で凝縮後、相分離器に移送する。収集した軽い方の有機相を出口 4 を介して部分的に排出し、隔壁カラム 6 に部分的に返送する。重い方の相を出口 8 を介して排出する。

【0066】

30

隔壁カラム 6 の頭部の温度は一般に 5～100℃、有利に 10～90℃、より有利に 15～50℃であり、隔壁カラム 6 の底部温度は一般に 150～300℃、有利に 170～250℃、より有利に 170～195℃である。カラム中の平均圧力は 10～1000 ミリバールである。30～200 ミリバールのカラム中の平均圧力が有利であり、35～50 ミリバールの平均圧力が特に有利である。

【0067】

精製した IPDA を隔壁カラム 6 の側流排出口 10 を介して取り出し、他のカラム 7 に移送し、このカラムはこの場合に一般的な蒸留塔として形成されている。

【0068】

蒸留塔 7 の頭部の温度は一般に 130～250℃、有利に 140～200℃、より有利に 150～170℃であり、蒸留塔 7 の底部温度は一般に 140～250℃、有利に 150～220℃、より有利に 160～190℃である。カラム中の平均圧力は 30～1000 ミリバールである。50～300 ミリバールのカラム中の平均圧力が有利であり、80～120 ミリバールの平均圧力が特に有利である。

40

【0069】

最も低い沸点成分を頭部 14 を介してカラム 7 から除去し、凝縮器 12 で凝縮後、カラム 7 に部分的に返送し、供給位置 1 に部分的に導入し、カラム 6 での新たな分離に供給する。同じことが最も高い沸点成分に該当し、この成分を底部 13 を介してカラム 7 から除去し、蒸発器 11 で蒸発後、部分的にカラム 7 に返送し、部分的に供給位置 1 中の生成物混合物に添加する。

50

【0070】

シス異性体蓄積フラクションを側流排出口2を介して除去し、トランス異性体蓄積フラクションを側流排出口3を介して除去する。シス異性体蓄積フラクションの側流排出口はトランス異性体蓄積フラクションの側流排出口より下にある。

【0071】

図3による装置での本発明の方法の工程b)の実施が特に有利であり、それというのも低沸点不純物および高沸点不純物が2つの位置でそれぞれ除去される。低沸点成分はカラム6の頭部14およびカラム7の頭部14を介して除去されるが、高沸点不純物はカラム6の底部流出物13およびカラム7の底部流出物13を介して除去される。

【0072】

本発明による方法の工程b)を図4、図5、図6または図7による装置で実施する場合に、それぞれ細部の形状、直径および高さが異なる3つの一般的な蒸留塔7、7Aおよび7Bを使用する。

【0073】

蒸留塔7、7Aおよび7Bの頭部の温度は一般に40～180℃、有利に70～170℃、より有利に70～150℃であり、底部の温度は一般に150～250℃、有利に170～225℃、より有利に170～190℃である。これらのカラム中の圧力は一般に30～1500ミリバール、有利に100～500ミリバール、より有利に110～200ミリバールである。

【0074】

本発明の方法を図4による装置で実施する場合に、IPDA含有生成物混合物を供給位置1を介して第1カラム7の中央部分に導入する。低沸点不純物をカラムの頭部を介して除去し、凝縮器12で凝縮し、引き続き相分離器9に移送する。軽い方の有機相を部分的にカラム7に返送し、出口4を介して部分的に排出する。重い方の水相を出口8を介して除去し、排出する。なお高沸点不純物を含有することがあるこの方法で精製したIPDAを第1カラム7の底部を介して除去し、第2カラム7Aの中央部分に供給する。トランス異性体蓄積フラクションを第2カラム7Aの頭部から除去し、凝縮器で凝縮し、ライン3を介して部分的に除去し、カラム7Aに部分的に返送する。なお高沸点不純物を含有することがあるシス異性体蓄積フラクションをカラム7Aの底部を介して除去し、第3カラム7Bの中央部分に供給する。高沸点不純物を第3カラムの底部から出口5を介して排出する。シス異性体蓄積フラクションをカラム7Bの頭部を介して取り出し、凝縮器11で凝縮し、引き続き部分的にライン2を介して取り出し、新たに分離するためにカラム7Bに部分的に返送する。

【0075】

本発明の方法を図5による装置で実施する場合に、IPDA含有生成物混合物を入口1を介して第1カラム7の中央部分に導入する。高沸点不純物をこの第1カラムの底部を介して取り出し、凝縮器11で凝縮し、引き続きより揮発性でない成分を、出口5を介して排出し、より揮発性のフラクションを新たに分離するためにカラム7に返送する。この方法で精製したIPDA含有フラクションをカラム7の頭部を介して除去し、凝縮器11で凝縮し、カラム7に部分的に返送し、第2カラム7Aの中央部分に部分的に導入する。低沸点不純物をこの第2カラム7Aの頭部を介して除去し、凝縮器11で凝縮し、引き続き相分離器9に移送する。軽い方の有機相を部分的にカラム7Aに返送し、出口4を介して部分的に排出する。重い方の水相を出口8を介して除去し、排出する。この方法で精製したIPDAを引き続き第2カラム7Aの底部を介して除去し、シスIPDAおよびトランスIPDAを更に分離するために第3カラム7Bの中央部分に供給する。シス異性体蓄積フラクションをカラム7Bの底部を介して除去し、凝縮器11で凝縮する。シス異性体であるより揮発性でない成分を出口2を介して排出し、より揮発性の成分を新たに分離するためにカラム7Bに返送する。

【0076】

本発明の方法を図6による装置で実施する場合に、IPDA含有生成物混合物を入口1

10

20

30

40

50

を介して第1カラム7の中央部分に導入する。低沸点不純物を頭部14を介してカラム7から除去し、凝縮器12で凝縮する。引き続き一部をカラム7に返送し、他の部分を更に分離するために第2カラム7Aの中央部分に導入する。底部流出物を第1カラム7の底部13から連続的に取り出し、ライン5を介して部分的に排出し（フラクションii）、蒸発器11で蒸発後、カラム7に部分的に返送する。なお低沸点成分／不純物を含有するトランス異性体蓄積フラクションを第2カラム7Aの頭部14を介して除去し、凝縮器12で凝縮し、第3カラム7Bの中央部分に部分的に供給し、カラム7Aに部分的に返送する。シス異性体蓄積フラクション（フラクションiii）をカラム7Aの底部13を介して除去し、または蒸発器11で蒸発後、カラム7Aに返送する。低沸点不純物を第3カラム7Bの頭部14を介して取り出し、凝縮器12で凝縮し、引き続き相分離器に導入する。軽い方の有機相（フラクションia）をライン4を介して部分的に取り出し、新たに分離するためにカラム7Bに部分的に返送する。重い方の水相（フラクションib）を出口8を介して排出する。トランス異性体蓄積フラクションをカラム7Bの底部13を介して取り出し、部分的に蒸発器11で蒸発し、カラム7Bに返送し、ライン3を介して部分的に排出する。

10

【0077】

本発明の方法を図7による装置で実施する場合に、IPDA含有生成物混合物をライン1を介して第1カラム7の中央部分に導入する。生成物混合物の低沸点フラクションをカラム7の頭部14を介して除去し、凝縮器12で凝縮し、引き続き部分的に第2カラム7Aに移送し、部分的にカラム7に返送する。生成物混合物の高沸点フラクションをカラム7の底部流出物を介して取り出す。前記フラクションを部分的に蒸発器11で蒸発し、カラム7に返送し、部分的に第3カラム7Bの中央部分に導入する。

20

【0078】

第2カラムで低沸点フラクション（フラクションi）とトランス異性体蓄積フラクション（フラクションiv）を分離する。低沸点成分／不純物（フラクションi）を第2カラム7Aの頭部14を介して除去し、凝縮器12で凝縮し、相分離器9に移送する。軽い方の有機相（フラクションia）を部分的にライン4を介して排出し、部分的にカラム7Aに返送する。重い方の水相（フラクションib）をライン8を介して取り出す。トランス異性体蓄積フラクションを第2カラム7Aの底部13を介して除去し、部分的に蒸発器11で再び蒸発し、カラム7Aに返送し、ライン3を介して部分的に除去する。

30

【0079】

第3カラムで高沸点フラクション（フラクションii）とシス異性体蓄積フラクション（フラクションiii）を分離する。高沸点不純物を第3カラムの底部を介して除去し、出口5を介して部分的に排出し、蒸発器11で蒸発後、部分的にカラム7Bに返送する。シス異性体蓄積フラクションをカラム7Bの頭部を介して取り出し、凝縮器12で凝縮し、引き続きライン2を介して部分的に取り出し、新たに分離するためにカラム7Bに部分的に返送する。

【0080】

本発明を以下の実施例により詳細に説明する。

【0081】**実施例**

実施例において、表1に示される組成を有する粗製IPDAの蒸留を行った。この方法で得られるトランスIPDA蓄積フラクションおよびシスIPDA蓄積フラクションに必要な生成物純度は同様に表1から理解できる。更に高沸点物除去および低沸点物除去は、低沸点物および排水流中で消失されるIPDA（シスおよびトランス）最大0.5kg/hを生じ、高沸点物流中で消失されるIPDA（シスおよびトランス）最大10kg/hを生じるはずである。

すべての実施例をシミュレーションソフトウェアCHEMASIM、BASF社を使用して計算した。この装置をBASF社の設定プログラムを使用して必要な大きさにした。考慮される系の物質データをこの装置で引き続き計算することによりチェックした。

40

50

【0082】

表1 蒸留される粗製IPDAの組成およびこの方法で得られるフラクションの必要な純度

【0083】

【表1】

	粗製 IPDA	トランス -IPDA- の多いフラクション	シス IPDA- の多いフラクション
水	9.5 質量%	250 ppm	250 ppm
低沸点物	4.5 質量%	< 250 ppm	< 250 ppm
トランス -IPDA	26.1 質量%	≥ 43 質量%	≤ 24 質量%
シス -IPDA	55.5 質量%	≤ 57 質量%	≥ 76 質量%
高沸点物	4.4 質量%	< 50 ppm	< 50 ppm
シス／トランス異性体比	68/32	57/43	76/24
蒸留された量／ 得られた量	2160 kg/h	430 kg/h	1320 kg/h

10

20

【0084】

例1：図4により装置での本発明による方法の実施

IPDA含有生成物混合物2160kg/hを第1カラム7に、供給位置1を介して28個のトレーの15番目のトレーに導入する。低沸点不純物をカラムの頭部を介して除去し、45℃の温度で運転する凝縮器12で凝縮する。凝縮物を引き続き相分離器9に移送する。軽い方の有機相を部分的にカラム7に返送し、部分的に除去する（108kg/hの量で）。重い方の水相を175kg/hの量で除去し、排水処理に供給する。除去された有機相および水相中のIPDAの割合は0.5kg/hである。

【0085】

低沸点不純物55ppm未満を含有するこの方法で精製したIPDAを第1カラム7の底部を介して除去し、第2カラム7Aの31個のトレーの10番目のトレーに供給する。トランス異性体蓄積フラクションを第2カラム7Aの頭部を介して除去し、凝縮器で凝縮し、ライン3を介して部分的に除去し（トランスIPDA含量43.2%および低沸点物含量250ppm未満を有する434kg/hの量で）、カラム7Aに部分的に返送する。なお高沸点不純物を含有するシス異性体蓄積フラクションをカラム7Aの底部を介して1421kg/hの量で取り出し、第3カラム7Bの20個のトレーの10番目のトレーに供給する。高沸点不純物を出口5を介して、第3カラムの底部を介して105kg/hの量で排出し、IPDAの割合は10kg/h未満である。シス異性体蓄積フラクションをカラム7Bの頭部を介して取り出し、凝縮器11で凝縮し、引き続きライン2を介して部分的に（シス含量76%および高沸点物50ppm未満の割合を有する1316kg/hの量で）取り出し、新たに分離するためにカラム7Bに部分的に返送する。

30

40

【0086】

カラム7、7Aおよび7Bでの温度および圧力条件、分離に必要な還流比およびこれらの内装部品および寸法の詳細は表2から理解できる。

【0087】

表2 カラム7、7Aおよび7Bの特性データ

【0088】

【表 2】

	カラム 7	カラム 7A	カラム 7B
直径 [mm]	900	1400	1100
高さ [m]	22	19	16
塔頂圧力 [mbar]	100	100	35
塔頂温度 [°C]	87	167	140
塔底温度 [°C]	170	174	176
還流比	3.1	14.9	1.05
塔底での 加熱出力 [kW]	277	615	222
カラムの 精留部分の 内装部品	2 x 3.5 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³	2 x 4.0 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³	1 x 4.0 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³
カラムの ストリッピング部分の 内装部品	2 x 3.5 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³	1 x 4.0 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³	1 x 4.0 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³

【0089】

例 2：図 2 による装置での本発明の方法の実施

I P D A 含有生成物混合物 2 1 6 0 k g / h を入口 1 を介して、例 1 に記載されるカラム 7 に相当するカラム 7 の 2 8 個のトレイの 1 5 番目のトレイに導入し、すなわち特性データおよび運転条件は同じである。低沸点成分をカラム 7 の頭部 1 4 を介して除去し、凝縮器 1 2 で凝縮後、相分離器 9 に移送し、軽い方の有機相と重い方の水相に分離する。軽い方の有機相を部分的に排出口 4 を介して (1 0 8 k g / h の量で) 排出し、蒸留塔 6 に部分的に返送する。重い方の水相を排出口 8 を介して 1 7 5 k g / h の量で廃棄し、除去された流れ中の I P D A の割合は 0 . 5 k g / h である。

【0090】

高沸点物およびシス I P D A およびトランス I P D A の混合物を含有する蒸留塔 7 の底部生成物 1 3 を連続的に隔壁カラム 6 に、特に供給側面の 4 4 個のトレイの 1 5 番目のトレイに移送する。シス異性体蓄積フラクションをカラム 6 の側流排出口 2 を介してシス含量 7 6 % および高沸点物含量 5 0 p p m 以下を有する 1 3 2 0 k g / h の量で取り出し、トランス異性体蓄積フラクションを蒸留塔の頭部を介して除去し、1 3 9 °C で運転する凝縮器 1 2 で凝縮する。引き続き凝縮物を部分的にカラム 6 に返送し、部分的にライン 3 を介して 4 3 0 k g / h の量でトランス含量 5 7 % で取り出す。高沸点不純物を隔壁カラム 6 の底部 1 3 を介して除去し、部分的にライン 5 を介して (I P D A 含量 1 0 k g / h 未満を有する 1 0 4 k g / h の量で) 排出し、蒸発器 1 1 で蒸発後、カラム 6 に部分的に返送する。

【0091】

カラム 7 および 6 での温度および圧力条件、分離に必要な還流比およびこれらの内装部品および寸法の詳細は表 3 から理解できる。

【0092】

表3 カラム7および6（隔壁カラム）の特性データ

【0093】

【表3】

	カラム 7	カラム 6
直径 [mm]	900	1600
高さ [m]	22	19
塔頂圧力 [mbar]	100	35
塔頂温度 [°C]	87	139
塔底温度 [°C]	170	185

【0094】

【表 4】

還流比	0.46	13.4
塔底での加熱出力 [kW]	277	547
分割壁上の液体の 分配比 供給側：排出側		0.436 : 1
分割壁の下蒸気の 分配比 供給側：排出側		0.7 : 1
カラムの精留部分の 内装部品	2 x 3.5 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³	1 x 4.0 m 織物金属 パッキング 500 m ² /m ³
分割壁部分 内装部品 供給／排出の上の 供給側／排出側		供給側： 1 x 1.5 m 織物金属 パッキング 500 m ² /m ³ ; 排出側： 1 x 3.0 m 織物金属 パッキング 500 m ² /m ³
分割壁部分 内装部品 供給／排出の下 供給側／排出側		供給側： 1 x 3.75 m 織物金属 パッキング 500 m ² /m ³ ; 排出側： 1 x 2.25 m 織物金属 パッキング 500 m ² /m ³
カラムのストリッピン グ部分の内装部品	2 x 3.5 m シート金属 パッキング 250 m ² /m ³	1 x 1.75 m 織物金属 パッキング 500 m ² /m ³

【0095】

例 3：図 1 による装置での本発明の方法の実施

1つの隔壁カラムを使用する場合に、このカラムはカラムの頭部での低沸点物および水の除去とカラムの底部での高沸点物の除去およびシス異性体の蓄積を結合する。従って隔壁の排出側に2つの側流排出口が設けられている。トランスIPDA蓄積フラクションを上側側流排出口で除去し、シス異性体蓄積フラクションを下側側流排出口で除去する。

【0096】

IPDA含有生成物混合物2160kg/hをライン1を介して隔壁カラム6の75個のトレイの15番目のトレイに導入する。低沸点不純物をカラムの頭部14を介して除去し、17℃の温度で運転する凝縮器12で凝縮する。引き続き凝縮物を相分離器9に移送する。軽い方の有機相を部分的にカラム6に返送し、出口4を介して(108kg/hの量で)部分的に排出し、IPDAの割合は0.5kg/h未満である。重い方の水相を出口8を介して175kg/hの量で除去し、排水処理に供給する。高沸点不純物を隔壁カラム6の底部13を介して105kg/hの量で除去し、IPDA含量は10kg/h未満である。シス異性体蓄積フラクションを1320kg/hの量で、排出側で14番目のトレイの高さで、シス／トランス異性体比76／34および高沸点物含量50ppm未満

で取り出す。トランス異性体蓄積フラクションを 430 kg/h の量で、排出側で 60 番目のトレーの高さで、シス／トランス異性体比 $57/43$ および低沸点物含量 250 ppm 未満で取り出す。

【0097】

コラム 6 での温度および圧力条件、分離に必要な還流比およびこれらの内装部品および寸法の詳細は表 4 から理解できる。

【0098】

表 4 コラム 6（隔壁コラム）の特性データ

【0099】

【表 5】

10

	コラム 6
直径 [mm]	2100
高さ [m]	32
塔頂圧力 [mbar]	20
塔頂温度 [°C]	63
塔底温度 [°C]	175
還流比	10.61
コラム底部の加熱出力 [kW]	920
分割壁の上の液体の 分配比 供給側：排出側	0.4 : 1
分割壁の下蒸気の 分配比 供給側：排出側	1 : 1
コラムの精留部分の内装部品	1 x 2.5 m 織物金属パッキング $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$
分割壁部分内装部品 供給／第 1 排出の上の 供給側／排出側	供給側： 3 x 3.5 m 織物金属パッキング

20

30

【0100】

【表 6】

	$500 \text{ m}^2/\text{m}^3$; 排出側: $1 \times 1.25 \text{ m}$ 織物金属パッキング $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$
分割壁部分内装部品 第1排出と第2排出の間の排出側	$2 \times 4.0 \text{ m}, 1 \times 3.0 \text{ m}$ 織物金属パッキング $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$
分割壁部分内装部品 供給/第2排出の下の 供給側/排出側	供給側: $1 \times 3.75 \text{ m}$ 織物金属パッキング $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$; 排出側: $1 \times 2.0 \text{ m}$ 織物金属パッキング $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$
カラムのストリップング部分の 内装部品	$1 \times 1.5 \text{ m}$ 織物金属パッキング $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$

10

20

【図面の簡単な説明】

【0101】

【図1】唯一の隔壁カラムを有する本発明の方法を実施する装置の図である。

【図2】第1カラムが一般的な蒸留塔であり、第2カラムが隔壁カラムである本発明の方法を実施する装置の図である。

【図3】第1カラムが隔壁カラムであり、第2カラムが一般的な蒸留塔である本発明の方法を実施する装置の図である。

【図4】3つのすべてのカラムが一般的な蒸留塔である本発明の方法を実施する装置の図である。

30

【図5】図4の第1の変形を示す図である。

【図6】図4の第2の変形を示す図である。

【図7】図4の第3の変形を示す図である。

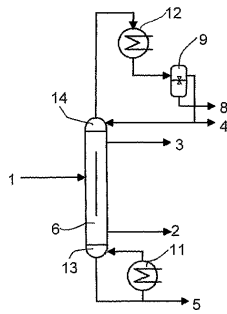
【符号の説明】

【0102】

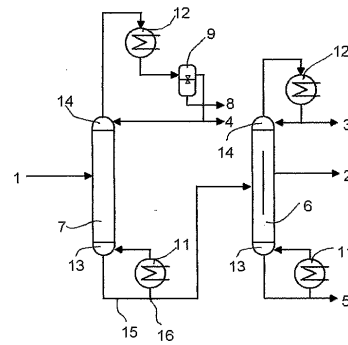
1 IPDA供給位置、 2 シス異性体蓄積フラクションの排出口、 3 トランス異性体蓄積フラクションの排出口、 4 低沸点不純物（有機フラクション）の排出口、 5 高沸点不純物の排出口、 6 隔壁カラム、 7、7A、7B 蒸留塔、 8 低沸点フラクションの重い方の成分の排出口、処理が必要な排水の排出口、 9 相分離器、 10 側流排出口、 11 蒸発器、 12 凝縮器、 13 カラム底部、 14 カラム頭部、 15 ライン、 16 分流

40

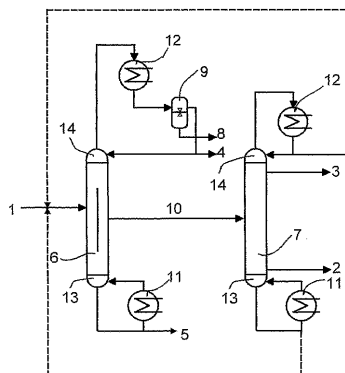
【図 1】
FIG. 1



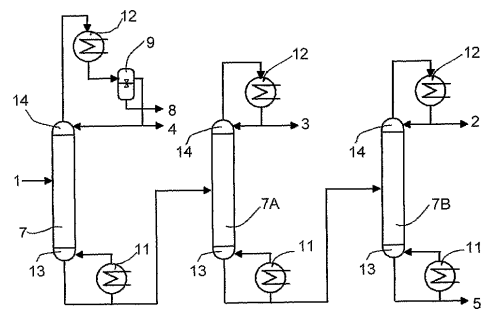
【図 2】
FIG. 2



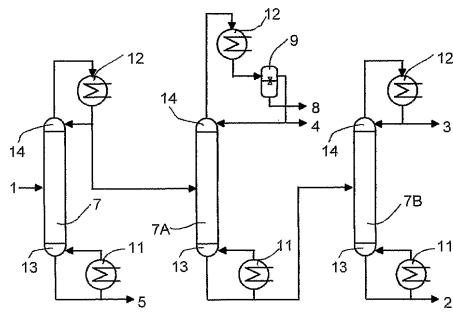
【図 3】
FIG. 3



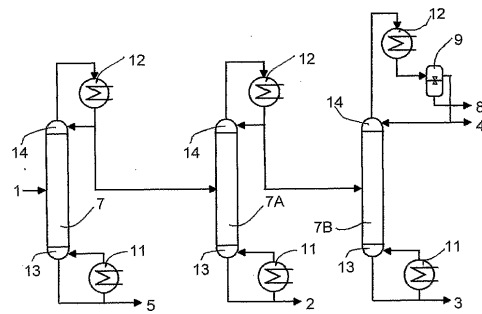
【図 4】
FIG. 4



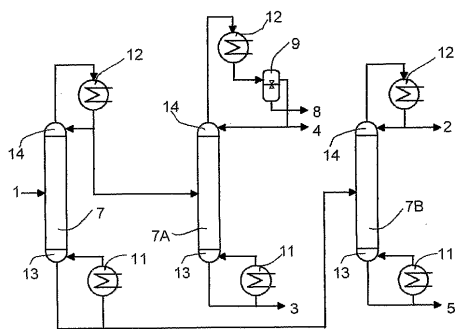
【図 5】
FIG. 5



【図 6】
FIG. 6



【図 7】
FIG. 7



フロントページの続き

- (74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
- (74)代理人 230100044
弁護士 ラインハルト・アインゼル
- (72)発明者 フランク フンケ
ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン ノイシュタッター リング 9 6
- (72)発明者 トーマス ヒル
ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン カール＝ディリンガー＝シュトラッセ 4 1
- (72)発明者 ヨプスト リュディガー フォン ヴァツドルフ
ドイツ連邦共和国 マンハイム シュヴァルツヴァルトシュトラッセ 6 9
- (72)発明者 ヴォルフガング マットマン
ドイツ連邦共和国 リムブルガーホーフ アルベルト＝シュヴァイツァー＝シュトラッセ 2 9
- (72)発明者 ヴォルフガング ハルダー
ドイツ連邦共和国 ヴァインハイム ベルクヴァルトシュトラッセ 1 6
- (72)発明者 エルハルト ヘンケス
ドイツ連邦共和国 アインハウゼン クルト＝シューマッハー＝シュトラッセ 1
- (72)発明者 ゲルト リットマン
ドイツ連邦共和国 ヴァインハイム ヴィンターガッセ 1 2 0
- (72)発明者 マンフレート ユリウス
ドイツ連邦共和国 リムブルガーホーフ アルベルト＝アインシュタイン＝アレー 1 3 アー

審査官 山田 泰之

- (56)参考文献 特開平07-206786 (JP, A)
特開平07-206787 (JP, A)
特開平11-236359 (JP, A)
特開平06-041276 (JP, A)
特開平04-221350 (JP, A)
特開平11-335335 (JP, A)
特開2000-334201 (JP, A)
特表2005-535725 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 209/86

C07C 211/36