

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 858 554**

51 Int. Cl.:

C07C 209/68 (2006.01)

C07C 211/36 (2006.01)

C07B 61/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.02.2016** **PCT/JP2016/055611**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.09.2016** **WO16143538**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.02.2016** **E 16761509 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.01.2021** **EP 3269704**

54 Título: **Método de isomerización para 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)aminociclohexano**

30 Prioridad:

09.03.2015 JP 2015045795

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.09.2021

73 Titular/es:

mitsubishi gas chemical company, inc.
(100.0%)
5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8324, JP

72 Inventor/es:

SHIMIZU, YUKO y
YAMAMOTO, YOSHIKI

74 Agente/Representante:

BERTRÁN VALLS, Silvia

ES 2 858 554 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método de isomerización para 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)aminociclohexano

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método de isomerización para 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano.

Técnica anterior

10 El 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano (denominado a continuación en el presente documento "isoforondiamina" o "IPDA") es un compuesto industrialmente importante para su uso como materia prima para, por ejemplo, agentes de curado epoxídicos y poliuretanos. Una isoforondiamina tiene dos isómeros, es decir, un isómero cis y un isómero trans, derivados de un anillo de ciclohexano. Se sabe que las propiedades físicas de un polímero
15 obtenido usando una isoforondiamina varían dependiendo de la razón de isómeros, un isómero cis y un isómero trans.

Por ejemplo, en una resina epoxídica obtenida usando una isoforondiamina que tiene un alto contenido de isómero trans como agente de curado, se observan un aumento del tiempo útil de empleo y una disminución de la temperatura exotérmica pico máxima. En cambio, en una resina epoxídica obtenida usando una isoforondiamina que tiene un alto
20 contenido de isómero cis como endurecedor, se notifica que la velocidad de reacción es extremadamente alta (documento de patente 1).

Por estos motivos, es extremadamente importante controlar la razón de isómeros de una isoforondiamina. Se han propuesto diversos métodos para controlar la razón de isómeros de una isoforondiamina.

25 Por ejemplo, como método para controlar la razón de isómeros, se notifica un método de control de las condiciones de hidrogenación de un precursor de una isoforondiamina, es decir, 3-ciano-3,5,5-trimetilciclohexanona, para controlar una razón cis/trans de la isoforondiamina resultante (documento de patente 2, documento de patente 3).

30 Dado que una trans-isoforondiamina tiene un punto de ebullición menor que una cis-isoforondiamina, la razón de isómeros puede variarse mediante destilación (documento de patente 4).

Además, como método para isomerizar una isoforondiamina, se notifica un método para isomerizar una trans-isoforondiamina o una cis-isoforondiamina en presencia de un catalizador de metal (documento de patente 5).

35 El documento de patente 6 se refiere a un método para la producción de 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforondiamina) que tiene una alta razón de isómeros cis/trans. Más particularmente, puede obtenerse una isoforondiamina que tiene una razón de isómeros cis/trans en el intervalo de 63/37 a 66/34 de una manera independiente de la temperatura haciendo reaccionar una isoforondiamina que tiene cualquier razón de isómeros
40 cis/trans particular con H_2 y NH_3 en presencia de un catalizador de hidrogenación.

Lista de bibliografías**Documentos de patente**

- 45 Documento de patente 1: publicación de solicitud de patente alemana n.º 4211454
- Documento de patente 2: patente japonesa abierta a consulta por el público n.º H7-206787
- 50 Documento de patente 3: publicación nacional de solicitud de patente internacional n.º 2005-501893
- Documento de patente 4: publicación nacional de solicitud de patente internacional n.º 2005-535728
- Documento de patente 5: publicación nacional de solicitud de patente internacional n.º 2005-535725
- 55 Documento de patente 6: documento WO 2004/020386 A1

Sumario de la invención**60 Problema técnico**

Sin embargo, los métodos descritos en los documentos de patente 2 a 4 no son métodos para isomerizar una isoforondiamina. Además, el método de isomerización descrito en el documento de patente 5 no es fácil de llevar a cabo, dado que se usa amoniaco líquido y se produce una reacción a alta presión.

65 Por consiguiente, se ha deseado desarrollar un método para llevar a cabo fácilmente la reacción de isomerización de

1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano tal como una isoforondiamina.

Se ha alcanzado la presente invención considerando los problemas mencionados anteriormente. Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, que puede realizar de manera sencilla y altamente activa la reacción de isomerización de un compuesto industrialmente importante, es decir, 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, sin pasar a través de ninguna reacción a alta presión ni ningún procedimiento de múltiples etapas complicado.

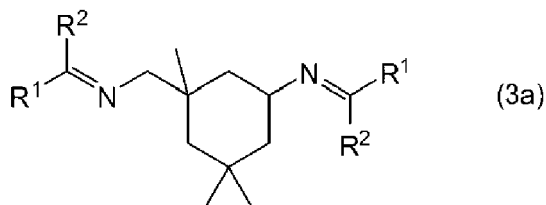
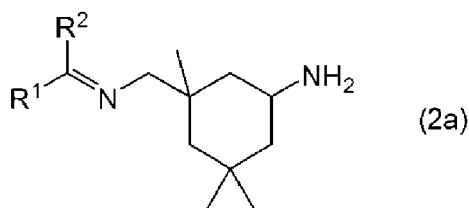
Solución al problema

Los presentes inventores llevaron a cabo de manera intensiva estudios con el fin de resolver los problemas mencionados anteriormente. Como resultado, encontraron que los problemas anteriores pueden resolverse mediante un método de isomerización que tiene una etapa de isomerización predeterminada y llegaron a la presente invención.

Más específicamente, la presente invención es tal como sigue.

[1] Un método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, que comprende una etapa de:

isomerizar el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en presencia de un compuesto de imina y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un hidruro de metal alcalino, una amida de metal alcalino, un óxido básico de metal alcalino, un alcóxido de metal alcalino, un metal alcalinotérreo y un hidruro de metal alcalinotérreo, en el que el compuesto de imina comprende un compuesto representado por la siguiente fórmula general (2a) y/o un compuesto representado por la siguiente fórmula general (3a).



en las que R¹ y R² representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono.

[2] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según el punto [1], en el que el compuesto de imina se obtiene mediante condensación por deshidratación entre una amina primaria y un aldehído y/o una cetona.

[3] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según el punto [1] o [2], en el que el compuesto de imina se obtiene mediante condensación por deshidratación entre el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano y un aldehído y/o una cetona.

[4] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según uno cualquiera de los puntos [1] a [3], en el que la etapa de isomerización del 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano se lleva a cabo en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un hidruro de metal alcalino y una amida de metal alcalino.

[5] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según uno cualquiera de los puntos [1] a [4], que tiene una etapa de separación de isómeros para separar un isómero trans y un isómero cis de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano mediante destilación durante y/o después de la etapa de isomerización.

[6] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según uno cualquiera de los puntos [1] a [5], en el que la temperatura de la reacción de isomerización en la etapa de isomerización es de 100 a 140°C.

[7] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según el punto [6], en el que, en la etapa de isomerización, se usa un disolvente que tiene un punto de ebullición igual a o menor que la temperatura de

la reacción de isomerización.

[8] El método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según uno cualquiera de los puntos [1] a [7], en el que, en la etapa de isomerización, se realiza burbujeo mediante un gas inerte.

Efectos ventajosos de la invención

Según esta invención, es posible proporcionar un método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, que realiza de manera sencilla y altamente activa una reacción de isomerización de un compuesto industrialmente importante, es decir, 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, sin pasar a través de ninguna reacción a alta presión ni ningún procedimiento de múltiples etapas complicado, en comparación con las técnicas conocidas en la técnica.

Breve descripción de los dibujos

[Figura 1] La figura 1 muestra un cambio de la razón de isómeros con el paso del tiempo en los ejemplos 1 y 2.

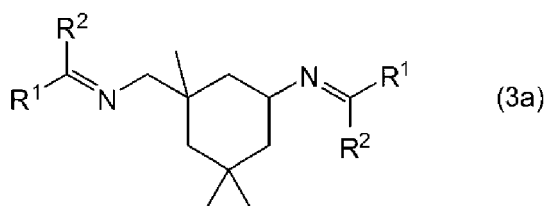
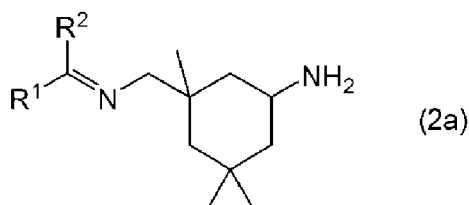
Descripción de las realizaciones

Ahora, se describirán más específicamente a continuación las realizaciones (denominadas a continuación en el presente documento "la presente realización") para llevar a cabo la invención; sin embargo, la presente invención no se limita a esta y puede modificarse sin apartarse del alcance de la invención.

[Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano]

El método de isomerización de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según la presente realización tiene una etapa de isomerización de isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en presencia de un compuesto de imina y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un hidruro de metal alcalino, una amida de metal alcalino, un óxido básico de metal alcalino, un alcóxido de metal alcalino, un metal alcalinotérreo y un hidruro de metal alcalinotérreo (denominados en conjunto a continuación en el presente documento "metal(es) alcalino(s)"),

en el que el compuesto de imina comprende un compuesto representado por la siguiente fórmula general (2a) y/o un compuesto representado por la siguiente fórmula general (3a):



en las que R¹ y R² representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono.

En el método de isomerización de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según la presente realización, con la constitución anterior, puede producirse una especie activa de un catalizador de isomerización en la etapa de isomerización. Debido a esto, puede llevarse a cabo una reacción de isomerización de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano de manera sencilla y altamente activa sin pasar a través de ninguna reacción a alta presión ni ningún procedimiento de múltiples etapas complicado, en comparación con las técnicas conocidas en la técnica.

[Etapa de isomerización]

La etapa de isomerización es una etapa de isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en presencia de un compuesto de imina representado por la fórmula general (2a) anterior y/o un compuesto de imina representado por la fórmula general (3a) anterior y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un

hidruro de metal alcalino, una amida de metal alcalino, un óxido básico de metal alcalino, un alcóxido de metal alcalino, un metal alcalinotérreo y un hidruro de metal alcalinotérreo.

El término "isomerizar" se refiere a transformar un isómero trans de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en un isómero cis del mismo o transformar un isómero cis de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en un isómero trans del mismo.

La temperatura de la reacción de isomerización en la etapa de isomerización es preferiblemente de 10 a 200°C, más preferiblemente de 80 a 150°C y aún más preferiblemente de 100 a 140°C. Si la temperatura de la reacción de isomerización es de 10°C o más, tiende a avanzar de manera más eficaz una reacción de isomerización. Si la temperatura de la reacción de isomerización es de 200°C o menos, puede suprimirse una reacción secundaria, tal como una reacción de descomposición y una reacción de polimerización, y puede reducirse la producción conjunta de productos de bajo punto de ebullición y productos de alto punto de ebullición, con el resultado de que tiende a mejorarse más la tasa de recuperación de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Particularmente, si la temperatura de la reacción de isomerización se controla para que sea de 100 a 140°C, tienden a obtenerse satisfactoriamente un buen rendimiento y una buena velocidad de reacción.

El tiempo de la reacción de isomerización varía dependiente de, por ejemplo, las cantidades de uso de los componentes individuales, las condiciones de reacción y la composición de isómeros deseada; sin embargo, el tiempo de reacción es preferiblemente de 0,50 a 6,0 horas, más preferiblemente de 1,0 a 5,0 horas y aún más preferiblemente de 2,0 a 4,0 horas.

La reacción de isomerización puede llevarse a cabo o bien en presencia o bien en ausencia de un disolvente. Como el disolvente que puede usarse, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se mencionan un disolvente inerte con respecto a una amina primaria, un aldehído y una cetona. Los ejemplos de un disolvente de este tipo incluyen, pero no se limitan particularmente a, disolventes a base de compuestos aromáticos tales como benceno, tolueno o xileno; disolventes de éter tales como dietil éter o tetrahidrofurano; y disolventes a base de hidrocarburos tales como hexano o heptano. De ellos, con el fin de fomentar de manera más eficaz la reacción de isomerización, es preferible un disolvente que tiene un punto de ebullición igual a o menor que una temperatura de la reacción de isomerización.

Como la atmósfera de la reacción de isomerización, aunque no está particularmente limitada, por ejemplo, es preferible una atmósfera que no contenga aire o hidrógeno activo, tal como agua o un alcohol. Si se emplea una atmósfera de este tipo, casi nunca se inactiva una especie activa de un catalizador de isomerización, que se produce añadiendo un compuesto de imina representado por la fórmula general (2a) anterior y/o un compuesto de imina representado por la fórmula general (3a) anterior y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en el/los metal(es) alcalino(s), y tiende a mejorarse más la eficiencia de reacción. Particularmente, con el fin de suprimir la inactivación mediante la reacción de la especie activa de un catalizador con el agua posiblemente presente en el sistema de reacción, el contenido de agua en el sistema de reacción se controla preferiblemente para que sea de 1000 ppm o menos. Como un método conveniente para evitar la contaminación con, por ejemplo, humedad y aire, una reacción de isomerización se lleva a cabo preferiblemente en una atmósfera de un gas inerte, tal como gas de nitrógeno y gas de argón.

En la etapa de isomerización, se realiza preferiblemente burbujeo suministrando un gas inerte en el sistema de reacción. Si es así, tiende a fomentarse de manera más eficaz una reacción de isomerización.

[1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano]

Se usa 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano (más específicamente, isoforondiamina) ya que ejerce eficazmente el efecto de la presente invención. El 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano puede usarse solo o en combinación con uno o más de otros 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)aminociclohexanos.

[Compuesto de imina]

El compuesto de imina es un compuesto representado por la fórmula general (2a) anterior y/o un compuesto representado por la fórmula general (3a) anterior. El compuesto de imina se usa para formar una especie activa de un catalizador de isomerización para 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. En la fórmula general (2a) anterior y la fórmula general (3a) anterior, R¹ y R² representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono. Los compuestos de imina pueden usarse solos o en combinación de dos o más.

Los ejemplos del grupo hidrocarbonado no sustituido representado por cada uno de R¹ y R² incluyen, pero no se limitan particularmente a, un grupo monovalente seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo, un grupo alquenilo, un grupo alquinilo o un grupo hidrocarbonado alifático no sustituido; un grupo cicloalquilo o un grupo hidrocarbonado alicíclico no sustituido; y un grupo alquilarilo, un grupo arilalquilo o un grupo hidrocarbonado aromático no sustituido. Los grupos hidrocarbonados alifáticos pueden ser lineales o ramificados.

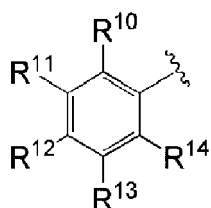
Los ejemplos del grupo hidrocarbonado alifático lineal representado por cada uno de R^1 y R^2 incluyen, pero no se limitan particularmente a, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo y un grupo decilo. El grupo hidrocarbonado alifático lineal puede ser un grupo hidrocarbonado alifático lineal obtenido reemplazando un enlace sencillo que tiene el grupo hidrocarbonado alifático lineal por un doble enlace y/o un triple enlace.

Los ejemplos del grupo hidrocarbonado alifático ramificado representado por R^1 y R^2 incluyen, pero no se limitan particularmente a, un grupo isopropilo, un grupo isobutilo, un grupo sec-butilo, un grupo t-butilo, un grupo isopentilo, un grupo neopentilo, un grupo 2-hexilo, un grupo 2-octilo y 2-decilo. El grupo hidrocarbonado alifático ramificado puede ser un grupo hidrocarbonado alifático ramificado obtenido reemplazando un enlace sencillo que tiene el grupo hidrocarbonado alifático por un doble enlace y/o un triple enlace.

Los ejemplos del grupo hidrocarbonado alicíclico representado por cada uno de R^1 y R^2 incluyen, pero no se limitan particularmente a, un grupo ciclopropilo, un grupo ciclobutilo, un grupo ciclohexilo, un grupo ciclopentilo, un grupo ciclooctilo y un grupo ciclodecilo. El grupo hidrocarbonado alicíclico puede ser un grupo hidrocarbonado alicíclico obtenido reemplazando un enlace sencillo que tiene el grupo hidrocarbonado alicíclico por un doble enlace y/o un triple enlace.

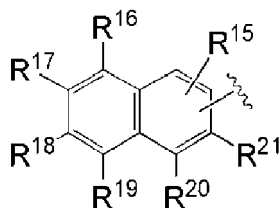
Los ejemplos del grupo hidrocarbonado aromático representado por cada uno de R^1 y R^2 incluyen, pero no se limitan particularmente a, un grupo fenilo, un grupo naftilo, un grupo bencilo, un grupo metilfenilo, un grupo etilfenilo, un grupo metilnaftilo y un grupo dimetilnaftilo. De ellos, el grupo hidrocarbonado aromático es preferiblemente un grupo monovalente seleccionado del grupo que consiste en un grupo bencilo no sustituido, un grupo benzal no sustituido, un grupo fenilo monovalente no sustituido y un grupo naftilo monovalente no sustituido.

Los ejemplos del grupo fenilo no sustituido incluyen, pero no se limitan particularmente a, grupos representados por la siguiente fórmula general (4). Los ejemplos del grupo naftilo monovalente no sustituido incluyen, pero no se limitan particularmente a, grupos representados por la siguiente fórmula general (5).



(4)

en la que R^{10} , R^{11} , R^{12} , R^{13} y R^{14} representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono o un grupo fenilo.



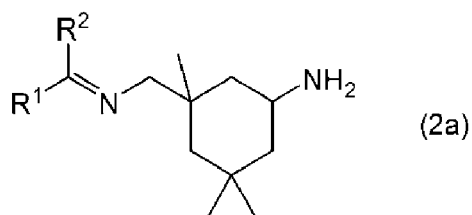
(5)

en la que R^{15} , R^{16} , R^{17} , R^{18} , R^{19} , R^{20} y R^{21} representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono o un grupo fenilo.

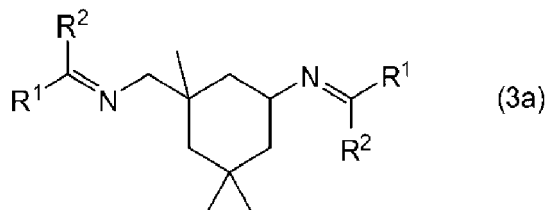
El número de átomos de carbono del grupo hidrocarbonado no sustituido representado por cada uno de R^1 y R^2 es de 1 a 20, preferiblemente de 1 a 12 y aún más preferiblemente de 1 a 10.

Los ejemplos del caso en el que R^1 y R^2 están unidos entre sí para formar un anillo incluyen, pero no se limitan particularmente a, un caso en el que R^1 y R^2 están unidos entre sí para formar un anillo alifático y un caso en el que R^1 y R^2 están unidos entre sí para formar un anillo heterocíclico.

El compuesto de imina es un compuesto representado por la siguiente fórmula general (2a) y/o un compuesto representado por la siguiente fórmula general (3a). Cuando se usa un compuesto de este tipo, puede suprimirse la producción de subproductos después de la isomerización y puede disminuirse la cantidad de subproductos que van a separarse, con el resultado de que tiende a obtenerse fácilmente un 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano altamente purificado.



en la que R¹ y R² representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono (R¹ y R² pueden estar unidos entre sí para formar un anillo).



en la que R¹ y R² representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono (R¹ y R² pueden estar unidos entre sí para formar un anillo).

Como el compuesto de imina, puede usarse no sólo un compuesto disponible como reactivo sino también un compuesto obtenido mediante síntesis orgánica. Los ejemplos del compuesto disponible como reactivo incluyen, pero no se limitan particularmente a, benciliden-anilina y N-benciliden-terc-butilamina. Los ejemplos del compuesto obtenido mediante síntesis orgánica incluyen, pero no se limitan particularmente a, los compuestos de imina descritos en Chem. Rev., 1963, 63(5), págs. 489-510 The CHEMISTRY OF IMINES, tabla I a tabla VII, que tienen un sustituyente que contiene un grupo funcional inerte con respecto a un metal alcalino, una amida de metal alcalino, un hidruro de metal alcalino, un metal alcalinotérreo o un hidruro de metal alcalinotérreo. Estos pueden usarse sin ninguna purificación.

La cantidad usada del compuesto de imina, aunque no está particularmente limitada, es preferiblemente de 0,001 a 0,10 moles, más preferiblemente de 0,005 a 0,05 moles en relación con 1 mol de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Si la cantidad de uso del compuesto de imina es de 0,001 moles o más en relación con 1 mol de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, tiende a avanzar de manera más rápida y suave la reacción de isomerización. Además, si la cantidad de uso del compuesto de imina se encuentra dentro del intervalo anterior, puede suprimirse más una reacción secundaria, tal como una reacción de polimerización entre moléculas de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, con el resultado de que se mejora el rendimiento de un isómero deseado y tiende a suprimirse satisfactoriamente el coste del catalizador al mínimo. En el método de isomerización de la presente realización, incluso si la cantidad de uso del compuesto de imina es la cantidad de catalizador anterior, puede avanzar eficazmente la reacción.

(Método para sintetizar el compuesto de imina)

El compuesto de imina se obtiene preferiblemente mediante condensación por deshidratación entre una amina primaria y un aldehído y/o una cetona, y más preferiblemente condensación por deshidratación entre 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano y un aldehído y/o una cetona. Un compuesto de imina de este tipo puede añadirse al sistema de reacción del método de isomerización de la presente realización o puede producirse en el sistema de reacción.

Particularmente, para isomerizar una isoforondiamina, se usa más preferiblemente un compuesto de imina obtenido mediante condensación por deshidratación entre una isoforondiamina y un aldehído o una cetona. Si se usa el compuesto de imina obtenido mediante la reacción de condensación por deshidratación entre una isoforondiamina y un aldehído o una cetona, disminuye la cantidad de compuestos que van a separarse y se mejora más fácilmente la pureza de una isoforondiamina.

La reacción de condensación por deshidratación anterior puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un catalizador. La reacción de condensación por deshidratación anterior también puede llevarse a cabo en presencia o ausencia de un disolvente. Como el disolvente que puede usarse en el presente documento, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se mencionan disolventes inertes con respecto a una amina primaria, un aldehído y una cetona. Los ejemplos de los disolventes incluyen, pero no se limitan particularmente a, disolventes a base de compuestos aromáticos tales como benceno, tolueno o xileno; disolventes de éter tales como dietil éter o tetrahidrofurano; y disolventes a base de hidrocarburos tales como hexano o heptano.

Como un método para una reacción de condensación por deshidratación, aunque no está particularmente limitado,

por ejemplo, específicamente, se menciona un método de deshidratación azeotrópica usando un aparato de Dean-Stark. En este método, puede obtenerse fácilmente un compuesto de imina mediante deshidratación azeotrópica de cada uno de los componentes en un disolvente de benceno. En el caso en el que una reacción de condensación por deshidratación se lleva a cabo en ausencia de un disolvente, la condensación por deshidratación puede avanzar fácilmente retirando el agua del sistema de reacción mediante, por ejemplo, una operación de destilación.

En el caso en el que se prepara un compuesto de imina en un sistema de reacción de isomerización, el método de isomerización de la presente realización puede tener, antes y/o después de la etapa de isomerización, una etapa de condensación por deshidratación en la que se mezcla 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano con un aldehído y/o una cetona y se somete a una condensación por deshidratación, obteniéndose de ese modo un compuesto de imina en el sistema de reacción.

Si el método de isomerización tiene la etapa de condensación por deshidratación, puede isomerizarse el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano mediante la adición de metal(es) alcalino(s) en el sistema de reacción sin aislar un compuesto de imina obtenido a través de la condensación por deshidratación entre un aldehído o una cetona y una amina primaria.

Si el método de isomerización tiene la etapa de condensación por deshidratación, puede usarse un aldehído o una cetona, que está fácilmente disponible y a bajo coste a nivel industrial, como materia prima para un catalizador, sin usar, por ejemplo, un metal noble caro. Como resultado, puede llevarse a cabo ventajosamente la isomerización de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano a nivel industrial. Por tanto, la etapa de condensación por deshidratación tiene una importancia industrial extremadamente alta.

(Amina primaria)

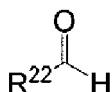
Como la amina primaria, aunque no está particularmente limitada, por ejemplo, se menciona un compuesto generalmente disponible y que proporciona un compuesto de imina que tiene un sustituyente que contiene un grupo funcional inerte con respecto al/los metal(es) alcalino(s), etc. La amina primaria puede usarse sola o en combinación (de dos o más); sin embargo, se usa preferiblemente una única amina primaria sola con el fin de simplificar el procedimiento industrial.

Los ejemplos de la amina primaria incluyen, pero no se limitan particularmente a, metilamina, etilamina, propilamina, isopropilamina, butilamina, isobutilamina, terc-butilamina, bencilamina, metilbencilamina, dimetilbencilamina, anilina, metaxililendiamina, paraxililendiamina, ciclohexilamina, 1,3-bis(aminometil)ciclohexano o 1,4-bis(aminometil)ciclohexano, 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano tal como isoforondiamina; o-fenilendiamina, m-fenilendiamina, p-fenilendiamina, fenetilamina, diaminodifenilmetano, metanodiamina, etanodiamina, propanodiamina, butanodiamina, pentanodiamina y hexanodiamina.

De ellos, es preferible 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Si se usa 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, que es un compuesto objetivo que va a isomerizarse, puede llevarse a cabo una reacción de isomerización sin usar ninguna otra amina y tiende a purificarse de manera más sencilla el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano resultante.

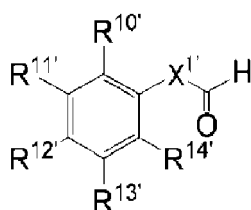
(Aldehído)

Como el aldehído, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se menciona un compuesto generalmente disponible y que tiene un sustituyente que contiene un grupo funcional inerte con respecto al/los metal(es) alcalino(s). Como un aldehído de este tipo, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se menciona al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un aldehído alifático representado por la siguiente fórmula general (6), un aldehído aromático representado por la siguiente fórmula general (7) y un aldehído aromático representado por la siguiente fórmula general (8). Si se usa un compuesto de este tipo, tienden a mejorarse más la razón de isómero trans o la razón de isómero cis del isómero resultante y el rendimiento de isomerización del mismo.



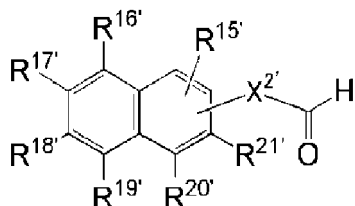
(6)

en la que R^{22} representa un átomo de hidrógeno o un sustituyente monovalente seleccionado del grupo que consiste en un grupo hidrocarbonado alifático no sustituido y un grupo hidrocarbonado alicíclico no sustituido.



(7)

en la que $R^{10'}$, $R^{11'}$, $R^{12'}$, $R^{13'}$ y $R^{14'}$ representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo monovalente seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono y un grupo fenilo; y $X^{1'}$ representa un enlace sencillo o un grupo alquilo divalente que tiene de 1 a 10 átomos de carbono.



(8)

en la que $R^{15'}$, $R^{16'}$, $R^{17'}$, $R^{18'}$, $R^{19'}$, $R^{20'}$ y $R^{21'}$ representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo monovalente seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono y un grupo fenilo; y $X^{2'}$ representa un enlace sencillo o un grupo alquilo divalente que tiene de 1 a 10 átomos de carbono.

Como el aldehído anterior, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se mencionan formaldehído, un aldehído alifático y un aldehído aromático. Si se usa un compuesto de este tipo, tienden a mejorarse más la razón de isómero trans o la razón de isómero cis del isómero resultante y el rendimiento de isomerización. Los aldehídos pueden usarse solos o en combinación (de dos o más); sin embargo, se usa preferiblemente un único aldehído solo con el fin de simplificar el procedimiento industrial.

Los ejemplos del aldehído alifático incluyen, pero no se limitan particularmente a, acetaldehído, propionaldehído, 4-isopropilaldehído, isobutiraldehído, n-butiraldehído, n-valeraldehído, isovaleraldehído, pivalaldehído, n-hexilaldehído, n-heptilaldehído, n-octilaldehído, n-nonilaldehído, n-decilaldehído, acroleína, metacroleína, 2-metilpentanal, crotonaldehído, cinamaldehído, fenilacetaldehído, p-metilfenilacetaldehído, (+)-citronelal y (-)-citronelal. De ellos, es preferible al menos uno seleccionado del grupo que consiste en acetaldehído, isobutiraldehído, n-decilaldehído, metacroleína y cinamaldehído. Si se usa un compuesto de este tipo, tienden a mejorarse más la razón de isómero trans o la razón de isómero cis del isómero resultante y el rendimiento de isomerización.

Los ejemplos del aldehído aromático incluyen, pero no se limitan particularmente a, benzaldehído, 2-metilbenzaldehído, 3-metilbenzaldehído, 4-metilbenzaldehído, 2-etilbenzaldehído, 3-etilbenzaldehído, 4-etilbenzaldehído, 2-propilbenzaldehído, 3-propilbenzaldehído, 4-propilbenzaldehído, 2-isopropilbenzaldehído, 3-isopropilbenzaldehído, 4-isopropilbenzaldehído, 4-bifenilaldehído, 2-butilbenzaldehído, 3-butilbenzaldehído, 4-butilbenzaldehído, 2-terc-butilbenzaldehído, 3-terc-butilbenzaldehído, 4-terc-butilbenzaldehído, 2-fenilbenzaldehído, 3-fenilbenzaldehído, 4-fenilbenzaldehído, 2,3-dimetilbenzaldehído, 2,4-dimetilbenzaldehído, 2,5-dimetilbenzaldehído, 2,6-dimetilbenzaldehído, 3,4-dimetilbenzaldehído, 3,5-dimetilbenzaldehído, 2,4,5-trimetilbenzaldehído, 2,4,6-trimetilbenzaldehído, 1-naftaldehído, 2-naftaldehído y 3-naftaldehído. De ellos, es preferible al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en benzaldehído, 4-metilbenzaldehído, 4-etilbenzaldehído, 4-isopropilbenzaldehído, 2,4-dimetilbenzaldehído, 3,4-dimetilbenzaldehído, 2,4,5-trimetilbenzaldehído, 2,4,6-trimetilbenzaldehído, 4-isobutilbenzaldehído y 4-bifenilaldehído. Si se usa un compuesto de este tipo, tiende a mejorarse más el rendimiento de isomerización.

La cantidad de uso del aldehído es preferiblemente de 0,001 a 0,10 moles y más preferiblemente de 0,005 a 0,05 moles en relación con 1 mol de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Si la cantidad de uso del aldehído se encuentra dentro del intervalo anterior, avanza de manera más rápida y suave la reacción de isomerización y puede suprimirse una reacción secundaria, tal como una reacción de polimerización entre moléculas de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, con el resultado de que se mejora más el rendimiento de un isómero deseado y tiende a suprimirse satisfactoriamente el coste del catalizador al mínimo.

(Cetona)

Como la cetona, aunque no está particularmente limitada, por ejemplo, se menciona un compuesto generalmente disponible y que proporciona un compuesto que tiene un sustituyente que contiene un grupo funcional inerte con respecto al/los metal(es) alcalino(s). Como una cetona de este tipo, aunque no está particularmente limitada, por

ejemplo, se menciona al menos una seleccionado del grupo que consiste en una cetona alifática, una cetona aromática, una cetona aromática alifática y una cetona cíclica. Si se usa un compuesto de este tipo, tienden a mejorarse más la razón de isómero trans o la razón de isómero cis del isómero resultante y el rendimiento de isomerización. Las cetonas pueden usarse solas o en combinación (de dos o más); sin embargo, se usa preferiblemente una única cetona sola con el fin de simplificar el procedimiento industrial.

Los ejemplos de la cetona alifática incluyen, pero no se limitan particularmente a, acetona, metil etil cetona, dietil cetona, metil propil cetona, metil isobutil cetona, etil propil cetona, etil isobutil cetona y dipropil cetona.

Los ejemplos de la cetona aromática incluyen, pero no se limitan particularmente a, benzofenona.

Los ejemplos de la cetona aromática alifática incluyen, pero no se limitan particularmente a, acetofenona.

Los ejemplos de la cetona cíclica incluyen, pero no se limitan particularmente a, ciclohexanona.

De ellas, es preferible al menos una cetona seleccionada del grupo que consiste en metil etil cetona y acetofenona. Si se usa un compuesto de este tipo, tiende a mejorarse más el rendimiento de isomerización.

La cantidad de uso de la cetona es preferiblemente de 0,001 a 0,10 moles, más preferiblemente de 0,005 a 0,05 moles en relación con 1 mol de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Si la cantidad de uso de la cetona se encuentra dentro del intervalo anterior, avanza de manera más rápida y suave la reacción de isomerización y puede suprimirse una reacción secundaria, tal como una reacción de polimerización entre moléculas de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, con el resultado de que se mejora más el rendimiento de un isómero deseado y tiende a suprimirse satisfactoriamente el coste del catalizador al mínimo.

[Metal(es) alcalino(s)]

En el método de isomerización de la presente realización, se isomeriza 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un hidruro de metal alcalino, una amida de metal alcalino, un óxido básico de metal alcalino, un alcóxido de metal alcalino, un metal alcalinotérreo y un hidruro de metal alcalinotérreo. Debido a la presencia de estos metales alcalinos en el método de isomerización de la presente realización, puede avanzar de manera más rápida una reacción de isomerización. Este/estos metal(es) alcalino(s) puede(n) usarse solo(s) o en combinación de dos o más.

Del/de los metal(es) alcalino(s), está contenido preferiblemente al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un hidruro de metal alcalino y una amida de metal alcalino; y está contenido más preferiblemente al menos uno seleccionado del grupo que consiste en sodio metálico, amida de sodio e hidruro de sodio. Si se usa una sustancia de este tipo, tiende a mejorarse más el rendimiento de isomerización.

Los ejemplos de los metales alcalinos incluyen, pero no se limitan particularmente a, sodio metálico, litio metálico y potasio metálico.

En la etapa de isomerización del 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, puede usarse al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un hidruro de metal alcalino, una amida de metal alcalino, un óxido básico y un alcóxido de metal alcalino. Si se usa un compuesto de este tipo, tienden a mejorarse más la razón de isómero trans o la razón de isómero cis del isómero resultante y el rendimiento de isomerización. De ellos, es preferible al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un hidruro de metal alcalino y una amida de metal alcalino. Los ejemplos del hidruro de metal alcalino en el presente documento incluyen, pero no se limitan particularmente a, hidruro de sodio, hidruro de litio, hidruro de potasio, hidruro de litio y aluminio y hidruro de boro y sodio. Los ejemplos de la amida de metal alcalino incluyen, pero no se limitan particularmente a, amida de sodio, amida de litio, amida de potasio, diisopropilamida de litio y bis(trimetilsilil)amida de sodio. Los ejemplos del óxido básico incluyen, pero no se limitan particularmente a, óxido de litio, óxido de sodio, óxido de potasio, óxido de cesio, óxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de estroncio y óxido de bario. Los ejemplos del alcóxido de metal alcalino incluyen, pero no se limitan particularmente a, terc-butóxido de potasio.

Los ejemplos del metal alcalinotérreo incluyen, pero no se limitan particularmente a, magnesio metálico y calcio metálico.

Los ejemplos del hidruro de metal alcalinotérreo incluyen, pero no se limitan particularmente a, hidruro de calcio e hidruro de magnesio.

La cantidad de uso del compuesto tal como se mencionó anteriormente, aunque no está particularmente limitado, es preferiblemente de 0,001 a 0,10 moles y más preferiblemente de 0,005 a 0,05 moles en relación con 1 mol de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Si la cantidad de uso del compuesto tal como se mencionó anteriormente se encuentra dentro del intervalo anterior, tiende a avanzar más eficazmente la reacción de isomerización.

[Etapa de purificación]

El método de isomerización de la presente realización puede tener una etapa de purificación, tal como una etapa de retirada del componente de catalizador para retirar un componente de catalizador, una etapa de retirada de componentes de bajo punto de ebullición para retirar los componentes de bajo punto de ebullición, una etapa de retirada de componentes de alto punto de ebullición para retirar los componentes de alto punto de ebullición y una etapa de separación de isómeros para destilar un isómero de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Obsérvese que el "componente catalítico" en el presente documento se refiere más específicamente a un compuesto de imina y metal(es) alcalino(s). Los "componentes de bajo punto de ebullición" se refieren a los componentes que tienen puntos de ebullición menores que los de los isómeros de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Los "componentes de alto punto de ebullición" se refieren a los componentes que tienen puntos de ebullición mayores que los de los isómeros de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano.

Obsérvese que la etapa de retirada del componente de catalizador, la etapa de retirada de componentes de bajo punto de ebullición, la etapa de retirada de componentes de alto punto de ebullición y la etapa de separación de isómeros pueden llevarse a cabo en orden aleatorio.

[Etapa de retirada del componente de catalizador]

La etapa de retirada del componente de catalizador es una etapa de retirar un componente catalítico presente en una mezcla de reacción después de una etapa de isomerización. Debido a la presencia de la etapa de retirada del componente catalítico en el método de isomerización de la presente realización, puede suprimirse más que una reacción secundaria avance en la etapa de purificación. Como el método de retirada del catalizador, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, puede usarse destilación en película delgada. El componente catalítico que va a separarse en el presente documento puede inactivarse y luego separarse o puede separarse en un estado activo. El componente catalítico separado en un estado activo puede usarse de nuevo como catalizador para una reacción de isomerización.

[Etapa de retirada de componentes de bajo punto de ebullición]

La etapa de retirada de componentes de bajo punto de ebullición es una etapa de retirar componentes de bajo punto de ebullición que tienen puntos de ebullición menores que los de los isómeros de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano durante o después de una etapa de isomerización. Debido a la presencia de la etapa de retirada de componentes de bajo punto de ebullición en el método de isomerización de la presente realización, tiende a mejorarse más el rendimiento del isómero. Como el método de retirada de los componentes de bajo punto de ebullición, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se menciona un método de realizar destilación a una temperatura igual a o menor que los puntos de ebullición de los isómeros de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano para retirar los componentes de bajo punto de ebullición a partir de la mezcla de reacción.

[Etapa de retirada de componentes de alto punto de ebullición]

La etapa de retirada de componentes de alto punto de ebullición es una etapa de retirar componentes de alto punto de ebullición que tienen puntos de ebullición mayores que los de los isómeros de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano después de una etapa de isomerización. Como el método de retirada de los componentes de alto punto de ebullición, aunque no está particularmente limitado, por ejemplo, se menciona un método de separar los isómeros de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano a partir de la mezcla de reacción mediante destilación en la siguiente etapa de separación de isómeros y, después de eso, retirar los componentes de alto punto de ebullición que quedan en la mezcla de reacción.

[Etapa de separación de isómeros]

La etapa de separación de isómeros es una etapa de separación de un isómero trans y un isómero cis de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano mediante destilación durante y/o después de la etapa de isomerización. Debido a la presencia de la etapa de separación de isómeros en el método de isomerización de la presente realización, tiende a mejorarse más el rendimiento del isómero.

Tal como se describió anteriormente, los isómeros de un 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano obtenidos mediante el método de la presente realización pueden aislarse mediante un método general tal como destilación. Si se lleva a cabo la destilación, la isomerización se lleva a cabo preferiblemente a la vez que se separa el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano isomerizado. De esta manera, pueden producirse 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano que contiene isómeros a una alta concentración que es igual a o mayor que la de la composición equivalente.

Obsérvese que las condiciones de destilación, tales como la temperatura de destilación, pueden controlarse de manera apropiada dependiendo del isómero deseado.

Ahora, se describirá un medio para llevar a cabo el método de isomerización de la presente realización; sin embargo, el método de isomerización de la presente realización no se limita a los siguientes.

5 Como el primer aspecto, el método de isomerización de la presente realización puede llevarse a cabo mezclando un compuesto de imina, metal(es) alcalino(s) y 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en un reactor. El reactor puede tener un medio de calentamiento para calentar el reactor, un medio de agitación para agitar la mezcla en el reactor y un medio de suministro de gas para burbujear la mezcla en el reactor.

10 A un reactor, pueden añadirse un compuesto de imina, metal(es) alcalino(s) y 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano de manera aleatoria. Se seleccionan dos componentes de un compuesto de imina, metal(es) alcalino(s) y 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano y se mezclan de antemano, y luego puede añadirse la mezcla. Alternativamente, puede añadirse una mezcla de un compuesto de imina, metal(es) alcalino(s) o 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano y un disolvente.

15 Como medio de adición para añadir un compuesto de imina, metal(es) alcalino(s) y 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, puede emplearse un medio que puede añadir estos compuestos a la vez en un reactor o un medio que puede añadirlos de manera continua gota a gota.

20 El reactor puede tener un medio de suministro de gas y un medio de escape de gas para controlar la atmósfera en el interior del reactor. El reactor puede estar constituido para que refluya un disolvente. El reactor puede estar diseñado para una reacción discontinua o una reacción continua.

25 Como un segundo aspecto, pueden emplearse un primer reactor para producir un compuesto de imina suministrando una amina primaria, un aldehído y/o una cetona al mismo y un segundo reactor para llevar a cabo una reacción de isomerización. En este caso, el segundo reactor está diseñado para comunicarse con el primer reactor de tal manera que el compuesto de imina producido se suministra al mismo. El primer reactor y/o el segundo reactor pueden tener un medio de deshidratación (por ejemplo, un aparato de Dean-Stark o un aparato de destilación) para retirar el agua del sistema de reacción. Obsérvese que en el caso en el que se usa 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano como la amina, las materias primas que van a suministrarse al segundo reactor pueden contener un compuesto de imina y el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano. Otras estructuras pueden ser iguales que las definidas en el primer aspecto.

30 Como un tercer aspecto, pueden emplearse un reactor para mezclar un compuesto de imina, metal(es) alcalino(s) y 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano y un destilador que se comunica con el reactor. En este caso, el reactor y el destilador pueden estar integrados en un solo cuerpo. Otras estructuras pueden ser iguales que las definidas en el primer aspecto.

Ejemplos

40 Ahora, se describirá más específicamente la presente invención a modo de ejemplos y ejemplos comparativos.

[Composición de isómeros]

45 Se analizó la composición de isómeros (razón cis/trans) mediante el uso de un aparato de cromatografía de gases equipado con una columna capilar, CP-Volamine, fabricado por Valian. Un isómero trans de una isoforondiamina tuvo un punto de ebullición menor que un isómero cis de la misma. El primer isómero detectado mediante cromatografía de gases fue un isómero trans y el isómero detectado después fue un isómero cis. Se calculó la razón de isómero cis según la fórmula:

50 Valor de área de isómero cis/(valor de área de isómero cis + valor de área de isómero trans)x100.

[Rendimiento de isomerización]

55 Se calcularon los rendimientos de isomerización mediante el método de patrón interno del análisis mediante cromatografía de gases anterior.

Rendimiento de isomerización (%) = (una isoforondiamina después de la reacción de isomerización)/(una isoforondiamina antes de la reacción de isomerización)x100.

60 [Materias primas]

4-metil-benzaldehído, amida de sodio y una isoforondiamina usados en el presente documento fueron reactivos disponibles comercialmente.

65

<Ejemplo 1>

Se pesaron una isoforondiamina (isómero cis: 77,4%, isómero trans: 22,6%) (200,8 g) y 4-metil-benzaldehído (3,4 g) y se colocaron en un matraz de 500 ml. Se agitó la mezcla resultante a 120°C durante 0,5 horas. Después de la agitación, se llevó a cabo deshidratación a presión reducida (8 torr) a 130°C. Después de finalizar la deshidratación, se añadió amida de sodio (3,2 g) bajo una atmósfera de argón y se llevó a cabo una reacción de isomerización a presión normal y 120°C durante 4 horas. Cuatro horas después del inicio de la reacción, la razón de isómero cis fue del 74,0%, la razón de isómero trans fue del 26,0% y el rendimiento de isomerización fue del 89%. Se mostró el cambio de la razón de isómeros con el paso del tiempo en la figura 1.

<Ejemplo 2>

Se pesaron una isoforondiamina (isómero cis: 90,9%, isómero trans: 9,1%) (30,2 g) y 4-metil-benzaldehído (0,52 g) y se colocaron en un matraz de 100 ml. Se agitó la mezcla resultante a 120°C durante 0,5 horas. Después de la agitación, se llevó a cabo deshidratación a presión reducida (8 torr) a 130°C. Después de finalizar la deshidratación, se añadió amida de sodio (0,59 g) bajo una atmósfera de argón y se llevó a cabo una reacción de isomerización a presión normal y 120°C durante 5 horas. Cinco horas después del inicio de la reacción, la razón de isómero cis fue del 83,4%, la razón de isómero trans fue del 16,6% y el rendimiento de isomerización fue del 88%. Se mostró el cambio de la razón de isómeros con el paso del tiempo en la figura 1.

Aplicabilidad industrial

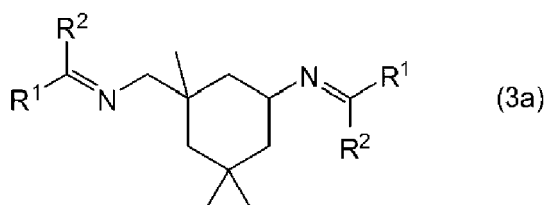
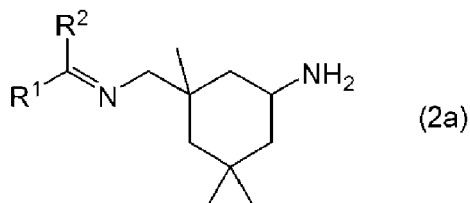
La isoforondiamina obtenida mediante el método de isomerización de la presente invención se usa en endurecedores epoxídicos y poliuretano, y tiene aplicabilidad industrial como materiales ópticos tales como para lentes, prismas, fibras ópticas, sustratos de registro de información y filtros de plástico que usan poliamida y poliuretano.

REIVINDICACIONES

1. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano, que comprende una etapa de:

5 isomerizar el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano en presencia de un compuesto de imina y al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino, un hidruro de metal alcalino, una amida de metal alcalino, un óxido básico de metal alcalino, un alcóxido de metal alcalino, un metal alcalinotérreo y un hidruro de metal alcalinotérreo,

10 en el que el compuesto de imina comprende un compuesto representado por la siguiente fórmula general (2a) y/o un compuesto representado por la siguiente fórmula general (3a):



15 en las que R¹ y R² representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono.

20 2. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según la reivindicación 1, en el que el compuesto de imina se obtiene mediante condensación por deshidratación entre una amina primaria y un aldehído y/o una cetona.

25 3. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según la reivindicación 1 ó 2, en el que el compuesto de imina se obtiene mediante condensación por deshidratación entre el 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano y un aldehído y/o una cetona.

30 4. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la etapa de isomerización del 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano se lleva a cabo en presencia de al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un hidruro de metal alcalino y una amida de metal alcalino.

35 5. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que tiene una etapa de separación de isómeros para separar un isómero trans y un isómero cis de 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano mediante destilación, durante y/o después de la etapa de isomerización.

40 6. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la temperatura de la reacción de isomerización de la etapa de isomerización es de 100 a 140°C.

45 7. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según la reivindicación 6, en el que, en la etapa de isomerización, se usa un disolvente que tiene un punto de ebullición igual a o menor que la temperatura de la reacción de isomerización.

8. Método para isomerizar 1,3,3-trimetil-1-(aminometil)-5-aminociclohexano según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que, en la etapa de isomerización, se realiza burbujeo mediante un gas inerte.

[Figura 1]

