



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 276 153**

51 Int. Cl.:
C07C 209/86 (2006.01)
C07C 211/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03794858 .5**
86 Fecha de presentación : **08.08.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1529028**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **11.05.2005**

54 Título: **Procedimiento para la obtención por destilación de IPDA con elevada proporción entre los isómeros cis/trans.**

30 Prioridad: **09.08.2002 DE 102 36 674**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.06.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.06.2007

73 Titular/es: **BASF Aktiengesellschaft**
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es: **Funke, Frank;**
Hill, Thomas;
Von Watzdorf, Jobst, Rüdiger;
Mattmann, Wolfgang;
Harder, Wolfgang;
Henkes, Erhard;
Littmann, Gerd y
Julius, Manfred

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 276 153 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

Procedimiento para la obtención por destilación de IPDA con elevada proporción entre los isómeros cis/trans.

5 La invención se refiere a un procedimiento para la obtención por destilación de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforonadiamina, IPDA) con una elevada proporción entre los isómeros cis/trans.

10 La IPDA se utiliza como producto de partida para la fabricación de isoforonadiisocianato (IPDI), que es un componente de isocianato para los sistemas de poliuretano, como componente amino para poliamidas y como endurecedor para las resinas epoxi. La IPDA se obtiene, usualmente, a partir de la 3-ciano-3,5,5-trimetilciclohexanona (isoforonanitrilo, IPN) transformándose el grupo carbonilo en un grupo amino y el grupo nitrilo en un grupo aminometilo en presencia de amoníaco, de hidrógeno y de catalizadores usuales para la hidrogenación. Se obtienen mezclas constituidas por IPDA cis y por IPDA trans. Ambos isómeros presentan reactividades diferentes, lo cual es significativo para la aplicación industrial prevista. De acuerdo con la publicación DE-A 42 11 454, mediante el empleo de una mezcla
15 de isómeros de IPDA, constituida por más de un 40% del isómero trans y menos de un 60% del isómero cis, como componente de la reacción en las resinas de poliadición, tales como especialmente las resinas epóxido, se prolonga el tiempo de vida de la resina y se reduce también la temperatura máxima para el endurecimiento. Para conseguir una velocidad de reacción tan elevada como sea posible son preferentes mezclas isómeras de IPDA inversas, que presenten la mayor proporción posible del isómero cis ($\geq 70\%$). La IPDA obtenible en el comercio tiene, por lo tanto, una
20 proporción entre los isómeros cis/trans de 75/25).

Se conocen ya por el estado de la técnica diversos procedimientos para conseguir una elevada proporción cis/trans o bien una elevada proporción trans/cis.

25 De acuerdo con la publicación DE-A 43 43 890 se lleva a cabo la hidrogenación aminante del IPN para dar la IPDA, formándose una lluvia fina con una mezcla formada por el IPN, amoníaco y un alcohol con 1 hasta 3 átomos de carbono en presencia de hidrógeno a través de un reactor con lecho en forma de lluvia fina, equipado con un catalizador de lecho fijo de cobalto y/o de rutenio, a 3 hasta 8 MPa y a una temperatura desde 40 hasta 150°C, preferentemente desde 90 hasta 130°C, y la mezcla de la reacción se elabora por destilación para la separación del NH_3 , del H_2O y
30 de los productos secundarios. Cuando se emplea un catalizador soportado de Ru se obtendrán elevadas proporciones entre los isómeros cis/trans de 84/16 (rendimiento total en IPDA: 81%).

35 La publicación DE-A 43 43 891 describe un procedimiento para la obtención de la IPDA, haciéndose reaccionar el IPN en presencia de amoníaco y de un catalizador de hidrogenación en suspensión o en lecho fijo del grupo formado por los catalizadores de cobalto, de níquel y de metales nobles, con hidrógeno a una presión de 3 hasta 20 MPa y a una temperatura de hasta 150°C y la mezcla de la reacción obtenida se elabora por destilación. La reacción se lleva a cabo en dos etapas, debiéndose respetar intervalos de temperatura, exactamente definidos, para las etapas individuales. Puede conseguirse una proporción entre los isómeros cis/trans de 80/20 con un rendimiento total en IPDA del 91,9%.

40 En el procedimiento de la publicación EP-A 0 926 130 se lleva a cabo la hidrogenación en presencia de un ácido en catalizadores, que contienen cobre y/o un metal del grupo octavo secundario del Sistema Periódico de los Elementos. Se utilizan ácidos de Lewis como también ácidos de Brönsted; preferentemente se empleará el ácido 2-etilhexanoico. La adición de ácido provoca un aumento de la proporción entre los isómeros cis/trans. Estas proporciones entre los
45 isómeros cis/trans son, en general, $\geq 70/30$ con un rendimiento total en IPDA $\geq 90\%$.

50 El procedimiento de la publicación EP-B 0 729 937 se caracteriza porque el procedimiento se lleva a cabo en tres recintos de reacción separados entre sí en el espacio, empleándose catalizadores que contienen cobalto, níquel, rutenio y/o otros metales nobles. Por delante del segundo reactor se dosifica solución acuosa de NaOH, con lo cual se reduce la formación de productos secundarios en forma de anillo del 1,3,3-trimetil-6-azabicyclo[3,2,1]octano.

55 En el procedimiento de la solicitud de patente DE-A 101 42 635.6, que corresponde a una prioridad anterior, pero que no ha sido publicado previamente, se obtiene la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans de, al menos, 70/30 a partir de IPN, empleándose en la etapa de hidrogenación un catalizador para la hidrogenación con un contenido en metal alcalino $\leq 0,03\%$ en peso -calculado como óxido de metal alcalino-.

60 El inconveniente de los procedimientos conocidos para la obtención de la IPDA con una elevada proporción en cis reside en la fabricación costosa de los catalizadores utilizados. Además, los catalizadores quedan sometidos, en general, a un envejecimiento, con lo cual disminuye su actividad catalítica en el transcurso del tiempo. Para compensar esto, se aumenta la temperatura de la reacción en la mayoría de los casos, lo cual, sin embargo, conduce a un empeoramiento de la proporción entre los isómeros cis/trans y de la selectividad y, por lo tanto, conduce a un aumento de la formación de los productos secundarios. La mayoría de los procedimientos, conocidos por el estado de la técnica, se caracterizan, además, por una conducción complicada de la reacción.

65 En la publicación DE-A 42 11 454 puede verse un procedimiento para la obtención de la isoforonadiamina con una elevada proporción entre los isómeros trans/cis. En este caso se prepara la trans-isoforonadiamina a partir de isoforonanitrilo a través de la isoforonanitrilazina. También se describe que podría obtenerse la trans-isoforonadiamina mediante destilación de la mezcla de los isómeros cis/trans, obtenible en el comercio. Puesto que el isómero cis se

ES 2 276 153 T3

presenta, sin embargo, como producto principal, este procedimiento no es económico. No se han dado indicaciones sobre los dispositivos empleados en la destilación.

La tarea de la invención consiste en poner a disposición un procedimiento para la obtención de isoforonadamina (IPDA) con una proporción entre los isómeros cis/trans de, al menos, 73/27, mediante el cual se evitan los inconvenientes del estado de la técnica.

La tarea se resuelve, según la invención, por medio de un procedimiento para la obtención de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforonadamina, IPDA) con una proporción entre los isómeros cis/trans de, al menos, 73/27, mediante destilación fraccionada, que contiene las etapas siguientes:

- a) la preparación de la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $< 73/27$;
- b) introducción de la IPDA en la zona media de una columna de destilación con apliques y destilación de la IPDA en esta columna de destilación a una temperatura de la cola de 170 hasta 250°C y a una temperatura de la cabeza desde 10 hasta 90°C y a una presión desde 20 hasta 200 mbares;
- c) en caso dado purificación adicional de la IPDA, obtenida mediante la etapa b), por destilación en, al menos, otra columna;

verificándose a través de las etapas b) y c) una separación de la IPDA, empleada en la etapa a), en al menos cinco fracciones ia) hasta iv):

- ia) la parte orgánica de una fracción de impurezas que hierven por debajo de la IPDA trans,
- ib) la parte acuosa de una fracción de impurezas que hierven por debajo de la IPDA trans,
- ii) una fracción de impurezas que hierven por encima de la IPDA cis,
- iii) una fracción de IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\geq 73/27$ y
- iv) una fracción de IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\leq 66/34$.

Mediante el procedimiento según la invención puede obtenerse, en principio -a partir de la IPDA con cualquier proporción entre los isómeros cis/trans- la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans definida, constante, pudiéndose ajustar de una manera definida un elevado contenido en cis, especificable según la aplicación. Por lo tanto el procedimiento es ampliamente independiente de la proporción entre los isómeros cis/trans dada y sigue siendo económico incluso cuando la proporción cis en la IPDA descienda en el transcurso del tiempo como consecuencia de un envejecimiento del catalizador y de un aumento de la temperatura de la reacción, relacionado con lo anterior. El procedimiento según la invención es especialmente económico cuando se obtenga la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\geq 73/27$ a partir de IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $< 73/27$.

La fracción ib) está constituida por las aguas residuales, que requieren ser tratadas, que se forman durante el procedimiento según la invención. La proporción de IPDA en la fracción ib), obtenida por medio de las etapas b) y c) es, en general, $\leq 2\%$ en peso, preferentemente ≤ 1.000 ppm, de forma especialmente preferente ≤ 200 ppm, referido al peso total de la fracción ib).

Las etapas individuales del procedimiento se explican ahora con mayor detalle.

Etapas a)

Mediante el procedimiento según la invención puede obtenerse, especialmente, IPDA, en la que la proporción en impurezas sea menor que el 2% en peso, preferentemente menor que el 1% en peso, de forma especialmente preferente menor que el 0,3% en peso.

En general puede emplearse cualquier mezcla de productos, que contenga IPDA, que se obtenga en un procedimiento para la obtención de IPDA. Preferentemente se empleará una mezcla de productos que contenga, al menos, un 70% en peso de IPDA, preferentemente de, al menos, un 88% en peso de IPDA, de forma especialmente preferente, al menos, un 92% en peso de IPDA, de forma muy especialmente preferente, al menos, un 95% en peso de IPDA.

La IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\leq 66/34$ puede obtenerse según cualquier procedimiento conocido por el estado de la técnica y citado, a modo de ejemplo, precedentemente para la obtención de IPDA a partir del IPN, H₂ y NH₃ en presencia de un catalizador usual para la hidrogenación, tal como por ejemplo níquel Raney, especialmente también según los procedimientos descritos también en las publicaciones EP-B 0 729 937 y en el documento DE-A 101 42 635 que corresponde a una prioridad anterior, que no ha sido publicado con anterioridad.

Puesto que la IPDA debe obtenerse con una proporción entre los isómeros cis/trans de, al menos, 73/27, será económicamente conveniente destilar por fraccionamiento las mezclas de productos que contengan la IPDA con una

ES 2 276 153 T3

proporción entre los isómeros cis/trans menor que 73/27. Puesto que la obtención de la IPDA puede llevarse a cabo con una proporción entre los isómeros cis/trans menor que 70/30, con empleo de catalizadores envejecibles y sin la realización complicada del procedimiento, el procedimiento según la invención es especialmente económico cuando se utilice una IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans menor que 70/30. También, es posible emplear mezclas de productos que contengan la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans mayor que 73/27, para enriquecer todavía más el isómero cis mediante destilación fraccionada.

La IPDA cis (con una pureza del 98,9%) tiene un punto de ebullición, bajo presión normal, de 253,4°C, mientras que la IPDA trans (con una pureza del 98,4%) tiene un punto de ebullición, bajo presión normal, de 250,7°C. Por lo tanto, dado que los puntos de ebullición de la IPDA cis y de la IPDA trans son próximos entre sí, se requiere una conducción especial del procedimiento para la obtención de la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans de 73/27 como mínimo.

Etapas b y c)

La mezcla de productos empleada, que contiene IPDA, se separa y se purifica por medio de estas etapas. Los posibles componentes/impurezas, que se separan por ejemplo durante la destilación de la mezcla de productos (IPDA en bruto), que contiene la IPDA, son NH₃, así como los productos secundarios que se forman durante la fabricación de la IPDA a partir del IPN tales como productos de eliminación de HCN, productos secundarios metilados y/o productos intermedios completamente hidrogenados.

De acuerdo con la etapa b) se conduce la IPDA, en primer lugar, hasta la zona central de una (primera) columna de destilación con apliques. Para ello puede emplearse cualquier columna de destilación. Se entenderá por la expresión "zona media" de una columna de destilación la zona comprendida entre la cabeza y la cola, es decir la alimentación lateral, de la columna de destilación.

Como apliques pueden emplearse cualquier tipo de apliques conocidos por el técnico en la materia. Los apliques preferentes se eligen del grupo constituido por cuerpos de relleno tales como anillos Pall y anillo Raschig, empaquetaduras estructuradas de chapa tales como Mellapak 250Y[®] de Sulzer Ltd. (Winterthur/Suiza), Montz (Hilden/Alemania) y Koch-Glitsch (Wichita, KS/USA) y empaquetaduras estructuradas de tela metálica tales como Sulzer BX[®] de Sulzer Ltd. (Winterthur/Suiza), Montz (Hilden/Alemania) y Koch-Glitsch (Wichita, KS/USA).

Las etapas b) y c) pueden llevarse a cabo tanto en una columna como también en dos o en tres columnas. También es posible emplear varias columnas, sin que esto sea necesario por regla general.

Cuando se lleve a cabo la destilación fraccionada únicamente en una columna, se empleará una columna con pared separadora. Cuando la destilación fraccionada se lleve a cabo en dos columnas separadas entre sí en el espacio, al menos una de las dos columnas será una columna con pared de separación o una de las fracciones iii) e iv) se obtendrá en una descarga lateral.

Cuando no se utilicen columnas con pared de separación, se conectarán en serie, preferentemente, tres columnas de destilación tradicionales. De este modo se consiguen una separación y una purificación significativas.

De manera preferente, la separación y la purificación de la IPDA se lleva a cabo en dos columnas, una de las cuales es una columna con pared de separación, siendo la segunda columna, de forma especialmente preferente, una columna con pared de separación.

Cuando se lleven a cabo las etapas b) y c) en una columna con pared de separación, se retirarán las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)) a través de la cabeza de la columna y las impurezas de elevado punto de ebullición se separarán a través de la cola de la columna. La corriente retirada por la cola de la columna se evaporará en primer lugar con ayuda de un evaporador. Las partes evaporables se reciclarán a continuación hasta la columna, mientras que las partes no evaporables, que están constituidas por las impurezas de elevada punto de ebullición (fracción ii), son purgadas. Con la corriente, retirada por la cabeza de la columna se procederá de manera correspondiente. Ésta se condensa, en primer lugar, en un condensador y se separa en un separador de fases. La fase acuosa, más pesada (fracción ib)), que está constituida por las aguas residuales, que deben ser tratadas, se purga, mientras que la fase orgánica, más ligera (fracción ia)) se recicla en parte hasta la columna para su separación adicional. El producto valioso, deseado, que constituye la fracción enriquecida en cis (fracción iii)) se retira por el lado de la chapa de separación, situado frente a la alimentación, en la zona inferior de la columna, es decir por encima de la cola de la columna. La fracción, enriquecida en isómero trans (fracción iv)) se retira por el lado de la pared de separación situado frente a la alimentación, en la zona superior de la columna, es decir por debajo de la cabeza de la columna. La columna con la pared de separación se hace trabajar, en general, a temperaturas en la cola desde 170 hasta 250°C, preferentemente desde 170 hasta 200°C, y con temperaturas en la cabeza desde 10 hasta 90°C, preferentemente desde 15 hasta 65°C. La presión en la columna se encuentra comprendida, en general, entre 20 y 200 mbares, preferentemente entre 35 y 50 mbares.

Cuando se conecten entre sí dos columnas, una de las cuales sea una columna con pared de separación, podrá emplearse la columna con la pared de separación bien como primera columna o bien como segunda columna. En este caso se separarán las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)) a través de la cabeza de la primera columna

ES 2 276 153 T3

y/o de la segunda columna y las impurezas de elevado punto de ebullición (fracción ii)) a través de la cabeza de la primera columna y/o de la segunda columna. Se ha revelado ventajosa la separación de las impurezas de bajo punto de ebullición a través de la cabeza de la primera columna.

5 Como en el caso en el que se utilice únicamente una columna, se condensará, también en este caso la corriente retirada a través de la cabeza en primer lugar en un condensador y a continuación se separará en un separador de fases en una fracción acuosa, más pesada (fracción ib)) y en una fracción orgánica más ligera (fracción ia)). En este caso se reciclará hasta la columna la fracción orgánica (fracción ia)) parcialmente para su elaboración adicional.

10 Cuando se separen también las impurezas de elevado punto de ebullición -a través de la cola de la primera columna-, se retirará de la zona central de la primera columna la corriente de la IPDA ampliamente liberada de las impurezas de bajo punto de ebullición y de alto punto de ebullición. Cuando no se separen a través de la cola de la primera columna las impurezas de elevada punto de ebullición, se purgará la corriente de la IPDA liberada de las impurezas de bajo punto de ebullición a través de la cola de la primera columna. La corriente, purgada a través de la cola de la columna se conduce a través de un evaporador y se recicla en parte de nuevo hasta la columna. Cuando la corriente purgada a través de la cola de la columna esté constituida por las impurezas de elevada punto de ebullición y no por la corriente de la IPDA, se purgarán las partes no evaporables (fracción ii)).

15 La corriente de la IPDA se conduce ahora hasta la zona central de la segunda columna. Cuando no hubieran sido separadas ya en la primera columna las impurezas de elevado punto de ebullición, éstas se retirarán ahora a través de la cola de la columna y se purgarán.

20 El producto valioso, deseado, que consiste en la fracción enriquecida en el isómero cis (fracción iii)), se retira por la descarga lateral de la segunda columna, es decir ni por la cabeza ni por la cola, sino por la zona situada entremedias. La fracción enriquecida en el isómero trans (fracción iv)) se retira a través de la cabeza de la segunda columna o se retirará de la zona situada por debajo de la cabeza, pero no por la cola, de la segunda columna.

25 Es especialmente ventajoso que la fracción, enriquecida en isómero cis (fracción iii)) sea retirada de la zona inferior de la segunda columna y que la fracción enriquecida en isómero trans (fracción iv)) sea retirada de la zona superior de la segunda columna, y mezclar la corriente retirada respectivamente a través de la cabeza y/o a través de la cola de la segunda columna con la corriente de producto en bruto alimentada, a través de una esclusa, en la primera columna para conducir ésta o éstas corrientes a una nueva separación. El reciclado debería ser tan pequeño como fuera posible; usualmente se reciclará desde un 1 hasta un 5% en peso de la alimentación.

30 La primera columna se hará trabajar, en general, a temperaturas de la cola desde 150 hasta 300°C, preferentemente desde 170 hasta 250°C, de forma especialmente preferente desde 170 hasta 200°C, y las temperaturas de la cabeza serán desde 5 hasta 100°C, preferentemente desde 10 hasta 90°C, de forma especialmente preferente desde 15 hasta 65°C. La presión en la primera columna se encuentra comprendida, usualmente, entre 10 y 1.000 mbares, preferentemente entre 30 y 500 mbares, de forma especialmente preferente entre 35 y 200 mbares.

35 La segunda columna se hará trabajar, en general, a temperaturas de la cola desde 140 hasta 300°C, preferentemente desde 150 hasta 250°C, de forma especialmente preferente desde 160 hasta 200°C, y con temperaturas de la cabeza desde 100 hasta 250°C, preferentemente desde 130 hasta 200°C, de forma especialmente preferente desde 140 hasta 170°C. La presión en la segunda columna se encuentra comprendida, usualmente, entre 10 y 1.000 mbares, preferentemente entre 30 y 300 mbares, de forma especialmente preferente entre 35 y 120 mbares.

40 Cuando se conecten entre sí tres columnas de destilación, se retirarán las impurezas de elevado punto de ebullición respectivamente a través de la cola de la primera columna, de la segunda columna y/o de la tercera columna. En este caso se evaporará la descarga de la cola en un evaporador. Las partes evaporables se reciclan, a través de una esclusa, para una nueva separación hasta la columna correspondiente, y las partes no evaporables (fracción ii)) son purgadas. Preferentemente se llevará a cabo la descarga de las impurezas de elevado punto de ebullición a través de la cola de la primera columna o de la tercera columna. Las impurezas de bajo punto de ebullición son retiradas a través de la cabeza de la primera columna, de la segunda columna y/o de la tercera columna, se condensan en un condensador y, a continuación, se separan en un separador de fases en una fracción acuosa más pesada (fracción ib)) y en una fracción orgánica más ligera (fracción ia)). La fracción acuosa, más pesada, es purgada y la fracción orgánica más ligera se recicla en parte hasta la columna o bien se descarga en parte. En general pueden separarse tanto en primer lugar las impurezas de bajo punto de ebullición como también pueden separarse en primer lugar las impurezas de elevado punto de ebullición. La separación de las impurezas de bajo punto de ebullición y de punto de ebullición elevado no se lleva a cabo, por regla general, en la misma columna.

45 De acuerdo con la conexión de las columnas se retirará la fracción enriquecida en el isómero cis (fracción iii)) bien a través de la cabeza o a través de la cola de la segunda o de la tercera columna. La fracción, enriquecida en el isómero trans (fracción iv)) se retirará igualmente bien a través de la cabeza o de la cola de la segunda columna o de la tercera columna. La fracción enriquecida en el isómero cis y la fracción enriquecida en el isómero trans pueden retirarse bien de la misma columna, por regla general de la tercera columna, o pueden retirarse de columnas diferentes. Cuando se retiren las dos fracciones iii) e iv) de la misma columna, se retirará el producto valioso, deseado, que consiste en la fracción enriquecida en el isómero cis, a través de la cola de la columna, y la fracción, enriquecida en el isómero trans, se retirará a través de la cabeza de la columna. Cuando se retiren las dos fracciones iii) e iv) de columnas diferentes,

ES 2 276 153 T3

será posible retirar ambas fracciones a través de la columna o de la cola. También es posible retirar una fracción a través de la cabeza y la otra a través de la cola.

5 En general, las corrientes retiradas a través de la cabeza o a través de la cola de la columna se condensarán en un condensador o bien se evaporarán en un evaporador y se reciclarán en parte hasta la columna para una separación adicional.

10 Cuando se conecten entre sí tres columnas, únicamente se retirarán, por regla general, corrientes a través de la cabeza o de la cola de las columnas y se alimentarán las columnas individuales en la zona central, es decir en la zona comprendida entre la cabeza y la cola, es decir a través de la alimentación lateral.

15 Las tres columnas se hacen trabajar, en general, a temperaturas en la cola desde 150 hasta 250°C, preferentemente desde 170 hasta 225°C, de forma especialmente preferente desde 170 hasta 200°C, y con temperaturas en la cabeza desde 40 hasta 180°C, preferentemente desde 70 hasta 170°C, de forma especialmente preferente desde 70 hasta 150°C. La presión en las columnas se encuentra comprendida, usualmente, entre 30 y 1.500 mbares, preferentemente entre 100 y 500 mbares, de forma especialmente preferente entre 110 hasta 200 mbares.

20 En una variante de realización de tres columnas, conectadas entre sí, se retirarán a través de la cabeza de la primera columna las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)). La descarga de la cola de la primera columna se alimentará en la zona central de la segunda columna. La fracción, enriquecida en el isómero trans (fracción iv)) se retirará a través de la cabeza de la segunda columna, mientras que se alimentará la descarga de la cola de la segunda columna en la zona central de la tercera columna para su separación adicional. A través de la descarga de la cola de la tercera columna se separarán ahora las impurezas de elevado punto de ebullición (fracción ii)), mientras que el producto valioso, deseado (fracción iii)) se retirará a través de la cabeza de la tercera columna.

25 En otra variante de realización de tres columnas, conectadas entre sí, se separarán a través de la cola de la primera columna las impurezas de elevado punto de ebullición (fracción ii)). La descarga, retirada a través de la cabeza de la primera columna se alimentará en la zona central de la segunda columna. Las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)) se retirarán a través de la cabeza de la segunda columna, mientras que la descarga de la cola de la segunda columna se alimentará en la zona central de la tercera columna para su separación adicional. Como descarga de la cola de la tercera columna se separará ahora el producto valioso, deseado (fracción iii)), mientras que se retirará a través de la cabeza de la tercera columna la fracción enriquecida en el isómero trans (fracción iv)).

35 En otra variante de realización de tres columnas, conectadas entre sí, se retirarán a través de la cola de la primera columna las impurezas de elevado punto de ebullición (fracción ii)). La descarga retirada a través de la cabeza de la primera columna se alimentará a la zona central de la segunda columna. La fracción, enriquecida en el isómero cis (fracción iii)) se retirará a través de la cola de la segunda columna, mientras que la corriente retirada a través de la cabeza de la segunda columna se conducirá, para su separación adicional, hasta la zona central de la tercera columna. Como descarga de la cola de la tercera columna se retirará ahora la fracción enriquecida en isómero trans (fracción iv)), mientras que a través de la cabeza de la tercera columna se retirarán las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)).

45 En una cuarta variante de realización de tres columnas, conectadas entre sí, son independientes entre sí las columnas segunda y tercera. La descarga de la cola de la primera columna se separará adicionalmente en la tercera columna, mientras que la corriente retirada a través de la cabeza se separará adicionalmente en la segunda columna. Tanto la descarga de la cola como también la corriente retirada a través de la cabeza se conducen respectivamente hasta la zona central de la segunda columna o de la tercera columna. La fracción, enriquecida en isómero trans (fracción iv)) se retira a través de la cola de la segunda columna, mientras que a través de la cabeza de la segunda columna se retirarán las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)). A través de la descarga de la cola de la tercera columna se separarán ahora las impurezas de elevado punto de ebullición (fracción ii)), mientras que el producto valioso, deseado (fracción iii)) se retirará a través de la cabeza de la tercera columna.

55 Tal como ya se ha explicado, precedentemente, en el caso de la descripción de la conexión de una, dos o tres columnas, se separará la IPDA mediante destilación fraccionada en al menos cinco fracciones -ia), ib), ii), iii) e iv)-.

60 La fracción i), que abarca las fracciones parciales ia) e ib), contiene los componentes/impurezas de bajo punto de ebullición, es decir los componentes/impurezas, que tienen un punto de ebullición menor que la IPDA trans. La fracción i) se separa, respectivamente, a través de la cabeza de la o de las columnas, se condensa en un condensador y se transfiere a un separador de fases para la separación de la fase orgánica y de la fase acuosa. La fase orgánica más ligera (fracción ia)) se recicla a continuación bien total o parcialmente hasta la columna para su purificación adicional o bien se purga parcialmente. La fase acuosa más pesada (fracción ib)), que están constituida por las aguas residuales, se envía a una estación para la descontaminación. La cantidad de IPDA en las aguas residuales es, en general, $\leq 2\%$ en peso, preferentemente ≤ 1.000 ppm, de forma especialmente preferente ≤ 200 ppm, referido respectivamente al peso total de las aguas residuales (de la fracción ib)).

65 La fracción ii) contiene los componentes/impurezas de elevado punto de ebullición, es decir aquellos componentes/impurezas que tienen un punto de ebullición mayor que el de la IPDA cis. Ésta se separa respectivamente a través

ES 2 276 153 T3

de la descarga de la cola de la o de las columnas. La corriente, separada de este modo, se conduce hasta un evaporador. La parte evaporable se recicla de nuevo hasta la columna mientras que la parte no evaporable se purga.

5 La fracción iii) es el producto valioso, deseado. Éste está constituido, por lo tanto, por la fracción enriquecida en IPDA cis. La fracción iii) contienen IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\geq 73/27$, preferentemente contiene IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans en el intervalo desde 73/27 hasta 76/24, de forma especialmente preferente contiene IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans en el intervalo desde 73/27 hasta 75/25. De acuerdo con la columna o bien de acuerdo con la configuración de la columna se retirará bien a través de la cabeza, en la zona superior, central o inferior o a través de la cola de la columna.

10 La fracción iv) es la fracción enriquecida en IPDA trans o bien empobrecida en IPDA cis. Ésta contiene, en general, IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\leq 66/34$, preferentemente contiene IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\leq 63/37$, de forma especialmente preferente contiene IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\leq 60/40$. También se retirará -del mismo modo que la fracción iii)- bien a través de la cabeza, por la zona superior, central o inferior o a través de la cola de la columna. También esta fracción puede valorizarse, comercialmente (véase la publicación DE-A 42 11 454).

15 Ahora se describirán en detalle, por medio de las instalaciones empleadas para ello, variantes de realización según la invención, que, sin embargo, no deben ser consideradas como limitativas. Las instalaciones se han representado en las figuras 1 hasta 7.

20 Las temperaturas, las presiones y los platos teóricos de las columnas individuales se adaptan a las variantes de realización individuales del procedimiento. En general puede decirse, sin embargo, que las temperaturas y las presiones toman valores, en promedio, en las columnas individuales, desde 5 hasta 300°C o bien desde 100 hasta 2.000 mbares y que las columnas presentan una potencia separadora media de los platos de 20 hasta 120 platos teóricos, preferentemente desde 25 hasta 80 platos teóricos, de forma especialmente preferente desde 30 hasta 60 platos teóricos.

25 Los dibujos adjuntos muestran, en las figuras 1 a 7, instalaciones esquemáticas, en las que se llevan a cabo las etapas b) y c) del procedimiento según la invención para la obtención de la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans de al menos 73/27 en una, en dos o en tres columnas, en concreto

30 la figura 1 es una representación esquemática de una instalación, en la que la única columna es una columna con pared de separación.

35 la figura 2 es una representación esquemática de una instalación, en la que la primera columna es una columna de destilación tradicional y la segunda columna es una columna con pared de separación.

40 la figura 3 es una representación esquemática de una instalación, en la que la primera columna es una columna con pared de separación y la segunda columna es una columna de destilación tradicional.

45 las figuras 4 hasta 7 son una representación esquemática de una instalación, en la que las tres columnas son columnas de destilación tradicionales.

Las instalaciones según las figuras 4 a 7, se diferencian por la configuración de las columnas y por lo tanto por los puntos de retirada de las fracciones: fracción de bajo punto de ebullición (ia e ib)) (4), fracción de elevado punto de ebullición ii) (5), fracción de IPDA enriquecida en isómero cis iii) (2) y fracción de IPDA iv) enriquecida en el isómero trans (3).

50 Cuando se utilice una instalación según la figura 1, se introducirá la mezcla de producto, que contiene la IPDA, a través de un conducto 1 en la zona central de la columna con pared de separación 6. Las impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)) se retiran a través de la cabeza 14 de la columna, se condensan en un condensador 12 y, tras la condensación, se conducen hasta un separador de fases 9. La fase orgánica, más ligera (fracción ia)) se recicla parcialmente hasta la columna 6, y se purga parcialmente a través de la descarga 4. La fase acuosa, más pesada (fracción ib)) se retira a través del conducto 8 y se elimina. Las impurezas de elevado punto de ebullición (fracción ii)) se retiran a través de la cola 13 de la columna con pared de separación 6. Una parte de esta descarga a través de la cola se recicla de nuevo hasta la columna 6 tras evaporación en un evaporador 11, la otra parte se purga a través de la descarga 5.

60 La columna con pared de separación 6 se hace trabajar, en general, a temperaturas en la cabeza desde 10 hasta 90°C, con temperaturas en la cola 170 hasta 250°C y/o a presiones desde 20 hasta 200 mbares, preferentemente a temperaturas en la cabeza desde 15 hasta 65°C, con temperaturas en la cola desde 170 hasta 200°C y/o a presiones desde 35 hasta 50 mbares. La potencia separadora supone, en general, desde 1 hasta 50 platos teóricos, preferentemente desde 1 hasta 40 platos teóricos, de forma especialmente preferente desde 1 hasta 35 platos teóricos.

65 En una instalación según la figura 2, se introduce la mezcla de producto, que contiene la IPDA, a través de una entrada 1 en una columna de destilación tradicional 7 y se destila en la misma. Los componentes de bajo punto de

ES 2 276 153 T3

ebullición se retiran a través de la cabeza 14 de la columna, tras condensación en un condensador 12 se transfieren hasta un separador de fases 9 y en el mismo se separa una fase orgánica más ligera y una fase acuosa más pesada. La fase orgánica más ligera se elimina en parte a través de la descarga 4, en parte se recicla hasta la columna de destilación 6. La fase acuosa, más pesada, se elimina a través del conducto 8.

La temperatura en la cabeza de la columna de destilación 7 se encuentra comprendida, en general, entre 20 y 100°C, preferentemente entre 30 y 80°C y, de forma especialmente preferente, entre 35 y 65°C, las temperaturas en la cola de la columna de destilación 7 se encuentran comprendidas, en general, entre 150 y 250°C, preferentemente entre 170 y 225°C, de forma especialmente preferente entre 170 y 200°C. La presión media en la columna se encuentra comprendida entre 50 y 1.500 mbares. Es preferente una presión media en la columna desde 100 hasta 500 mbares, siendo especialmente preferente una presión media desde 110 hasta 200 mbares.

La cola 13 de la columna de destilación 7 se transfiere de manera continua hasta una columna con pared separación 6. En el conducto 15, una ramificación 16 conduce hasta un evaporador 11, en el que se evapora de nuevo una parte de la descarga de la cola y se recicla hasta la columna 7. La fracción enriquecida en isómero cis se retira de la columna 6 a través de una descarga lateral 2, la fracción enriquecida en el isómero trans se retira a través de la cabeza de la columna de destilación, se condensa en un condensador 12 y a continuación se recicla en parte hasta la columna 6, retirándose en parte a través del conducto 3. A través de la cola 13 de la columna con pared de separación 6 se purgan las impurezas de elevado punto de ebullición parcialmente a través del conducto 5, reciclándose de nuevo en parte hasta la columna 6 tras evaporación en un evaporador 11.

Las temperaturas en la cabeza de la columna con pared de separación 6 se encuentran comprendidas, en general, entre 100 y 250°C, preferentemente entre 130 y 190°C y de forma especialmente preferente entre 140 y 160°C, las temperaturas en la cola de la columna con pared de separación 6 se encuentran comprendidas, en general, entre 150 y 300°C, preferentemente entre 170 y 250°C, de forma especialmente preferente entre 170 y 195°C. La presión media en la columna se encuentra comprendida entre 10 y 1.000 mbares. Es preferente una presión media en la columna desde 30 hasta 200 mbares, siendo especialmente preferente una presión media desde 35 hasta 50 mbares.

Cuando la etapa b) del procedimiento según la invención se lleve a cabo en una instalación según la figura 3, se alimentará, a través de una esclusa la IPDA por la alimentación 1 en una columna con pared de separación 6. Las impurezas de elevado punto de ebullición se purgan como cola 13 de la columna parcialmente a través de la descarga 5, en parte se reciclan de nuevo a la columna tras evaporación en un evaporador 11. Las impurezas de bajo punto de ebullición se retiran a través de la cabeza 14 de la columna y se envían hasta un separador de fases 9, tras condensación en un condensador 12. La fase orgánica más ligera, sedimentada, se purgará parcialmente a través de la descarga 4, y en parte se reciclará hasta la columna con la pared de separación 6. La fase más pesada se purga a través de la descarga 8.

Las temperaturas en la cabeza de la columna con la pared de separación 6 se encuentran comprendidas, en general, entre 5 y 100°C, preferentemente entre 10 y 90°C y de forma especialmente preferente entre 15 y 50°C, las temperaturas en la cola de la columna con la pared de separación 6 se encuentran comprendidas, en general, entre 150 y 300°C, preferentemente entre 170 y 250°C, de forma especialmente preferente entre 170 y 195°C. La presión media en la columna se encuentra comprendida entre 10 y 1.000 mbares. Es preferente una presión media en la columna desde 30 hasta 200 mbares, siendo especialmente preferente una presión media desde 35 hasta 50 mbares.

La IPDA purificada se retira a través de una descarga lateral 10 de la columna con la pared de separación 6 y se envía hasta otra columna 7, que se ha configurado en este caso como columna de destilación usual.

Las temperaturas en la cabeza de la columna de destilación 7 se encuentran comprendidas, en general, entre 130 y 250°C, preferentemente entre 140 y 200°C y, de forma especialmente preferente, entre 150 y 170°C, las temperaturas en la cola de la columna de destilación 7 se encuentran comprendidas, en general, entre 140 y 250°C, preferentemente entre 150 y 220°C, de forma especialmente preferente entre 160 y 190°C. La presión media en la columna se encuentra comprendida entre 30 y 1.000 mbares. Siendo preferente una presión media en la columna desde 50 hasta 300 mbares, siendo especialmente preferente una presión media desde 80 hasta 120 mbares.

Los componentes con el punto de ebullición más bajo se retiran a través de la cabeza 14 de la columna 7 y se reciclan de nuevo en parte hasta la columna 7, tras condensación en un condensador 12, introduciéndose, a través de una esclusa, parcialmente en el conducto 1 para enviarlos hasta una nueva separación en la columna 6. Lo mismo ocurre con los componentes con el punto de ebullición más elevado, que son retirados a través de la cola 13 de la columna 7 y se alimentan de nuevo en la columna 7 parcialmente tras evaporación en un evaporador 11, añadiéndose parcialmente a la mezcla del producto en el conducto 1.

La fracción, enriquecida en isómero cis se retira a través de una descarga lateral 2, la fracción enriquecida en isómero trans se descarga a través de una descarga lateral 3. La descarga lateral, para la fracción enriquecida en isómero cis, se encuentra por debajo de la descarga lateral para la fracción enriquecida en isómero trans.

La realización de la etapa b) del procedimiento en una instalación según a figura 3 es especialmente ventajosa puesto que se separan respectivamente en dos puntos las impurezas de bajo punto de ebullición y de alto punto de ebullición: los componentes de bajo punto de ebullición se separan tanto a través de la cabeza 14 de la columna 6,

ES 2 276 153 T3

como también a través de la cabeza 14 de la columna 7, mientras que las impurezas de bajo punto de ebullición se separan tanto a través de la descarga de la cola 13 de la columna 6 como también a través de la descarga de la cola 13 de la columna 7.

- 5 En la realización de la etapa b) del procedimiento según la invención en instalaciones según las figuras 4, 5, 6 o 7 se emplearán, respectivamente, tres columnas de destilación tradicionales 7, 7A y 7B, que se diferencian en cuanto a los datos geométricos -con respecto al diámetro y a la altura-

10 Las temperaturas en las columnas de destilación 7, 7A y 7B en la cabeza se encuentran comprendidas, en general, entre 40 y 180°C, preferentemente entre 70 y 170°C, de forma especialmente preferente entre 70 y 150°C, las temperaturas en la cola se encuentran usualmente entre 150 y 250°C, preferentemente entre 170 y 225°C, de forma especialmente preferente entre 170 y 190°C. La presión en estas columnas se encuentra comprendida, en general, entre 30 y 1.500 mbares, preferentemente entre 100 y 500 mbares, de forma especialmente preferente entre 110 y 200 mbares.

15 En la realización del procedimiento en una instalación según la figura 4 se introducirá la mezcla de productos, que contiene la IPDA, a través de un conducto 1 en la zona central de la primera columna 7. Las impurezas de bajo punto de ebullición son retiradas a través de la cabeza de la columna, se condensan en un condensador 12 y, a continuación, se transfieren hasta un separador de fases 9. La fase orgánica, más ligera, se recicla en parte hasta la columna 7, purgándose en parte a través de la descarga 4. La fase acuosa, más pesada, se retira a través de la descarga 8 y se elimina. La IPDA purificada de este modo, que puede contener todavía impurezas de elevado punto de ebullición, se retira a través de la cola de la primera columna 7 y se conduce hasta la zona central de la segunda columna 7A. A través de la cabeza de la segunda columna 7A se retira ahora la fracción enriquecida en isómero trans, se condensa en un condensador, se descarga parcialmente a través del conducto 3 y se recicla parcialmente hasta la columna 7A. A través de la cola de la columna 7A se retira la fracción enriquecida en isómero cis, que puede contener todavía impurezas de elevado punto de ebullición y se conduce hasta la zona central de la tercera columna 7B. A través de la cabeza de la tercera columna se purgan ahora las impurezas de elevado punto de ebullición a través de la descarga 5. La fracción, enriquecida en isómero cis, se retira a través de la cabeza de la columna 7B, se condensa en un condensado 11 y, a continuación, se retira en parte a través del conducto 2, reciclándose parcialmente hasta la columna 7B para una nueva separación.

30 En la realización del procedimiento en una instalación según la figura 5 se introduce, a través de una esclusa la mezcla de productos, que contiene la IPDA, a través de un conducto 1 en la zona central de la primera columna 7. A través de la cola de esta primera columna se retiran ahora las impurezas de elevado punto de ebullición, se condensan en un condensador 11 y a continuación se purgan los componentes de elevado punto de ebullición a través de la descarga 5 y las partes de bajo punto de ebullición se reciclan de nuevo, a través de una esclusa, hasta la columna 7 para una nueva separación. A través de la cabeza de la columna 7 se retira la fracción que contiene la IPDA enriquecida de este modo, se condensa en un condensador 11, se recicla parcialmente hasta la columna 7 y se introduce parcialmente, a través de una esclusa, en la zona central de la segunda columna 7A. A través de la cabeza de esta segunda columna 7A se retiran las impurezas de bajo punto de ebullición, se condensan en un condensador 11 y, a continuación, se transfieren hasta un separador de fases 9. La fase orgánica, más ligera, se recicla en parte de nuevo hasta la columna 7A, en parte se purga a través de la descarga 4. La fase acuosa, más pesada, se retira a través de la descarga 8 y se elimina. La IPDA, purificada de este modo, se retira ahora a través de la cola de la segunda columna 7A para la separación adicional de la IPDA cis y de la IPDA trans y se introduce en la zona central de la tercera columna 7B. A través de la cola de la columna 7B se retira la fracción enriquecida en el isómero cis y se condensa en un condensador 11. Los componentes de elevado punto de ebullición, que están constituidos por el isómero cis, se purgan a través de la descarga 2, los componentes de bajo punto de ebullición se reciclan hasta la columna 7B para su nueva separación.

50 En la realización de la variante en una instalación según la figura 6 se alimenta la mezcla de productos, que contiene la IPDA, a través de un conducto 1 en la zona central de la primera columna 7. Las impurezas de bajo punto de ebullición se retiran a través de la cabeza 14 de la columna 7 y se condensan en un condensador 12. Una parte se recicla a continuación hasta la columna 7, la otra parte se introduce, a través de una esclusa por la zona central de la segunda columna 7A, para su separación adicional. A través de la cola 13 de la primera columna 7 se retira de manera continua descarga de cola y se purga en parte a través del conducto 5 (fracción ii)), en parte se recicla de nuevo hasta la columna 7 tras evaporación en el evaporador 11 a través de la cabeza 14 de la segunda columna 7A se retira ahora la fracción que contiene todavía componentes/impurezas de bajo punto de ebullición, enriquecida en el isómero trans, se condensa en un condensador 12 y se alimenta, en parte, en la zona central de la tercera columna 7B, y se recicla, en parte, hasta la columna 7A. A través de la cola 13 de la columna 7A se retira la fracción enriquecida en isómero cis (fracción iii)) o se alimenta de nuevo en la columna 7A tras evaporación en un evaporador 11. A través de la cabeza 14 de la tercera columna 7B se retiran ahora impurezas de bajo punto de ebullición, se condensan en un condensador 12 y, a continuación, se alimentan a un separador de fases. La fase orgánica, más ligera (fracción ia)) se retira en parte a través del conducto 4, en parte se recicla hasta la columna 7B para una nueva separación. La fase acuosa, más pesada (fracción ib)) se purga a través del conducto 8. La fracción enriquecida en isómero trans se retira a través de la cola 13 de la columna 7B, en parte se evapora en un evaporador 11 y se conduce de nuevo hasta la columna 7B, y en parte se purga a través del conducto 3.

ES 2 276 153 T3

En la realización del procedimiento en una instalación según la figura 7, se alimentará la mezcla de productos, que contiene la IPDA a través de un conducto 1 en la zona central de la primera columna 7. La parte de bajo punto de ebullición de la mezcla de los productos se retira a través de la cabeza 14 de la columna 7, se condensa en un condensador 12 y a continuación se transfiere en parte hasta la segunda columna 7A, y en parte se recicla hasta la columna 7. La parte de elevado punto de ebullición de la mezcla de los productos se retira a través de la descarga de cola 13 de la columna 7. En parte se evapora en el evaporador 11 y se recicla de nuevo hasta la columna 7, introduciéndose a través de una esclusa, en parte, por la zona central de la tercera columna 7B.

En la segunda columna se lleva a cabo la separación de la fracción de bajo punto de ebullición (fracción i)) y de la fracción enriquecida en isómero trans (fracción iv)). A través de la cabeza 14 de la segunda columna 7A se retiran los componentes/impurezas de bajo punto de ebullición (fracción i)), se condensan en el condensador 12 y se transfieren hasta un separador de fases 9. La fase orgánica, más ligera (fracción ia)) se purga parcialmente a través del conducto 4, reciclándose en parte hasta la columna 7A. La fase acuosa, más pesada (fracción ib)) se retira a través del conducto 8. La fracción enriquecida en isómero trans se retira a través de la cola 13 de la segunda columna 7A, en parte se evapora de nuevo en un evaporador 11 y se recicla, a través de una esclusa, hasta la columna 7A, eliminándose parcialmente a través del conducto 3.

En la tercera columna se lleva a cabo la separación entre la fracción de elevado punto de ebullición (fracción ii)) y la fracción enriquecida en isómero cis (fracción iii)). A través de la cola de la tercera columna se descargan, a través de una esclusa, parcialmente las impurezas de elevado punto de ebullición a través del conducto 5, en parte se reciclan de nuevo hasta la columna 7B tras evaporación en un evaporador 11. La fracción enriquecida en isómero cis se retira a través de la cabeza de la columna 7B, se condensa en un condensador 12 y, a continuación, se retira parcialmente a través del conducto 2, reciclándose en parte hasta la columna 7B para una nueva separación.

La invención se explicará adicionalmente, con mayor detalle, en los ejemplos de realización siguientes.

Ejemplos de realización

En los ejemplos de realización se ensayó la destilación de la IPDA en bruto con la composición indicada en la tabla 1. Del mismo modo pueden verse en la tabla 1 las unidades de producción requeridas para las fracciones obtenibles de este modo enriquecidas en IPDA trans o bien enriquecidas en IPDA cis. Además, durante la separación de los productos de elevado punto de ebullición y de los productos de bajo punto de ebullición deberían perderse, como máximo, 0,5 kg/h de IPDA (cis y trans) en la corriente de los productos de bajo punto de ebullición y en la corriente de las aguas residuales y un máximo de 10 kg/h de IPDA (cis y trans) en la corriente de los productos de elevado punto de ebullición.

Todos los ejemplos de realización han sido calculados con el programa de simulación CHEMASIM de la firma BASF AG. Los aparatos han sido dimensionados de acuerdo con los programas de diseño de la firma BASF AG. Los datos relativos a los productos del sistema considerado han sido verificados mediante comprobación durante el funcionamiento en los aparatos existentes.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 276 153 T3

TABLA 1

Composición de la IPDA en bruto a ser destilada y pureza requerida de las fracciones obtenibles de este modo

	IPDA en bruto	Fracción enriquecida en IPDA trans	Fracción enriquecida en IPDA cis
Agua	9,5 % en peso	250 ppm	250 ppm
Productos de bajo punto de ebullición	4,5 % en peso	< 250 ppm	< 250 ppm
IPDA trans	26,1 % en peso	≥ 43 % en peso	≤ 24 % en peso
IPDA cis	55,5 % en peso	≤ 57 % en peso	≥ 76 % en peso
Productos de elevado punto de ebullición	4,4 % en peso	< 50 ppm	< 50 ppm
Proporción entre los isómeros cis/trans	68/32	57/43	76/24
Cantidades destiladas/obtenidas	2160 kg/h	430 kg/h	1320 kg/h

Ejemplo 1

Realización del procedimiento según la invención en una instalación según la figura 4

Se alimentan 2.160 kg/h de una mezcla de productos, que contiene IPDA, a través de un conducto 1 sobre el decimoquinto plato de los 28 que presenta la primera columna 7. Las impurezas de bajo punto de ebullición se retiran a través de la cabeza de la columna y se condensan en un condensador 12, que se hace trabajar a una temperatura de 45°C. El condensado se transfiere a continuación hasta un separador de fases 9. La fase orgánica, más ligera, se recicla parcialmente hasta la columna, y parcialmente se retira -en una cantidad de 108 kg/h-. La fase acuosa, más pesada, se retira en una cantidad de 175 kg/h y se conduce hasta un tratamiento de las aguas residuales. La parte de la IPDA en las fases retiradas orgánicas y acuosas es de 0,5 kg/h.

La IPDA, purificada de este modo, que contiene < 55 ppm de impurezas de bajo punto de ebullición, se retira a través de la cola de la primera columna 7 y se alimenta sobre el plato décimo de los 31 platos que contiene la segunda columna 7A. A través de la cabeza de la segunda columna 7A se retira ahora la fracción enriquecida en el isómero trans, se condensa en un condensador, se descarga parcialmente -en una cantidad de 434 kg/h con un contenido en IPDA trans del 43,2% y con un contenido en productos de bajo punto de ebullición < 250 ppm- a través del conducto 3 y se recicla parcialmente hasta la columna 7A. A través de la cola de la columna 7A se retira la fracción, enriquecida en el isómero cis, que puede contener todavía impurezas de elevado punto de ebullición, en una cantidad desde 1.421 kg/h y se conduce hasta el plato décimo de los 20 platos que contiene la tercera columna 7B. A través de la cola de la tercera columna se purgan ahora las impurezas de elevado punto de ebullición a través del conducto 5, en una cantidad de 105 kg/h, siendo la proporción en IPDA < 10 kg/h. La fracción, enriquecida en isómero cis, se retira a través de la cabeza de la columna 7B, se condensa en un condensador 11 y a continuación se retira en parte a través del conducto 2 -en una cantidad de 1.316 kg/h con un contenido en cis del 76% y una proporción en productos de elevado punto de ebullición < 50 ppm-, reciclándose en parte hasta la columna 7B para una nueva separación.

Los detalles relativos a las condiciones de temperatura y de presión en las columnas 7, 7A y 7B, las relaciones de reciclo necesarias para la separación, así como sus apliques y dimensiones pueden verse en la tabla 2.

ES 2 276 153 T3

TABLA 2

Características de las columnas 7, 7A y 7B

	Columna 7	Columna 7A	Columna 7B
Diámetro [mm]	900	1400	1100
Altura [m]	22	19	16
Presión en la cabeza de la columna [mbar]	100	100	35
Temperatura en la cabeza de la columna [°C]	87	167	140
Temperatura en la cola de la columna [°C]	170	174	176
Relación de reciclo	3,1	14,9	1,05
Potencia térmica en la cola de la columna [kW]	277	615	222
Apliques en la sección de enriquecimiento de la columna	Empaquetadura de chapa de 2 x 3,5 m con 250 m ² /m ³	Empaquetadura de chapa de 2 x 4,0 m con 250 m ² /m ³	Empaquetadura de chapa de 1 x 4,0 m con 250 m ² /m ³
Apliques en la sección de agotamiento de la columna	Empaquetadura de chapa de 2 x 3,5 m con 250 m ² /m ³	Empaquetadura de chapa de 1 x 4,0 m con 250 m ² /m ³	Empaquetadura de chapa 1 x 4,0 m con 250 m ² /m ³

ES 2 276 153 T3

Ejemplo 2

Realización del procedimiento según la invención en una instalación según la figura 2

5 Se alimentaron 2.160 kg/h de una mezcla de productos que contenía IPDA, a través de una entrada 1 sobre el decimoquinto plato de los 28 platos que contiene una columna 7, coincidiendo ésta con la columna 7 que ha sido descrita en el ejemplo 1, es decir que las características y las condiciones de trabajo son las mismas. Los componentes de bajo punto de ebullición se retiran a través de la cabeza 14 de la columna 7, tras condensación en un condensador 12 se transfiere hasta un separador de fases 9 y en el mismo se separa en una fase orgánica, más ligera, y en una fase acuosa, más pesada. La fase orgánica, más ligera, se elimina a través de la descarga 4 -en una cantidad de 108 kg/h-, y en parte se recicla hasta la columna de destilación 6. La fase acuosa, más pesada, se elimina a través de la descarga 8 en una cantidad de 175 kg/h, siendo la proporción en IPDA en las corrientes eliminadas de 0,5 kg/h.

15 La cola 13 de la columna de destilación 7 contiene una mezcla formada por productos de elevado punto de ebullición, transfiriéndose hasta una columna con pared de separación 6 en continuo la IPDA cis y la IPDA trans y, concretamente, sobre el decimoquinto plato de los 44 platos que presenta el lado de alimentación. La fracción, enriquecida en isómero cis se retira a través de una salida lateral 2 de la columna 6 en una cantidad de 1.320 kg/h con un contenido en cis del 76% y con un contenido en productos de elevado punto de ebullición menor que 50 ppm, la fracción enriquecida en el isómero trans se retira a través de la cabeza de la columna de destilación y se condensa en un condensador 12, que se hace trabajar a 139°C. El condensado se recicla a continuación parcialmente hasta la columna 6 retirándose en parte a través del conducto 3 en una cantidad de 430 kg/h siendo el contenido en trans del 57%. A través de la cola 13 de la columna con la pared de separación 6 se purgan las impurezas de elevado punto de ebullición en parte a través del conducto 5 -en una cantidad de 104 kg/h con un contenido en IPDA < 10 kg/h-, en parte se recicla de nuevo hasta la columna 6 tras evaporación en un evaporador 11.

Los detalles relativos a las condiciones de temperatura y de presión en las columnas 7 y 6, las relaciones de reciclo necesarias para la separación, así como sus apliques y dimensiones pueden verse en la tabla 3.

TABLA 3

Características de las columnas 7 y 6 (columna con pared de separación)

	Columna 7	Columna 6
Diámetro [mm]	900	1600
Altura [m]	22	19
Presión en la cabeza de la columna [mbar]	100	35
Temperatura en la cabeza de la columna [°C]	87	139

ES 2 276 153 T3

	Columna 7	Columna 6
5 Temperatura en la cola de la columna [°C]	170	185
10 Relación de reciclo	0,46	13,4
15 Potencia térmica en la cola de la columna [kW]	277	547
20 Proporción de distribución del líquido por encima de la chapa de separación; lado de alimentación : lado de descarga		0,436 : 1
25 Proporción de distribución del vapor por debajo de la chapa de separación; lado de alimentación : lado de descarga		0,7 : 1
35 Apliques en la sección de enriquecimiento de la columna	Empaquetadura de chapa de 2 x 3,5 m con 250 m ² /m ³	Empaquetadura de tela metálica de 1 x 4,0 m con 500 m ² /m ³
40 Apliques en la zona de la chapa de separación lado de alimentación/lado de descarga por encima de la alimentación/descarga		Lado de alimentación: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 1,5 m con 500 m ² /m ³ ; Lado de descarga: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 3,0 m con 500 m ² /m ³

60

65

ES 2 276 153 T3

	Columna 7	Columna 6
5 10 15 20	Apliques en la zona de la chapa de separación lado de alimentación/lado de descarga por debajo de la alimentación/descarga	Lado de alimentación: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 3,75 m con 500 m ² /m ³ ; Lado de descarga: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 2,25 m con 500 m ² /m ³
25 30	Apliques en la sección de agotamiento de la columna	Empaquetadura de chapa de 2 x 3,5 m con 250 m ² /m ³
		Empaquetadura de tela metálica de 1 x 1,75 m con 500 m ² /m ³

Ejemplo 3

Realización del procedimiento según la invención en una instalación según la figura 1

Cuando se utilice una sola columna con pared de separación, esta columna combina la separación de los productos de bajo punto de ebullición y del agua por la cabeza de la columna con la separación de los productos de alto punto de ebullición por la cola de la columna y el enriquecimiento del isómero cis. Por lo tanto se han previsto por el lado de descarga de la pared de separación dos descargas laterales. Por la descarga lateral superior se retira la fracción enriquecida en IPDA trans, por la descarga lateral inferior se retira la fracción enriquecida en isómero cis.

Se alimentan 2.160 kg/h de una mezcla de productos, que contiene la IPDA a través de un conducto 1 sobre el plato decimoquinto de los 75 platos que contiene la columna con pared de separación 6. Las impurezas de bajo punto de ebullición se retiran a través de la cabeza 14 de la columna y se condensan en un condensador 12, que trabaja a una temperatura de 17°C. El condensado se transfiere a continuación a un separador de fases 9. La fase orgánica, más ligera, se recicla en parte hasta la columna 6, en parte se purga a través de la descarga 4 -en una cantidad de 108 kg/h-, siendo la proporción en IPDA < 0,5 kg/h. La fase acuosa, más pesada, se retira a través de la descarga 8 en una cantidad de 175 kg/h y se envía al tratamiento de las aguas residuales. Las impurezas de elevado punto de ebullición se retiran a través de la cola 13 de la columna con pared de separación 6, en una cantidad de 105 kg/h, siendo el contenido en IPDA < 10 kg/h. La fracción, enriquecida en el isómero cis, se retira a la altura del plato decimocuarto por la salida lateral, en una cantidad de 1.320 kg/h, siendo la proporción entre los isómeros cis/trans de 76/34 y siendo el contenido en productos de elevado punto de ebullición < 50 ppm. La fracción, enriquecida en el isómero trans se retira, en una cantidad de 430 Kg/h a la altura del plato 60^{mo} por la salida lateral, siendo la proporción entre los isómeros cis/trans de 57/43 y siendo la proporción en productos de bajo punto de ebullición < 250 ppm.

Los detalles relativos a las condiciones de temperatura y de presión en la columna 6, las relaciones de reciclo necesarias para la separación, así como sus apliques y dimensiones pueden verse en la tabla 4.

ES 2 276 153 T3

		Columna 6
5	columna	metálica de 1 x 2,5 m con 500 m ² /m ³
10	Apliques en la zona de la chapa de separación lado de alimentación/lado de descarga por encima de la alimentación/primer descarga	Lado de alimentación: Empaquetadura de tela metálica de 3 x 3,5 m con 500 m ² /m ³ ; Lado de descarga: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 1,25 m con 500 m ² /m ³
15		
20		
25	Apliques en la zona de la chapa de separación lado de descarga entre la primera y la segunda descarga	Empaquetadura de tela metálica de 2 x 4,0 m, 1 x 3,0 m con 500 m ² /m ³
30		
35	Apliques en la zona de la chapa de separación lado de alimentación/lado de descarga por debajo de la alimentación/segunda descarga	Lado de alimentación: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 3,75 m con 500 m ² /m ³ ; Lado de descarga: Empaquetadura de tela metálica de 1 x 2,0 m con 500 m ² /m ³
40		
45		
50	Apliques en la sección de agotamiento de la columna	Empaquetadura de tela metálica de 1 x 1,5 m con 500 m ² /m ³
55		

60

65

ES 2 276 153 T3

Números de referencia

	1	Alimentación de la IPDA
	2	Descarga de la fracción enriquecida en el isómero cis
5	3	Descarga de la fracción enriquecida en el isómero trans
	4	Descarga de las impurezas de bajo punto de ebullición (parte orgánica)
	5	Descarga de las impurezas de elevado punto de ebullición
10	6	Columna con pared de separación
	7, 7A, 7B	Columnas de destilación
	8	Descarga de los componentes de elevado punto de ebullición de la fracción de bajo punto de ebullición; descarga de las aguas residuales que requieren tratamiento
15	9	Separador de fases
	10	Descarga lateral
	11	Evaporador
	12	Condensador
20	13	Cola de la columna
	14	Cabeza de la columna
	15	Conducto
	16	Ramificación.
25		
30		
35		
40		
45		
50		
55		
60		
65		

ES 2 276 153 T3

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la obtención de la 3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina (isoforonadiamina, IPDA) con una proporción entre los isómeros cis/trans de, al menos, 73/27 mediante destilación fraccionada, que contiene las etapas siguientes:

a) preparación de la IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $< 73/27$;

10 b) introducción de la IPDA en la zona central de una columna de destilación con apliques y destilación de la IPDA en esta columna de destilación a una temperatura de la cola desde 170 hasta 250°C y a una temperatura de la cabeza desde 10 hasta 90°C y a una presión desde 20 hasta 200 mbares;

15 c) en caso dado purificación adicional de la IPDA obtenida en la etapa b) mediante destilación en al menos otra columna;

realizándose mediante las etapas b) y c) una separación de la IPDA empleada en la etapa a) al menos en cinco fracciones ia) hasta iv):

20 ia) la parte orgánica de una fracción de impurezas que hierven por debajo de la IPDA trans,

ib) la parte acuosa de una fracción de impurezas que hierven por debajo de la IPDA trans,

ii) una fracción de impurezas que hierven por encima de la IPDA cis,

25 iii) una fracción de IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\geq 73/27$ y

iv) una fracción de IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $\leq 66/34$.

30 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la parte de IPDA cis y de IPDA trans en la fracción ib), obtenida por medio de las etapas b) y c) es $\leq 2\%$ en peso -referido al peso total de la fracción ib)-.

35 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque en la etapa a) se emplea IPDA con una proporción entre los isómeros cis/trans $< 70/30$.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la columna de destilación, empleada en la etapa b) presenta una potencia de separación de al menos 20 platos teóricos.

40 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque cuando se utilicen una o dos columnas, al menos una de las columnas es una columna con pared de separación.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque se emplean dos columnas, una de las cuales es una columna con pared de separación.

45 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque se emplean dos columnas y una de las fracciones iii) o iv) se obtiene en una descarga lateral.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque se conectan entre sí tres columnas de destilación tradicionales.

50 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque los apliques de la o de las columnas empleadas en las etapas b) y/o c) se eligen entre el grupo de los cuerpos de relleno, de las empaquetaduras estructuradas constituidas por chapas y de las empaquetaduras estructuradas constituidas por tela metálica.

55

60

65

FIG. 1

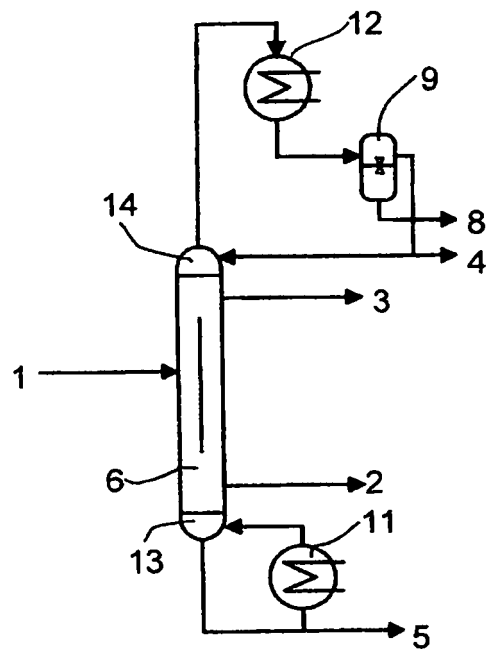


FIG. 3

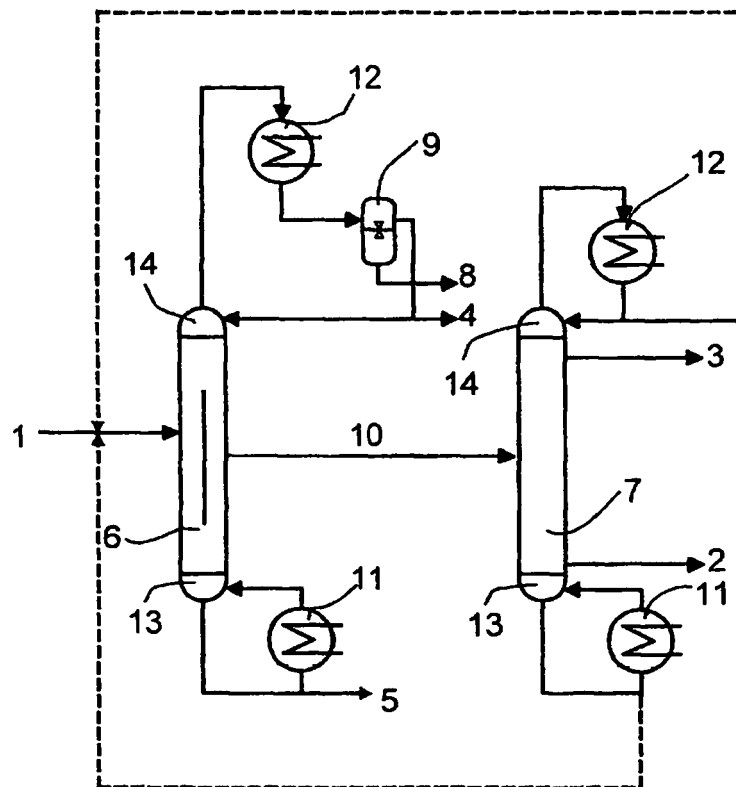


FIG. 4

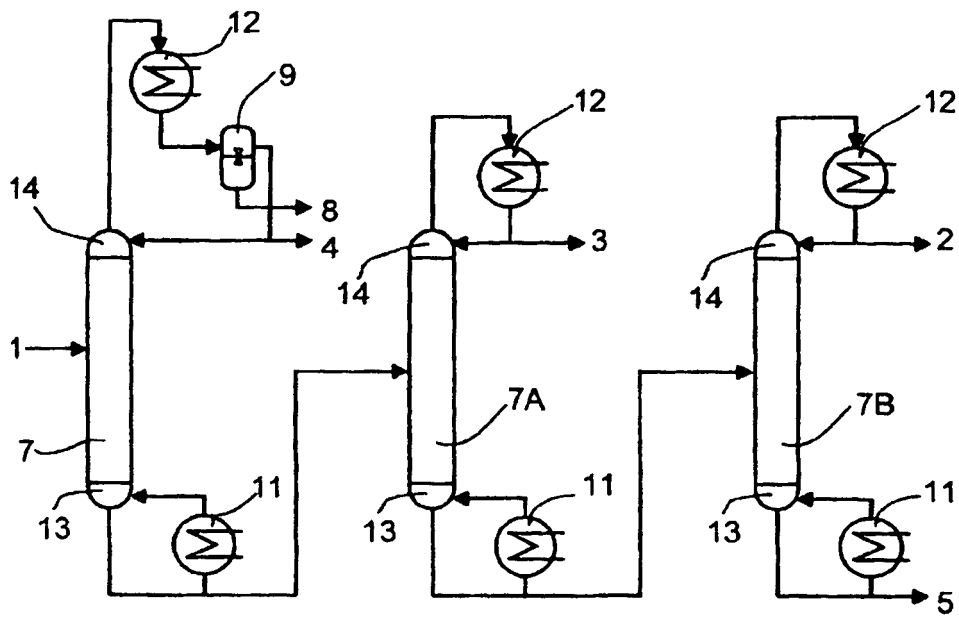


FIG. 5

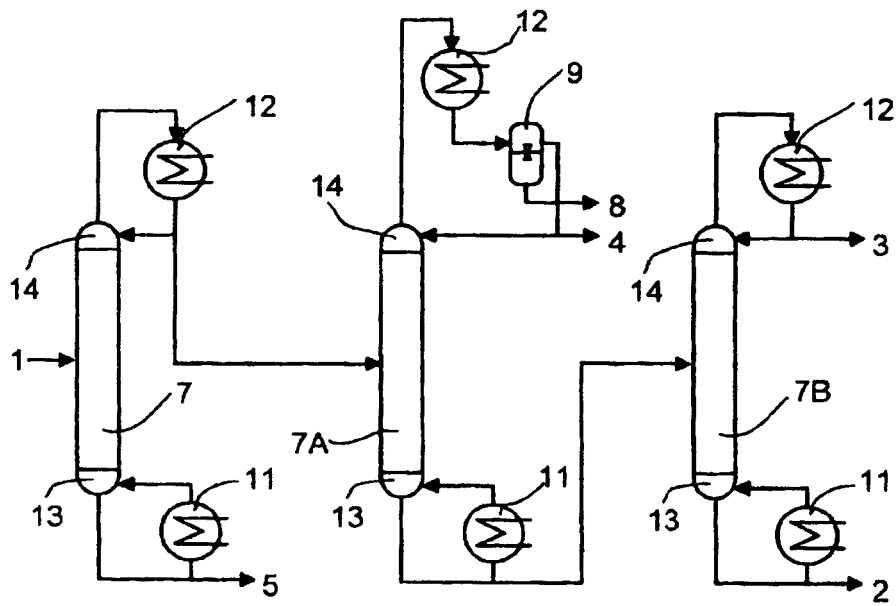


FIG. 7

