

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 2 区分

【発行日】平成 25 年 1 月 31 日 (2013.1.31)

【公開番号】特開 2010-143900 (P2010-143900A)

【公開日】平成 22 年 7 月 1 日 (2010.7.1)

【年通号数】公開・登録公報 2010-026

【出願番号】特願 2009-284086 (P2009-284086)

【国際特許分類】

C 07 C 263/10 (2006.01)

C 07 C 265/14 (2006.01)

【F I】

C 07 C 263/10

C 07 C 265/14

【誤訳訂正書】

【提出日】平成 24 年 12 月 7 日 (2012.12.7)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

m - トルエンジイソシアネートの製造法において、反応器に

(1) ホスゲンのガス状の流れおよび

(2) 液体メタ - トルエンジアミンを少なくとも 1 つのエバポレーター中で蒸発させること
によって発生されたメタ - トルエンジアミンのガス状の流れを供給し、この場合

a) エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、メタ - トルエンジアミンの質量に対してトルエンジアミン残分 0.5 質量%未満およびメタ - トルエンジアミンの質量に対してアンモニアおよび脂環式アミンの全体で 0.2 質量%未満を含有し、

b) エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、メタ - トルエンジアミンの質量に対して重金属 20 ppm 未満を含有し、および

c) エバポレーターを離れる kg / h でのガス流量

\dot{M}

に対するエバポレーター中に存在する kg での液体メタ - トルエンジアミンの量 V の比は、2 時間未満であり、および

d) エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、一部分がメタ - トルエンジアミンの質量に対して液体メタ - トルエンジアミン少なくとも 0.1 質量%は蒸発されないような程度に蒸発され、および

e) 蒸発されていないメタ - トルエンジアミンは、反応器に供給されるガス状の流れに含まれず、メタ - トルエンジアミンは、気相中でホスゲン化され、m - トルエンジイソシアネートを形成することを特徴とする、m - トルエンジイソシアネートの製造法。

【請求項 2】

少なくとも 1 つのエバポレーターに供給されるメタ - トルエンジアミンは、

a 1) メタ - トルエンジアミンの質量に対してアンモニア 50 ppm 未満および

a 2) メタ - トルエンジアミンの質量に対して脂環式アミン 0.1 質量%未満を含有する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

工程 d) でメタ - トルエンジアミンの蒸発されていない含量は、出口開口を通じてエバポレーターから排出され、さらに一部分が取入れ開口を通して再びエバポレーターに供給される、請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】

工程 d) でメタ - トルエンジアミンの蒸発されていない含量は、出口開口を通じてエバポレーターから排出され、さらに少なくとも一部分がジニトロトルエンの水素化から得られた粗製トルエンジアミンの蒸留に供給される、請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】

メタ - トルエンジイソシアネートの製造法において、反応器に

(1) ホスゲンのガス状の流れおよび

(2) 少なくとも 1 つのエバポレーター中での蒸発によって発生されたメタ - トルエンジアミンのガス状の流れを供給し、この場合

a) エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、メタ - トルエンジアミンの質量に対してアンモニアおよび脂環式アミンの全体で 0 . 2 質量 % 未満を含有し、および

b) エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、重金属 2 0 p p m 未満を含有し、および

c) エバポレーターに供給されるメタ - トルエンジアミンは、1 0 0 以上で少なくとも 1 5 分間熱処理され、それによって形成されたアンモニアは、エバポレーターへの導入前に除去され、

この場合メタ - トルエンジアミンは、気相中でホスゲン化され、m - トルエンジイソシアネートを形成することを特徴とする、m - トルエンジイソシアネートの製造法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 3 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 3 8】

欧州特許第 7 9 4 1 7 0 号明細書 B 1 には、欧州特許第 6 5 9 1 7 3 号明細書 B 1 に開示された方法が不利であるとして記載されている。それというのも、補助物質に対する残分の比は、せいぜい 1 : 2 にすぎないからである。補助物質およびその廃棄のための費用以外に、m - T D A を完全に分離するのに必要とされる 2 9 0 の必要な底面温度を達成するためのエネルギーの高い支出を考慮に入れなければならない。欧州特許第 7 9 4 1 7 0 号明細書 B 1 には、T D A 混合物に対して異質の補助物質の代わりに o - T D A を共留剤として使用することが開示されている。それによって、熱を使用するために設けられた、残分 5 0 質量 %、o - T D A 異性体 4 0 質量 % および m - T D A 異性体 1 0 質量 % を含有する残分含有の流れは、得ることができる。残分含有の流れ中に残留する 1 0 質量 % の m - T D A 含量は、重大な経済的損失を表わす。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 5 1

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 5 1】

第 1 の基準は、蒸発においてできるだけ低い含量のアンモニア、T D A 残分、脂環式アミンおよび重金属を含有する m - T D A の使用である。第 2 の基準および第 3 の基準と組み合わせた前記の基準は、蒸発の目的のために加熱中に工業的に純粋な m - T D A から不純物およびアンモニアが形成されることを最小化することである。第 2 の基準は、エバポレーターを離れるガス流量

$$\dot{M}[\text{kg/h}]$$

に対するエバポレーター中に存在する液体の量 $V[\text{kg}]$ の比が 2 時間未満であるような条件下で $m - TDA$ の蒸発が行われることである。

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0053

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0053】

上記式中、

$V = m - TDA$ エバポレーター中の液体の量 [ユニット : 質量] ; 液体の量、
 V は、エバポレーター中に存在する液体の量 $[\text{kg}]$ を含み、この量は、例えばポンプ循環路または循環型エバポレーターの場合には、ポンプ循環される液体の量または循環される液体の量も含む ; および

\dot{M} = エバポレーターを離れるガス流量 \dot{M} [ユニット : 質量 / 時間]。

【誤訳訂正 5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0056

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0056】

本発明によるホスゲン化法に使用されるガス状メタ - トルエンジアミンは、少なくとも 1 つのエバポレーター中での蒸発によって発生される。エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、メタ - トルエンジアミンの質量に対してトルエンジアミン 0 . 5 質量 % 未満、好ましくは 0 . 0 1 質量 % ~ 0 . 1 質量 % およびメタ - トルエンジアミンの質量に対してアンモニアおよび脂環式アミンの全体で 0 . 2 質量 % 未満を含有する。エバポレーターに供給される液体メタ - トルエンジアミンは、メタ - トルエンジアミンの質量に対して重金属 20 ppm 未満、好ましくは 0 . 0 5 ppm ~ 10 ppm を含有する。

エバポレーターを離れるガス流量

$$\dot{M}[\text{kg/h}]$$

に対するエバポレーター中の存在する液体の量 $V[\text{kg}]$ の比は、好ましくは 2 時間未満である。エバポレーターに供給されるメタ - トルエンジアミンは、一部分が蒸発され、この場合メタ - トルエンジアミンの質量に対して少なくとも 0 . 1 質量 % のメタ - トルエンジアミンの含量は、蒸発されない。メタ - トルエンジアミンの蒸発されない含量は、反応器に供給されない。

【誤訳訂正 6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0070

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0070】

好ましい実施態様において、メタ - トルエンジアミンの蒸発は、ポンプ循環路を備えた落下型薄膜エバポレーター中で実施される。 $m - TDA$ の沸点を上回る温度で落下型薄膜エバポレーター中で蒸発される $m - TDA$ は、気相ホスゲン化の目的のために反応器に供給され、一方、エバポレーターへの供給材料の流れの蒸発されていない含量は、反応器に供給されない。エバポレーターへの供給材料の流れの蒸発されていない含量は、蒸発され

た m - T D A から分離され、この場合、分離は、1 つ以上の工程で簡単な凝縮、流動比の変化、または場合によっては液滴分離器の使用で実施されることが可能である。エバポレーターへの供給材料の流れの蒸発されていない含量は、落下型薄膜エバポレーターのポンプ溜め中に捕集され、一部分をポンプ溜めから落下型薄膜エバポレーターへ返送しおよび / または全部または一部分を T D A 蒸留シーケンス中へ導入しおよび / または全部または一部分を排出し、廃棄のために除去することができる。蒸留されていない含量は、一部分が落下型薄膜エバポレーターに返送されおよび / または全部または一部分が T D A 蒸留シーケンス中に返送され、これは、好ましくは連続的に実施される。蒸留されていない含量は、一部分が落下型薄膜エバポレーターに返送されおよび / または全部または一部分が排出され、廃棄のために除去され、これは、連続的または非連続的、好ましくは非連続的に実施されることができ。m - T D A エバポレーター中での液体の量 V の減少は、アンモニアおよび他の不純物の形成を抑制することに対して有利な効果を有する。ポンプ循環路およびポンプ溜めを備えた落下型薄膜エバポレーターを使用した場合には、液体の量 V は、落下型薄膜エバポレーター中、ポンプ循環路中およびポンプ溜め中の液体の量を含む。全ての前記実施態様において、上記の定義に相応する、エバポレーター中で気相に変換された流れ

M

に対するエバポレーターの底部中に維持された液体の量 V の比は、2 時間未満であるように調節される。これは、本発明の範囲内で技術的に純粋でありかつエバポレーターに供給されるメタ - トルエンジアミンの流れがエバポレーター内で十分に殆んどアンモニアを放出しないことを保証する。

【誤訳訂正 7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 7 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 7 8】

また、本発明は、メタ - トルエンジアミンとホスゲンとを気相中で反応させることによってメタ - トルエンジイソシアネートを製造するための方法に関し、この場合メタ - トルエンジアミンとホスゲンは、ガス状で互いに別々に反応器に供給される。ガス状のメタ - トルエンジアミンは、少なくとも 1 つのエバポレーター中で液体のメタ - トルエンジアミンを蒸発させることによって発生され、この場合この液体のメタ - トルエンジアミンは、
a) メタ - トルエンジアミンの質量に対してアンモニアおよび脂環式アミンの全体で 0 . 2 質量 % 未満を含有し、
b) 重金属 2 0 p p m 未満を含有し、および
c) 1 0 0 以上で少なくとも 1 5 分間熱処理されたものであり、したがってそれによって形成されたアンモニアは、除去される。

【誤訳訂正 8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 7 9

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 7 9】

また、本発明による方法の前記実施態様は、エバポレーターに供給されたメタ - トルエンジアミンがアンモニア、脂環式アミンおよび重金属に関連して上記の純度を有することが必要とされる。しかし、m - T D A の純度は、十分ではなく、したがって少なくとも 1 つの他の基準と組み合わせられなければならない。本発明の前記実施態様において、さらに前記基準は、蒸発前にメタ - トルエンジアミンを熱処理することにある。熱処理中、0 . 5 質量 % を上回る残分含量は、許容されてよい。この熱処理後、エバポレーターを離れる

ガス流量

$$\dot{M}[\text{kg/h}]$$

に対するエバポレーター中に存在する液体の量 $V[\text{kg}]$ の比を 2 時間未満の値へ正確に調節することは、もはや必ずしも必要ではない。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0086

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0086】

例 3 (比較)

TDA 残分 1.2 質量%、 NH_3 50 ppm、脂環式アミン 500 ppm および重金属 3 ppm を含有し、残分が本質的に m-TDA である混合物 3140 kg/h を有する流れを、エバポレーターに供給し、混合物 2400 kg/h を蒸発させ、気相ホスゲン化に供給した。取入れた流れ 739 kg/h (即ち、23.5 質量%) を排出し、別の使用に供給した。エバポレーターをポンプ溜めおよび循環ポンプを備えた落下型薄膜エバポレーターとして設計し、320 で 1.2 パールで操作した。ポンプ溜めは、エバポレーターの底部に対応していた。ポンプ溜め中の作業容積は、 1.2 m^3 であり、これは、約 1020 kg のエバポレーター中に保持された液体の量に相当した。蒸発された流れに対するエバポレーターの底部中に保持された液体の量の比は、0.4 時間であった。気相ホスゲン化に対する流れの中のアンモニア含量は、約 90 ppm であり、急速な閉塞が観察された。

【誤訳訂正 10】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0087

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0087】

例 4 (比較)

残分および工業的意味の重金属を含有せず、脂環式アミン 1000 ppm およびアンモニア 12 ppm を含有し、残分が本質的に m-TDA である混合物 2402 kg/h から構成された流れを、例 3 からの装置に供給した。約 2400 kg/h を蒸発させ、約 2 kg/h (即ち、取入れた流れ 0.08 質量%) を排出させ、別の使用に供給した。ポンプ溜め中の作業容積は、 1.2 m^3 であり、これは、約 1020 kg のエバポレーター中に保持された液体の量に相当した。蒸発された流れに対するエバポレーターの底部中に保持された液体の量の比は、0.4 時間であった。気相ホスゲン化に対する流れの中のアンモニア含量は、約 76 ppm であり、注目すべき閉塞が観察された。

【誤訳訂正 11】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0088

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0088】

例 5 (比較)

残分および工業的意味の重金属を含有せず、脂環式アミン 1000 ppm およびアンモニア 12 ppm を含有し、残分が本質的に m-TDA である混合物 2450 kg/h から構成された流れを、例 3 からの装置に供給した。約 2400 kg/h を蒸発させ、約 50 kg/h (即ち、取入れた流れ 2.0 質量%) を排出させ、別の使用に供給した。ポンプ溜め中の作業容積は、 6 m^3 であり、これは、約 5100 kg のエバポレーター中に保持

された液体の量に相当した。蒸発された流れに対するエバポレーターの底部中に保持された液体の量の比は、2.1時間であった。気相ホスゲン化に対する流れの中のアンモニア含量は、約137ppmであり、急速な閉塞が観察された。

【誤訳訂正12】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0089

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0089】

例6

工業的意味の重金属を含有せず、脂環式アミン200ppm、アンモニア14ppmおよび残分0.1質量%を含有し、残分が本質的にm-TDAである混合物2424kg/hから構成された流れを、例3からの装置に供給した。約2400kg/hを蒸発させ、約24kg/h（即ち、取入れた流れ1.0質量%）を排出させ、別の使用に供給した。ポンプ溜め中の作業容積は、3.2m³であった。蒸発された流れに対するエバポレーターの底部中に保持された液体の量の比は、0.4時間であった。気相ホスゲン化に対する流れの中のアンモニア含量は、約30ppmであり、例3～5と比較して低い閉塞傾向および増加された数の操作時間が観察された。