



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) **Wirtschaftspatent**

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **156 178 B1**

4(51) **C 07 C 87/04**
C 07 C 85/12

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 07 C / 227 442 8

(22) 05.02.81

(45) 05.02.86

(44) 04.08.82

(71) VEB Deutsches Hydrierwerk Rodleben, 4530 Roßlau (Elbe), PSF 140, DD

(72) Lambrecht, Wolfgang, Dr. Dipl.-Chem.; Schödel, Rainer, Dr. Dipl.-Chem.; Aring, Heinz, Dr. Dipl.-Chem.; Förster, Horst, Dr. Dipl.-Chem.; Pietsch, Manfred, Dipl.-Chem.; Reichert, Tilo; Tietz, Wolfgang, Dipl.-Chem., DD

(54) **Hydrierverfahren zur Herstellung von primären Fettaminen**

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung von primären Fettsäurenitrilen, die 6 bis 24 C-Atome je Molekül aufweisen, durch Hydrierung bei Temperaturen über 393 K an suspendiertem Ni/SiO₂-Katalysator, der durch gemeinsame Fällung von Nickel und SiO₂ aus Nickelsalz- und Natriumsilikatlösung mit anschließender Reduktion im Wasserstoffstrom bei Temperaturen von 673 bis 723 K, Spülen im Inertgasstrom und üblicher Luftstabilisierung mit Sauerstoff bei Temperaturen von 433 bis 323 K hergestellt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Hydrierung unter Verwendung von 0,35 bis 0,40 % Katalysator, der nach seiner Reduktion anschließend bei einer Temperatur von 673 bis 723 K mit einer Inertgasbelastung von 300 bis 1 000 V/Vh so lange behandelt wird, bis der Wasserstoff vollständig vom Katalysator desorbiert ist, durchgeführt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Hydrierung von Fettsäurenitrilen zu primären Fettaminen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Hydrierung von Fettsäurenitrilen zu primären Fettaminen werden üblicherweise Verfahren eingesetzt, bei denen der pulverförmige Katalysator im Nitril suspendiert wird. Dabei kommen unterschiedliche Katalysatoren zur Anwendung. Bei Verfahren, die mit Nickel-Kupfer-Mangan-Katalysatoren arbeiten (DD-PS 55959), sind die Katalysatorkosten zwar relativ niedrig, es werden jedoch unbefriedigende Umsetzungsgrade und geringe Ausbeuten an primären Aminen erhalten. Wesentlich bessere Umsetzungsgrade werden bei Verfahren erzielt, die Raney-Nickel als Katalysator verwenden (DE-AS 1 543 762, US-PS 2 287 219). Nachteilig bei Raney-Nickel ist, daß der Katalysator nicht gegen den Sauerstoffangriff der Luft stabilisiert werden kann und daher erhebliche Schwierigkeiten bei der Handhabung bereitet. Durch das aufwendige Herstellungsverfahren und den hohen Nickelgehalt sind die Kosten bei Einsatz von Raney-Nickel merklich höher als bei Verwendung von Nickel-Trägerkatalysatoren. Sehr selektiv arbeiten Verfahren, bei denen Raney-Kobalt Verwendung findet (GB-PS 1 388 053). Diese Katalysatoren sind noch kostenaufwendiger als Raney-Nickel. Auch bei Verfahren, die Kobalt-Fällkatalysatoren mit basischen Zusätzen verwenden, sind die Katalysatorkosten beträchtlich, da diese Katalysatoren vergleichsweise inaktiv sind und Reaktionstemperaturen bis über 473 K benötigen (DE-AS 1 518 118). Dies trifft auch auf die bekannten Verfahren mit Nickel-Träger-Katalysatoren zu. Die Katalysatoren sind zwar billiger, es müssen aber ebenfalls hohe Reaktionstemperaturen eingehalten werden. Außerdem sind Katalysatorkonzentrationen im Reaktionsgemisch bis über 0,5 % bezogen auf die eingesetzte Fettsäurenitrilmenge und Reaktionszeiten bis über 2,5 Stunden notwendig, um die Nitrile in ausreichendem Maße zu hydrieren. Bei diesen Reaktionsbedingungen wird jedoch die Bildung von sekundären und tertiären Aminen gefördert. Die mangelnde katalytische Aktivität der bei den bekannten Verfahren eingesetzten Fällkatalysatoren wird zu einem Teil schon durch die schlecht reproduzierbaren Herstellungsverfahren der Katalysatoren verursacht (vgl. Tenside, Zeitschrift für Physik, Chemie und Anwendung grenzflächenaktiver Stoffe, 3. Jahrgang, Heft 8, S. 286).

Üblicherweise wird bei der Herstellung der Katalysatoren so verfahren, daß nach der Reduktion bei Temperaturen größer 423 K der Reduktionsapparat mit Inertgas gespült und gleichzeitig auf Raumtemperatur abgekühlt wird, bevor durch Zugabe von Sauerstoff zum Inertgas bei Temperaturen bis max. 323 K stabilisiert wird (US-PS 2 677 668, US-PS 3 868 332, DE-PS 1 144 236). Das Spülen mit Inertgas verdrängt den Wasserstoff aus dem Gasraum des Katalysatorbettes. Dabei kühlt das Katalysatorbett relativ schnell ab, weil der im Kreislauf geführte Inertgasstrom zur Wasserdampfabscheidung auf etwa 278 bis 283 K gekühlt wird. Diese Bedingungen reichen nicht aus, um insbesondere diese beträchtliche Menge chemisch gebundenen Wasserstoffs vom Katalysator zu entfernen. So mit Inertgas behandelter Katalysator ergibt bei der anschließenden Stabilisierung mit Sauerstoff immer noch örtliche Überhitzungen im Katalysatorbett. In der US-PS 2 677 668 wird angenommen, daß diese örtlichen Überhitzungen während der Stabilisierung durch Oxidation von Wasserstoff an der Oberfläche des Katalysators verursacht werden. Durch diese örtlichen Überhitzungen kommt es bei der Stabilisierung zu einer verstärkten Oxidation insbesondere der katalytisch wirksamen Katalysatoroberfläche, deshalb besitzen diese Katalysatoren eine vergleichsweise geringe katalytische Aktivität. Bei Lagerung verlieren die Katalysatoren schließlich relativ schnell weiter an katalytischer Aktivität, so daß die bekannten Hydrierverfahren zur Gewinnung von primären Fettaminen einen hohen Katalysatorverbrauch aufweisen. Die Katalysatorkosten stellen deshalb bei diesen Verfahren einen beträchtlichen Kostenfaktor dar.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Hydrierung von Fettsäurenitrilen zu Fettaminen zu entwickeln, das mit geringerem Katalysatorbedarf vollständigen Umsatz der Nitrile und eine hohe Ausbeute an primären Fettaminen ermöglicht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Hydrierung von Fettsäurenitrilen unter solchen Bedingungen durchzuführen, daß eine weitgehende Nutzung des eingesetzten Katalysators und eine hohe Selektivität der Hydrierung erreicht wird.

Diese Aufgabe wird gelöst, indem erfindungsgemäß die Hydrierung der Fettsäurenitrile bei Temperaturen von 393 bis 473 K, Wasserstoffdrücken von 2 MPa bis 5 MPa, NH₃-Drücken von 0,5 MPa bis 2 MPa und Hydrierzeiten von 1,5 bis 2 Stunden unter Verwendung eines Nickel-SiO₂-Fällkatalysators in Mengen von 0,35 bis 0,4 % (bezogen auf die eingesetzte Fettsäurenitrilmenge) durchgeführt wird. Der Katalysator wird hergestellt durch gemeinsame Fällung von Nickel und Siliziumdioxid aus einer Nickelsalz- und Natriumsilikatlösung, Reduktion im Wasserstoffstrom bei Temperaturen von 673 bis 723 K und anschließende Belastung mit einem Inertgasstrom von 300 bis 1 000 V/Vh bei Temperaturen oberhalb von 673 K, bis der Wasserstoff vollständig vom Katalysator desorbiert ist.

Dabei besteht der Unterschied zur üblichen Inertgasspülung der Katalysatoren nach der Reduktion darin, daß erfindungsgemäß mit einem definierten Inertgasstrom bei Temperaturen oberhalb 673 K gespült wird. Erst nach vollständiger Entfernung des auf Zwischengitterplätzen des Nickels und teilweise als Nickelhydrid vorliegenden chemisch gebundenen Wasserstoffs wird in üblicher Weise im Inertgasstrom abgekühlt. Der so hergestellte Katalysator wird nach Abkühlung auf 433 bis 333 K mit einem Inertgasstrom, in den Luft eindosiert ist, behandelt, bis im Abgas 1 bis 5 Vol.-% Sauerstoff gemessen werden. Die Luftzufuhr wird beibehalten, bis die Temperatur auf 323 K abgesunken ist.

Die Wirkung der speziellen Inertgasbehandlung des Katalysators bei 673 bis 723 K und 300 bis 1 000 V/Vh bis zur vollständigen Entfernung des Wasserstoffs besteht in einer Verbesserung der katalytischen Aktivität sowohl im Vergleich zu anderen Stabilisierungsverfahren als auch im Vergleich zum ursprünglichen, reduzierten, aber unstabilisierten Katalysator. Diese Wirkung stellt eine wesentliche Verbesserung des Katalysators dar und ist nicht nur eine Verringerung des Verlustes an Aktivität bei der Stabilisierung im Vergleich zum frisch reduzierten, noch unstabilisierten Katalysator. Vorteilhaft für das erfindungsgemäße Verfahren ist, daß vor Beginn der Hydrierung 30 bis 300 ml einer 40%igen NaOH-Lösung/kg Katalysator zu dem im Autoklaven befindlichen Fettsäurenitril-Katalysator-Gemisch dosiert werden. Es ist wichtig, durch intensives Rühren oder Rühren bei gleichzeitigem Durchleiten eines Wasserstoffstromes von 10 bis 50 Nm³/ht, der im Kreislauf geführt wird, das Lösen des Wasserstoffs im Reaktionsprodukt zu beschleunigen. Für das erfindungsgemäße Verfahren werden Fettsäurenitrile mit 6 bis 24 Kohlenstoffatomen je Molekül eingesetzt.

Unter den Bedingungen des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt eine gute Nutzung des eingesetzten Katalysators. Außerdem läuft die Reaktion unter diesen vergleichsweise milden Bedingungen mit relativ hoher Selektivität ab, so daß neben geringem Katalysatorverbrauch auch gute Ausbeuten an primären Aminen ermöglicht werden.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel)

Ein durch gemeinsame Fällung von Nickel und SiO₂ aus Nickelsalz- und Natriumsilikatlösung hergestellter Nickelkatalysator mit einem Gehalt an Nickel von 50% wird 8 Stunden bei 723 K im Wasserstoffstrom reduziert, im Wasserstoffstrom auf 353 K abgekühlt und anschließend bei dieser Temperatur eine Stunde im Inertgasstrom (Stickstoff) gespült. Danach wird der Katalysator mit einem Inertgas-Luft-Gemisch, das 1 Vol.-% Sauerstoff im Eingang enthält, stabilisiert, bis keine merkliche Sauerstoffaufnahme mehr erfolgt, d. h. die Sauerstoffkonzentrationen im Ein- und Ausgang des Stabilisierungsbehälters gleich sind. Die Belastung beträgt in allen Fällen 500 V/Vh. Nach dem Mahlen des Katalysators wird er in einem Rührautoklaven zur Hydrierung von Fettsäurenitril, dem 40 ml einer 40%igen NaOH-Lösung/kg Katalysator zugesetzt wurden, eingesetzt. In der Tabelle 1 sind die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen zusammengestellt.

Tabelle 1

Versuchsnummer		1	2	3	4
Reaktionstemperatur	(K)	423	423	393	393
Wasserstoffdruck	(MPa)	3,3	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck	(MPa)	1,7	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge	(%)	0,41	0,36	0,36	0,36
Hydrierdauer	(h)	2	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen	(%)	99,0	96,2	59,4	32,8
Umsatz zu primären Aminen	(%)				
Aminen	(%)	82,2	80,2	50,5	28,9

Bei den Versuchen 1 bis 3 wurde frisch reduzierter und stabilisierter Katalysator eingesetzt. Bei Versuch 4 wurde ein Katalysator eingesetzt, der ein halbes Jahr an Luft gelagert hatte.

Beispiel 2 (erfindungsgemäßes Beispiel)

Ein durch gemeinsame Fällung von Nickel und Siliziumdioxid aus Nickelsalz- und Natriumsilikatlösung hergestellter Nickelkatalysator mit einem Gehalt an Nickel von 50% wird 8 Stunden bei 723 K im Wasserstoffstrom reduziert, 1 Stunde bei 723 K mit Stickstoff gespült und anschließend in diesem Inertgasstrom auf 353 K abgekühlt. Bei dieser Temperatur wird der Katalysator mit einem Inertgas-Luft-Gemisch, das im Eingang 1 Vol.-% Sauerstoff enthält, stabilisiert, bis keine merkliche Sauerstoffaufnahme durch den Katalysator erfolgt, d. h. die Sauerstoffkonzentrationen im Ein- und Ausgang des Stabilisierungsbehälters gleich sind. Die Belastung beträgt in allen Fällen 500 V/Vh. Nach dem Mahlen des Katalysators wird er in einem Rührautoklaven zur Hydrierung von Fettsäurenitril, dem 40 ml einer 40%igen Na-OH-Lösung/kg Katalysator zugesetzt werden, eingesetzt. In der Tabelle 2 sind die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen zusammengestellt.

Tabelle 2

Versuchsnummer		5	6	7
Reaktionstemperatur	(K)	423	393	393
Wasserstoffdruck	(MPa)	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck	(MPa)	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge	(%)	0,36	0,36	0,36
Hydrierdauer	(h)	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen	(%)	99,5	92,2	91,0
Umsatz zu primären Aminen	(%)			
Aminen	(%)	85,6	80,2	79,2

Bei den Versuchen 5 und 6 wurde frisch reduzierter und stabilisierter Katalysator eingesetzt. Der in Versuch 7 verwendete Katalysator hatte vor dem Einsatz ein halbes Jahr an Luft gelagert.

Beispiel 2 zeigt, daß unter den Bedingungen des erfindungsgemäßen Verfahrens mit geringem Katalysatoreinsatz höhere Umsätze zu Aminen erreicht werden. Auch nach längerer Lagerung des für das erfindungsgemäße Verfahren vorgesehenen Katalysators werden vergleichsweise gute Hydrierergebnisse erzielt.

Beispiel 3

4 Chargen eines nach Beispiel 2 hergestellten Katalysators wurden nach der Reduktion anschließend bei unterschiedlichen Temperaturen 1 Stunde mit einem Stickstoffstrom von 800 V/Vh behandelt und danach wie im Beispiel 2 beschrieben stabilisiert und zur Nitrilhydrierung eingesetzt.

Die Inertgasbehandlungstemperatur, die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen sind in Tabelle 3 zusammengestellt.

Tabelle 3

Versuchsnummer		8	9	10	11
Inertgasbehandlungstemperatur des Katalysators	(K)	643	673	723	753
Reaktionstemperatur	(K)	423	423	423	423
Wasserstoffdruck	(MPa)	3,3	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck	(MPa)	1,7	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge	(%)	0,36	0,36	0,36	0,36
Hydrierdauer	(h)	1,6	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen	(%)	97,1	99,3	99,5	98,0
Umsatz zu primären Aminen	(%)	79,6	87,1	85,9	81,2

Der Vergleich der Versuche 8 bis 11 (Beispiel 3), 5 (Beispiel 2) und 2 (Beispiel 1) zeigt, daß die Nitrilhydrierung bei Einsatz der erfindungsgemäß behandelten Katalysatoren (Versuche 5, 9 und 10) wesentlich bessere Hydrierergebnisse (Umsatz zu Aminen und Primäraminausbeute) als bei den Versuchen 2, 8 und 11 ergibt.

Versuch 2: unkontrollierte Abkühlung im Stickstoffstrom

Versuch 8: unzureichende H₂-Desorption durch zu niedrige Behandlungstemperatur

Versuch 11: thermische Schädigung des Katalysators durch zu hohe Behandlungstemperatur.

Beispiel 4

4 Chargen eines nach Beispiel 2 hergestellten Katalysators wurden nach der Reduktion anschließend bei 723 K 1 Stunde mit Stickstoff unterschiedlicher Belastung behandelt und danach wie im Beispiel 2 beschrieben stabilisiert und zur Nitrilhydrierung eingesetzt. Die Stickstoffbelastung bei der Katalysatorbehandlung, die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen sind in Tabelle 4 zusammengefaßt.

Tabelle 4

Versuchsnummer		12	13	14	15
Stickstoffbelastung des Katalysators (V/Vh)		200	300	1 000	1 500
Reaktionstemperatur	(K)	423	423	423	423
Wasserstoffdruck	(MPa)	3,3	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck	(MPa)	1,7	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge	(%)	0,36	0,36	0,36	0,36
Hydrierdauer	(h)	1,6	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen	(%)	97,7	99,2	99,6	98,3
Umsatz zu primären Aminen	(%)	81,3	89,1	88,3	79,4

Der Vergleich der Versuche 12 bis 15 zeigt, daß nur die erfindungsgemäß eingesetzten Katalysatoren in den Beispielen 13 und 14 ausreichende Aktivität und Selektivität bei der Nitrilhydrierung ergeben.

Die Ursache für die geringe Aktivität und Selektivität bei der Hydrierung im Versuch 12 liegt in der unzureichenden Entfernung des chemisch gebundenen Wasserstoffs vor der Luftstabilisierung beim eingesetzten Katalysator. Eine Erklärung für den Leistungsabfall bei Einsatz von Katalysatoren, die eine überdosierte Stickstoffbehandlung erfahren haben (Versuch 15), kann nicht gegeben werden.

Beispiel 5

Ein nach Beispiel 2 hergestellter Katalysator wurde in verschiedenen Mengen in einem Rührautoklaven zur Hydrierung von Fettsäurenitril, dem 40 ml einer 40%igen NaOH-Lösung/kg Katalysator zugesetzt wurden, eingesetzt. In der Tabelle 5 sind die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen zusammengestellt.

Tabelle 5

Versuchsnummer		16	17	18
Reaktionstemperatur	(K)	423	423	423
Wasserstoffdruck	(MPa)	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck	(MPa)	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge	(%)	0,33	0,40	0,42
Hydrierdauer	(h)	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen	(%)	98,2	99,7	99,8
Umsatz zu primären Aminen	(%)	81,1	88,3	80,6

Der Vergleich der Versuche 16, 17 und 18 (Beispiel 5) und 5 (Beispiel 2) zeigt, daß bei unzureichender Katalysatormenge sowohl Umsatz zu Aminen wie auch die Primäraminbildung nicht der Zielstellung > 99,0% bzw. > 85% entsprechen. Bei Überdosierung des Katalysators (Versuch 18) kommt es wohl zu einem hohen Nitrilumsatz, gleichzeitig steigt aber die Desaminierung vom primären Amin zu sekundären und tertiären Aminen unverträglich an. Die Folge ist der ausgewiesene niedrige Primäramingehalt im Hydrierprodukt.

Beispiel 6

Ein durch gemeinsame Fällung von Nickel und SiO₂ aus Nickelsalz- und Natriumsilikatlösung hergestellter Nickelkatalysator mit einem Gehalt an Nickel von 50% wird 8 Stunden bei 723 K im Wasserstoffstrom reduziert und anschließend nach US-PS 2677 668 im Inertgasstrom abgekühlt und passiviert. Der Katalysator wird gemahlen und in einem Rührautoklaven zur Hydrierung von Fettsäurenitril, dem 40 ml einer 40%igen NaOH-Lösung/kg Katalysator zugesetzt wurden, eingesetzt. In der Tabelle 6 sind die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen zusammengestellt.

Tabelle 6

Versuchsnummer	19	20	21
Reaktionstemperatur (K)	423	423	423
Wasserstoffdruck (MPa)	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck (MPa)	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge (%)	0,36	0,40	0,45
Hydrierdauer (h)	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen (%)	94,3	96,8	97,5
Umsatz zu primären Aminen (%)	81,1	80,5	79,6

Der Vergleich der Versuche 19, 20 und 21 zeigt, daß trotz erhöhter Katalysatormenge (Versuch 21) sowohl der Umsatz zu Aminen wie auch die Primäraminbildung nicht der Zielstellung > 99% bzw. > 85% entsprechen. Bei Überdosierung des Katalysators kommt es darüber hinaus zur Desaminierung unter Bildung von sekundären und tertiären Aminen, Die Folge ist der erreichte niedrige Primäramingehalt im Hydrierprodukt.

Beispiel 7

Ein nach DD-PS 152 686 hergestellter Katalysator wird in einem Rührautoklaven zur Hydrierung von Fettsäurenitril, dem 40 ml einer 40%igen NaOH-Lösung/kg Katalysator zugesetzt wurden, eingesetzt. In der Tabelle 7 sind die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen zusammengestellt.

Tabelle 7

Versuchsnummer	22	23	24
Reaktionstemperatur (K)	423	423	423
Wasserstoffdruck (MPa)	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck (MPa)	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge (%)	0,36	0,40	0,45
Hydrierdauer (h)	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen (%)	91,8	92,3	98,1
Umsatz zu primären Aminen (%)	83,2	81,4	78,3

Die Ergebnisse der Versuche 22, 23 und 24 zeigen, daß mit dem o. g. Katalysator die Zielstellung > 99% Aminaussbeute und > 85% Primäraminaussbeute nicht erreicht wurden. Bei weiterer Steigerung der Katalysatormengen über 0,5% sind zwar Aminbildungen > 99% möglich, jedoch liegt dann die Primäraminbildung nur bei 75%.

Beispiel 8

Ein durch Fällung von Nickel auf Kieselgur hergestellter Nickelkatalysator mit einem Gehalt an Nickel von 50% wird 8 Stunden bei 723 K im Wasserstoffstrom reduziert und anschließend nach US-PS 3868 332 im Inertgasstrom abgekühlt und passiviert. Der Katalysator wird gemahlen und in einem Rührautoklaven zur Hydrierung von Fettsäurenitril, dem 40 ml einer 40%igen NaOH-Lösung/kg Katalysator zugesetzt wurden, eingesetzt. In der Tabelle 8 sind die Reaktionsbedingungen und die erreichten Umsetzungsgrade zu Aminen zusammengestellt.

Tabelle 8

Versuchsnummer	25	26	27
Reaktionstemperatur (K)	423	423	423
Wasserstoffdruck (MPa)	3,3	3,3	3,3
NH ₃ -Druck (MPa)	1,7	1,7	1,7
Katalysatormenge (%)	0,4	0,45	0,50
Hydrierdauer (h)	1,6	1,6	1,6
Umsatz zu Aminen (%)	88,3	90,7	93,8
Umsatz zu primären Aminen (%)	81,1	78,1	78,2

Die Ergebnisse zeigen, daß wesentlich höhere Katalysatormengen als in den erfindungsgemäßen Beispielen (z. B. Versuch 5) immer noch unbefriedigende Umsätze zu Aminen und niedrige Ausbeuten an Primäramin ergeben.