

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 97199592.3

[43]公开日 1999年12月1日

[11]公开号 CN 1237153A

[22]申请日 97.9.1 [21]申请号 97199592.3
 [30]优先权
 [32]96.9.10 [33]DE [31]19636767.0
 [32]97.11.11 [33]DE [31]19646436.6
 [86]国际申请 PCT/EP97/04733 97.9.1
 [87]国际公布 WO98/11059 德 98.3.19
 [85]进入国家阶段日期 99.5.10
 [71]申请人 BASF 公司
 地址 联邦德国中德维希港
 [72]发明人 K·埃贝尔 R·菲舍尔 K·弗利克
 M·梅尔格 G·瓦特

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
 代理人 邝红 温宏艳

权利要求书 2 页 说明书 11 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 脂肪族 α, ω -氨基腈的制备方法

[57]摘要

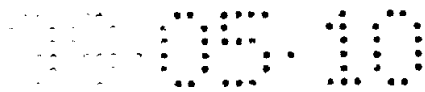
本发明涉及一种制备脂肪族 α, ω -氨基腈的方法,该方法通过在催化剂存在下将脂肪族 α, ω -二腈部分氢化进行,其中用于部分氢化的催化剂含有:

(a)铁或基于铁的化合物或它们的混合物,和

(b)基于(a)的重量的 0.01—5%的基于选自铝,硅,锆,钛和钒的 2、3、4 或 5 种元素的助催化剂,和

(c)基于(a)的重量的 0—5%的基于碱金属或碱土金属的化合物。

ISSN 1008-4274



权 利 要 求 书

1. 一种制备脂肪族 α, ω -氨基腈的方法, 该方法通过在催化剂存在下将脂肪族 α, ω -二腈部分氢化进行, 其中用于部分氢化的催化剂含有:

- 5 (a) 铁或基于铁的化合物或它们的混合物, 和
 (b) 基于(a)重量的0.01-5%的基于选自铝, 硅, 锆, 钛和钒的2、3、4或5种元素的助催化剂, 和
 (c) 基于(a)重量的0-5%的基于碱金属或碱土金属的化合物。

10 2. 根据权利要求1的方法, 其中采用铁氧化物或铁氧化物的混合物作为基于铁的化合物。

3. 根据权利要求1或2的方法, 其中采用基于铝, 硅和钒的助催化剂。

4. 根据权利要求1-3之一的方法, 其中催化剂是载体催化剂。

5. 根据权利要求1-3之一的方法, 其中催化剂是非载体催化剂。

15 6. 根据权利要求1-5之一的方法, 其中在得到6-氨基己腈的情况下采用己二腈作为二腈。

7. 根据权利要求1-6之一的方法, 该方法通过下列步骤从己二腈同时制备6-氨基己腈和六亚甲基二胺:

20 (1) 在催化剂存在下部分氢化己二腈得到含有6-氨基己腈、六亚甲基二胺和己二腈的混合物和

 (2) 从混合物中除去6-氨基己腈和六亚甲基二胺。

8. 根据权利要求7的方法, 其中将基于己二腈重量的0.01-10%的酸或酸性离子交换剂加入主要含有己二腈的剩余部分中, 从混合物中除去己二腈。

25 9. 根据权利要求7或8的方法, 其中通过蒸馏从混合物中除去己二腈, 并且采用在蒸馏所选择的压力下沸点高于己二腈的沸点的酸。

10. 根据权利要求7-9之一的方法, 其中采用的酸的 pK_a 不大于10。

30 11. 根据权利要求7-10之一的方法, 其中将该方法之后得到的己二腈重新用于从己二腈同时制备6-氨基己腈和六亚甲基二胺。

12. 根据权利要求1-11之一的方法, 其中氢化在悬浮状态下进行。

13. 根据权利要求 1-11 之一的方法，其中氢化在固定床反应器中进行。

液浸透载体得到，可以将单一组分同时加入或连续加入，或者通过用常规的方法将组分 (a)，如果需要的话，组分 (b) 和 (c) 喷雾到载体上。

5 组分 (a) 的适当的前体通常是容易溶于水的铁盐如硝酸盐，氯化物，乙酸盐，甲酸盐和硫酸盐，优选硝酸盐。

组分 (b) 的适当的前体通常是前面提到的金属和类金属的容易溶于水的盐或复盐，如硝酸盐，氯化物，乙酸盐，甲酸盐和硫酸盐，优选硝酸盐。

10 组分 (c) 的适当的前体通常是前面提到的碱金属和碱土金属的容易溶于水的盐，如氢氧化物，碳酸盐，硝酸盐，氯化物，乙酸盐，甲酸盐和硫酸盐，优选氢氧化物和碳酸盐。

沉淀通常在水溶液中通过选择加入沉淀、改变 pH 值或变化温度的方法进行。

得到的催化剂中间物一般在 80 - 150°C，优选 80 - 120°C 干燥。

15 煅烧通常在 150 - 500°C 进行，优选在 200 - 450°C，在空气或氮气的气流中进行。

煅烧之后通常将得到的催化剂组合物暴露于减压气体 (活化)，例如将其暴露于氢气或含有氢气和惰性气体如氮气的混合气体中在 200 - 500°C，优选 250 - 400°C 下 2 - 24 小时。在这种情况下催化剂负
20 载优选是 200 升/升催化剂。

催化剂有利地是直接在合成反应器中被活化，因为这样一般可以避免否则必需的中间步骤，即一般在 20 - 80°C，优选 25 - 35°C 使用氧/氮混合气体如空气钝化处理表面。然后钝化的催化剂的活化优选
25 在合成反应器中含氢气气氛下在 180 - 500°C，优选 200 - 350°C 下进行。

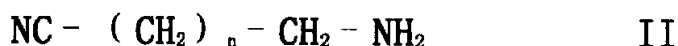
催化剂可以用作在上流或下流方式中的固定床催化剂或悬浮催化剂。

本发明方法的适当的起始物料是式 I 的脂肪族 α, ω -二腈：



30 其中 n 是 1 - 10 的整数，优选 2, 3, 4, 5 或 6。特别优选的化合物 I 是丁二腈，戊二腈，己二腈，庚二腈和辛二腈，非常优选的是己二腈。

根据本发明的方法，将上面描述的二腈 I 在溶剂存在下使用催化剂部分氢化得到式 II 的 α, ω -氨基腈：



其中 n 具有上面描述的含义。特别优选的氨基腈 II 是其中 n 是 2, 3, 4, 5 或 6, 尤其是 4, 即, 4-氨基丁腈, 5-氨基戊腈, 6-氨基己腈 (“6-氨基戊基腈”), 7-氨基庚腈和 8-氨基辛腈, 非常优选的是 6-氨基己腈。

选择进行悬浮反应的温度通常是在 40-150°C, 优选 50-100°C, 特别优选 60-90°C 的温度范围内; 通常选择的压力范围是 2-30MPa, 优选 3-30MPa, 特别优选 4-9MPa。停留时间实际上取决于所需的产率, 选择性和所需的转化率; 停留时间通常这样选择, 即, 使得到的产率最高, 例如, 停留时间范围是 50-275 分钟, 优选 70-200 分钟。

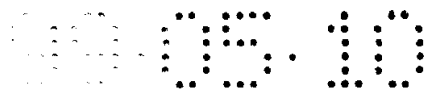
悬浮方法中优选使用的溶剂是氨, 胺, 二胺和具有 1 至 6 个碳原子的三胺如三甲胺, 三乙胺, 三丙胺和三丁胺, 或醇, 尤其是甲醇和乙醇, 特别优选氨。方便选择的二腈的浓度范围是基于二腈和溶剂的总重量的 10-90%, 优选 30-80%, 特别优选 40-70%。

通常选择的催化剂的用量范围是基于二腈重量的 1-50%, 优选 5-20%。

悬浮氢化可以以间歇方式, 或者, 优选以连续方式进行, 通常在液相中进行。

部分氢化也可以以间歇或连续方式在固定床反应器中以往下流或上升流方式进行, 其中通常选择的温度范围是 20-150°C, 优选 30-90°C, 压力范围是 2-40MPa, 优选 3-30MPa。部分氢化优选在溶剂存在下进行, 溶剂优选氨, 胺, 二胺和具有 1 至 6 个碳原子的三胺如三甲胺, 三乙胺, 三丙胺和三丁胺, 或醇, 优选甲醇和乙醇, 特别优选氨。在优选的实施方案中, 每克己二腈对应选择的氨的用量范围是 1-10 克, 优选 2-6 克。而且, 优选选择的空速范围是 0.1-2.0 千克己二腈/升·小时, 优选 0.3-1.0 千克己二腈/升·小时。在这种情况下, 如果需要, 也可以通过改变停留时间调节转化率以及选择性。

部分氢化可以在适合于该用途的常规反应器中进行 (在图中 R1) 氢化得到含有 6-氨基己腈、六亚甲基二胺和己二腈的混合物。



从混合物中除去 6-氨基己腈、六亚甲基二胺和实际上含有己二腈的部分可以以常规的方式，优选通过蒸馏进行，例如，如 DE-A-19500222 或德国专利申请 19548289.1 中所述那样同时或者连续进行。

5 在第一柱（在图中 K1）中的蒸馏通过处理实际上含有 6-氨基己腈、六亚甲基二胺、氨、己二腈和六亚甲基亚胺的混合物进行，优选的混合物实际上含有 1-70%（重量），优选 5-40%（重量）的 6-氨基己腈，

1-70%（重量），优选 5-40%（重量）的己二腈，

10 0.1-70%（重量），优选 1-40%（重量）的六亚甲基二胺，

0.01-10%（重量），优选 0.05-5%（重量）的六亚甲基亚胺，

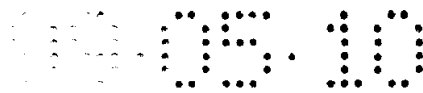
和

5-95%（重量），优选 20-85%（重量）的氨，蒸馏通常在常规的蒸馏柱中，在柱底部的温度范围是 60-250℃，优选 100-200℃，
15 压力范围是 5-30 巴，优选 12-25 巴，在一种或多种化合物 A 存在下进行，其中的化合物 A 在蒸馏条件下是惰性的并且在 18 巴的压力下的沸腾温度范围是 60-220℃，蒸馏得到作为顶部产物的氨和底部产物 I，其中氨没有完全被除去。

适当的化合物 A 是在蒸馏条件下为惰性的化合物并且在 18 巴压力下具有 60-250℃，优选 60-150℃ 的沸点范围。可以被提及的实例是：具有上面提到的性质的烷烃，环烷烃，芳族化合物，萘类（naphthenes），醇，醚，腈和胺，尤其是 C₅₋₈ 烷烃和 C₂₋₄ 烷醇，特别
20 优选的是正戊烷，环己烷，三乙胺，乙醇，乙腈，正己烷，二-正丙基醚，异丙醇，正丁基胺，苯，非常特别优选的是乙醇。

25 加入的化合物 A 的数量范围通常是底部产物 I 的重量的 0.1-50%，优选 1-10%。

底部产物 I 实际上含有 6-氨基己腈，六亚甲基二胺，己二腈，六亚甲基亚胺，惰性化合物 A 和氨，其中氨的含量低于从反应器 R1 的排放量，将底部产物经过第二次蒸馏得到作为馏出物的惰性化合物
30 A 和氨的混合物和底部产物 II，蒸馏在底部温度范围是 100-250℃，优选 140-200℃，压力范围在 2-15 巴，优选 4-12 巴下进行，其前提条件是协调第一和第二柱（在图中 K2）中的压力以使每个柱的底部



温度不超过 250℃，馏出物温度高于 20℃。在较低的温度下从第二蒸馏柱进行馏出物的冷凝也是有利的，在这种情况下，由纯的或者高浓缩的氨组成的馏出物被循环至第一蒸馏柱，或

5 通过压缩机将压力升高之后，将来自第二柱的馏出物作为蒸气循环至第一柱或其冷凝器中。

将实际上含有 6-氨基己腈，六亚甲基二胺，己二腈，六亚甲基亚胺和惰性化合物 A 的底部产物 II 经过在第三柱（在图中 K3）蒸馏得到作为馏出物的惰性化合物 A 和底部产物 III，蒸馏在底部温度范围为 50-250℃，优选 140-200℃，压力范围为 0.05-2，优选 0.2-1 巴的条件下进行，其前提条件是将作为馏出物得到的惰性化合物 A 加入第二柱，如果需要，蒸馏在一种或多种化合物 B 存在下进行，其中化合物 B 在蒸馏条件下是惰性的并且其在 0.3 巴压力下的沸腾范围是 20-250℃，优选 60-170℃。

可以被提及的化合物 B 的实例是：

15 具有上面提到的性质的烷烃，环烷烃，芳族化合物，萘类（naphthenes），醇，醚，腈和胺，尤其是二-正丁基醚，戊腈，正辛烷，环辛烷，正己基胺，六亚甲基亚胺，六亚甲基二胺，优选六亚甲基亚胺和/或六亚甲基二胺，特别优选六亚甲基亚胺。

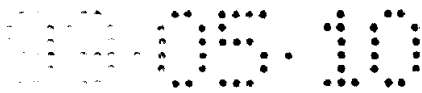
20 在优选的实施方案中，选择六亚甲基亚胺和/或六亚甲基二胺作为化合物 B 或，特别优选不再加入化合物 B。

优选加入柱 K3 中的化合物 B 的数量范围是基于底部产物 II 的重量的 0.01-50%，优选 0.5-10%。

25 将实际上含有 6-氨基己腈，六亚甲基二胺，己二腈，六亚甲基亚胺和，如果需要，惰性化合物 B 的底部产物 III 经过在第四柱（在图中 K4）蒸馏得到实际上含有六亚甲基亚胺的馏出物 KP1，如果需要，惰性化合物 B 的馏出物 KP1 和实际上含有六亚甲基二胺的支流产物 SA1，蒸馏在柱的底部温度范围为 50-250℃，压力范围为 0.05-1.5 巴的条件下进行得到底部产物 IV。

30 如果需要，在柱的进料和支流（Petlyuk 柱）之间区域安装一隔离板，以使得到的六亚甲基二胺基本上没有六亚甲基亚胺和惰性化合物 B，并且没有其他低沸点物，其中

如果需要，将来自馏出物 KP1 和/或支流产物 SA1 的 HMD 加入第



三柱或者，如果适当的话，仅仅部分加入第三柱，剩余物被排放。

将实际上含有 6-氨基己腈和己二腈，和任何高沸点物经过在第五柱（在图中 K5）蒸馏得到纯度至少为 95%，优选 99-99.9% 的作为馏出物的 6-氨基己腈，和实际上由己二腈组成的支流产物 V，和底部产物 V，其中底部产物 V 由高沸点物和少量己二腈组成。

如果需要，在柱的进料和支流之间区域安装一隔离板，以使得到的己二腈具有降低含量的高沸点物，蒸馏在 50-250℃ 的底部温度范围在 10-300 毫巴压力下进行。

也可以代替得到作为支流产物 V 的己二腈，通过在另一柱 K6 中蒸馏分馏来自柱 K5 的含有己二腈和高沸点化合物的底部产物，得到作为馏出物的己二腈。

将实际上含有己二腈和从所述的通过蒸馏处理来自柱 K5 的作为支流产物 V、来自柱 K6 作为馏出物 VI 或来自柱 D5 作为底部产物，优选来自柱 K5 的作为支流产物 V 的己二腈的氢化得到的反应混合物得到的部分根据本发明用酸或酸性离子交换剂处理。

主要适合作为酸或酸性离子交换剂的物质是那些能够作为质子给体作用于饱和和不饱和伯、仲和叔胺如烯胺的物质。优选的适合于该用途的物质是具有 P_{Ka} 不超过 10，优选不超过 7 的酸。

可以使用的酸是无机酸如硝酸，优选硫酸，尤其是 100%（重量）的硫酸或含有至少 90%（重量）、优选 96%（重量）的硫酸与尤其是水或磷酸的混合物，有机酸，例如羧酸如己二酸，2-乙基己酸，庚二酸，辛二酸，十一烷酸，对苯二甲酸，环己烷羧酸，例如磺酸如对甲苯磺酸，苯磺酸，和可以用作酸性离子交换剂的实例是 Lewatit S100G1, Amberlyst 15, Dowex 50, WX 8, Bay. Kat. K 2431, Amberlite IR-120 和这些酸和酸性离子交换剂的混合物。

己二腈和这种酸的反应在液体稀释剂如水存在下进行，可以将液体稀释剂与酸一起在将酸加入己二腈之前或之后加入。

同样可以直接处理仍然与高沸点化合物混合的己二腈，例如来自柱 K5 的底部产物 V，但后者不再含有己二腈支流。在这种情况下，使用的酸或酸性离子交换剂的数量增加，除去己二腈之后得到的剩余物的数量增加。

在剩余物中存在的酸基与碱性化合物的摩尔比应该至少是等摩

尔的，优选高于等摩尔。已经证明，加入基于己二腈重量的 0.01-10%，尤其是 0.1-2% 的酸是有利的。

己二腈与酸的反应可以以常规的方式进行，如通过混合或通过将己二腈通过离子交换剂固定床，反应有利的是在 2-250℃ 下，尤其是在 30-100℃ 进行，这种情况下反应时间是 1 秒至 30 分钟，尤其是 1 秒至 10 分钟。

己二腈可以通过常规的方法，有利的是通过蒸馏或提取从混合物中除去。

如果在剩余物与酸的反应中加入液体剂如水，液体稀释剂可以在除去己二腈之前，优选通过吸附，尤其是通过蒸馏除去。

对于加入酸之后得到的反应产物，如果适当的话，过量的酸同样可以和有利地通过提取，例如用水提取从己二腈除去。

通过本发明的方法得到的己二腈可以重新用于部分氢化得到六亚甲基二胺和 6-氨基己腈，避免增加副产物的含量，根据说明书这些副产物妨碍六亚甲基二胺和/或 6-氨基己腈的制备和/或对部分氢化的催化剂的使用寿命具有不利影响。

与现有技术相比，本发明的方法以好的选择性和较少量的副产物得到 α, ω -氨基腈。而且，本发明使用的催化剂与现有技术中的可比较的催化剂具有明显更长的使用寿命。 α, ω -氨基腈是制备环内酰胺的重要起始物料，尤其是用 6-氨基己腈制备己内酰胺。

实施例中所使用的下列缩写的含义是：

AND = 己二腈

ACN = 6-氨基己腈

HMD = 六亚甲基二胺

25 DCH = 顺 + 反 - 1, 2-二氨基环己烷

AMCPA = 1-氨基-2-氨基甲基环戊烷

BHMTA = 二-六亚甲基三胺

ICCP = 1-氨基-2-氰基环戊烯

30 实施例 1

(a) 催化剂的制备

将磁铁矿、碳酸钾、 Al_2O_3 、和碳酸钙热处理，将固化的熔化物如

A. B. Stiles, T. A. Koch, 《催化剂生产》, (1995), 第 167/68 页描述的那样进行粉碎和筛选得到下列氧化物组合物:

1.1% (重量) 的 K_2O , 3.0% (重量) Al_2O_3 , 2.3% (重量) CaO , 0.11% (重量) Si , 0.01% (重量) Ti , 其余的是铁氧化物。

5 然后将该组合物在 N_2/H_2 流中在 $450^\circ C$ 还原 72 小时, 在室温下用 N_2 /空气混合物钝化 (用含 1% 空气的氮气钝化 24 小时), 催化剂床的温度不超过 $45^\circ C$, 并用水洗涤 7 天。

得到的催化剂具有下列组成:

10 1.2% (重量) 的 Al , 0.74% (重量) 的 Ca , 0.02% (重量) 的 K , 0.11% (重量) 的 Si , 0.01% (重量) 的 Ti , 其余的是 Fe/Fe 氧化物。(b) 组助催化剂总量是 1.32% (重量), (c) 组助催化剂总量, 根据氧化物计算, 是 1.06% (重量)。

(b) ADN 和 ACN 的部分氢化

15 在管状反应器 (长度为 180 厘米, 内径为 30 毫米) 中装入 740 毫升 (1819 克) 如 (a) 中制备的催化剂组合物, 并且在不加压下在氢气流中还原 (500 升 (STP) /小时)。然后用 24 小时将温度从 $30^\circ C$ 升至 $340^\circ C$, 然后保持温度在 $340^\circ C$ 72 小时。降低温度之后, 在 250 巴的压力下将 400 毫升/小时的 ADN, 1140 毫升/小时的 NH_3 和 500 升 (STP) /小时的 H_2 加入反应器中。在 $110^\circ C$ 下运行 9700 小时之后, 20 ADN 的转化率是 45%, ACN 的选择性是 42% 和 HMD 的选择性是 57%。同时发现有 3700ppm 的 DCH, 55ppm 的 AMCPA, 30ppm 的 ICCP 和 1560ppm 的 BHMTA。

实施例 2

(a) 催化剂的制备

25 通过将磁铁矿在 $1500^\circ C$ 和氮气下加热 6 小时制备催化剂。磁铁矿具有下列组成:

72% (重量) 的 Fe , 0.07% (重量) 的 Al , 0.03% (重量) 的 Ca , 0.04% (重量) 的 Mg , 0.11% (重量) 的 Si , 0.01% (重量) 的 Ti , 其余的是氧。(b) 组助催化剂总量是 0.19% (重量), 和 (c) 30 组助催化剂总量, 根据氧化物计算, 是 1.03% (重量)。

将冷却的熔化物块在颚式破碎机中粉碎, 筛出颗粒度为 1.5-3 毫米的碎片。将氧化物催化剂在 H_2/N_2 流中在 $450^\circ C$ 还原 72 小时。在

氮气下冷却至室温之后，Fe 催化剂用 N₂/空气流钝化（用含 1% 空气的氮气钝化 24 小时），注意不能让催化剂床的温度超过 45℃。

(b) ADN 和 ACN 的部分氢化

5 在三个串联的管状反应器（总长度为 4.5 米，内径为 6 毫米）中装入 141 毫升（239 克）在实施例 1 (a) 中制备的催化剂（1.5-3 毫米碎片），并且在在大气压下在氢气流中还原（200 升/小时）。为了进行该反应，用 24 小时将温度从 70℃ 升至 340℃。降低温度之后，在 250 巴的压力下将 75.0 毫升/小时的 ADN，365 毫升/小时的 NH₃ 和 200 升（STP）/小时的 H₂ 加入反应器中。反应进行 950 小时。没有观
10 察到催化剂活性或 ACN 产率和选择性降低。在所述的作为温度的函数的条件下得到的结果如下（表 1）：

表 1

温度 [℃]	AND 转化率 [%]	CAN 选择性 [%]	HMD 选择性 [%]	ACN + HMD 选择性 [%]	DCH	AMCPA	BHMTA	ICCP
	[ppm, 基于 HMD]							
80	47.3	80.4	18.5	98.9	3700	430		80
90	72.1	67.3	31.7	99.0	2900	250		48
96	89.4	48.8	50.2	99.0	2100	120	990	60
107	99.9	0.6	98.6	99.2	1200	25		53

15 表 1 中的结果显示在本发明催化剂存在下 ACN/HMD 的比率可以被认为是所需要的，得到的 ACN + HMD 的选择性是约 99%。它们进一步证明基于六亚甲基二胺的 DCH 和 AMCPA 的数量取决于 ADN 的转化率。当产生更多的 HMD 时很少存在有 DCH 和 AMCPA（基于 HMD）。

20 美国专利 US4282381 的第 2 栏中的表 1 揭示了在铁催化剂存在下将己二腈氢化成六亚甲基二胺得到的副产物的平均数量。它们是 2400 - 4000ppm 的 DCH，100 - 300ppm 的 AMCPA 和 3000 - 5000ppm 的 BHMTA。

25 人们无法预见，因此这一点是出乎意料的，即，当在本发明催化剂存在下制备 ACN/HMD 混合物时，形成少量而不是大量的 DCH 和 AMCPA 和 BHMTA（参见，例如，表 1，ACN 的选择性是 48.8%）。

实施例 3

(a) 催化剂的制备

通过将充分混合了 3.4% (重量) 的 Al_2O_3 的磁铁矿混合物加热(在 1500°C 和氮气下加热 6 小时) 制备催化剂。磁铁矿具有下列组成:

5 72% (重量) 的 Fe, 0.07% (重量) 的 Al, 0.03% (重量) 的 Ca, 0.04% (重量) 的 Mg, 0.11% (重量) 的 Si, 0.01% (重量) 的 Ti, 其余的是氧。

将冷却的熔化物块在颚式破碎机中粉碎, 筛出颗粒度为 1.5-3 毫米的碎片。分析以该方法得到的催化剂前体显示其具有下列组成:

10 69.6% (重量) 的 Fe, 1.81% (重量) 的 Al, 0.029% (重量) 的 Ca, 0.038% (重量) 的 Mg, 0.11% (重量) 的 Si, 0.01% (重量) 的 Ti, 其余的是氧。(b) 组助催化剂总量是 1.93% (重量), 和 (c) 组助催化剂总量, 根据氧化物计算, 是 1.04% (重量)。

15 将氧化物催化剂在 H_2/N_2 流中在 450°C 还原 72 小时。在氮气下冷却至室温之后, Fe 催化剂用 N_2 /空气流钝化(用含 1% 空气的氮气钝化 24 小时), 注意不能让催化剂床的温度超过 45°C。

(b) ADN 和 ACN 的部分氢化

20 用实施例 3 (a) 中描述的铁催化剂进行己二腈的氢化。催化剂活化的条件和每小时加入的 ADN、氨和氢气的数量与实施例 2 (b) 中对应。

表 2 中有在 97°C 氢化得到的 ADN 的转化率和 ACN 和 HMD 的选择性, 和次要组分的数量。

表 2

温度 [°C]	AND 转化率 [%]	CAN 选择性 [%]	HMD 选择性 [%]	ACN + HMD 选择性 [%]	DCH	AMCPA	BHMTA	ICCP
					[ppm, 基于 HMD]			
97	91.8	46.4	52.9	99.3	1900	90	900	55