

申請日期	87.02.07
案 號	87101635
類 別	C07C 20P/4, 21/17

A4  
C4

486456

中文說明書修正頁(90年12月)

(以上各欄由本局填註)

## 發 明 專 利 說 明 書

### 新 型

一、發明 名稱	中 文	氫化亞胺或烯胺成胺之方法
	英 文	PROCESS FOR HYDROGENATING IMINES AND ENAMINES TO AMINES
二、發明 創作人	姓 名	1. 艾伯哈德 佛奇斯 2. 法蘭克 歐拜奇
	國 籍	均德國
	住、居所	1. 德國法蘭克莎爾市班謝姆街5C號 2. 德國朶斯朶夫市霍普街16號
三、申請人	姓 名 (名稱)	德商巴地斯顏料化工廠
	國 籍	德國
	住、居所 (事務所)	德國來恩河勞域沙芬市
	代 表 人 姓 名	安德瑞斯·拜伯拜奇 維拉·史塔克

裝 訂 線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： 有 無主張優先權

德國 1997年2月7日 19704615.0 有 無主張優先權

有關微生物已寄存於： 寄存日期： 寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(1)

說明

本發明係關於一種於腈Ⅲ存在下使亞胺類或烯胺類I族群中之化合物氫化成胺Ⅱ之方法，該腈Ⅲ基本上不會被氫化，此方法包括於觸媒Ⅳ存在下，使包含化合物I和腈Ⅲ之混合物，與包含分子氫之氣體反應。

本發明進一步關於在腈類存在下，利用觸媒使亞胺類或烯胺類轉化成胺類，該腈類基本上不會被氫化，其係使用一種包含分子氫之氣體。

於腈類存在下使亞胺類或烯胺類氫化，而基本上不會使該腈類氫化之方法，係為已知。

EP-A-0 502 439 揭示使亞胺，譬如四氫一氮七園烯，與少許過量氫化物，譬如硼氫化鈉或氫化三-第三-丁氧基鋁鋰，於腈譬如6-胺基己腈存在下反應，以形成N-(5-氰基戊基)-1,6-六亞甲基二胺。在此方法中不利的是，以四-至五倍過量使用氫化物，且於反應後，必須將此氫化物所形成之鹽分離出。此外，用以處理此產物混合物之後氫化方法，必須專一地適合殘留氫化物及所有產物，以期在處理期間可避免腈之氫化。

本發明之一項目的，係為提供一種方法，其沒有所指出之缺點，並使得能夠於腈類存在下，以技術上簡易且經濟之方式，使亞胺類氫化成胺類，而基本上不會使該腈類氫化。

吾人已發現此項目的可藉本文開始時所指出之方法及利用供其使用之觸媒達成。

## 五、發明說明(2)

化合物I較佳為一種環狀亞胺，例如3,4,5,6-四氫一氮七園烯，或一種環狀烯胺，例如4,5,6,7-四氫一氮七園烯或其混合物。

此種亞胺類與烯胺類，以及其製備方法，係為一般已知的。

此等亞胺類或烯胺類，可以個別化合物或以加成物存在，尤其是與胺類之加成物，在此種情況中，此等加成物於本文中係同樣地被稱為亞胺類或烯胺類。

四氫一氮七園烯可使用包含分子氫之氣體，在使己二腈部份催化氫化成為6-胺基己腈或包含6-胺基己腈與六亞甲基二胺之混合物中獲得，其一般含量為10 ppm至5重量%，以6-胺基己腈為基準。

可使用於此氫化作用中之觸媒，可有利地為以金屬作為基礎者，該金屬係選自包括銻、鎳、鈷，較佳為鐵，在此情況中，觸媒可包含其他元素作為促進劑。在以鐵為基礎之觸媒之情況中，適當促進劑係特別為一種或多種，譬如兩種、三種、四種或五種元素，選自包括鋁、矽、鎳、鈦及鈳。

此種觸媒以及關於所述反應之製程條件，係描述於例如WO-A-96/20166、德國申請案19 636 768.9及德國申請案19 646 436.6中。

己二腈、胺基己腈及六亞甲基二胺，四氫一氮七園烯不容易自其每一個之中分離，其係為用以製造聚醯胺譬如尼龍-6或尼龍-6,6之主要纖維中間物，其在習用上會含有四

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

### 五、發明說明 ( 3 )

氫一氮七園烯作為不想要、會賦予顏色之化合物。

適當腈類 III 較佳為非環狀腈類，例如己二腈與 6-胺基己腈，以及其混合物。

適當胺類 V 較佳為非環狀胺類，尤其是六亞甲基二胺與 6-胺基己腈，以及其混合物，且胺 V 較佳係與胺 II 不同。

此種胺類之製備可以習用方式達成，例如藉由關於製備四氫一氮七園烯所述之方法。

適當觸媒較佳係以貴金屬為基礎，尤其是鈀與鉑，以及其混合物。此等觸媒可以鈷、鐵、鎳、銻、鈦或其混合物摻雜，其量較佳為 0.1 至 15 重量%，以催化活性元素之總量為基準。

此等觸媒可有利地以擔體化觸媒形式使用，可推薦之擔體材料為氧化鋁、氧化矽、氧化鈦、氧化鋯及其混合物，尤其是活性碳。此等觸媒擔體可以鹼金屬與鹼土金屬之化合物或其混合物摻雜。

此種觸媒係為本質上已知。

此反應係在氣相中或較佳係在液相中，於固定床觸媒上連續地進行，尤其是在 0.01 至 2 重量% 水存在下，以腈 III 與化合物 I 之總和為基準。反應溫度係在 20 至 150°C 之範圍內，較佳係在 40 至 120°C 之範圍內。此氣相反應係在致使欲被純化之胺 / 腈混合物，係於氣相中與氫一起存在之壓力下進行。在液相中，其壓力應在 1 至 200 巴之範圍內，較佳係在 5 至 80 巴之範圍內。其係添加純氫，或在相應壓力下以 5-95% 氮稀釋。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(4)

胺II可根據習用方法自反應混合物中移除，例如藉蒸餾或萃取。此種方法係描述於例如德國申請案19 636 765.4中。

若使用四氫一氮七園烯作為亞胺I，及6-胺基己腈作為腈III，則本發明之方法係在作為胺V之六亞甲基二胺存在或不存在下，獲得一氮七園烷作為胺II。一氮七園烷可容易地自6-胺基己腈與任何六亞甲基二胺中移除，因此本發明之方法可用以獲得高純度之纖維中間物，及良好顏色安定性之纖維。

(請先閱讀背面之注意事項，再填寫本頁)

裝

訂

線

90.12.31

第 87101635 號專利申請案  
中文補充說明書(90.12.)

實例

於 100ml 反應器中置入 3.5mm 顆粒型式之 80ml 觸媒(1wt% 鈀於 Norit RB<sub>4</sub>上)，封閉反應器後，於 30 巴氫壓力下加熱反應器至 60°C。

部分氫化己二腈之 15.6 ml 不含氫之反應混合物，至 6-胺基己腈和六亞甲基二胺之混合物，係依據表 1 之含量於該反應器中 (依據 WO 98/11,059 中實例 1(a)及(b)之反應)進行。

以氫相色譜分析於反應器中進行之混合物組合和最終混合物，結果示於表 1 中。

	THA	ADN	ACN	HMD
	[ppm]	[GC-面積-%]	[GC-面積-%]	[GC-面積-%]
所加入之混合物	731	28.3	20.5	49.9
最終之混合物	393	27.9	20.4	49.2

表 1

THA：四氫一氮七園烯

HMD：六亞甲基二胺

由表 1 中可見，THA 之含量由 731 降至 393 ppm (i.e. 即使含量相當低，仍降至將近一半)，而不會顯著減少 ACN 和 ADN 之含量。

修正  
本 90.12.31  
補充

第 87101635 號專利申請案

中文說明書修正頁(90年12月)

A5

B5

## 四、中文發明摘要(發明之名稱： 氫化亞胺或烯胺成胺之方法 )

一種於腈 III 存在下使亞胺類或烯胺類 I 族群中之化合物氫化成胺 II 之方法，該腈 III 基本上不會被氫化，此方法包括於觸媒 IV 存在下，使包含化合物 I 和腈 III 之混合物，與包含分子氫之氣體反應。

## 英文發明摘要(發明之名稱： PROCESS FOR HYDROGENATING IMINES AND ENAMINES TO AMINES )

A process for hydrogenating a compound in the group of the imines or enamines I to an amine II in the presence of a nitrile III, said nitrile III being essentially not hydrogenated comprises reacting a mixture comprising a compound I and a nitrile III with a gas comprising molecular hydrogen in the presence of a catalyst IV.

## 申請專利範圍

90 本(23)

1. 一種於腈存在下使四氫一氮七元烯氫化成胺之方法，該腈基本上不會被氫化，此方法包括於貴金屬觸媒存在下，使包含四氫一氮七元烯和腈之混合物，與包含分子氫之氣體反應，其中該腈為己二腈、6-胺基己腈或其混合物。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中氫化作用係於非環狀胺類(胺 V)存在下進行，該胺 V 係與胺不同。
3. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其中係使用六亞甲基二胺作為胺 V。
4. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其中觸媒含有鈮或鉑作為催化活性成份。
5. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其中所使用之觸媒為經擔體化之觸媒。
6. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其中所使用之含氫氣體為氫。
7. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其中觸媒係用於使四氫一氮七元烯轉化成胺。