

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
27. Dezember 2001 (27.12.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/98261 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07C 253/34,
255/24, 209/48

Maria-Mandel-Strasse 18, 68519 Viernheim (DE). ANS-
MANN, Andreas [DE/DE]; Im Köpfle 6, 69168 Wiesloch
(DE). ACHHAMMER, Günther [DE/DE]; Kirchplatz
17, 68309 Mannheim (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/06688

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. Juni 2001 (13.06.2001)

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGE-
SELLSCHAFT; 67056 Ludwigshafen (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,
GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ,
LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,
MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI,
SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU,
ZA, ZW.

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
100 29 187.2 19. Juni 2000 (19.06.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK,
ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR),
OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): LUYKEN, Her-
mann [DE/DE]; Brüsseler Ring 34, 67069 Ludwigshafen
(DE). OHLBACH, Frank [DE/DE]; Schulstrasse 7,
69221 Dossenheim (DE). FISCHER, Rolf-Hartmuth
[DE/DE]; Bergstrasse 98, 69121 Heidelberg (DE).
MELDER, Johann-Peter [DE/DE]; Fichtenstrasse 2,
67459 Böhl-Iggelheim (DE). BASSLER, Peter [DE/DE];

Veröffentlicht:
— mit internationalem Recherchenbericht

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR REMOVING 6-AMINOCAPRONITRILE FROM MIXTURES THAT CONTAIN
6-AMINOCAPRONITRILE, ADIPODINITRILE AND HEXAMETHYLENEDIAMINE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR ABTRENNUNG VON 6-AMINOCAPRONITRIL AUS GEMISCHEN, DIE 6-AMINO-
CAPRONITRIL, ADIPODINITRIL UND HEXAMETHYLENEDIAMIN ENTHALTEN

(57) Abstract: The invention relates to a method for removing, by distillation, 6-aminocapronitrile from mixtures that contain 6-aminocapronitrile, adipodinitrile and hexamethylenediamine, by a) removing the hexamethylenediamine from the mixture while obtaining a mixture (I) that has a hexamethylenediamine content of less than 1 wt.-%, b) removing completely or partially the 6-aminocapronitrile from mixture (I) while obtaining a mixture (II) whose content in substances that have a higher boiling point as 6-aminocapronitrile under distillation conditions and that cannot be formed by dimerization reactions when 6-aminocapronitrile is thermally treated is less than 1 wt.-%, and c) completely or partially removing from mixture (II) the hexamethylenediamine that might be present while obtaining a mixture (IV) whose hexamethylenediamine content is higher than that of mixture (II), and a mixture (V) whose hexamethylenediamine content is lower than that of mixture (II).

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur destillativen Abtrennung von 6-Aminocapronitril aus Gemischen, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethylenediamin enthalten, wobei man a) Hexamethylenediamin aus dem Gemisch abtrennt, unter Erhalt einer Mischung (I), die einen Hexamethylenediamin-Gehalt von weniger als 1 Gew.-% enthält b) 6-Aminocapronitril ganz oder teilweise aus Mischung (I) abtrennt, unter Erhalt einer Mischung (II), deren Gehalt an Stoffen, die unter Destillationsbedingungen höher als 6-Aminocapronitril siedend und nicht durch Dimerisierungsreaktionen bei thermischer Belastung von 6-Aminocapronitril entstehen können, kleiner als 1 Gew.-% ist und c) aus Mischung (II) ganz oder teilweise vorhandenes Hexamethylenediamin abtrennt unter Erhalt einer Mischung (IV), deren Hexamethylenediamin-Gehalt höher als in Mischung (II) ist und einer Mischung (V), deren Hexamethylenediamin-Gehalt geringer als in Mischung (II) ist.

WO 01/98261 A1



— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Verfahren zur Abtrennung von 6-Aminocapronitril aus Gemischen, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethyldiamin enthalten

5

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Abtrennung von 6-Aminocapronitril aus Gemischen, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethyldiamin enthalten, wobei man

- a) Hexamethyldiamin aus dem Gemisch abtrennt, unter Erhalt einer Mischung (I), die einen Hexamethyldiamin-Gehalt von weniger als 1 Gew.-% enthält
- b) 6-Aminocapronitril ganz oder teilweise aus Mischung (I) abtrennt, unter Erhalt einer Mischung (II), deren Gehalt an Stoffen, die unter Destillationsbedingungen höher als 6-Aminocapronitril sieden und nicht durch Dimerisierungsreaktionen bei thermischer Belastung von 6-Aminocapronitril entstehen können, kleiner als 1 Gew.-% ist und
- c) aus Mischung (II) ganz oder teilweise vorhandenes Hexamethyldiamin abtrennt unter Erhalt einer Mischung (IV), deren Hexamethyldiamin-Gehalt höher als in Mischung (II) ist und einer Mischung (V), deren Hexamethyldiamin-Gehalt geringer als in Mischung (II) ist.

6-Aminocapronitril kann bekanntermaßen zur Herstellung von Caprolactam oder von Polyamiden eingesetzt werden. Für solche Zwecke muß das 6-Aminocapronitril eine hohe Reinheit aufweisen.

Die Herstellung von 6-Aminocapronitril erfolgt üblicherweise durch partielle, katalytische Hydrierung von Adipodinitril, welches durch doppelte Hydrocyanierung von Butadien in Gegenwart von Katalysatoren erhalten werden kann. Dabei erhält man in der Regel ein Gemisch, das 6-Aminocapronitril, nicht umgesetztes Adipodinitril und Hexamethyldiamin, sowie gegebenenfalls Lösungsmittel, Leichtsieder bezüglich Hexamethyldiamin, Hochsieder bezüglich Adipodinitril und andere Nebenprodukte enthält.

Es sind zahlreiche Verfahren zur Abtrennung von 6-Aminocapronitril aus solchen Gemischen unter Erhalt eines 6-Aminocapronitrils in der genannten hohen Reinheit bekannt, beispielsweise aus WO 96/20931 und WO97/23454.

2

Nachteilig bei diesen Verfahren ist der hohe Energieaufwand, der zur Gewinnung von 6-Aminocapronitril ausreichender Reinheit aus dem Gemisch erforderlich ist.

- 5 Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, das die Gewinnung von 6-Aminocapronitril ausreichender Reinheit aus Gemischen, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril, Hexamethyldiamin und gegebenenfalls Lösungsmittel und andere Nebenkomponenten enthalten, auf tech-
10 nisch einfache und wirtschaftliche Weise ermöglicht unter Vermeidung der genannten Nachteile.

Demgemäß wurde das eingangs definierte Verfahren gefunden.

- 15 Verfahren zur Herstellung von Gemischen, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril, Hexamethyldiamin und gegebenenfalls Lösungsmittel, Leichtsieder bezüglich Hexamethyldiamin, Hochsieder bezüglich Adipodinitril und andere Nebenprodukte enthalten, sind an sich bekannt.

20

So können Gemische, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethyldiamin enthalten, durch katalytische partielle Hydrierung von Adipodinitril erhalten werden.

- 25 Bezogen auf die Summe aus 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethyldiamin enthalten solche Gemische üblicherweise von 5 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 80 Gew.-%, insbesondere 20 bis 70 Gew.-% 6-Aminocapronitril, von 5 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 80 Gew.-%, insbesondere 20 bis 70 Gew.-% Hexamethylen-
30 diamin, Rest nicht umgesetztes Adipodinitril.

- Der zur Hydrierung eingesetzte Katalysator ist nach bisherigen Beobachtungen hinsichtlich des erfindungsgemäßen Verfahrens un-
35 kritisch. Das Gemisch kann von dem Katalysator nach der Hydrierung in an sich bekannter Weise, beispielsweise durch Filtration, vorzugsweise im Falle einer Suspensionshydrierung, oder durch Entfernen des Gemisches aus dem Reaktionsgefäß unter Verbleib des Katalysators im Reaktionsgefäß, vorzugsweise im Falle einer Festbetthydrierung, erfolgen.

40

- Vorteilhaft kann man die Hydrierung in Gegenwart eines Lösungsmittels durchführen. Es kommen organische Lösungsmittel, wie Alkohole, vorzugsweise Alkanole, insbesondere C₁-C₄-Alkanole, wie Methanol, Ethanol, n-Propanol, i-Propanol, n-Butanol, i-Butanol,
45 s-Butanol, Ester, vorzugsweise solche einer Alkancarbonsäure, insbesondere einer C₁-C₄-Alkancarbonsäure, wie Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, mit einem Alkanol, ins-

3

besondere einem C₁-C₄-Alkanol, wie Methanol, Ethanol, n-Propanol, i-Propanol, n-Butanol, i-Butanol, s-Butanol, Ether, wie lineare oder cyclische Ether, beispielsweise Dimethylether, Diethylether, Methyl-t-butyl-ether, Tetrahydrofuran, Kohlenwasserstoffe, wie
5 aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, beispielsweise Benzol, Toluol, Ethylbenzol, o-Xylol, m-Xylol, p-Xylol, Amine, wie primäre, sekundäre oder tertiäre Amine, Lactone, wie Butyrolacton, Lactame, wie Caprolactam, Pyrrolidon, N-Methyl-pyrrolidon, Amide oder anorganische Lösungsmittel, wie Ammoniak, oder
10 deren Gemische in Betracht.

Bevorzugt sind Alkohole, insbesondere Methanol und Ethanol, aromatische Kohlenwasserstoffe, insbesondere Toluol, und Ammoniak oder deren Gemische.

15

Führt man die Hydrierung in Gegenwart eines Lösungsmittels durch, so enthält das Reaktionsgemisch anschließend dieses Lösungsmittel. Vor dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das Lösungsmittel vorteilhaft in an sich bekannter Weise, beispielsweise
20 durch Destillation oder Rektifikation, von dem Reaktionsgemisch abgetrennt werden.

Diese Abtrennung kann vorteilhaft durch fraktionierende Destillation in einer oder mehreren, wie 2 oder 3 Destillations-
25 apparaturen erfolgen.

Dabei kommen für die Destillation hierfür übliche Apparaturen in Betracht, wie sie beispielsweise in: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3. Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York,
30 1979, Seite 870-881 beschrieben sind, wie Siebbodenkolonnen, Glockenbodenkolonnen, Packungskolonnen oder Füllkörperkolonnen, mit oder ohne Seitenabzug.

Bei der Hydrierung können Nebenprodukte entstehen, beispielsweise
35 Leichtsieder bezüglich Hexamethyldiamin und/oder Stoffe, die höher als Adipodinitril siedend.

Unter Leichtsieder bezüglich Hexamethyldiamin werden im Sinne der vorliegenden Erfindung Verbindungen verstanden, die unter den
40 entsprechenden Destillationsbedingungen einen Siedepunkt unterhalb dessen von Hexamethyldiamin aufweisen.

Als Leichtsieder bezüglich Hexamethyldiamin kommen beispielsweise Hexamethylenimin, Hexylamin, Aminomethylcyclopentylamin,
45 Diaminocyclohexan in Betracht. Solche Verbindungen liegen in den bei der Hydrierung erhaltenen Gemischen in Summe in Mengen von bis zu 10 Gew.-%, vorzugsweise bis 5 Gew.-%, bezogen auf die

4

Summe aus 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethylen-
diamin, vor.

Vor dem erfindungsgemäßen Verfahren können Leichtsieder bezüglich
5 Hexamethyldiamin vorteilhaft in an sich bekannter Weise,
beispielsweise durch Destillation der Rektifikation von dem Reak-
tionsgemisch abgetrennt werden.

Diese Abtrennung kann vorteilhaft durch fraktionierende
10 Destillation in einer oder mehreren, wie 2 oder 3 Destillations-
apparaturen erfolgen.

Dabei kommen für die Destillation hierfür übliche Apparaturen in
Betracht, wie sie beispielsweise in: Kirk-Othmer, Encyclopedia of
15 Chemical Technology, 3. Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York,
1979, Seite 870-881 beschrieben sind, wie Siebbodenkolonnen,
Glockenbodenkolonnen, Packungskolonnen oder Füllkörperkolonnen,
mit oder ohne Seitenabzug.

20 Gegebenenfalls eingesetztes Lösungsmittel und gegebenenfalls vor-
handene Leichtsieder hinsichtlich Hexamethyldiamin können
gleichzeitig in Schritt a oder vorher abgetrennt werden. Vorzugs-
weise trennt man zunächst gegebenenfalls eingesetztes Lösungs-
mittel (Schritt a0) und dann gegebenenfalls vorhandene Leicht-
25 sieder hinsichtlich Hexamethyldiamin (Schritt a1) ab.

Schritt a1 sollte vorteilhaft bei einem Druck unterhalb atmosphä-
rischen Umgebungsdrucks, vorzugsweise bei einem Druck von weniger
als 500 mbar absolut durchgeführt werden.

30 Erfindungsgemäß trennt man in Schritt a Hexamethyldiamin aus
dem Gemisch ab unter Erhalt einer Mischung (I), die einen Hexame-
thyldiamin-Gehalt von weniger als 5 Gew.-%, vorzugsweise weni-
ger als 1 Gew.-% bezogen auf Mischung (I) aufweist.

35 Diese Abtrennung kann vorteilhaft durch fraktionierende
Destillation in einer oder mehreren, wie 2 oder 3 Destillations-
apparaturen erfolgen.

40 Dabei kommen für die Destillation hierfür übliche Apparaturen in
Betracht, wie sie beispielsweise in: Kirk-Othmer, Encyclopedia of
Chemical Technology, 3. Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York,
1979, Seite 870-881 beschrieben sind, wie Siebbodenkolonnen,
Glockenbodenkolonnen, Packungskolonnen oder Füllkörperkolonnen,
45 mit oder ohne, vorzugsweise mit Seitenabzug.

5

Schritt a sollte vorteilhaft bei einem Druck unterhalb atmosphärischen Umgebungsdrucks, vorzugsweise bei einem Druck von weniger als 500 mbar absolut durchgeführt werden.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform kann man Hexamethyldiamin und bezüglich Hexamethyldiamin leichter siedende Komponenten gemeinsam abtrennen, also Schritt a1 und a gemeinsam durchführen.

Dabei kann Hexamethyldiamin vorteilhaft an einem Seitenabzug
10 gewonnen werden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform verwendet man eine Kolonne mit einem Trennblech im Bereich zwischen Zulauf und Seitenabzug.

15

- Erfindungsgemäß trennt man in Schritt b 6-Aminocapronitril ganz oder teilweise aus Mischung (I) ab unter Erhalt einer Mischung (II), deren Gehalt an Stoffen, die unter Destillationsbedingungen höher als 6-Aminocapronitril siedend und nicht durch Dimerisierungsreaktionen bei thermischer Belastung von 6-Aminocapronitril
20 entstehen können, kleiner als 2 Gew.-%, vorzugsweise kleiner als 0,1 Gew.-%, ist.

- Diese Abtrennung kann vorteilhaft durch fraktionierende
25 Destillation in einer oder mehreren, wie 2 oder 3 Destillationsapparaturen erfolgen.

- Dabei kommen für die Destillation hierfür übliche Apparaturen in Betracht, wie sie beispielsweise in: Kirk-Othmer, Encyclopedia of
30 Chemical Technology, 3. Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979, Seite 870-881 beschrieben sind, wie Siebbodenkolonnen, Glockenbodenkolonnen, Packungskolonnen oder Füllkörperkolonnen, mit oder ohne, vorzugsweise mit Seitenabzug.

- 35 Schritt b sollte vorteilhaft bei einem Druck unterhalb atmosphärischen Umgebungsdrucks, vorzugsweise bei einem Druck von weniger als 500 mbar absolut durchgeführt werden.

- Erfindungsgemäß trennt man in Schritt c aus Mischung (II) ganz
40 oder teilweise vorhandenes Hexamethyldiamin ab unter Erhalt einer Mischung (IV), deren Hexamethyldiamin-Gehalt höher als in Mischung (II) ist und einer Mischung (V), deren Hexamethyldiamin-Gehalt geringer als in Mischung (II) ist.

45

6

Diese Abtrennung kann vorteilhaft durch fraktionierende Destillation in einer oder mehreren, wie 2 oder 3 Destillationsapparaturen erfolgen.

5 Dabei kommen für die Destillation hierfür übliche Apparaturen in Betracht, wie sie beispielsweise in: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3. Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979, Seite 870-881 beschrieben sind, wie Siebbodenkolonnen, Glockenbodenkolonnen, Packungskolonnen oder Füllkörperkolonnen,
10 mit oder ohne Seitenabzug.

Schritt c sollte vorteilhaft bei einem Druck unterhalb atmosphärischen Umgebungsdrucks, vorzugsweise bei einem Druck von weniger als 500 mbar absolut durchgeführt werden.

15

In einer bevorzugten Ausführungsform sollte der Druck in Schritt a geringer sein als der Druck in Schritt c.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann die in Schritt
20 c erhaltene Mischung (IV) in Schritt a zurückgeführt werden. Dabei ist Mischung (IV) vorzugsweise dampfförmig.

In einer weiteren Ausführungsform von Schritt b im Sinne der vorliegenden Erfindung kann man einen höheren Gehalt an Hochsiedern
25 bezüglich 6-Aminocapronitril zulassen unter Erhalt einer Mischung (IIa), bezüglich 6-Aminocapronitril schwerer siedende Komponenten aus Mischung (IIa) abtrennen unter Erhalt einer Mischung (VI), deren 6-Aminocapronitril-Gehalt höher als in Mischung (II) ist und einer Mischung (VII), deren 6-Aminocapronitril-Gehalt niedri-
30 ger als in Mischung (II) ist.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann man Mischung (VII) in Schritt b zurückführen.

35 Der Gehalt an Hexamethyldiamin in Mischung (V) sollte vorteilhaft höchstens 5000 ppm, vorzugsweise 0 bis 1000 ppm, insbesondere 0 bis 200 ppm, bezogen auf das Gewicht von Mischung (V) betragen. Die Summe der Komponenten von Mischung (V) außer 6-Aminocapronitril sollte vorteilhaft höchstens 5000 ppm,
40 vorzugsweise 0 bis 500 ppm, insbesondere 0 bis 200 ppm, bezogen auf das Gewicht von Mischung (V) betragen.

Der Gesamtenergieverbrauch des erfindungsmäßigen Verfahrens, berechnet als die Summe der Energieverbräuche in den Schritten a, b
45 und c, sowie gegebenenfalls a0 und a1, ist niedriger als der Energieverbrauch, der benötigt wird, wenn man die Abtrennung in nur zwei Schritten a und c, sowie gegebenenfalls a0 und a1,

durchführt und den gleichen Hexamethylendiamin-Gehalt im abgetrennten 6-Aminocapronitril erreicht.

Beispiel

5

In einer Destillationskolonne K1 wurden 200 kg/h Hydriergemisch, enthaltend 29 % Hexamethylendiamin, 42 % 6-Aminocapronitril, 27 % Adipodinitril, 0.5 % Leichtsieder und 1.5 % Hochsieder so abgetrennt, dass 1.5 kg/h über Kopf, enthaltend im wesentlichen
10 Leichtsieder, abgezogen wurden.

An einem Seitenabzug wurden 58 kg/h Hexamethylendiamin mit einem 6-Aminocapronitril-Gehalt von 110 ppm abgezogen. Über Sumpf der Kolonne K1 wurden 156.5 kg/h mit einem Hexamethylendiamin-Gehalt
15 von 0.2 % abgezogen. Die Kolonne K1 wurde mit 90 kg/h Dampf betrieben. In einer zweiten Destillationskolonne K2 wurde der Sumpfabzug aus Kolonne K1 so destilliert, dass 116.5 kg/h 6-Aminocapronitril mit einem Hexamethylendiamin-Gehalt von 0.3 % über Kopf abgezogen. Über Sumpf wurden 58 kg/h mit einem 6-Amino-
20 capronitril-Gehalt von 2 % abgezogen. Das Kopfprodukt von Kolonne K2 wurde in einer dritten Kolonne K3 so destilliert, dass über Kopf 17 kg/h dampfförmig abgezogen und in Kolonne K1 zurückgeführt wurden. Die Kolonne K2 wurde mit 30 kg/h Dampf betrieben. An einem Seitenabzug von Kolonne K3 wurden 99.5 kg/h 6-Amino-
25 capronitril mit einem Hexamethylendiamin-Gehalt von 45 ppm abgezogen. Die Kolonne K3 wurde mit 5 kg/h Dampf betrieben. Der Dampfverbrauch der Kolonnen K1 + K3 betrug 95 kg/h.

Vergleichsbeispiel

30

In der Destillationskolonne K1 gemäß Beispiel wurden 200 kg/h Hydriergemisch, enthaltend 29 % Hexamethylendiamin, 42 % 6-Aminocapronitril, 27 % Adipodinitril, 0.5 % Leichtsieder und 1.5 % Hochsieder so abgetrennt, dass 1.5 kg/h über Kopf, enthaltend im
35 wesentlichen Leichtsieder, abgezogen wurden.

An einem Seitenabzug wurden 58 kg/h Hexamethylendiamin mit einem 6-Aminocapronitril-Gehalt von 115 ppm abgezogen. Über Sumpf der Kolonne K1 wurden 156.5 kg/h mit einem Hexamethylendiamin-Gehalt
40 von 0.05 % abgezogen. Um diesen Hexamethylendiamin-Gehalt im Sumpf der Kolonne zu erhalten, waren 140 kg/h Dampf nötig. In einer zweiten Destillationskolonne K2 wurde der Sumpfabzug aus Kolonne K1 so destilliert, dass 116.5 kg/h 6-Aminocapronitril über Kopf abgezogen wurden. Der Hexamethylendiamin-Gehalt im
45 Kopfabzug betrug 800 ppm. Die Kolonne wurde mit 30 kg/h Dampf betrieben.

Trotz des höheren Energieverbrauches der Kolonne K1 mit 140 kg/h im Vergleichsbeispiel als die Summe der Energieverbräuche in Kolonnen K1 und K3 gemäß Beispiel mit insgesamt 95 kg/h wurde im Vergleichsbeispiel eine deutlich schlechtere ACN-Reinheit erreicht.

10

15

20

25

30

35

40

45

Patentansprüche

1. Verfahren zur destillativen Abtrennung von 6-Aminocapronitril
5 aus Gemischen, die 6-Aminocapronitril, Adipodinitril und Hexamethyldiamin enthalten, wobei man
 - a) Hexamethyldiamin aus dem Gemisch abtrennt, unter Erhalt
10 einer Mischung (I), die einen Hexamethyldiamin-Gehalt von weniger als 1 Gew.-% enthält
 - b) 6-Aminocapronitril ganz oder teilweise aus Mischung (I)
15 abtrennt, unter Erhalt einer Mischung (II), deren Gehalt an Stoffen, die unter Destillationsbedingungen höher als 6-Aminocapronitril sieden und nicht durch Dimerisierungsreaktionen bei thermischer Belastung von 6-Aminocapronitril entstehen können, kleiner als 1 Gew.-% ist und
 - c) aus Mischung (II) ganz oder teilweise vorhandenes Hexa-
20 methyldiamin abtrennt unter Erhalt einer Mischung (IV), deren Hexamethyldiamin-Gehalt höher als in Mischung (II) ist und einer Mischung (V), deren Hexamethyldiamin-Gehalt geringer als in Mischung (II) ist.
- 25 2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei man in Schritt a Hexamethyldiamin an einem Seitenabzug gewinnt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei man Hexamethyldiamin und bezüglich Hexamethyldiamin leichter siedende
30 Komponenten gemeinsam abtrennt.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, wobei man die in
35 Schritt c abgetrennte Mischung (IV) teilweise oder vollständig in Schritt a zurückführt.
5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei die aus Schritt c in Schritt
a zurückgeführte Mischung (IV) dampfförmig ist.
6. Verfahren nach Anspruch 5, wobei man Mischung (VII) teilweise
40 oder vollständig in Schritt b zurückführt.
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, wobei der Druck in
45 Schritt b so gewählt wird, daß die Sumpftemperatur 185°C nicht übersteigt.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/06688

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C07C253/34 C07C255/24 C07C209/48

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO-97-23454-A (BASF AG ;ACHHAMMER GUENTHER (DE); BASSLER PETER (DE); FISCHER ROLF) 3 July 1997 (1997-07-03) cited in the application page 24, line 25 -page 25, line 17	1
A	WO 96 20931 A (BASF AG) 11 July 1996 (1996-07-11) cited in the application page 2, line 40 -page 4, line 12	1

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 October 2001

Date of mailing of the international search report

30/10/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bader, K

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/06688

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9723454	A	03-07-1997	DE 19548289 A1	26-06-1997
			AU 1369697 A	17-07-1997
			BR 9612107 A	23-02-1999
			CZ 9801843 A3	16-09-1998
			DE 59605731 D1	14-09-2000
			WO 9723454 A1	03-07-1997
			EP 0876341 A1	11-11-1998
			ES 2149514 T3	01-11-2000
			JP 2000502660 T	07-03-2000
			TR 9801153 T2	21-10-1998
			US 6147208 A	14-11-2000
			WO 9620931	A
AU 4347396 A	24-07-1996			
BG 101661 A	27-02-1998			
BR 9510133 A	30-12-1997			
CN 1171782 A , B	28-01-1998			
CZ 9702027 A3	18-02-1998			
WO 9620931 A1	11-07-1996			
EP 0801647 A1	22-10-1997			
FI 972839 A	02-07-1997			
JP 10511361 T	04-11-1998			
PL 321267 A1	24-11-1997			
SK 84297 A3	04-03-1998			
US 5717090 A	10-02-1998			

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationale Aktenzeichen

PCT/EP 01/06688

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 C07C253/34 C07C255/24 C07C209/48

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 C07C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 97-23454 A (BASF AG.; ACHHAMMER GUENTHER (DE); BASSLER PETER (DE); FISCHER ROLF) 3. Juli 1997 (1997-07-03) in der Anmeldung erwähnt Seite 24, Zeile 25 -Seite 25, Zeile 17	1
A	WO 96 20931 A (BASF AG) 11. Juli 1996 (1996-07-11) in der Anmeldung erwähnt Seite 2, Zeile 40 -Seite 4, Zeile 12	1

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

22. Oktober 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

30/10/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Bader, K

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung die zur selben Patentfamilie gehören

Inter des Aktenzeichen

PCT/EP 01/06688

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung			
WO 9723454	A	03-07-1997	DE 19548289 A1 26-06-1997			
			AU 1369697 A 17-07-1997			
			BR 9612107 A 23-02-1999			
			CZ 9801843 A3 16-09-1998			
			DE 59605731 D1 14-09-2000			
			WO 9723454 A1 03-07-1997			
			EP 0876341 A1 11-11-1998			
			ES 2149514 T3 01-11-2000			
			JP 2000502660 T 07-03-2000			
			TR 9801153 T2 21-10-1998			
			US 6147208 A 14-11-2000			

			WO 9620931	A	11-07-1996	DE 19500222 A1 11-07-1996
						AU 4347396 A 24-07-1996
BG 101661 A 27-02-1998						
BR 9510133 A 30-12-1997						
CN 1171782 A ,B 28-01-1998						
CZ 9702027 A3 18-02-1998						
WO 9620931 A1 11-07-1996						
EP 0801647 A1 22-10-1997						
FI 972839 A 02-07-1997						
JP 10511361 T 04-11-1998						
PL 321267 A1 24-11-1997						
SK 84297 A3 04-03-1998						
US 5717090 A 10-02-1998						
