



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 103 51 396 A1** 2005.06.09

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **103 51 396.5**

(22) Anmeldetag: **04.11.2003**

(43) Offenlegungstag: **09.06.2005**

(51) Int Cl.⁷: **C07C 31/20**

C07C 29/03, C07C 29/44

(71) Anmelder:

**Peroxid-Chemie GmbH & Co. KG, 82049 Pullach,
DE**

(74) Vertreter:

Weickmann & Weickmann, 81679 München

(72) Erfinder:

**Dorn, Maximilian, Dipl.-Chem. Dr., 82049 Pullach,
DE; Maier, Manfred, Dipl.-Ing., 83512 Reitmehring,
DE; Zellner, Helmut, Dipl.-Chem. Dr., 82278
Althegnenberg, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von 2,5-Dimethylhexan-2,5-diol durch radikalische Addition von Isopropanol an Acetylen**

(57) Zusammenfassung: Zur Herstellung von 2,5-Dimethylhexan-2,5-diol (DHAD) durch radikalische Addition von Isopropanol an Acetylen wird Acetylen bei einer Temperatur zwischen +8 und -30°C und einem Druck von 2 bis 20 bar in einem Gemisch von Isopropanol und einem beim Zerfall tert.-Alkoxi-Radikale bildenden Peroxid absorbiert, bis ein Molverhältnis Acetylen : Isopropanol : Di-tert-butylperoxid von 1 : 15-25 : 0,2-0,6 erreicht ist, das erhaltene Gemisch wird kontinuierlich bei 150 bis 220°C und einem Druck von 30 bis 100 bar umgesetzt und das erhaltene Produktgemisch wird kontinuierlich durch fraktionierte Destillation aufgetrennt und gebildetes 2,5-Dimethylhexen-3-diol-2,5 (DHED) in der Fraktion DHAD/DHED zu DHAD hydriert.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2,5-Dimethylhexan-2,5-diol durch radikalische Addition von Isopropanol an Acetylen.

[0002] Acetylen nimmt in der chemischen Industrie eine wichtige Rolle als Ausgangsstoff für eine Vielzahl von Syntheseprodukten ein. Verfahren zur radikalischen Addition von Isopropanol an Acetylen sind in der Literatur bereits seit langer Zeit bekannt. Cywinski und Hepp beschreiben in J. Org. Chem. 30, 3815 (1965) die Addition von Isopropanol an Acetylen unter Verwendung von Di-tert.-butylperoxid als Radikalstarter. Die Umsetzung erfolgt in einem Hochdruckautoklaven unter Bildung des Monoaddukts 3-Hydroxy-3-methylbuten (MBE) als Hauptreaktionsprodukt.

[0003] USP 3,304,247 offenbart die radikalische Umsetzung von Acetylen mit Isopropanol unter Bildung von 2,5-Dimethylhexan-2,5-diol. In dem dort beschriebenen Verfahren wird Acetylen in reiner Form in einem Autoklaven auf das Isopropanol aufgepresst.

[0004] Die Umsetzung von reinem Acetylen unter Druck stellt ein großes sicherheitstechnisches Problem dar, da das hochreaktive Gas sich leicht explosionsartig zersetzt. (Chem.-Inc. Tech. 66 (1994), 1389–1392; Res. A. Miller. Acetylen, Ernest Ben Limited 1965, Vol. 1, 485–506). Für Umsetzungen von Acetylgas sind daher aufwändige Sicherheitsvorkehrungen notwendig. L. M. Savitskaya et al. beschreiben in Chem. Abs., 1978, 88, 157743 Möglichkeiten zur Verzögerung der explosiven Zersetzung von Acetylen durch Zugabe verschiedener Additive. Solche Zusätze können sich jedoch zum einen für die gewünschte Reaktion als störend erweisen, zum anderen sind für ihre spätere Entfernung aus dem Reaktionsprodukt zum Teil aufwändige Reinigungsschritte notwendig.

[0005] Verfahren zur Herstellung von Alkindiolen durch Umsetzung von gasförmigem Acetylen in Gegenwart von basischen Alkalimetallsalzen als Katalysatoren mit Aldehyden oder Ketonen werden in EP 1 055 655 und DE 199 24 020 beschrieben. Die auf diese Weise hergestellten Alkindiole können in einem anschließenden Hydrierungsverfahren beispielsweise mit Wasserstoff und Raney-Nickel wie in CN 1,247,181 beschrieben, zu DHAD weiter umgesetzt werden.

[0006] Die bei der Umsetzung von reinem gasförmigen Acetylen notwendigen Sicherheitsmaßnahmen sind mit sehr hohen Kosten und einem großen apparativen Aufwand verbunden, wobei die Zersetzung dennoch nicht vollständig ausgeschlossen werden

kann.

[0007] USP 5,726,321 offenbart ein Verfahren zur Durchführung von Gas/Flüssig-Reaktionen unter Vermeidung einer kontinuierlichen Gasphase. Auf die dort beschriebene Weise ist das Verfahren jedoch nur für batchweise Umsetzungen geeignet.

[0008] J. Nedwick empfiehlt in Ind. Eng. Chem. Proc. Design & Dev. 1 (1962), 137–141, Acetylen zunächst in einer getrennten Lösestation zu lösen. Dieses Verfahren wird für die Vinylierung von Alkoholen und basenkatalysierte Reaktionen von Acetylen beschrieben. Radikalisch verlaufende Additionen werden jedoch nicht erwähnt.

Aufgabenstellung

[0009] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung von 2,5-Dimethylhexan-2,5-diol (DHAD) in einem sicheren Prozess mit guten Ausbeuten an DHAD und möglichst geringer Nebenproduktbildung.

[0010] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von DHAD durch radikalische Addition von Isopropanol an Acetylen, dadurch gekennzeichnet, dass

- a) Acetylen bei einer Temperatur zwischen +8 und –30 °C und einem Druck von 2 bis 20 bar in einem Gemisch von Isopropanol und einem beim Zerfall tert.-Alkoxy-Radikale bildenden Peroxid absorbiert wird bis ein Molverhältnis Acetylen : Isopropanol : Peroxid von 1 : 15–25 : 0,2–0,6 erreicht ist,
- b) das erhaltene Gemisch kontinuierlich bei 150 bis 220 °C und einem Druck von 30 bis 100 bar umgesetzt und
- c) das erhaltene Produktgemisch kontinuierlich durch fraktionierte Destillation aufgetrennt und gebildetes 2,5-Dimethyl-3-hexen-2,5-diol (DHED) in der Fraktion DHAD/DHED zu DHAD hydriert wird.

[0011] Das neue Verfahren kann wie folgt durchgeführt werden:

Acetylen wird außerhalb des Reaktors beispielsweise in einer Lösestation in Isopropanol gelöst. Durch den Einsatz von Acetylen in verdünnter Lösung in Isopropanol wird erfindungsgemäß das sicherheitstechnische Problem der Umsetzung von Acetylen unter Druck gelöst.

[0012] Die Acetylenabsorption erfolgt dabei vorzugsweise bei einem Druck im Bereich von 2 bis 20 bar und einer Temperatur zwischen –30 und +8 °C. Besonders bevorzugt ist ein Druck von 10 bis 12 bar und eine Temperatur zwischen –15 und +5 °C.

[0013] Das Acetylen kann mittels seines Eigen drucks beispielsweise in einer Absorptionskolonne in dem Lösungsmittel gelöst werden. Bevorzugt wird

das Acetylen über eine Injektorpumpe angesaugt und dann in einem gekühlten Lösungsmittel gelöst. Für das Einspeisen des Acetylens eignet sich besonders eine Strahldüse (z.B. Venturi). Die Strahldüse hat den Vorteil, dass das im Mitteldruckbereich bereitgestellte Acetylen kontinuierlich in einem System mit höherem Betriebsdruck gelöst werden kann. Der Druck sollte deutlich höher sein als der Sättigungsdruck des Acetylens bei gegebener Temperatur.

[0014] Dadurch wird die Gefahr des Ausgasens stark vermindert.

[0015] Ein effektiver Übergang des Acetylens in die Lösung kann durch Rühren beispielsweise mit einem Magnetrührer, wirkungsvoller mit einem Begasungsrührer oder durch Erzeugung feinerer Gasbläschen erreicht werden. Bevorzugt wird das Lösungsmittel im Kreislauf gepumpt. Auf diese Weise ergeben sich kurze Lösungszeiten und Totzonen mit ausgegastem Acetylen werden vermieden.

[0016] Die Löslichkeit von reinem Acetylen in Isopropanol ist außer von Druck und Temperatur auch von der Anwesenheit von Lösungsvermittlern abhängig. Gemäß der vorliegenden Erfindung kann dem Gemisch ein solcher Lösungsvermittler zugegeben werden, bevorzugt handelt es sich dabei um Aceton. Durch Zusatz von 1 bis 5 Mol Aceton bezogen auf 1 Mol Acetylen lässt sich sowohl die Menge des pro Volumen erzeugten DHAD durch Verbesserung der Löslichkeit des Acetylens erhöhen als auch die Menge an störendem Nebenprodukt DHED verringern. Am günstigsten sind ca. 2 bis 4 Mol Aceton. Beispielsweise beträgt die Löslichkeit bei -5°C und 2 bar 1,0 Gew.-% und erhöht sich in einem 1 : 1 Isopropanol : Aceton Gemisch auf 5,8 Gew.-%.

[0017] Wie von Serebryakov et al. in Z. Org. Chim. 9 1606, 1617 (1973) beschreiben verringert der Zusatz von Aceton im Lösungsmittel außerdem die Bildung des Nebenproduktes DHED, verlangsamt aber auch die Reaktion. Erfindungsgemäß wird die Acetonmenge so gewählt, dass sich ein vorteilhaftes Verhältnis zwischen Selektivität und Raum-Zeit-Ausbeute ergibt. Gemäß der vorliegenden Erfindung enthält das Gemisch bis zu 5 mol Aceton pro Mol Acetylen.

[0018] Als Initiator für die radikalische Addition von Isopropanol an Acetylen gemäß der Erfindung wird ein Peroxid zugegeben, das beim Zerfall tert.-Alkoxyradikale erzeugt. Bevorzugt wird Di-tert.-butylperoxid eingesetzt. Die Zugabe des Peroxids kann vor oder nach dem Einbringen von Acetylen erfolgen. Je geringer die Konzentration des eingesetzten Peroxids ist, umso höher ist die Selektivität. Die Peroxidkonzentration wird erfindungsgemäß so gewählt, dass ein Optimum zwischen Selektivität und Raum-Zeit-Ausbeute erzielt wird.

[0019] Acetylenzufuhr erfolgt erfindungsgemäß solange bis ein Molverhältnis Acetylen : Isopropanol : Peroxid von 1 : 15–25 : 0,2–0,6, bevorzugt 1 : 17–19 : 0,3–0,5 erreicht ist.

[0020] Die Kontrolle der absorbierten Acetylenmenge kann beispielsweise durch eine Durchflussmessung des Acetylens in der Zulaufleitung erfolgen. Die Mengenzufuhr an Acetylen wird derart gewählt, dass die Konzentration an Acetylen unterhalb der maximalen Löslichkeit bei gegebener Temperatur und Druck liegt. Vorzugsweise erfolgt dies durch ein Regelsystem bestehend aus Durchflussmessung und Dosierventil. Zusätzlich kann eine Konzentrationsüberwachung des Acetylens im Abnahmestrom erfolgen. Eine technische Möglichkeit besteht durch eine optische Analysenmethode, beispielsweise durch Ramanmessung der Absorptionsbande des Acetylens bei 1962 cm^{-1} .

[0021] Die nach dem oben beschriebenen Verfahren gemäß der Erfindung hergestellte Acetylenlösung lässt sich sicher handhaben. Das Gemisch wird anschließend kontinuierlich zur Reaktion gebracht. Hierfür kann beispielsweise dem Eduktgemisch ein der zudosierten Menge gleicher Teilstrom entnommen werden.

[0022] Die Umsetzung kann in jeder geeigneten Reaktionsapparatur durchgeführt werden, die den benötigten Drücken standhält. Vorzugsweise wird die Umsetzung in einem Röhrenreaktor durchgeführt.

[0023] Die erfindungsgemäße Umsetzung wird bei einer Temperatur zwischen 150 und 220°C und einem Druck von 30 bis 100 bar durchgeführt, bevorzugt liegt die Temperatur zwischen 170 und 190°C und 50 bis 70 bar. Bei diesen Bedingungen erfolgt eine ausreichend schnelle Zersetzung der Radikalquelle und es wird eine hohe Produktivität erreicht.

[0024] Bei der radikalischen Anlagerung von Isopropanol unter den erfindungsgemäßen Bedingungen entsteht als Zwischenprodukt MBE, welches ein weiteres Isopropanol unter Bildung von DHAD addieren kann. Die Verweilzeit in dem Reaktor wird bevorzugt so gewählt, dass der Umsatz 100 % bezüglich des eingesetzten Acetylens und des eingesetzten Peroxids beträgt. Bevorzugt sollte auch das Zwischenprodukt MBE weitestgehend umgesetzt werden. Die Verweilzeit beträgt erfindungsgemäß etwa 2 bis 30 Minuten, bevorzugt etwa 2 bis 15 Minuten und besonders bevorzugt etwa 2 bis 5 Minuten.

[0025] Eine optimale Radikalkonzentration während der gesamten Verweilzeit kann erfindungsgemäß durch Regelung der Temperatur gewährleistet werden. Mit einer automatischen Temperaturregelung für die einzelnen Reaktorabschnitte kann ein geeignetes Temperaturprofil ausgebildet werden. So kann bei-

spielsweise verhindert werden, dass sich durch zu hohe Temperaturen im vorderen Teil des Reaktors eine Überkonzentration an Startradikalen bildet, die mit zunehmender Temperatur zu Aceton und weitaus weniger selektiven Methylradikalen weiterzerfallen, wodurch die Selektivität der Reaktion verringert wird.

[0026] Das erhaltene Produktgemisch wird kontinuierlich durch fraktionierte Destillation aufgetrennt. Überschüssiges Lösungsmittel Isopropanol sowie die Nebenprodukte TBA und Aceton können in einer ersten Stufe abgetrennt werden. Dieses Gemisch kann weiter aufgetrennt werden in Aceton einerseits und andererseits Isopropanol/TBA, welche bevorzugt der Synthese zurückgeführt werden. Die DHAD/DHED-haltige Fraktion wird bei 40 bis 60 mbar und 130 bis 135 °C abgetrennt.

[0027] Das bei der radikalischen Synthese von DHAD als Nebenprodukt gebildete DHED (2,5-Dimethyl-hexen-(3)-2,5-diol) kann durch Hydrierung in DHAD umgewandelt werden, wodurch erfindungsgemäß eine Steigerung der Raum-Zeit-Ausbeute erreicht wird. Vorzugsweise wird die Hydrierung kontinuierlich unter katalytischen Bedingungen durchgeführt. Die Hydrierung erfolgt bevorzugt mit Wasserstoff an einem Palladiumkatalysator in einem organischen Lösungsmittel. Bevorzugt ist das eingesetzte organische Lösungsmittel Isopropanol. Besonders bevorzugt wird die Hydrierung bei 5 bis 15 bar und 90 bis 110 °C durchgeführt, am meisten bevorzugt bei 10 bar und 100 °C. Die Nachdosierung des Wasserstoffs erfolgt bevorzugt in Abhängigkeit des Reaktordrucks, sodass nur die verbrauchte Menge Wasserstoff ergänzt wird.

[0028] Die Umsetzung des Produkts mit Wasserstoff an der Katalysatoroberfläche hängt wesentlich von der Dispergierung des Katalysators und des Wasserstoffs im Reaktor ab. Dies kann erfindungsgemäß durch einen Schlaufenreaktor erreicht werden, durch den das Reaktionsgemisch im Kreislauf gefahren wird. Das Gemisch bestehend aus der Reaktionslösung, Wasserstoff und Katalysator wird in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung mittels einer Pumpe über einen Wärmetauscher und eine Filterpatrone einer Strahlpumpe zugeführt und dort mit frischem Wasserstoff gemischt und wieder in den Reaktor gepumpt. Auf diese Weise können sehr hohe Phasentransferleistungen ermöglicht werden.

[0029] Die Abfuhr der Hydrierwärme kann in einem mit Kühlwasser betriebenen Wärmetauscher in der Reaktionsschleife erfolgen. Die Kühlwassermenge wird vorzugsweise von der Reaktionstemperatur geregelt.

[0030] Das Lösungsmittel kann anschließend bei Raumtemperatur und verringertem Druck abgetrennt werden.

[0031] Die vorliegende Erfindung wird durch das folgende Beispiel näher erläutert.

Ausführungsbeispiel

Beispiel:

Einlösen mittels Injektorpumpe

[0032] Das mit einem Versorgungsdruck von 1,5 bar angelieferte Acetylen wurde mittels einer Injektorpumpe angesaugt und dann in auf -15 °C gekühltem Isopropanol, das im Kreislauf gepumpt wird, bei einem Druck von 4 bar gelöst. Das Isopropanol enthielt außerdem 0,36 Mol (52,6 g) DTBP. Die Konzentration wurde über den Acetylendurchfluss kontrolliert. Ein Regelsystem bestehend aus Durchflussmessung und Dosierventil sorgte für die Einhaltung der vorgegebenen Acetylenmenge. Nach dem Abkühlen wurde dem Lösungsmittelkreislauf ein der dosierten Menge gleicher Teilstrom entnommen.

Umsetzung im Rohrreaktor

[0033] Diese Mischung wurde mit einer Hochdruckpumpe auf 60 bar verdichtet. Mittels der Hubkolbenpumpe P622 wurde das Eduktgemisch mit einem Volumenstrom von 1000 l/h durch den Rohrreaktor R 621 (ca. 300 m Länge und 80 l Volumen) gepumpt. Ein Druckhalteventil hielt den Reaktordruck im eingestellten Bereich. Nach Vorwärmung des Edukts mit dem Produkt im Gegenstrom erfolgte die Aufheizung und Kühlung mittels zweier getrennter Thermoölkreisläufe, die abschnittsweise entlang des Reaktors betrieben wurden. Auf diese Art und Weise wurde ein optimales Temperaturprofil von maximal ca. 180 bis 220 °C erreicht. Die mittlere Verweilzeit betrug 3 bis 5 Minuten. Nach dem Druckhalteventil wurde das heiße Reaktionsgemisch in das Entgasungsgefäß B 623 entspannt, wodurch ein Teil des Lösungsmittels verdampfte und das Reaktionsgemisch abkühlte.

Destillation

[0034] Die Lösung aus dem B 623 wurde über einen Vorwärmer in die Destillationskolonne K 622 gepumpt. Der dampfförmige Teilstrom mit Isopropanol, Aceton und Methan wurde über Kopf abgezogen und der Destillation K 623 zugeführt. Die atmosphärisch betriebene Kolonne 623 diente zur Auftrennung des Lösungsmittelanteils in eine Aceton-Kopffraktion und eine Sumpffraktion aus Isopropanol und TBA, die der Synthese zurückgeführt wurde.

[0035] Das nicht kondensierbare Methangas wurde über Kopf der Nachverbrennung zugeführt. Das DHAD-haltige Sumpffprodukt wurde halbkontinuierlich in der Vakuumkolonne K 624 fraktioniert über Kopf gereinigt, indem zuerst eine Mittelsiederfraktion (t-Amylalkohol, Pinakol, etc.) bei geringem Vakuum

abgezogen wurde und anschließend das DHAD über Kopf zusammen mit dem DHED bei ca. 10 mbar destilliert und dem B 626 zugeführt wurde. Der Hochsiederanteil im Sumpf wurde im Anschluss bei Sumpftemperaturen bis zu 160 °C ausgeheizt und schließlich der Entsorgung zugeführt.

[0036] Es wurden etwa 88 kg/Stunde DHAD erzielt, das mit 5,4 kg DHED verunreinigt war. Die destillierte DHAD/DHED-Fraktion wurde anschließend mit Isopropanol zu einer 60 Gew.-%igen Lösung verdünnt und mittels der Pumpe P 607.9 dem Hydrierschlaufenreaktor R 625 zugeführt.

Hydrierung

[0037] Als Katalysator diente eine Suspension von 5 Gew.-% Palladium aufgeschlämmt in der 10-fachen Menge an Isopropanol. Die Katalysatormenge wurde im Schlaufenreaktor im Kreislauf gefahren. Die Hydrierung erfolgte unter einem Arbeitsdruck von 8 bar Wasserstoff bei einer Reaktionstemperatur von 100 °C. Die Verweilzeit des Reaktionsgemisches im Reaktor betrug ca. 30 min.

[0038] Die Entnahme des Produktstroms erfolgte nach dem Kühlen an einer Filterpatrone, die aus einem Sintermetall bestand, mittels einer Dosierpumpe. Der Sintermetall-Filter lässt keinen Katalysator in den austretenden Produktstrom gelangen. Die Entnahmemenge war abhängig von Gewicht des Reaktors, das konstant gehalten wurde. Der Produktstrom wurde dann der Destillationseinheit K 626 zur Abtrennung des Lösungsmittels zugeführt.

[0039] Insgesamt betrug die DHAD-Ausbeute ca. 60 %.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 2,5-Dimethylhexan-2,5-diol (DHAD) durch radikalische Addition von Isopropanol an Acetylen, **dadurch gekennzeichnet**, dass

- a) Acetylen bei einer Temperatur zwischen +8 und -30 °C und einem Druck von 2 bis 20 bar in einem Gemisch von Isopropanol und einem beim Zerfall tert.-Alkoxi-Radikale bildenden Peroxid absorbiert wird bis ein Molverhältnis Acetylen : Isopropanol : Di-tert-butylperoxid von 1 : 15–25 : 0,2–0,6 erreicht ist,
- b) das erhaltene Gemisch kontinuierlich bei 150 bis 220 °C und einem Druck von 30 bis 100 bar umgesetzt und
- c) das erhaltene Produktgemisch kontinuierlich durch fraktionierte Destillation aufgetrennt und gebildetes 2,5-Dimethylhexen-3-diol-2,5 (DHED) in der Fraktion DHAD/DHED zu DHAD hydriert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekenn-

zeichnet, dass die Absorption des Acetylen bei +5 bis -15 °C und 10 bis 12 bar durchgeführt wird.

3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man das Acetylen durch eine Venturi-Düse in das Reaktionsgemisch einführt.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Begasungsrührer verwendet wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel im Kreislauf gepumpt wird.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass bis zu 5 mol Aceton pro Mol Acetylen zugegeben werden.

7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das als Initiator verwendete Peroxid Di-tert.butylperoxid ist.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Molverhältnis Acetylen : Isopropylalkohol : Peroxid von 1 : 15–25 : 0,2–1,0 einstellt.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man die Umsetzung des Acetylen-haltigen Gemisches in einem Röhrenreaktor durchführt.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man die Umsetzung des Acetylen-haltigen Gemisches bei 170 bis 190 °C und 20 bis 70 bar durchführt.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit in dem Reaktor 2 bis 30 Minuten beträgt.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit in dem Reaktor 2 bis 15 Minuten beträgt.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit 2 bis 5 Minuten beträgt.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur in dem Reaktor automatisch geregelt wird durch abschnittsweise entlang des Reaktors betriebene Temperaturregelungen.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man aus dem Produkt überschüssiges Isopropanol und gebil-

detes Aceton und Tert-butylalkohol in erster Stufe abdestilliert.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man die DHAD/DHED-Fraktion bei 40 bis 60 mbar und 130 bis 135 °C abdestilliert.

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man die Hydrierung von DHAD mit H₂ und Pd in einem organischen Lösungsmittel durchführt.

18. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Lösungsmittel Isopropanol verwendet wird.

19. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass man die Hydrierung bei 5 bis 15 bar und 90 bis 110 °C durchführt und das Lösungsmittel bei Zimmertemperatur und verringertem Druck abdestilliert.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen