

發明人 2

姓名：(中文) 安德魯 契斯奈

(英文) ANDRE CHESNAIS

住居所地址：(中文) 法國聖希佛倫杜森市塔尼瑞街 2 號

(英文) 2, RUE DE LA TANNERIE, 69360

SAINT-SYMPHORIEN D' OZON, FRANCE

國籍：(中文) 法國 (英文) FRANCE

發明人 3

姓名：(中文) 珍-麥克 迪瑟

(英文) JEAN-MICHEL DESIRE

住居所地址：(中文) 法國維里邦尼市尤金里古倫街 59 號

(英文) 59, BOULEVARD EUGENE REGUILLON, 69100

VILLEURBANNE, FRANCE

國籍：(中文) 法國 (英文) FRANCE

發明人 4

姓名：(中文) 菲利普 里康提

(英文) PHILIPPE LECONTE

住居所地址：(中文) 法國梅蘇市聖比菲街 43 號

(英文) 43, RUE SAINTE BEUVE, 69330 MEYZIEU, FRANCE

國籍：(中文) 法國 (英文) FRANCE

發明人 5

姓名：(中文) 里歐奈 希佛

(英文) LIONEL SEVER

住居所地址：(中文) 法國路希奈市蒙及街泰迪羅森

(英文) TARDY ET ROZON, ROUTE DE MONGEY, 38200,

LUZINAY, FRANCE

國籍：(中文) 法國 (英文) FRANCE

捌、聲明事項

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項 ☐ 第一款但書或 ☐ 第二款但書規定之期間，其日期為：_____

☒ 本案已向下列國家(地區)申請專利，申請日期及案號資料如下：

[格式請依：申請國家(地區)；申請日期；申請案號 順序註記]

1. 法國 2002 年 01 月 21 日 0200703

2. _____

3. _____

☒ 主張專利法第二十四條第一項優先權：

[格式請依：受理國家(地區)；日期；案號 順序註記]

1. 法國 2002 年 01 月 21 日 0200703

2. _____

3. _____

4. _____

5. _____

6. _____

7. _____

8. _____

9. _____

10. _____

☐ 主張專利法第二十五條之一第一項優先權：

[格式請依：申請日；申請案號 順序註記]

1. _____

2. _____

3. _____

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物 [格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記]

1. _____

2. _____

3. _____

☐ 國外微生物 [格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記]

1. _____

2. _____

3. _____

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

玖、發明說明

(發明說明應敘明：發明所屬之技術領域、先前技術、內容、實施方式及圖式簡單說明)

技術領域

本發明係關於一種將包含腈或硝基官能基之化合物氫化為胺、胺基腈或胺基硝基化合物之方法。

本發明特別關於一種氫化之連續方法。

先前技術

將二腈類氫化為對應二胺類為一種長期使用之方法，特別是，在製備尼龍-6,6時，將己二腈氫化為基材之一的六伸甲二胺。

近來，將脂肪族二腈類氫化(有時亦已知為半氫化)為胺基腈類，特別是，己二腈氫化為6-胺基己腈直接或藉由己內鹽胺導致尼龍-6。

因此，美國專利 A-5 151 543 號揭示一種在 25-150°C 及大於大氣壓力的壓力下，於莫耳過量對二腈為至少 2/1 的溶劑存在下，脂肪族二腈類選擇性氫化為對應胺基腈類的方法，溶劑包含液態氫或具有 1 至 4 個碳原子之醇與可溶於該醇內的無機鹼，在蘭尼觸媒存在下，所得胺基腈作為主要產品回收。

WO-A-93/16034 號揭示一種在氫壓力及溫度為 50°C 至 90°C 下，在無機鹼、過渡金屬錯合物(過渡金屬為低價並選自鉻、鎢、鈷及鐵)及蘭尼鎳作為觸媒存在下，藉己二腈的氫化製備 6-胺基己二腈的方法。

WO-A-96/18603 號揭示在基於視需要摻雜的蘭尼鈷或鎳的觸媒與強無機鹼存在下，藉氫將脂肪族二腈類半氫化為

胺基腈類，起始氫化介質包含水、胺基腈及/或二胺，其可為形成的及未轉化的二腈。

所有此等氫化法皆產生胺基腈並可在工廠中持續使用。

然而，為了獲得可與工業操作相容之經濟方法，必須能再循環未轉化的反應物並可製造每公斤化合物盡量少消耗觸媒。

法國專利 2 749 191 號提出一種方法，其係藉氣態氫存在下實施切向過濾以防止觸媒減活以容許一部分氫化產物自反應混合物排出而不用收回觸媒。

然而，該案件並未揭示一種可連續再生觸媒以容許該方法之完全連續操作。

發明內容

本發明之目的之一為提供一種氫化方法，容許觸媒之再循環與再生的連續操作。該方法容許氫化作用以高選擇率與高產率發生在工業規模上實施。

為此目的，本發明提供一種在分開形式的多相氫化觸媒與鹼性化合物存在下將包含腈或硝基官能基之化合物氫化為胺或胺基腈化合物之連續方法，其特徵為，其包括：

- 在攪拌式反應器中，饋入
 - 欲氫化的反應物之第一流，
 - 觸媒之第二流，
 - 鹼性化合物之第三流及
 - 氫之第四流以在氫的壓力下保持反應器；
- 自反應器回收至少由反應混合物組成並包括分散於該

混合物內的氫氣泡之第五流；

-使此第五流循環於至少一個環路內，其流入反應器之底部與頂部內，並藉與該第五流之熱交換除去由氫化反應所產生之熱俾可保持反應混合物在溫度為 150°C 以下；

-自此循環於環路之一內的第五流回收含有一部分自觸媒分離之氫化物之第六流；及

-自反應器或此循環環路之一回收饋入液體/固體分離步驟內之氫化物的第七流，並取回含有不具觸媒之氫化物的液相與由觸媒形成之固相，處理該固相以便在再循環入第二觸媒流以前再生。

本發明方法包括循環反應混合物在反應器外側，一方面使之可以控制與簡單方式除去由反應所產生之熱，另一方面，可使氫化物回收而不影響反應混合物內觸媒濃度且不會減活觸媒濃度。最後，本發明方法容許觸媒用新鮮觸媒與再生觸媒之混合物連續更換。

術語"氫化物"在本文中意指離開反應器之反應混合物的液相。此氫化物包含氫化化合物，其未與存在時之溶劑一起轉化。

根據本發明之有利特性，熱交換器存在於反應混合物循環環路之一內。當此熱交換器放入包含第六氫化物流之回收的環路，即為了簡明起見，第一循環環路內時，此交換器對著反應混合物之流動方向位於第六氫化物流之回收之該點下方。此熱交換可除去由氫化反應產生之熱並保持反應混合物在界定溫度。該溫度控制很重要，因為其可得

所欲選擇率，尤其在二腈類局部氫化為胺基腈類的情況下。

此控制溫度或除熱之操作可在實行本發明方法之第二法中實施，即，藉放置熱交換器於第二反應混合物循環環路內，在該第二環路中，自反應器底部回收並在冷卻入該反應器後再循環之該反應混合物之第八流流動。在此實行方法中，第一循環環路最好不包含熱交換器，因而可減少反應混合物在各循環環路內之總停留時間而限制觸媒減活。此乃因為包含於含有腈化合物具有低氫濃度之混合物內的觸媒迅速變成減活。因為氫化反應在循環環路內持續，氫化濃度迅速降低。本發明方法之優點在於其容許在環路內之極短反應混合物循環時間，因此可使觸媒之停留時間減至最少並在所有反應混合物循環環路內保持具有固體形式的觸媒、液體形式的氫化物及分散氫氣泡之三相混合物。

氫化物在第一反應混合物循環環路內根據本發明方法回收。此回收透過過濾介質實施以便以此方式保持所有觸媒在循環反應混合物內。關於過濾介質，可使用任何類型對反應混合物的壓力、溫度狀況及化學侵蝕性有抗性的材料。

在實施及容許回收而不會增加反應混合物於循環環路內的停留時間之較佳方法中，此回收最好用切向型過濾實施。過濾介質最好由對第一循環環路內第五流流動方向切向地放置的多孔介質所形成。適合本發明之切向過濾之例

揭示於法國專利 2 749 191 號。

關於適合本發明之多孔介質，可述及金屬燒料介質、碳介質或放在平面或管狀支持物上之無機或有機膜所組成之介質。該膜，稱為活性層，具有厚度為若干微米，例如，在 5 微米與 100 微米之間。

較佳為具有較佳耐化學性與耐熱性的金屬介質。例如，此等介質係由不鏽鋼所製成。

此外，此等多孔介質容易維護並清潔。因此，在使用一段期間後，可藉各種溶液如水、酸或鹼洗滌來再生過濾介質。

氫化物之去除較佳表示為 0.1 至 10 體積 % 循環於第一環路內之反應混合物的流動。

為了防止觸媒在第六氫物流內被夾帶，多孔介質最好具有直徑為 1 毫微米與 10 毫微米間之孔。

根據較佳特性，特別是在化合物局部氫化為胺基腈或胺基硝基產物的情況下，過濾步驟係在氫以氣體形式存在下實施，反應混合物用溶解的氫飽和。此氣態氫最好來自存在於反應器內藉攪拌分散於反應混合物內的氣泡。亦可在循環環路內提供氫饋入以保持氫以氣體形式存在於所有環路內。

因此，本發明方法可回收代表本發明製造之氫化物而不用在防止觸媒之減活的狀況下自反應混合物萃取觸媒。當反應混合物含有尚未氫化之具有腈或硝基官能基之化合物時，此態樣特別重要。

根據本發明之其他特性，該方法包括一種回收一部分觸媒以便處理俾可在氫化過程中再循環以前再生。因此，自反應混合物循環環路之一連續或定期回收或直接自反應氣回收一部分反應混合物以形成第七流。此包含氫化物與觸媒之第七流係在固體/液體分離步驟處理。可使用任何液體/氣體分離步驟，如過濾、離心或沉降。如此分離的觸媒用水、較佳為略微鹼性水（最好具有 pH 為大於 9）洗滌，以得氫化物。洗滌水最好加入分離的相內。此混合物亦代表氫化物的製造並可加入切向過濾步驟中回收之第六流。

氫化物可用於其他合成法中或可藉例如蒸餾純化。因此，各種包含於氫化物之產品可在若干串聯柱內藉蒸餾分離。

回收之觸媒在再循環入饋入反應器內之第二觸媒流以前最好受再生處理。

觸媒係使用習知方法，尤其是法國專利申請案 2 773 086 號所述的方法再生。該方法在蘭尼類觸媒的情況下包括用鹼性溶液處理觸媒以溶解至少若干形成之鋁酸鹽化合物或在鹼性介質內氫化觸媒。通常，再生法包括洗滌步驟以除去堆積在觸媒上之化合物以及視需要例如使用氫之還原步驟。

如上所示，觸媒可自反應混合物循環環路之一或藉直接自反應器取回而回收。

因此，本發明方法可同時回收氫化物並在循環再生的觸

媒而不會干擾反應器之操作且不會誘導或產生存在於反應混合物內之觸媒的迅速減活。

本發明方法應用於包含腈或硝基官能基之完全或局部氫化。其特別可應用於包含腈或聚腈官能基之局部氫化或半氫化的方法。

該方法最好用於氫化己二腈為胺基內腈及六伸甲二胺。胺基己腈可用以製造 ϵ -己內醯胺或用於製造聚醯胺的聚合方法。

適於本發明之腈化合物特別是脂肪族二腈化合物。

可用於本發明方法之脂肪族二腈類特別為通式(I)之二腈類：



其中R表示具有1至12個碳原子之直鏈或支鏈伸烷或伸烯基。

在本發明方法中，較佳使用由其中R表示具有2至6個碳原子之直鏈或支鏈伸烷基之式(I)二腈類。

該二腈類可述及，例如，己二腈、甲基戊二腈、乙基琥珀腈、丙二腈、琥珀腈、戊二腈及其混合物，特別是己二腈及/或甲基戊二腈及/或乙基琥珀腈之混合物，其可源自合成己二腈之相同方法。

實際上， $\text{R}=(\text{CH}_2)_4$ 的情況為最通常，因為此對應己二腈(ADN)於本發明方法中的用途。

根據一實施本發明之特佳方法，欲氫化之化合物為包括

至少一個硝基官能基之芳香族化合物。

該化合物較佳具有至少二個硝基官能基及至少一個 C_6-C_{14} ，較佳為 C_8-C_{10} 芳香族單元，其可用或不可用一個以上飽和或不飽和直鏈、環狀鏈或支鏈 C_1-C_{10} 烴基及/或一個或多個羥基所取代。

明確而言，上述可取代該芳香族單元之烴基可選自 C_1-C_{10} ，較佳為 C_1-C_6 烷基、芳基、烷芳基及芳烷基。

關於芳香族單元，特別可述及苯與萘環，其可用或不可用一個或多個甲基、乙基、丙基、戊基或己基及/或其異構體所取代。

根據本發明之方法可使用至少一種選自單硝基苯、單硝基甲苯、二硝基甲苯、對硝基枯烯及鄰硝基苯酚之化合物實施。

在二腈化合物氫化的情況下，反應混合物之中間化合物係根據所欲轉化程度與所欲選擇程度決定。

因此，反應混合物最好包含低於或等於 20% 水量。含水量對所有混合物之液態組份較佳為 1.5% 與 7% 之間。

此外，此法亦可在水不存在下但液態氮或脂肪族醇之存在下實施。

通常，氫化法係在可對應於由氫化獲得之產物之一的溶劑存在下實施。因此，在己二腈氫化的情況下，溶劑最好是六伸甲二胺。

此半氫化法所用之觸媒可為蘭尼鎳或蘭尼鈷，除了鎳或鈷與在製備觸媒期間自原合金除去之金屬，即，鋁殘量以

外，一種或以上其他元素，時常已知為摻雜劑，例如，鉻、鈦、鉬、銅、鎢、鐵、鋅、銻或銨。在此等摻雜劑中，鉻、銅、鈦、鐵、銻、銨及其混合物被視為最佳。此等摻雜劑通常對鎳或鈷重量以0至15重量%，較佳為0至10重量%表示。

亦佳為基於沉積在支持物上之鈦或銻之觸媒。此觸媒亦包含供蘭尼金屬所述名單內之金屬摻雜劑。

所用觸媒量特別端視觸媒本質或所選反應條件而定。以指示方式，可對反應混合物之全部重量使用0.5至20重量%觸媒，通常為1至12重量%。

包括再生觸媒與新鮮觸媒之第二觸媒流在導入氫化反應器內前最好被調節。此調節通常述於法國專利2 806 081號。此法包括將觸媒加入溶劑內，然後將調節觸媒所需之鹼量將入此混合物內。選擇溶劑為對鹼性化合物之不良溶劑，因此可例如藉吸附作用固定鹼性化合物之分子，通常為強礦物鹼在觸媒表面上。

適合於本發明之強礦物鹼為鹼金屬或鹼土金屬氫氧化物，例如，LiOH、NaOH、KOH、RbOH、CsOH、氫氧化四烷銨，如氫氧化四乙銨或氫氧化四甲銨及其混合物。

本發明氫化法通常在反應溫度為低於或等於150℃，較為低於或等於120℃，更佳為低於或等於100℃。

明確而言，此溫度為周圍溫度(大約20℃)與100℃之間。

在同時或隨後加熱以前，反應室實施適當氫壓力，即，實際上為1巴(0.10 MPa)與100巴(10 MPa)之間，較佳為5巴

(0.5 MPa)與 50 巴 (5 MPa) 之間。

其他左右本發明氫化法之條件係關於本身已知之傳統技術配置。

此外，亦可改正此等條件以根據是否對胺基腈之高選擇率適合或二腈之完全轉化氫化適合來改正二腈轉化為二胺的程度。

根據本發明另一較佳特性，保持蘭尼金屬之液態介質較佳為水。蘭尼金屬內之鋁濃度較佳為 2 與 6% 之間。觸媒內低鋁濃度較佳，因為其可改變反應之選擇率並減少多孔介質內之阻塞現象。

根據本發明之另一特性，加入調節觸媒步驟之強鹼量為每公斤觸媒 0.1 莫耳與 50 莫耳之間。對每一觸媒決定鹼之最適量。

根據實施本發明之一較佳方法，加入調節步驟之強鹼呈濃溶液形式或純粹形式。

此外，加入之溶劑量端視水於此溶劑內之溶解度與含有強鹼之相內的所欲濃度準位而定。溶劑對水之重量比至少等於 1，較佳為大於或等於 2。

根據本發明，溶劑選自具有對水或液體親合性(如溶解度)供保持蘭尼金屬且對強礦物鹼不具親合性(低溶解度)之化合物。強鹼於溶劑內，明確而言，於溶劑及水或保持液體內之不溶性意指對鹼之低溶解度，例如，低於 1 重量%。

在實施本發明之一較佳方法中，溶劑通常為胺，較佳為對應於由氫化反應所得之胺，或若氫化於液態銨介質內實

施時，其為液態氫。此乃因為溶劑之選擇必須容許產物不被進一步導入氫化混合物內，因而容許分離方法及可能的再循環方法易於且便宜地實施，因此，由技術與經濟觀點而言，對方法無不利之處。

額外鹼性化合物量可加入分離流形式的反應混合物或與水流或溶劑流之混合物內。此額外鹼量用以飽和具有鹼性化合物之反應混合物以便不改變沉積在觸媒上之鹼量。

實施方式

根據實施本發明之詳細說明與方法，僅以例示方式並參照附圖，當可更佳明白本發明細節與優點，其中：

- 圖1顯示本發明方法之概略圖；及
- 圖2顯示固體/液體分離裝置之概略圖。

本發明方法於氫化反應器1內實施，其包括攪拌器2供保持固體懸浮於反應混合物內並分散以氣泡形式形成於反應器頂部的氣體(氫氣)。攪拌器可為，例如，氣穴型、Rushton型或多刀型之自行吸附攪拌器，刮刀最好傾斜。

此攪拌可得三相混合物，包含由觸媒組成之固相、主要由各種欲氫化或已氫化之有機化合物組成之液相及由分散於反應混合物內之氫氣泡組成之氣相。

反應器可包括使用熱轉移流體控制溫度之雙壁式套筒。

反應器1包括饋入欲氫化之反應物形成第一流之第一線路3。在所示實例中，此反應物為己二腈，最好溶解於溶劑如六伸甲二胺內。其包括饋入鹼性化合物，最好於水溶液，如氫氧化鉀水溶液內形成第三流之第二線路4。

由線路17取走並饋入固體/液體分離裝置18內。此第二循環環路易可包括泵12與熱交換器15。

裝置18之一特殊具體例示於圖2。

此裝置18具有包含圓錐形下部20之上部19。圓錐物20之端部由具有小交叉段之管21延伸，保持在該管移動時堆積之固體的構件22放置於其中。此構件22為例如由軸承23與馬達(未顯示)移動所驅動之進料螺旋。在其下端之管21具有閥24供回收存在之固體。線路25運轉入管21內，最好在其下部，以在略微鹼性水中饋入供洗滌存在於該管21內之觸媒。藉由線路17回收之反應混合物藉由閥(未顯示)饋入裝置18之上部19或饋入中間槽用作鎖(亦未顯示)，上清液相藉由線路26回收，作為氫化法之製造或為了透過過濾器13與藉由線路14回收之氫化物混合。此裝置亦包括出口29供排放來自反應混合物之氣體。

上述具體例僅以指示方式提供。在不脫離本發明範圍以外，亦可使用其他液體/固體分離裝置。

在所示具體例中，藉由閥24在管21出口回收之觸媒係藉線路9再循環入觸媒調節槽7內。在導入槽7內以前，觸媒最好於單元27內再生。此單元可包括在鹼性介質內用氫處理觸媒之反應器。此單元亦可包括例如用鹼性溶液洗滌觸媒之洗滌器。

線路9最好包括可除去一部分廢棄觸媒之放開式龍頭28。

上述設備僅作為例示提供。因此，熱交換器、觸媒回收

- 20 圓錐物
- 21 管
- 22 構件
- 23 軸承
- 24 閥
- 25 線路
- 26 線路
- 27 單元
- 28 放開式龍頭
- 29 出口

肆、中文發明摘要

本發明係關於一種將包含腈或硝基官能基之化合物氫化為胺、胺基腈或胺基硝基化合物之方法。

本發明提供一種在分開形式的多相氫化觸媒與鹼性化合物存在下將包含腈或硝基官能基之化合物氫化為胺或胺基腈化合物之連續方法。反應使用於攪拌式反應器內，其包括一循環反應混合物之外環，使用切向過濾使一部分氫化產物分離而不用回收觸媒。

本發明方法特別應用於將己二腈氫化為胺基己腈/六伸甲二胺混合物。

伍、英文發明摘要

The present invention relates to a process for the hydrogenation of compounds comprising nitrile or nitro functional groups to amine, aminonitrile or aminonitro compounds.

The invention provides a continuous process for the hydrogenation of compounds comprising nitrile or nitro functional groups to amine or aminonitrile compounds in the presence of a heterogeneous hydrogenation catalyst in divided form and of a basic compound. The reaction is employed in a stirred reactor comprising an external loop for circulating the reaction mixture, allowing one portion of the hydrogenated products to be separated without withdrawing the catalyst, by using tangential filtration.

The process of the invention applies especially to the hydrogenation of adiponitrile to an aminocapronitrile/hexamethylenediamine mixture.

拾壹、圖式

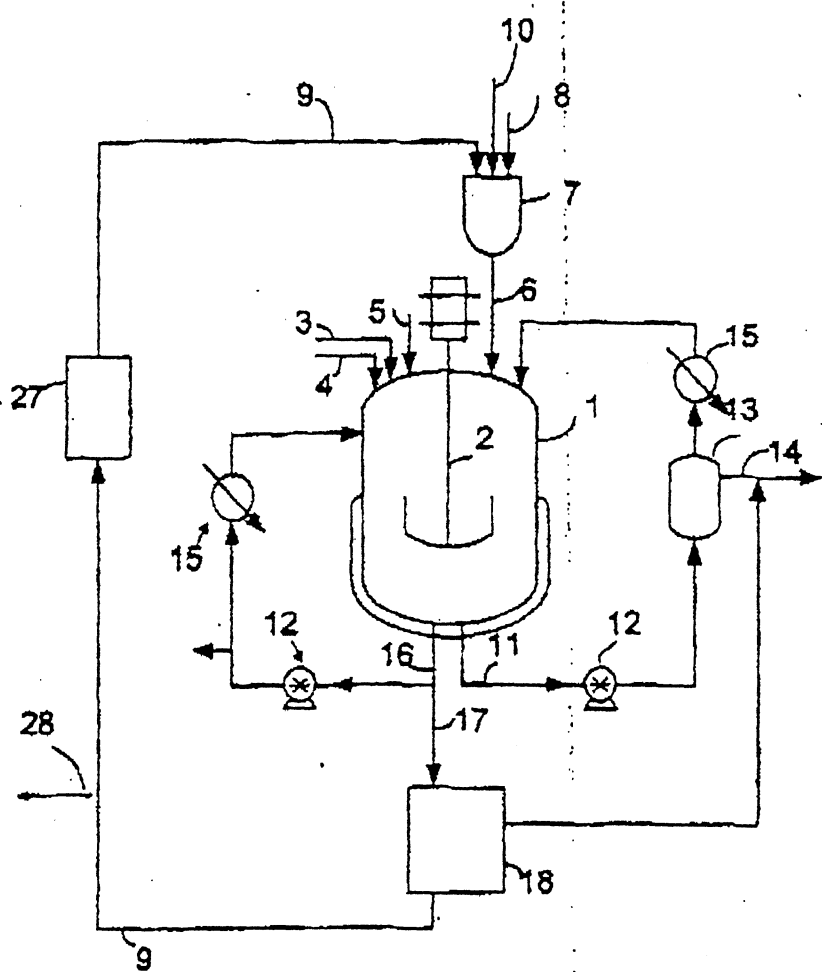


圖 1

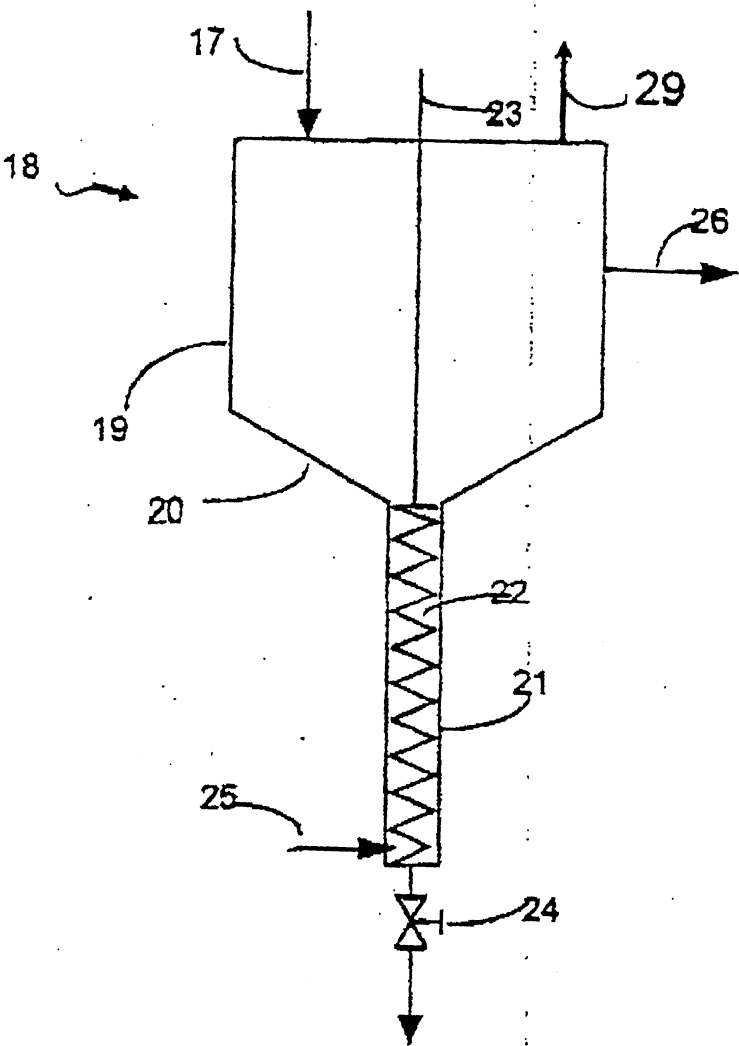


圖 2

陸、(一)、本案指定代表圖為：第1圖

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：

- 1 氫化反應器
- 2 攪拌器
- 3 第一線路
- 4 第二線路
- 5 線路
- 6 線路
- 7 調節槽
- 8 線路
- 9 線路
- 10 線路
- 11 線路
- 12 泵
- 13 切向過濾器
- 14 線路
- 15 熱交換器
- 16 第二回收器
- 17 線路
- 18 固態/液態分離裝置
- 27 單元
- 28 放開式龍頭

柒、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

公告本

I268918

92年4月30日 修正
補充

發明專利說明書

中文說明書替換頁(92年4月)

(填寫本書件時請先行詳閱申請書後之申請須知，作※記號部分請勿填寫)

※申請案號：092101113 ※IPC分類：C07C 211/12, 209/48,

※申請日期：92.1.20 C07B 61/00,
B01J 25/04, 38/00

壹、發明名稱

(中文) 將腈類或硝基化合物氫化為胺類之連續方法

(英文) CONTINUOUS PROCESS FOR THE HYDROGENATION OF NITRILES
OR NITRO COMPOUNDS TO AMINES

貳、發明人(共 5 人)

發明人 1 (如發明人超過一人，請填說明書發明人續頁)

姓名：(中文) 葛拉德 布奎奈

(英文) GERALD BOCQUENET

住居所地址：(中文) 法國康慕奈市維吉瑟街 17 號

(英文) 17 LE VERGER SUD, 69360 COMMUNAY, FRANCE

國籍：(中文) 法國

(英文) FRANCE

參、申請人(共 1 人)

申請人 1 (如申請人超過一人，請填說明書申請人續頁)

姓名或名稱：(中文) 法商隆迪亞波利亞米德加工廠

(英文) RHODIA POLYAMIDE INTERMEDIATES

住居所或營業所地址：(中文) 法國聖逢斯市蘭玻茲街

(英文) AVENUE RAMBOZ, BP 33, 69192

SAINT-FONS, FRANCE

國籍：(中文) 法國

(英文) FRANCE

代表人：(中文) 珍-皮瑞爾 艾森

(英文) JEAN-PIERRE ESSON

在實施所示方法中，氫化係在水量為反應混合物之液體質量之1.5至7重量%存在下實施，此水最好以鹼性化合物之溶劑形式饋入。然而，本發明方法亦可在水不存在下及其他溶劑如氨與脂肪族醇類如甲醇、乙醇或丙醇存在下實施。在後者情況下，鹼性化合物係以醇溶液形式加入。

反應器1亦包括饋入氫氣構成第四流並形成反應器頂部之線路5。

觸媒以懸浮於調節槽7製備之溶劑內形式藉由線路6導入反應器內。此懸浮液形成第二流。

在實施所示方法中，此觸媒懸浮液係藉由線路8將溶劑如六伸甲二胺及藉由線路9再視需要再生後之再循環觸媒導入槽7中。新鮮觸媒與鹼性化合物之溶液如氫氧化鉀水溶液亦可藉由線路10導入。

根據本發明，反應混合物藉由形成第一循環環路之線路11在反應器之底部回收，並反饋入反應器1之頂點。此循環環路包括可循環三相混合物之泵12。反應混合物饋入圖示之切向過濾器13內。在此過濾器13中，一部分液相透過由具有孔徑為低於10微米之鋼製成之金屬篩形成之多孔介質過濾並藉由線路14回收。

在實施所示方法中，環路11亦包括放在切向過濾器13後之熱交換器15，容許反應混合物冷卻至界定溫度以保持反應器內溫度在上述所欲範圍內。

在反應器1底部，有反應混合物之第二循環環路16，形成第二循環環路。循環於此環路16內之一部分反應混合物藉

及反應混合物循環環路之數目在不脫離本發明範圍外可不同。

圖式代表符號說明

- | | |
|----|-----------|
| 1 | 氫化反應器 |
| 2 | 攪拌器 |
| 3 | 第一線路 |
| 4 | 第二線路 |
| 5 | 線路 |
| 6 | 線路 |
| 7 | 調節槽 |
| 8 | 線路 |
| 9 | 線路 |
| 10 | 線路 |
| 11 | 線路 |
| 12 | 泵 |
| 13 | 切向過濾器 |
| 14 | 線路 |
| 11 | 循環環路 |
| 15 | 熱交換器 |
| 16 | 第二循環環路 |
| 17 | 線路 |
| 18 | 固態/液態分離裝置 |
| 19 | 上部 |
| 20 | 下部 |

拾、申請專利範圍

1. 一種在分開形式的多相氫化觸媒與鹼性化合物存在下將包含腈或硝基官能基之化合物氫化為胺或胺基腈化合物之連續方法，其特徵為，其包括：
 - 在攪拌式反應器中，饋入
 - 欲氫化的反應物之第一流，
 - 觸媒之第二流，
 - 鹼性化合物之第三流及
 - 氫之第四流以在氫的壓力下保持反應器；
 - 自反應器回收至少由反應混合物組成並包括分散於該混合物內的氫氣泡之第五流；
 - 使此第五流循環於至少一個環路內，其流入反應器之底部與頂部內，並藉與該第五流之熱交換除去由氫化反應所產生之熱俾可保持反應混合物在溫度為150℃以下；
 - 自此循環於環路之一內的第五流回收含有一部分自觸媒分離之氫化物之第六流；及
 - 自反應器或此循環環路之一回收饋入液體/固體分離步驟內之氫化物的第七流，並取回含有不具觸媒之氫化物的液相與由觸媒形成之固相，處理該固相以便在再循環入第二觸媒流以前再生。
2. 如申請專利範圍第1項之方法，其特徵為，熱係藉放置該第五流之循環環路內氫化化合物之該第六流回收下方之熱交換器除去。
3. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，反應混合

物之第八流係自反應器回收並在再循環入反應器以前循環入第二環路內，而熱係藉放置於該第八流之循環環路內之熱交換器除去。

4. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，第六流係透過過濾介質回收。
5. 如申請專利範圍第4項之方法，其特徵為，過濾介質為對循環於環路內之第五流的方向切向地放置之多孔介質。
6. 如申請專利範圍第5項之方法，其特徵為，多孔介質係由金屬所製成。
7. 如申請專利範圍第4項之方法，其特徵為，過濾介質包含放置在支持物上之膜。
8. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，反應混合物包括溶劑。
9. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，反應混合物包括水、氨或醇。
10. 如申請專利範圍第9項之方法，其特徵為，反應混合物包含對反應混合物之液體質量1.5至7重量%之水。
11. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，在第七流上實施之液體/固體分離為沉降、過濾或離心步驟。
12. 如申請專利範圍第11項之方法，其特徵為，液體/固體分離係在包括具有圓錐形式底部之上部，及具有自圓錐端部延伸之小交叉段之管，一移動放置於具有小交叉段之管內的固體之構件，反應混合物饋入該上部內，液相自該上部回收之固體分離，而沉降的固體係自具有小交叉

段之管的底部回收。

13. 如申請專利範圍第12項之方法，其特徵為，水被導入具有小交叉段之管內。
14. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，回收的固相實施觸媒再生步驟。
15. 如申請專利範圍第14項之方法，其特徵為，再生的觸媒被饋入第二觸媒流內。
16. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，第二觸媒流係由包含觸媒、鹼性化合物及視需要鹼性化合物不溶性之溶劑所組成，鹼性化合物/觸媒比為每公斤觸媒0.1莫耳與50莫耳之間。
17. 如申請專利範圍第16項之方法，其特徵為，在第二觸媒流內之觸媒為新鮮觸媒與再生觸媒之混合物。
18. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，觸媒為蘭尼(Raney)鎳或蘭尼鈷，包含2與6重量%鋁及選自以下族群之金屬的摻雜劑：鉻、鈦、鉬、銅、鎢、鐵、鋅、銻及鉍。
19. 如申請專利範圍第1或2項之方法，其特徵為，聚脲化合物為己二脲。