

(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  
22. Januar 2004 (22.01.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2004/007431 A1**

- (51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **C07C 253/10** (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE]; D-67056 Ludwigshafen (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/007150
- (22) Internationales Anmeldedatum: 4. Juli 2003 (04.07.2003) (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **JUNGKAMP, Tim** [DE/DE]; Friedrichstr. 19, 69207 Sandhausen (DE). **SCHEIDEL, Jens** [DE/DE]; Büttemer Weg 12, 69493 Hirschberg (DE). **LUYKEN, Hermann** [DE/DE]; Brüsseler Ring 34, 67069 Ludwigshafen (DE). **BARTSCH, Michael** [DE/DE]; Konrad-Adenauer-Str. 38, 67433 Neustadt (DE). **BAUMANN, Robert** [DE/DE]; U 4, 18, 68161 Mannheim (DE). **HADERLEIN, Gerd** [DE/DE]; Hochgewanne 93a, 67269 Grünstadt (DE).
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:  
102 31 292.3 10. Juli 2002 (10.07.2002) DE  
102 40 012.1 27. August 2002 (27.08.2002) DE

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR THE RECYCLING OF A LEWIS ACID

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR RÜCKFÜHRUNG EINER LEWIS-SÄURE

(57) Abstract: The invention relates to a method for the recycling of a Lewis acid from a reaction mixture (I), obtained from the hydrocyanation of an olefinically-unsaturated compound to give a nitrile, which has a miscibility gap with water under certain concentration, pressure and temperature conditions, in the presence of a catalyst system comprising a Lewis acid and a complex compound of a phosphorus-containing compound suitable as a ligand and a central atom suitable for said compound, characterised in that a) said complex compound is separated from a mixture (I) to give a mixture (II), b) mixture (II) is treated with water and undergoes a transformation generating pressure and temperature conditions to give a phase (III) with a higher proportion of water than said nitrile and a phase (IV) which has a higher proportion of said nitrile than of water, whereby phase (III) has a higher content of said Lewis acid than phase (IV), c) phase (III) is treated with a liquid diluent (V) which c1) does not form an azeotrope with water and the boiling point of which is higher than that of water under certain pressure conditions, or c2) forms an azeotrope or heteroazeotrope with water under certain pressure conditions, d) the mixture of phase (III) and liquid diluent (V) is distilled under the pressure conditions given in step c1) or c2) to give a mixture (VI) which has a higher proportion of water than of liquid diluent (V) and a mixture (VII) which has a higher proportion of diluent (V) than water, whereby mixture (VII) has a higher content of said Lewis acid than mixture (VI), and e) mixture (VII) is fed to a hydrocyanation of an olefinically-unsaturated compound to give a nitrile, which has a miscibility gap with water under certain concentration, pressure and temperature conditions, in the presence of a catalyst system comprising a Lewis acid and a complex compound of a phosphorus-containing compound suitable as a ligand and a central atom suitable for said compound.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Rückgewinnung einer Lewis-Säure aus einer Reaktionsmischung (I), die erhalten wurde bei der Hydrocyanierung einer olefinisch ungesättigten Verbindung zu einem Nitril, das unter bestimmten Mengen-, Druck- und Temperaturbedingungen eine Mischungslücke mit Wasser aufweist, in Gegenwart eines Katalysatorsystems, enthaltend eine Lewis-Säure und eine Komplexverbindung aus einer als Ligand geeigneten phosphorhaltigen Verbindung und einem für diese Verbindung geeigneten Zentralatom, dadurch gekennzeichnet, dass man a) aus Mischung (I) die besagte Komplexverbindung abtrennt unter Erhalt einer Mischung (II), b) Mischung (II) mit Wasser versetzt und in solche Druck- und Temperaturbedingungen überführt, dass man eine Phase (III), die einen höheren Anteil an Wasser als an besagtem Nitril enthält, und eine Phase (IV), die einen höheren Anteil an besagtem Nitril als an Wasser enthält, erhält, wobei Phase (III) einen höheren Gehalt an besagter Lewis-Säure aufweist als Phase (IV), c) Phase (III) mit einem flüssigen Verdünnungsmittel (V) versetzt, das c1) kein Azeotrop mit Wasser bildet und dessen Siedepunkt unter bestimmten Druckbedingungen höher ist als der von Wasser oder 35 c2) unter bestimmten Druckbedingungen ein Azeotrop oder Heteroazeotrop mit Wasser bildet, d) die Mischung aus Phase (III) und flüssigem Verdünnungsmittel (V) unter den in Schritt c1) oder c2) genannten Druck Bedingungen einer Destillation unterzieht unter Erhalt einer Mischung (VI), die einen höheren Anteil an Wasser als an Verdünnungsmittel (V) enthält, und einer Mischung (VII), die einen höheren Anteil an Verdünnungsmittel (V) als an Wasser enthält, wobei Mischung (VII) einen höheren Gehalt an besagter Lewis-Säure aufweist als Mischung (VI), und e) Mischung (VII) einer Hydrocyanierung einer olefinisch ungesättigten Verbindung zu einem Nitril, das unter bestimmten Mengen-, Druck- und Temperaturbedingungen eine Mischungslücke mit Wasser aufweist, in Gegenwart eines Katalysatorsystems, enthaltend eine Lewis-Säure und eine Komplexverbindung aus einer als Ligand geeigneten phosphorhaltigen Verbindung und einem für diese Verbindung geeigneten Zentralatom, zuführt.

WO 2004/007431 A1



(74) **Gemeinsamer Vertreter:** BASF AKTIENGESELLSCHAFT; D-67056 Ludwigshafen (DE).

(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, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,

TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht
- 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.