

Verbessertes Verfahren zur Herstellung von Hexamethyldiamin

Beschreibung

5

Die Anmeldung betrifft ein Verfahren zur katalytischen Hydrierung von Adipodinitril zu Hexamethyldiamin bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck in Gegenwart von Katalysatoren, die auf elementarem Eisen als katalytisch aktive Komponente basieren, und
10 Ammoniak als Lösungsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) Adipodinitril bei Temperaturen von 70 bis 220 C und Drücken von 100 bis 400 bar in Gegenwart von Katalysatoren, die auf elementarem Eisen als katalytisch aktive Komponente basieren,
15 und Ammoniak als Lösungsmittel zu einer Mischung enthaltend Adipodinitril, 6-Aminocapronitril, Hexamethyldiamin und Hochsieder hydriert, bis die Summe aus der 6-Aminocapronitril- und der Adipodinitril-Konzentration von 1 bis 50 Gew.-%, bezogen auf das ammoniakfreie Hydriergemisch,
20 beträgt,
- b) aus dem Hydrier austrag Ammoniak abtrennt,
- c) aus dem verbleibenden Gemisch Hexamethyldiamin abtrennt,
25
- d) 6-Aminocapronitril und Adipodinitril von Hochsiedern einzeln oder gemeinsam abtrennt und
- e) 6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische in den
30 Schritt a) zurückführt.

Es ist aus US 3.696.153 bekannt, Adipodinitril bei Temperaturen von 100 bis 200°C und Drücken von etwa 340 atm in Gegenwart von granulierten, ganz überwiegend Eisen und geringe Mengen

- 35 Aluminiumoxid enthaltenden Katalysatoren und Ammoniak als Lösungsmittel zu Hexamethyldiamin zu hydrieren. In den Beispielen in Tabelle 1, Versuch 2, und Tabelle 2, Versuche 1 bis 3, werden bei Drücken von 340 atm Hexamethyldiaminausbeuten von 98,8 %, 98,8 %, 97,7 % und 97,7 % erreicht. In den ersten drei
40 Beispielen wird vollständiger Umsatz, im vierten Beispiel 99,9%iger Umsatz erzielt. Zur Standzeit der Eisenkatalysatoren geht aus den Tabellen 1 und 2 lediglich hervor, daß die Katalysatoraktivität am Ende der Versuche (nach rund 80 bis 120 Stunden Versuchszeit) hoch ist.

45

Aus U.S. 4.064.172 ist weiterhin bekannt, Adipodinitril in Gegenwart von Eisenkatalysatoren, die ausgehend von Magnetit synthetisiert wurden, und Ammoniak bei Drücken von 20 bis 500 bar und Temperaturen von 80 bis 200 °C zu Hexamethyldiamin zu hydrieren.

- 5 In Beispiel 1 wird eine Hexamethyldiaminausbeute von 98,2 % erreicht.

- U.S. 4.282.381 beschreibt die Hydrierung von Adipodinitril zu Hexamethyldiamin mit Wasserstoff bei Temperaturen von 110 bis 10 220°C und einem Druck von etwa 340 atm in Gegenwart von Ammoniak und Eisenkatalysatoren. Der Hydrieraustrag enthält 0,04 bis 0,09 Gew.-% Adipodinitril und 0,2 bis 0,5 Gew.-% 6-Aminocapronitril.

- 15 In McKetta, Encyclopedia of Chemical Processing and Design, Marcel Dekker Inc. 1987, Band 26, Seite 230, Tabelle 3, wird bestätigt, daß ein typisches Hydrierprodukt 0,01 bis 0,11 Gew.-% Adipodinitril und 0,10 bis 0,21 Gew.-% Aminocapronitril enthält. Aus den Abbildungen 2 und 4 geht hervor, daß diese kleinen Amino- 20 capronitrilmengen abgetrennt und in die Hydrierung zurückgeführt werden können.

- Aus diesen Verfahren ist bekannt, daß die Reaktionsbedingungen bei der technischen Herstellung von Hexamethyldiamin darauf 25 gerichtet sein müssen, einen vollständigen Umsatz des Adipodinitrils und des als Zwischenprodukt der Hydrierung entstehenden 6-Aminocapronitrils zu erzielen.

- Nachteilig hierbei ist, daß hierzu eine relativ hohe Temperatur 30 und ein sehr hoher Reaktionsdruck erforderlich sind. Sinkt der Umsatz des Adipodinitrils und der des 6-Aminocapronitrils im Verlauf der Hydrierung merklich ab, so muß der Umsatz durch Steigerung der Temperatur und gegebenenfalls des Reaktionsdruckes und/oder Senkung der Katalysatorbelastung wieder angehoben 35 werden. Andernfalls entsteht ein nicht unerheblicher Wertprodukt-Verlust.

- Lassen sich die Temperatur wegen abnehmender Hexamethyldiamins- 40 elektivität und/oder der Druck aus technischen Gründen nicht weiter steigern, um vollständigen Umsatz zu erzielen, so muß die Katalysatorbelastung zurückgenommen werden. Dies bedeutet jedoch, daß die Katalysatorproduktivität, d.h. die pro Zeiteinheit produzierte Hexamethyldiamin-Menge, zurückgeht. Wird eine bestimmte Produktivität unterschritten, so muß die Hydrieranlage abge- 45 stellt, der Eisenkatalysator ausgebaut und durch einen ungebrauchten oder regenerierten Katalysator ersetzt werden. Je häufiger pro Jahr derartige Abstellungen notwendig sind, desto

3

weniger Hexamethyldiamin kann in einer bestehenden Produktionsanlage pro Jahr erzeugt werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war daher, ein Verfahren zur
5 katalytischen Hydrierung von Adipodinitril zu Hexamethyldiamin
in Gegenwart von ganz überwiegend elementares Eisen enthaltenen
Katalysatoren und Ammoniak als Lösungsmittel zur Verfügung zu
stellen, das die Herstellung von Hexamethyldiamin auf wirtschaftliche und technisch einfache Weise unter Vermeidung der
10 genannten Nachteile ermöglicht.

Diese Aufgabe wird gelöst durch das eingangs definierte Verfahren.

15 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es nicht notwendig, einen
vollständigen Adipodinitril- und 6-Aminocapronitrilumsatz herbeizuführen. Hierdurch werden im Vergleich zum Stand der Technik
deutlich höhere Katalysatorstandzeiten bei niedrigeren Drücken,
geringere Abstellzeiten der Hydrieranlage und damit deutlich
20 höhere Hexamethyldiaminproduktivitäten erzielt.

Es war nicht vorauszusehen und damit überraschend, daß die Rückführung von 6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische
in die Hydrierstufe keine Verschlechterung der Katalysatorstandzeit bewirkt.
25 Außerdem war überraschend, daß durch die gesamte Rückführung keine störende Aufpegelung von Nebenprodukten erfolgt.

Das in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Adipodinitril
30 kann im allgemeinen nach den an sich bekannten Verfahren,
vorzugsweise durch Umsetzung von Butadien mit Blausäure in Gegenwart von Katalysatoren, insbesondere Nickel-(0)-Komplexverbindungen und phosphorhaltigen Cokatalysatoren, über Pentennitril als Zwischenstufe, hergestellt werden.

35 Als Katalysatoren können in an sich üblicher Weise Eisenkatalysatoren verwendet werden, die für die Herstellung von Hexamethyldiamin durch Hydrierung von Adipodinitril bekannt sind.
Bevorzugte Katalysatorvorläufer sind solche, die zu 90 bis
40 100 Gew.-%, bevorzugt 92 bis 99 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Katalysatorvorläufers Eisenoxide, Eisen-(II, III)-oxid, Eisen-(II)-oxid, Eisen-(II)-hydroxid, Eisen-(III)-hydroxid oder Eisenoxyhydroxid wie FeOOH bestehen. Verwendet werden können
synthetisch hergestellte oder natürlich vorkommende Eisenoxide,
45 Eisenhydroxide oder Eisenoxyhydroxide, Magnet Eisenstein (Magnetit), der im Idealfall mit Fe_3O_4 beschrieben werden kann, Brauneisenstein, der im Idealfall mit $\text{Fe}_2\text{O}_3 \times \text{H}_2\text{O}$ beschrieben werden

kann, oder Roteisenstein (Hämatit), der im Idealfall mit Fe_2O_3 beschrieben werden kann.

Bevorzugte Katalysatoren sind solche, die

5

- a) Eisen oder eine Verbindung auf der Basis von Eisen oder deren Gemische enthalten und
- b) von 0,001 bis 5 Gew.-% bezogen auf a) eines Promotors auf der Basis von 2, 3, 4, 5 oder 6 Elementen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Aluminium, Silizium, Zirkonium, Titan, Vanadium, Mangan sowie
- c) von 0 bis 5 Gew.-% bezogen auf a) einer Verbindung auf der Basis eines Alkali- oder Erdalkalimetalls, enthalten.

15

Bevorzugte Katalysatorvorläufer sind weiterhin solche, in denen Komponente b) von 0,001 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,01 bis 4 Gew.-%, insbesondere 0,1 bis 3 Gew.-% eines Promotors auf der Basis von 2, 3, 4, 5 oder 6 Elementen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Aluminium, Zirkonium, Silizium, Titan, Mangan und Vanadium, enthält.

20

Bevorzugte Katalysatorvorläufer sind weiterhin solche, in denen Komponente c) von 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 3 Gew.-%, eine Verbindung auf der Basis eines Alkali- oder Erdalkalimetalls, vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Lithium, Natrium, Kalium, Rubidium, Cäsium, Magnesium und Calcium enthält.

25

Bei den Katalysatoren kann es sich um Voll- oder Trägerkatalysatoren handeln. Als Trägermaterialien kommen beispielsweise poröse Oxide wie Aluminiumoxid, Siliziumoxid, Aluminosilikate, Lanthanoxid, Titandioxid, Zirkondioxid, Magnesiumoxid, Zinkoxid und Zeolithe sowie Aktivkohle oder Mischungen davon in Betracht.

30

Die Herstellung erfolgt in der Regel derart, daß man Vorläufer der Komponente a) gewünschtenfalls zusammen mit Vorläufern der Promotorenkomponenten b) und gewünschtenfalls mit Vorläufern der Spurenkomponenten c) in Gegenwart oder Abwesenheit von Trägermaterialien (je nachdem, welcher Katalysatortyp gewünscht ist) ausfällt, gewünschtenfalls den so erhaltenen Katalysatorvorläufer zu Strängen oder Tabletten verarbeitet, trocknet und anschließend calciniert. Trägerkatalysatoren sind im allgemeinen auch erhältlich, indem man den Träger mit einer Lösung der Komponenten a), b) und gewünschtenfalls c) tränkt, wobei man die einzelnen Kompo-

40

45

5

nenten gleichzeitig oder nacheinander zugeben kann, oder indem man die Komponenten a), gewünschtenfalls b) und c) auf den Träger nach an sich bekannten Methoden aufsprüht.

- 5 Als Vorläufer der Komponenten a) kommen in der Regel gut wasserlösliche Salze des Eisens wie Nitrate, Chloride, Acetate, Formiate und Sulfate in Betracht, vorzugsweise Nitrate.

- Als Vorläufer der Komponenten b) kommen in der Regel gut wasserlösliche Salze oder Komplexsalze der zuvor genannten Metalle und Halbmatalle wie Nitrate, Chloride, Acetate, Formiate und Sulfate in Betracht, vorzugsweise Nitrate.
- 10

- Als Vorläufer der Komponenten c) kommen in der Regel gut wasserlösliche Salze der zuvor genannten Alkalimetalle und Erdalkalimetalle wie Hydroxyde, Carbonate, Nitrate, Chloride, Acetate, Formiate und Sulfate in Betracht, vorzugsweise Hydroxyde und Carbonate.
- 15

- 20 Die Fällung erfolgt im allgemeinen aus wäßrigen Lösungen, wahlweise durch Zugabe von Fällungsreagenzien, durch Änderung des pH-Werts oder durch Änderung der Temperatur.

- Üblicherweise trocknet man die so erhaltene Katalysatorvormasse im allgemeinen bei Temperaturen im Bereich von 80 bis 150°C, vorzugsweise 80 bis 120°C.
- 25

- Das Calcinieren nimmt man üblicherweise bei Temperaturen im Bereich von 150 bis 500°C, vorzugsweise von 200 bis 450°C in einem Gasstrom aus Luft oder Stickstoff vor.
- 30

- Nach dem Calcinieren setzt man die erhaltene Katalysatormasse im allgemeinen einer reduzierenden Atmosphäre aus ("Aktivierung"), beispielsweise indem man sie bei einer Temperatur im Bereich von 200 bis 500°C, vorzugsweise 250 bis 400°C 2 bis 100 Stunden einer Wasserstoffatmosphäre oder einer Gasmischung, enthaltend Wasserstoff und ein Inertgas wie Stickstoff, aussetzt. Die Katalysatorbelastung beträgt hierbei bevorzugt 200 l pro Liter Katalysator.
- 35

- 40 Die Aktivierung von Eisenkatalysatoren durch Reduktion von Eisenoxiden mit Wasserstoff kann in an sich bekannter Weise, beispielsweise gemäß U.S. 3,758,584, bei 300 bis 600°C mit Gemischen aus Wasserstoff und Ammoniak, durchgeführt werden oder gemäß U.S. 4,480,051 dreistufig erfolgen, indem man in einem ersten Schritt das Eisenoxid mit Wasserstoff oder Gemischen aus Wasserstoff und Ammoniak reduziert, dann das gebildete elementare Eisen in einem zweiten Schritt mit einem Sauerstoff enthaltenden
- 45

6

Gas behandelt und anschließend in einem dritten Schritt die Reduktion des ersten Schrittes wiederholt.

Eine weitergehende Stabilisierung von reduzierten pyrophoren

- 5 Eisenkatalysatoren, z. B. um sie zu transportieren, ist in U.S. 3.986.985 beschrieben. Durch eine kurzzeitige Behandlung des stabilisierten Eisenkatalysators mit Wasserstoff kann die ursprüngliche Katalysatoraktivität wiederhergestellt werden.

- 10 Vorteilhaft führt man die Aktivierung des Katalysators direkt im Synthesereaktor durch, da hierdurch üblicherweise der ansonsten erforderliche Zwischenschritt, nämlich die Passivierung der Oberfläche bei üblicherweise Temperaturen im Bereich von 20 bis 80°C, vorzugsweise von 25 bis 35°C mittels Stickstoff-Sauerstoff-Mischungen wie Luft, wegfällt. Die Aktivierung passivierter Katalysatoren nimmt man dann bevorzugt im Synthesereaktor bei einer Temperatur im Bereich von 180 bis 500°C, vorzugsweise von 200 bis 400°C in einer wasserstoffhaltigen Atmosphäre vor.

- 20 Die Katalysatoren können bevorzugt als Festbettkatalysatoren in Sumpf- oder Rieselfahrweise oder auch als Suspensionskatalysatoren eingesetzt werden.

- Die Hydrierung kann diskontinuierlich, bevorzugt aber kontinuierlich mit suspendierten, bevorzugt aber fest angeordneten Katalysatoren in Gegenwart von Ammoniak durchgeführt werden.

- Arbeitet man mit fest angeordneten Katalysatoren, so kann der Festbettreaktor R 1 (siehe Abbildungen 1 und 2) in Riesel- oder Sumpffahrweise betrieben werden. Dabei ist die Fahrweise im geraden Durchgang durch einen Reaktor oder mehrere hintereinander geschaltete Reaktoren mit oder ohne Zwischenkühlung oder eine Fahrweise mit einem Reaktor oder mehreren Reaktoren mit Produkt-rückführung in einem Flüssigkeitskreislauf um den oder die Reaktoren möglich.

- Die Reaktionstemperatur beträgt im allgemeinen 70 bis 220°C, insbesondere 80 bis 170 °C, und der Druck 100 bis 400 bar, insbesondere 150 bis 350 bar, besonders bevorzugt 200 bis 250 bar.

Die Katalysatorbelastung beträgt üblicherweise 0,1 bis 3 kg Adipodinitril/l Kat. x h, insbesondere 0,5 bis 2 kg Adipodinitril/l Kat. x h.

Die Parameter, wie Temperatur, Druck und Katalysatorbelastung, zur Einstellung der erfindungsgemäßen Summe der 6-Aminocapronitril- und Adipodinitril-Konzentration, bezogen auf das ammoniakfreie Hydriergemisch, im Reaktorausstrag von 1 bis 50 Gew.-%, 5 vorzugsweise 2 bis 40 Gew.-%, besonders bevorzugt 3 bis 40 Gew.-%, insbesondere 5 bis 30 Gew.-% können durch wenige einfache Vorversuche leicht ermittelt werden.

Aus dem Hydrierausstrag aus Schritt a) wird in Schritt b) der 10 Ammoniak in üblicher Weise, vorzugsweise destillativ, abgetrennt, wie beispielsweise in DE19 548289 beschrieben. Der Ammoniak kann anschließend vorteilhaft in Schritt a) wieder eingesetzt werden.

Anschließend trennt man in üblicher Weise, vorzugsweise 15 destillativ, aus dem Gemisch Hexamethylen-diamin und das Nebenprodukt Hexamethylenimin ab. Im Falle einer destillativen Abtrennung kann diese in mehreren, wie zwei oder drei, Kolonnen oder vorzugsweise einer Kolonne (K1) erfolgen.

20 Das in Schritt c) erhaltene Hexamethylen-diamin kann anschließend in an sich bekannter Weise, vorzugsweise destillativ, gereinigt werden.

Der nach Schritt c) verbleibende Produktstrom enthält Adipodinitril, 6-Aminocapronitril, Nebenprodukte und Verbindungen, die 25 einen Siedepunkt über dem von Adipodinitril aufweisen ("Hochsieder"). Hierzu gehören Stickstoffbasen, wie 2-(5-Cyanopentylamino)-tetrahydroazepin und 2-(6-Amino-hexylamino)-tetrahydroazepin. Aus diesem Produktstrom trennt man gemäß Schritt d) in 30 üblicher Weise, vorzugsweise destillativ, 6-Aminocapronitril und Adipodinitril einzeln oder gemeinsam von Hochsiedern ab. Im Falle einer destillativen Abtrennung kann diese in mehreren, wie zwei (K2a und K2b in Abbildung 2) oder drei, Kolonnen oder einer Kolonne (K2 in Abbildung 1) erfolgen. Im Falle von einer Kolonne 35 (K2) kann vorteilhaft Adipodinitril über einen Seitenabzug, 6-Aminocapronitril über Kopf und Hochsieder als Sumpf erhalten werden.

Aus Adipodinitril können in Gegenwart der in den Sumpfprodukten enthaltenen Stickstoffbasen, wie 2-(5-Cyanopentylamino)-tetra- 40 hydroazepin und 2-(6-Amino-hexylamino)-tetrahydroazepin, deutliche Mengen an 1-Amino-2-cyano-cyclopenten entstehen. Aus reinem Adipodinitril entstehen dagegen bei Sumpftemperaturen von 200°C nur geringe Mengen an 1-Amino-2-cyano-cyclopenten.

45 Der Gehalt an 1-Amino-2-cyano-cyclopenten, bezogen auf Adipodinitril, in dem in Schritt a) eingesetzten Adipodinitril, welches frisches Adipodinitril und aus gemäß Schritt e) zurückgeführtes

6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische enthält, sollte unter 5000 Gew.-ppm, vorteilhaft zwischen 10 und 5000 Gew.-ppm, bevorzugt zwischen 10 und 3000 Gew.-ppm, besonders bevorzugt zwischen 10 und 1500 Gew.-ppm, insbesondere zwischen 10 und 100 Gew.-ppm liegen.

Durch Absenkung des Gehalts an 1-Amino-2-cyano-cyclopenten in dem in Schritt a) eingesetzten Adipodinitril, welches frisches Adipodinitril und aus gemäß Schritt e) zurückgeführtes 6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische enthält, wird die Ausbeute an 6-Aminocapronitril und Hexamethyldiamin gesteigert und die Reinigung von Hexamethyldiamin erleichtert.

Im Falle einer destillativen Abtrennung sollte die Sumpftemperatur vorteilhaft unter 220°C, vorzugsweise unter 190°C, insbesondere unter 185°C liegen, wobei sich wegen des geringen Dampfdrucks der zu trennenden Verbindungen eine Sumpftemperatur von mindestens 100°C, vorzugsweise mindestens 140°C, insbesondere mindestens 160°C empfiehlt. Die Drücke im Sumpf der Kolonne sollten vorteilhaft 0,1 bis 100, insbesondere 5 bis 40 mbar betragen. Vorzugsweise sollten die Verweilzeiten der Sumpfprodukte in der Destillation 1 bis 60, insbesondere 5 bis 15 Minuten betragen.

In einer bevorzugten Ausführungsform werden diese Destillationsbedingungen auf die Abtrennung des Adipodinitrils von Hochsiedern angewendet.

In einer bevorzugten Ausführungsform enthält das Sumpfprodukt 1 bis 80 Gew.-% Adipodinitril, bezogen auf Hochsieder. Aus diesem Produktstrom kann anschließend vorteilhaft Adipodinitril in einem Verdampfer bei einem Druck von 1 bis 50 mbar, vorzugsweise 2 bis 25 mbar, weiteres Adipodinitril erhalten werden.

Gemäß Schritt e) werden 6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische in den Schritt a) zurückgeführt.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung kann ebenfalls aus dem nach Schritt b) erhaltenen Gemisch Hexamethyldiamin zusammen mit 6-Aminocapronitril abgetrennt und anschließend die Mischung in die beiden Komponenten aufgetrennt werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform entfernt man aus dem in den Schritt a) zurückzuführenden Adipodinitril enthaltenden Strom in an sich bekannter Weise, beispielsweise

destillativ oder extraktiv Nebenprodukte, insbesondere
1-Amino-2-cyano-cyclopenten.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform reinigt man den in
5 den Schritt a) zurückzuführenden Adipodinitril enthaltenden Strom
in an sich bekannter Weise, beispielsweise durch Behandlung mit
einer anorganischen Säure, wie Mineralsäure, organischen Säure,
wie Carbonsäure, oder einem sauren Ionentauscher oder durch
Behandlung mit einem Oxidationsmittel, wie Luft, Ozon, Wasser-
10 stoffperoxid oder einem anorganischen oder organischen Peroxid.

Überraschenderweise wurde bei dem erfindungsgemäßen Verfahren
festgestellt, daß das Verfahren zu deutlichen Vorteilen bei der
Hydrierung, der destillativen Reinigung von Hexamethyldiamin,
15 und der Standzeit des Hydrierkatalysators führt.

20

25

30

35

40

45

Patentansprüche

1. Verfahren zur katalytischen Hydrierung von Adipodinitril zu
5 Hexamethylendiamin bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck
in Gegenwart von Katalysatoren, die auf elementarem Eisen als
katalytisch aktive Komponente basieren, und Ammoniak als
Lösungsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man
- 10 a) Adipodinitril bei Temperaturen von 70 bis 220°C und
Drücken von 100 bis 400 bar in Gegenwart von
Katalysatoren, die auf elementarem Eisen als katalytisch
aktive Komponente basieren, und Ammoniak als Lösungs-
mittel zu einer Mischung enthaltend Adipodinitril,
15 6-Aminocapronitril, Hexamethylendiamin und Hochsieder
hydriert, bis die Summe aus der 6-Aminocapronitril- und
der Adipodinitril-Konzentration von 1 bis 50 Gew.-%,
bezogen auf das ammoniakfreie Hydriergemisch, beträgt,
- 20 b) aus dem Hydrieraustrag Ammoniak abtrennt,
c) aus dem verbleibenden Gemisch Hexamethylendiamin ab-
trennt,
- 25 d) 6-Aminocapronitril und Adipodinitril von Hochsiedern
einzeln oder gemeinsam abtrennt und
e) 6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische in
den Schritt a) zurückführt.
- 30 2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei man die Abtrennung des
Adipodinitrils von Hochsiedern destillativ bei Sumpf-
temperaturen von unter 220°C durchführt.
- 35 3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei man die Abtrennung des
Adipodinitrils von Hochsiedern destillativ bei Sumpf-
temperaturen von unter 185°C durchführt.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, wobei man die
40 Abtrennung des Adipodinitrils von Hochsiedern destillativ
durchführt und in dem als Sumpfprodukt erhaltenen Hochsieder-
strom einen Gehalt an Adipodinitril von 1 bis 80 Gew.-%,
bezogen auf den Hochsiedergehalt, einstellt.
- 45



11

5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei man aus dem Adipodinitril enthaltenden Höhsiederstrom in einem nachfolgenden Verdampfer bei einem Druck von 1 bis 50 mbar den Hauptanteil des darin enthaltenen Adipodinitrils abtrennt.
- 5 6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, wobei man zusätzlich zwischen den Schritten d) und e) den Gehalt des als Nebenprodukt enthaltenen 1-Amino-2-cyano-cyclopenten in dem Adipodinitril enthaltenden Strom reduziert.
- 10 7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, wobei man zusätzlich zwischen den Schritten d) und e) den Adipodinitril enthaltenden Strom mit einer Säure behandelt.
- 15 8. Verfahren nach den Anspruch 7, wobei man als Säure eine Mineralsäure, eine Carbonsäure oder einen sauren Ionentauscher verwendet.
- 20 9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, wobei man zusätzlich zwischen den Schritten d) und e) den Adipodinitril enthaltenden Strom mit einem Oxidationsmittel behandelt.
- 25 10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei man als Oxidationsmittel Luft, Ozon, Wasserstoffperoxid oder ein anorganisches oder organisches Peroxid verwendet.
- 30 11. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 10, wobei der Gehalt in dem in Schritt a) eingesetzten Adipodinitril, welches frisches Adipodinitril und aus gemäß Schritt e) zurückgeführtes 6-Aminocapronitril, Adipodinitril oder deren Gemische enthält, an 1-Amino-2-cyano-cyclopenten unter 5000 Gew.-ppm bezogen auf Adipodinitril liegt.

35

40

45



* C L M S *