

# Entwicklung eines neuen umweltfreundlichen Herstellungsverfahrens primärer Amine durch Hydroaminomethylierung von Olefinen in überkritischem Ammoniak

14083 BR

Im Rahmen des Vorhabens wurden ein Messstand zur Ermittlung thermodynamischer Daten von Reaktand- und möglichen Produktgemischen der Hydroaminomethylierung in nahe- und überkritischem Ammoniak sowie Autoklaven für screening- und Optimierversuche zur Hydroaminomethylierung aufgebaut.

Im Anschluss an die Optimierung der Synthese wurden in Kooperation mit einem kleinen Unternehmen die Planungsunterlagen für eine diskontinuierliche 10-L-Anlage erarbeitet. Dazu wurden ein Verfahrensfliessbild und eine Massenbilanz erstellt.

Die Untersuchungen zur Erlangung thermodynamischer Daten mittels Opaleszenzmessungen wurden mit Hilfe einer Sichtzelle durchgeführt und lieferten umfangreiche Ergebnisse zu den Stoffeigenschaften der betrachteten Systeme. Es wurden kritische Punkte (p, T) einer Vielzahl von Stoffgemischen der Hydroaminomethylierung aufgezeichnet.

Aus dem Katalysescreening ging hervor, dass die Hydroaminomethylierung von 1-Octen mit nahe- bzw. überkritischem Ammoniak mit einem Rh/Ir-Katalysator unter Verwendung bestimmter Liganden zu primären Aminen in einer Ausbeute > 40% bei Anteilen geradkettiger Produkte zwischen 50 und 60% führt. Versuche mit anderen Reaktanden, wie z.B. Styrol, Vinylacetat, Alkylalkohol, führten zu ähnlichen Ergebnissen. Die Untersuchung zur Optimierung der Reaktion führten an  $[\text{IrCl}(\text{cod})_2/\text{Rh}(\text{acac})(\text{CO})_2]$ -Katalysatoren unter Nutzung von 1-Octen vorzugsweise zu Nonylamin. Die Ausbeuten betragen bei durchschnittlichen n/i-Verhältnissen von 56:44 zwischen 45 und 60% bei >99% Umsatz von 1-Octen. Daneben wurden 15-22% sekundäre Amine, 4-7% Octan, 3-4% isomere Octene und als Hauptnebenprodukte sekundäre und tertiäre Kondensationsprodukte gefunden. Die erreichten Arbeitsdrücke betragen bei 140 °C 190-240 bar.

Bearbeitet wurde das Forschungsthema von 7/2004 bis 6/2006 am **Leibniz-Institut für Organische Katalyse (Ifok) an der Universität Rostock** (Albert-Einstein-Str. 29a, 18059 Rostock, Tel. (0381) 1281113) unter der Leitung von Prof. Dr. M. Beller (Leiter der Forschungsstelle Prof. Dr. M. Beller) und am **Institut für Angewandte Chemie, Berlin Adlershof / ab 1.1.2006 Leibniz-Institut für Katalyse an der Universität Rostock, Außenstelle Berlin** (Richard-Willstätter-Str. 12, 12489 Berlin, Tel (030) 6392-4306) unter der Leitung von Dr. A. Martin (Leiter der Forschungsstelle Dr. U. Dingerdissen).

[--> TIB](#)

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

Das IGF-Vorhaben Nr. 14083 BR der Forschungsvereinigung DECHEMA, Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V., Theodor-Heuss-Allee 25, 60486 Frankfurt am Main wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages