



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2004 049 339 A1** 2006.04.13

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2004 049 339.1**

(22) Anmeldetag: **08.10.2004**

(43) Offenlegungstag: **13.04.2006**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C07B 63/00** (2006.01)  
**C07B 63/04** (2006.01)

(71) Anmelder:  
**BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE**

(72) Erfinder:  
**Bartsch, Michael, Dr., 67433 Neustadt, DE;**  
**Baumann, Robert, Dr., 68159 Mannheim, DE;**  
**Haderlein, Gerd, Dr., 67269 Grünstadt, DE;**  
**Aechtner, Tobias, Dr.rer.nat., 68163 Mannheim,**  
**DE; Scheidel, Jens, Dr., 69493 Hirschberg, DE;**  
**Luyken, Hermann, 67069 Ludwigshafen, DE; Pfab,**  
**Peter, Dr., 67098 Bad Dürkheim, DE; Siegel,**  
**Wolfgang, Dr., 67117 Limburgerhof, DE; Weiskopf,**  
**Verena, Dr., 67577 Alsheim, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden**

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion, indem man polare Extraktionsmittel einsetzt.

## Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion mit polaren Extraktionsmitteln.

### Stand der Technik

**[0002]** Aus der US-A-6,069,167, der US-A-6,031,120, der WO-A-03/44029 und WO-A-03/62171 ist die selektive Synthese bestimmter Chelatliganden durch Umsetzung mit Aminhilfsbasen bekannt.

**[0003]** Die Liganden fallen bei diesen Synthesen nach Abtrennung der Aminbasenhydrochloride (Phasentrennung oder Filtration), als Rohlösung in einem unpolaren Lösungsmittel, wie z.B. Toluol, an. Bei Einsatz des Liganden in der homogenen Katalyse, wird das unpolare Lösungsmittel oft gegen ein polares Lösungsmittel getauscht. Beispielhaft sei hier die homogen nickelkatalysierte Hydrocyanierung von 3-Pentennitril zu ADN erwähnt, wo das polare Lösungsmittel gleich dem Reaktanden ist. Eigene Untersuchungen haben gezeigt, dass diese Chelatliganden in unpolaren Medien stabil sind, wohingegen sie in polaren Medien, aufgrund von Amin- und Aminhydrochloridspuren aus der Ligandsynthese irreversibel zerfallen oder umlagern.

**[0004]** Untersuchungen haben gezeigt, dass die die Umlagerung auslösenden Komponenten durch Säulenchromatographie an Kieselgel abgetrennt werden können. Diese Form der Ligandreinigung ist jedoch für ein technisches Verfahren im Multitonnenmaßstab zu kostenintensiv.

### Aufgabenstellung

**[0005]** Der vorliegenden Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde ein geeignetes kostengünstiges Verfahren zur Aufreinigung der Ligandrohlösung zu entwickeln und den zuvor genannten Nachteilen abzuwehren.

**[0006]** Demgemäß wurde ein neues und verbessertes Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion gefunden, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man polare Extraktionsmittel einsetzt.

**[0007]** Die vorliegende Erfindung kann wie folgt durchgeführt werden: Phosphorhaltige Chelat-Liganden aus Synthesen wie sie aus US-A-6,069,267, US-A-6,031,120, WO-A-03/44029 und DE-A-102 30 222 bekannt sind, können nach den dort beschriebenen Reinigungen, bevorzugt die dort beschriebene Reaktionsausträge direkt mit einem polaren Extraktionsmittel bei Temperaturen von (-20) bis 150°C, bevorzugt (-10) bis 120°C, besonders bevorzugt 0 bis 60°C und einem Druck von 1 bis 5000 kPa, bevorzugt 10 bis 1000 kPa, besonders bevorzugt 50 bis 500 kPa, insbesondere 75 bis 250 kPa gereinigt werden. Für die Extraktion und Phasentrennung hat sich als vorteilhaft eine Temperatur von mindestens 0°C, vorzugsweise mindestens 10°C, besonders bevorzugt mindestens 20°C, eine Temperatur von höchstens 100°C, vorzugsweise höchstens 80°C, besonders bevorzugt höchstens 60°C, ein Druck von mindestens 1 kPa, vorzugsweise mindestens 10 kPa, besonders bevorzugt 20 kPa und ein Druck von höchstens 2000 kPa, vorzugsweise höchstens 1000 kPa, besonders bevorzugt höchstens 500 kPa, erwiesen.

**[0008]** Als polare Extraktionsmittel eignen sich alle aprotischen polaren Lösungsmittel, die mit Aliphaten und Cycloaliphaten zwei Phasen bilden, bevorzugt Nitrile, Dinitrile und Dialkylamine, besonders bevorzugt Dinitrile wie beispielsweise Adipodinitril oder Methylglutarnitril.

**[0009]** Die Extraktion kann in batch-, semibatch- oder kontinuierlicher-Fahrweise in beliebigen geeigneten, dem Fachmann bekannten Vorrichtung durchgeführt werden. Bevorzugt kann in Gegenstrom-Extraktionskolonnen, Mixer-Settler-Kaskaden oder Kombinationen von Mixer-Settler-Kaskaden mit Kolonnen, besonders bevorzugt in Gegenstrom-Extraktionskolonnen, die insbesondere mit Blechpackungen als dispergierenden Elementen ausgestattet sind, gearbeitet werden. In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform kann die Extraktion im Gegenstrom in einer kompartimentierten, gerührten Extraktionskolonne durchgeführt werden. Die Phasentrennung kann in einer oder mehreren, an sich für solche Phasentrennungen allgemein bekannten Vorrichtungen durchgeführt werden. In einer vorteilhaften Ausführungsform kann man die Phasentrennung beispielsweise in der Extraktionsvorrichtung mit einem oder mehreren Mixer-Settler-Kombinationen oder durch Ausstattung einer Extraktionskolonne mit einer Beruhigungszone durchführen. Die Phasentrennung kann räumlich und zeitlich je nach apparativer Ausgestaltung auch als letzter Teil der Extraktion betrachtet werden. Die Phasentrennung kann in einer oder mehreren dem Fachmann für solche Phasentrennungen bekannten Vorrichtungen durchgeführt werden. In einer vorteilhaften Ausführungsform kann man die Phasen-

trennung in der Extraktionsvorrichtung durchführen, beispielsweise in einer oder mehreren Mixer-Settler-Kombinationen oder durch Ausstattung einer Extraktionskolonne mit einer Beruhigungszone.

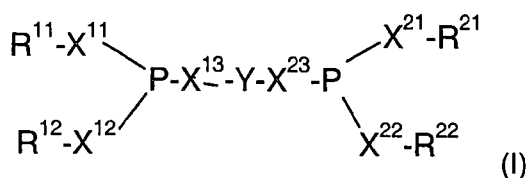
**[0010]** In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens wird der Reaktionsaustrag als kontinuierliche Phase und die polare Phase als disperse Phase eingesetzt. Dies verkürzt in der Regel die Phasentrennzeit und vermindert die Mulmbildung. Jedoch ist auch die umgekehrte Dispergierrichtung, also Reaktionsaustrag als kontinuierliche und Kohlenwasserstoff als disperse Phase, möglich. Üblicherweise wählt man die für die Trennleistung der Extraktionsvorrichtung günstigere Dispergierrichtung. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird das Extraktionsmittel als disperse Phase und der Reaktionsaustrag der Hydrocyanierung als kontinuierliche Phase eingesetzt.

**[0011]** Unter Mulm wird ein Bereich unvollständiger Phasentrennung zwischen Ober- und Unterphase verstanden, meist ein flüssig/flüssig-Gemisch, in dem auch Feststoffe dispergiert sein können. Übermäßige Mulmbildung ist unerwünscht, da sie die Extraktion behindert und u.U. die Extraktionsvorrichtung vom Mulm geflutet werden kann, wodurch sie ihre Trennaufgabe nicht mehr erfüllen kann.

**[0012]** Der Reaktionsaustrag bzw. die vorgereinigten phosphorhaltigen Chelat-Liganden können mit einem aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoff oder deren Gemischen, wie z. B. Hexan-Isomerien-gemisch, n-Hexan, Heptan-Isomerien-gemisch, n-Heptan, Octan-Isomerien-gemisch, n-Octan, Cyclohexan, Methylcyclohexan oder deren Gemische, bevorzugt n-Heptan, n-Octan, Cyclohexan, Methylcyclohexan oder deren Gemische vor oder während der Extraktion oder Phasentrennung verdünnt werden.

**[0013]** Das Volumenverhältnis der Phasen in der Extraktion kann in weiten Bereichen variieren und liegt in der Regel zwischen 0,01:1 bis 10:1, bevorzugt 0,04:1 bis 2,5:1, besonders bevorzugt 0,07:1 bis 1,5:1.

**[0014]** Als phosphorhaltige Chelatliganden eignen sich Liganden der Formel (I)



mit

$X^{11}$ ,  $X^{12}$ ,  $X^{13}$  unabhängig voneinander Sauerstoff oder eine Einzelbindung  
und  $X^{11}$  oder  $X^{12}$  oder  $X^{13}$  = Sauerstoff

$X^{21}$ ,  $X^{22}$ ,  $X^{23}$  unabhängig voneinander Sauerstoff oder eine Einzelbindung  
und  $X^{21}$  oder  $X^{22}$  oder  $X^{23}$  = Sauerstoff

$R^{11}$ ,  $R^{12}$  unabhängig voneinander gleiche oder unterschiedliche, einzelne oder verbrückte organische Reste

$R^{21}$ ,  $R^{22}$  unabhängig voneinander gleiche oder unterschiedliche, einzelne oder verbrückte organische Reste,  
Y Brückengruppe.

**[0015]** Unter Verbindung (II) wird im Sinne der vorliegenden Erfindung eine einzelne Verbindung oder ein Gemisch verschiedener Verbindungen der vorgenannten Formel verstanden.

**[0016]** In einer bevorzugten Ausführungsform können  $X^{11}$ ,  $X^{12}$ ,  $X^{13}$ ,  $X^{21}$ ,  $X^{22}$ ,  $X^{23}$  Sauerstoff darstellen. In einem solchen Fall ist die Brückengruppe Y mit Phosphit-Gruppen verknüpft.

**[0017]** In einer anderen bevorzugten Ausführungsform können  $X^{11}$  und  $X^{12}$  Sauerstoff und  $X^{13}$  eine Einzelbindung oder  $X^{11}$  und  $X^{13}$  Sauerstoff und  $X^{12}$  eine Einzelbindung darstellen, so dass das mit  $X^{11}$ ,  $X^{12}$  und  $X^{13}$  umgebene Phosphoratom Zentralatom eines Phosponits ist. In einem solchen Fall können  $X^{21}$ ,  $X^{22}$  und  $X^{23}$  Sauerstoff oder  $X^{21}$  und  $X^{22}$  Sauerstoff und  $X^{23}$  eine Einzelbindung oder  $X^{21}$  und  $X^{23}$  Sauerstoff und  $X^{22}$  eine Einzelbindung oder  $X^{23}$  Sauerstoff und  $X^{21}$  und  $X^{22}$  eine Einzelbindung oder  $X^{21}$  Sauerstoff und  $X^{22}$  und  $X^{23}$  eine Einzelbindung, so dass das mit  $X^{21}$ ,  $X^{22}$  und  $X^{23}$  umgebene Phosphoratom Zentralatom eines Phosphits, Phosponits, oder Phosphinitis, vorzugsweise eines Phosponits, sein kann.

**[0018]** In einer anderen anderen bevorzugten Ausführungsform können  $X^{13}$  Sauerstoff und  $X^{11}$  und  $X^{12}$  eine Einzelbindung oder  $X^{11}$  Sauerstoff und  $X^{12}$  und  $X^{13}$  eine Einzelbindung darstellen, so dass das mit  $X^{11}$ ,  $X^{12}$  und  $X^{13}$  umgebene Phosphoratom Zentralatom eines Phosponits ist. In einem solchen Fall können  $X^{21}$ ,  $X^{22}$  und  $X^{23}$  Sauerstoff oder  $X^{23}$  Sauerstoff und  $X^{21}$  und  $X^{22}$  eine Einzelbindung oder  $X^{21}$  Sauerstoff und  $X^{22}$  und  $X^{23}$  eine Einzelbindung, so dass das mit  $X^{21}$ ,  $X^{22}$  und  $X^{23}$  umgebene Phosphoratom Zentralatom eines Phosphits, oder

Phosphinits, vorzugsweise eines Phosphinits, sein kann.

**[0019]** Als Brückengruppe Y kommen vorzugsweise substituierte, beispielsweise mit C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, Halogen, wie Fluor, Chlor, Brom, halogeniertem Alkyl, wie Trifluormethyl, Aryl, wie Phenyl, oder unsubstituierte Arylgruppen in Betracht, vorzugsweise solche mit 6 bis 20 Kohlenstoffatomen im aromatischen System, insbesondere Pyrocatechol, Bis(phenol) oder Bis(naphthol).

**[0020]** Die Reste R<sup>11</sup> und R<sup>12</sup> können unabhängig voneinander gleiche oder unterschiedliche organische Reste darstellen. Vorzugsweise kommen als Reste R<sup>11</sup> und R<sup>12</sup> Arylreste, insbesondere solche mit 6 bis 10 Kohlenstoffatomen, in Betracht, die unsubstituiert oder einfach oder mehrfach substituiert sein können, insbesondere durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, Halogen, wie Fluor, Chlor, Brom, halogeniertem Alkyl, wie Trifluormethyl, Aryl, wie Phenyl, oder unsubstituierte Arylgruppen.

**[0021]** Die Reste R<sup>21</sup> und R<sup>22</sup> können unabhängig voneinander gleiche oder unterschiedliche organische Reste darstellen. Vorzugsweise kommen als Reste R<sup>21</sup> und R<sup>22</sup> Arylreste, vorzugsweise solche mit 6 bis 10 Kohlenstoffatomen, in Betracht, die unsubstituiert oder einfach oder mehrfach substituiert sein können, insbesondere durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, Halogen, wie Fluor, Chlor, Brom, halogeniertem Alkyl, wie Trifluormethyl, Aryl, wie Phenyl, oder unsubstituierte Arylgruppen.

**[0022]** Die Reste R<sup>11</sup> und R<sup>12</sup> können einzeln oder verbrückt sein.

**[0023]** Die Reste R<sup>21</sup> und R<sup>22</sup> können einzeln oder verbrückt sein.

**[0024]** Die Reste R<sup>11</sup>, R<sup>12</sup>, R<sup>21</sup> und R<sup>22</sup> können alle einzeln, zwei verbrückt und zwei einzeln oder alle vier verbrückt sein in der beschriebenen Art.

**[0025]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,723,641 genannten Verbindungen der Formel I, II, III, IV und V in Betracht.

**[0026]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,512,696 genannten Verbindungen der Formel I, II, III, IV, V, VI und VII, insbesondere die dort in den Beispielen 1 bis 31 eingesetzten Verbindungen, in Betracht.

**[0027]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,821,378 genannten Verbindungen der Formel I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII, XIV und XV, insbesondere die dort in den Beispielen 1 bis 73 eingesetzten Verbindungen, in Betracht.

**[0028]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,512,695 genannten Verbindungen der Formel I, II, III, IV, V und VI, insbesondere die dort in den Beispielen 1 bis 6 eingesetzten Verbindungen, in Betracht.

**[0029]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,981,772 genannten Verbindungen der Formel I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII und XIV, insbesondere die dort in den Beispielen 1 bis 66 eingesetzten Verbindungen, in Betracht.

**[0030]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 6,127,567 genannten Verbindungen und dort in den Beispielen 1 bis 29 eingesetzten Verbindungen in Betracht.

**[0031]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 6,020,516 genannten Verbindungen der Formel I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX und X, insbesondere die dort in den Beispielen 1 bis 33 eingesetzten Verbindungen, in Betracht.

**[0032]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,959,135 genannten Verbindungen und dort in den Beispielen 1 bis 13 eingesetzten Verbindungen in Betracht.

**[0033]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,847,191 genannten Verbindungen der Formel I, II und III in Betracht.

**[0034]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in US 5,523,453 genannten Verbindungen, insbesondere die dort in Formel 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20 und 21

dargestellten Verbindungen, in Betracht.

**[0035]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in WO 01/14392 genannten Verbindungen, vorzugsweise die dort in Formel V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII, XIV, XV, XVI, XVII, XXI, XXII, XXIII dargestellten Verbindungen, in Betracht.

**[0036]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in WO 98/27054 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0037]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in WO 99/13983 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0038]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in WO 99/64155 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0039]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in der deutschen Patentanmeldung DE 100 380 37 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0040]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in der deutschen Patentanmeldung DE 100 460 25 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0041]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in der deutschen Patentanmeldung DE 101 502 85 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0042]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in der deutschen Patentanmeldung DE 101 502 86 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0043]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kommen die in der deutschen Patentanmeldung DE 102 071 65 genannten Verbindungen in Betracht.

**[0044]** In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kommen die in der US 2003/0100442 A1 genannten phosphorhaltigen Chelatliganden in Betracht.

**[0045]** In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kommen die in der US 2004/062765 A1 genannten phosphorhaltigen Chelatliganden in Betracht.

**[0046]** In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kommen die in der prioritätsgleichen deutschen Patentanmeldung DE-A-10350 333 mit dem Titel „Phosphinitphosphite“ der BASF AG genannten phosphorhaltigen Chelatliganden in Betracht.

**[0047]** Durch das erfindungsgemäße Verfahren lassen sich phosphorhaltige Chelat-Liganden erhalten, die einen Gehalt an Aminbase, Aminhydrochlorid oder deren Gemischen von weniger als 100 ppm, bevorzugt weniger als 80 ppm, besonders bevorzugt weniger als 60 ppm haben. In diesem Zusammenhang sind Aminbasen beispielsweise Tralkylamine, Pyridinbasen, Dialkylamine, Monoalkylamine, bevorzugt Methylimidazol, sowie die aus diesen gebildeten Aminhydrochloride beispielsweise Triethylaminhydrochlorid und Methylimidazol-hydrochlorid, bevorzugt Methylimidazol-hydrochlorid.

**[0048]** Diese eignen sich als Liganden für die Hydrocyanierung von Butadien zu Pentennitrilen, die Isomerisierung von 2-Methyl-3-butennitril zu 3-Pentennitril und die Hydrocyanierung von 3-Pentennitril zu Adipodinitril. Die phosphorhaltigen Chelatliganden (z.B. Chelatphosphite bekannt aus US-A-5,981,772 und US-A-6,127,567, Chelatphosphonite bekannt aus WO-A-99/64155, WO-A-99/13983, DE-A-101 50 285 und DE-A-102 07 165, Chelatphosphinite bekannt aus US-A-5,523,453, US-A-5,693,843 und DE-A-101 50 286 und Chelatphosphitphosphinite DE-A-103 50 999) können z.B. mit Hilfe von Nickel(0) in die Katalysatoren überführt werden.

#### Ausführungsbeispiel

**[0049]** Alle Beispiele mit den Liganden 1, 2 und 3 wurden unter Argon-Atmosphäre (Schutzgasatmosphäre) durchgeführt:



Tabelle 1: Extraktion mit Adipodinitril

	Masse (g)	Methylimida- zolhydrochlorid (ppm)	Methylimida- zolhydrochlorid (mg)	Methyl- imidazol (GC%)	Methyl- imidazol (g)	Ligand 1 Gehalt [%]	Ligand 1 Gehalt [%] nach Tempern
Roh- ligand	600	820	492	1,72	10,32	95	
1. Ober- phase	1212,2	82	99	0,373	4,52		51
2. Ober- phase	1191	45	53	0,077	0,92		79
3. Ober- phase	1181,3	30	35	-	-		91
4. Ober- phase	1168,2	24	28	-	-		92
5. Ober- phase	1157,3	20	23	-	-		93
6. Ober- phase	1145,5	20	23	-	-		93
1. Unter- phase	47,8	3900	186	8,924	4,27		
2. Unter- phase	81,2	3000	243	4,606	3,74		
3. Unter- phase	69,7	1100	77	2,001	1,39		
4. Unter- phase	73,1	440	32	0,807	0,60		
5. Unter- phase	70,9	120	9	0,310	0,22		
6. Unter- phase	71,8	32	2	0,063	0,05		
			<b>549</b>		<b>10.3</b>		

## Beispiel 2

Extraktion mit Methylglutarnitril und anschließende Temperung von Ligand 1

[0053] Die Durchführung erfolgte analog Beispiel 1 mit Methylglutarnitril anstelle von Adipodinitril.

[0054] Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Extraktion mit Methylglutarnitril

	Masse (g)	Methylimi- dazol- hydrochlorid (ppm)	Methylimida- zolhydroch- lorid (mg)	Methyl- imidazol (GC%)	Methyl- imidazol (g)	Ligand 1 Gehalt [%]	Ligand 1 Gehalt [%] nach Temperrn
Roh- ligand	600	820	492	1.94	11.6	94	
1. Ober- phase	1219	22	27	0.40	4.9		76
2. Ober- phase	1200	19	23	0.14	1.7		85
3. Ober- phase	1185	19	23	0.03	0.4		91
4. Ober- phase	1169	20	23	-	-		92
5. Ober- phase	1157	17	20	-	-		92
6. Ober- phase	1143	17	19	-	-		92
1. Unter- phase	41	8000	328	8.90	3.6		
2. Unter- phase	79	2200	174	4.51	3.6		
3. Unter- phase	75	360	27	2.14	1.6		
4. Unter- phase	76	56	4	1.01	0.8		
5. Unter- phase	72	12	1	0.46	0.3		
6. Unter- phase	74	7	1	0.22	0.2		
			<b>534</b>		<b>10.1</b>		

## Beispiel 3

## Stabilität von Ligand 2 in 3-Pentennitril

**[0055]** 0,15g Ligand 2 wurden in 3g 3-Pentennitril gelöst, mit den aus Tabelle 3 ersichtlichen Mengen Methylimidazol versetzt, unter Argon-Atmosphäre in einem Heizblock für 17h auf 100°C erwärmt und der Restgehalt an Ligand 2 <sup>31</sup>P-NMR-spektroskopisch bestimmt:



Tabelle 3

Methylimidazol	Restgehalt an Ligand 2
1000 ppm	0%
500 ppm	5%
250 ppm	18%
125 ppm	45%
65 ppm	68%
35 ppm	87%

[0056] Die Ergebnisse aus Tabelle 3 zeigen, dass ab einem Methylimidazol-Gehalt von < 100 ppm Ligand 2 hinreichend stabil ist.

## Beispiel 4

## Stabilität von Ligand 3 in 3-Pentennitril

[0057] 0,15g Ligand 3 wurden analog Beispiel 3 mit 3g 3-Pentennitril behandelt. Das Ergebnis wurde <sup>31</sup>P-NMR-spektroskopisch bestimmt und wurde in Tabelle 4 zusammengefasst:

Tabelle 4

Methylimidazol	Restchelatlignandgehalt
1000 ppm	55%
65 ppm	98%

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion und gegebenenfalls Phasentrennung bei Temperaturen von (-20) bis 150°C und einem Druck von 1 bis 5000 Pa, **dadurch gekennzeichnet**, dass man polare Extraktionsmittel einsetzt.

2. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man als phosphorhaltige Chelat-Liganden bidentate Phosphite, Phosphinite, Phosphit-phosphinite, Phosphit-phosphonite und Phosphonite einsetzt.

3. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Temperatur mindestens 0°C beträgt.

4. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur höchstens 100°C beträgt.

5. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck mindestens 1 kPa beträgt.

6. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck höchstens 2000 Pa beträgt.

7. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man als polares Extraktionsmittel Dinitrile einsetzt.

8. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man als polares Extraktionsmittel Adipodinitril oder Methylglutarnitril einsetzt.

9. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der An-

sprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man den phosphorhaltigen Chelat-Liganden einen aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoff oder deren Gemische vor oder während der Extraktion oder Phasentrennung zusetzt.

10. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass man dem phosphorhaltigen Chelat-Liganden als aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoff vor oder während der Extraktion oder Phasentrennung n-Heptan, n-Octan, Cyclohexan, Methylcyclohexan oder deren Gemische zusetzt.

11. Verfahren zur Reinigung von phosphorhaltigen Chelat-Liganden durch Extraktion nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die gereinigten phosphorhaltigen Chelat-Liganden einen Gehalt an Aminbase, Aminhydrochlorid oder deren Gemischen von weniger als 100 ppm haben.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen