



(10) **DE 199 00 706 B4** 2016.03.10

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **199 00 706.3**
(22) Anmeldetag: **11.01.1999**
(43) Offenlegungstag: **15.07.1999**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **10.03.2016**

(51) Int Cl.: **B01D 17/00** (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
98 00398 **14.01.1998** **FR**

(73) Patentinhaber:
IFP Energies nouvelles, Rueil-Malmaison, FR

(74) Vertreter:
Schmid, Rudolf, Dipl.-Ing., 55270 Zornheim, DE

(72) Erfinder:
Antrag auf Nichtnennung

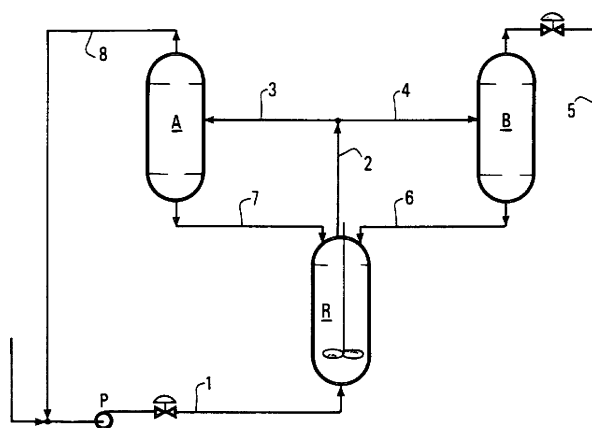
(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	39 05 924	C2
DE	694 00 501	T2
US	4 072 730	A

(54) Bezeichnung: **Trennverfahren durch Abscheidung in mehreren getrennten Bereichen und Vorrichtung zur Umsetzung des Verfahrens**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Trennung von mindestens 2 flüssigen Phasen, die mindestens zum Teil nicht mischbar sind, dadurch gekennzeichnet, dass ein Mehrphasenabflussprodukt aus einer chemischen Reaktion in mindestens 2 getrennten, parallel geschalteten, Abscheidungs-bereichen entmischt wird, wobei jeder dieser Abscheidungs-bereiche mindestens einen Abscheider umfasst, der Abscheidungs-vorgang

- in mindestens einer Abscheidungszone A) stattfindet, wobei die leichteste Phase nach der Abscheidung dem Reaktionsbereich zurückgeführt wird,
- und mindestens in einer Abscheidungszone B), die parallel zur Zone A) geschaltet ist, erfolgt, wobei die leichteste Phase nach der Abscheidung die Reaktionsvorrichtung verlässt.



Beschreibung

[0001] Trennverfahren durch Abscheidung in mehreren getrennten Bereichen und Vorrichtung zur Umsetzung des Verfahrens Vorliegende Erfindung betrifft den Bereich der Mehrphasenflüssigkeiten, in denen die Phasen mindestens zum Teil nicht mischbar sind; die Erfindung betrifft insbesondere die Trennung der verschiedenen Phasen eines solchen Gemisches.

[0002] Die Trennung von mindestens 2 flüssigen Phasen, die mindestens zum Teil nicht mischbar sind, erfolgt meistens über Abscheidung. Das Gemisch wird in ein Gefäß eingeführt, das Abscheider heißt, in dem die Entmischung per Schwerkraft stattfindet. Die Phasen unterschiedlicher Dichte trennen sich, wobei diese unterschiedlichen Phasen in der Reihenfolge ihrer Dichten schichtweise übereinanderschwimmen. Die dichteste, d. h. die schwerste Phase liegt am Boden des Abscheiders, die am wenigsten dichte, d. h. die leichteste Phase schwimmt auf den anderen Phasen im Kopfteil des Abscheiders. Oftmals kann eine klare Trennung der Phasen beobachtet werden. In der Praxis werden meist Flüssig-flüssig-Zweiphasengemische behandelt.

[0003] In vorliegender Beschreibung wird die Abkürzung "µm" für Mikrometer, d. h. 10^{-6} Meter, verwendet.

[0004] Die Abscheidungsschärfe variiert je nachdem, welcher Abscheider eingesetzt wird. In den am wenigsten scharfen Abscheidungsvorgängen werden in einer bestimmten Phase große Tröpfchen aus einer anderen Phase geduldet. Unter "große Tröpfchen" versteht man Tröpfchen mit einem Durchmesser von etwa 100 µm bis 10^{-3} m. In den schärfsten Abscheidungsvorgängen beträgt der Durchmesser der aus einer anderen Phasen stammenden Tröpfchen, die in einer bestimmten Phase toleriert werden, maximal circa 50 µm bis 200 µm. Die Größe der tolerierten Tröpfchen wird auf diese Art und Weise bestimmt.

[0005] Die US 4072730 A offenbart eine Vorrichtung zur Reaktion von aromatischen Kohlewasserstoffen mit Olefinen mit ersten und zweiten Trennzonen, die in Reihe geschaltet sind. Ein Reaktor ist der ersten Trennzone nachgeschaltet.

[0006] Die DE 694 00 501 T2 offenbart ein Verfahren zur Regenerierung eines Alkylierungskatalysators, bei dem nach dem Mischen eine Abstreifkolonne in Reihe geschaltet ist mit einem Absetzbehälter.

[0007] In vorliegender Beschreibung heißt die dichteste Phase "Schwerphase" und die am wenigsten dichte Phase "Leichtphase".

[0008] Vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung von mindestens 2 flüssigen Phasen mit den Merkmalen des Anspruchs 1.

[0009] Vorliegende Erfindung betrifft ebenfalls eine Vorrichtung, um dieses Trennverfahren umzusetzen.

[0010] Einer der Vorteile, der sich aus vorliegender Erfindung gegenüber dem Stand der Technik ergibt, ist die Tatsache, dass das Verfahren den Einsatz von kleineren Abscheidern ermöglicht. Diese Abscheider sind also einfacher einzusetzen und beanspruchen außerdem eine geringere Bodenfläche. Wenn man mit einem einzigen Abscheider die Spezifikationen hinsichtlich der Tröpfchengröße, die mit 2 Abscheidern von je 1 m Durchmesser erhalten werden, erlangen wollte, – wobei die Summe der Ein- und Ausgangsdurchflussmengen in beiden Ausführungen gleich ist –, müsste schätzungsweise ein Abscheider mit dem dreifachen Durchmesser der im erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Abscheider eingesetzt werden. Bei der Behandlung von Flüssigkeiten unter Druck muss außerdem die Wanddicke der Abscheider mit ihrer zunehmenden Größe entsprechend erhöht werden. Die Arbeit mit mehreren kleineren Abscheidern anstelle eines großen führt also zu Materialeinsparung. Zudem wird eine ausreichende Kühlung durch den Wiederumlauf der Leichtphase aus mindestens einer Abscheidungszone erreicht, da eine Kühlung mittels eines außenliegenden und/oder innenliegenden Schlangenrohrs bei den Reaktionen, die das erfindungsgemäße Verfahren betrifft, nicht wirksam ist.

[0011] Vorliegende Erfindung betrifft ein Trennverfahren der mindestens zum Teil nicht mischbaren flüssigen Phasen eines Mehrphasenabflussproduktes, das in mindestens 2 getrennten, parallel geschalteten Abscheidungszone erfolgt, wobei jede dieser Zonen mindestens einen Abscheider umfasst, vorzugsweise hat jede Abscheidungszone einen einzigen Abscheider. Die Entmischung der 2 Phasen erfolgt in mindestens 2 getrennten Abscheidungszone A) und B), die parallel geschaltet sind. Nach der Abscheidung wird die Leichtphase der Abscheidungszone A) in den Reaktionsbereich zurückgeführt und die Leichtphase der Abscheidungszone B) abgeleitet.

[0012] Mehrere Ausführungsformen der Erfindung sind möglich.

[0013] In einer Ausführungsform der Erfindung wird nach der Abscheidung die Schwerphase aus mindestens einem Abscheider in den Reaktionsbereich zurückgeführt.

[0014] Das erfindungsgemäße Trennverfahren kann bei jeder chemischen Reaktion Anwendung finden, wenn das Abflussprodukt am Austritt des Reaktionsgefäßes ein Mehrphasengemisch ist. Oftmals enthält

eine der Phasen, meist die dichteste Phase, eine flüssige Katalysatorzusammensetzung. Diese Reaktion kann beispielsweise eine Reaktion sein, bei der eine flüssige Katalysatorzusammensetzung ionischer Art, die wenig oder gar nicht mischbar ist, mit einer organischen Phase als Katalysator wirkt.

[0015] Das erfindungsgemäße Verfahren kann beispielsweise bei Reaktionen eingesetzt werden, deren Abflussprodukte Flüssig-flüssig-zweiphasenprodukte sind, wie z. B. Oligomerisierungs-, Hydroformylierungs-, Hydrierungsreaktionen, insbesondere Oligomerisierungs-, Hydroformylierungs-, Hydrierungsreaktionen der Olefine. Dieses Verfahren ist auch bei Alkylierungen, insbesondere aliphatischen Alkylierungen anwendbar.

[0016] Im erfindungsgemäßen Verfahren wird das Mehrphasenabflussprodukt nach der Reaktion in mindestens 2 Abscheidungszone geschickt. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung tritt das Abflussprodukt in den Abscheider entlang einer etwa waagerechten Linie ein, die etwa tangential zum Kreisbogen der Abscheiderwand verläuft. So wird beim Abflussprodukt eine senkrechte Geschwindigkeit von praktisch Null erreicht. In jedem Abscheider dieser Abscheidungszone herrschen Temperatur- und Druckverhältnisse, die vorzugsweise die gleichen Temperatur- und Druckverhältnisse wie im Inneren des Reaktionsgefäßes sind. Außerdem wurden die Maße dieser Abscheider aufgrund der Abscheidung, die dort stattfinden soll, bei vorgegebenen Eintritts- und Austrittsdurchflusssmengen des Abflussproduktes in die besagten Abscheider, ausgesucht. Dadurch wird der Höchstdurchmesser der Tröpfchen aus einer anderen Phase, die in einer bestimmten Phase toleriert werden, festgelegt. Nach der Abscheidung werden die entmischten Flüssigkeiten abgelassen, wobei die Phase, die die begehrten Produkte aus der Abscheidungszone A) enthält, in den Reaktionsbereich zurückgeführt wird, und die Phase, die die begehrten Produkte aus der Abscheidungszone B) enthält, gesammelt wird.

[0017] Im Dauerverfahren wird mittels einer Sammelvorrichtung für das Abflussprodukt die Leichtphase im obersten Abscheiderbereich entnommen. Gleichzeitig wird über eine Sammelvorrichtung die Schwerphase des Abflussproduktes im unteren Abscheiderbereich abgelassen. Die Behandlung eines Mehrphasengemisches, enthaltend 3 Phasen oder mehr, bei dem jede Phase eine unterschiedliche Dichte aufweist, würde den Rahmen vorliegender Erfindung nicht sprengen. In diesem Fall werden nach der Abscheidung genauso viele übereinanderschwimmende Flüssigkeitsschichten, wie es Phasen gibt, erhalten. Jede Phase wird anschließend aus dem Abscheider über eine Sammelvorrichtung für Abflussprodukte entnommen, deren Höhe im Abscheider dem Niveau der besagten Phase entspricht.

[0018] Das Abscheidungsverfahren kann insbesondere zur Trennung der Komponenten eines Abflussproduktes aus einer per Katalyse erfolgten Oligomerisierungsreaktion von Olefinen in einem Flüssig-flüssig-Zweiphasenmilieu angewandt werden. Die Katalysatorzusammensetzung, die bei dieser Art Verfahren Einsatz findet, wird in einer Polarphase gelöst, die mit der organischen Phase nicht mischbar ist.

[0019] Die in der Literatur enthaltenen Beschreibungen von homogenen Oligomerisierungsverfahren in einem Flüssig-flüssig-Zweiphasenmilieu raten zur Verwendung von verschiedenen Katalysatortypen, je nach den zu behandelnden Olefinen und auch nach dem selektiv begehrten Produkt, wobei all diese Katalysatoren mindestens eine Metallverbindung, vorzugsweise Nickel, sowie ein Aluminiumalkylhalogenid enthalten. Das ionische Milieu enthält mindestens ein Salz nach der Formel $Q^+ A^-$, in dem Q^+ meist ein Quartärammonium- oder ein Quartärphosphoniumkation oder ein Gemisch aus beiden oder ein Lithiumkation ist, und A^- ein zuordnendes- oder ein nicht zuordnendes Anion darstellt, das meist aus der Gruppe ausgesucht wird, die aus den Halogenaluminaten, den Organohalogenaluminaten, den Organogallaten, den Organohalogengallaten oder einem Gemisch aus mindestens zwei dieser Verbindungen besteht. Die Reaktionstemperatur beträgt etwa -40 bis $+100^\circ\text{C}$, der Druck ist so, dass die Reagenzien mindestens zum Teil, oftmals in der Mehrheit, in der flüssigen Phase bleiben, und die Agitationsbedingungen sind die, die zur Umwandlung von mindestens einem Teil des Einsatzes erforderlich sind. Die Olefine, die durch diese Verfahrensart behandelt werden können, sind beispielsweise Olefine, die 2 bis 8 Kohlenstoffatome pro Molekül aufweisen. Als Beispiele seien hier Ethylen, Propylen, 1- und 2-Butene, Styrol, Pentene oder Gemische aus diesen Verbindungen erwähnt.

[0020] Die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens für die Oligomerisierung der Olefine bietet insbesondere folgende Vorteile: Die Wiedermwälzung von mindestens einem Teil der Leichtphase des Abflußproduktes ermöglicht das Einbringen eines kühlenden Elementes in den Wiederverwertungskreislauf; somit wird ein Teil der Wärmemenge, die in dieser exothermischen Oligomerisierungsreaktion entsteht, abgeleitet. Die Abscheidung, die vor der Wiedermwälzung dieser Leichtphase erfolgt, macht es außerdem möglich, ein Maximum an Tröpfchen aus der Schwerphase zu entfernen, die, würde die Abscheidung nicht stattfinden, sich an verschiedenen Stellen des Wiedermwälzungsreislaufes-Leitungen, Pumpen, Wärmeaustauschern – absetzen könnten.

[0021] Nach der Reaktion werden die Phasen durch Entmischung des Gemisches getrennt. Das Ausflussprodukt gelangt in mindestens 2 unterschiedliche,

parallel geschaltete Abscheidungszone. Nach der Abscheidung in Zone B), wo eine scharfe Abscheidung stattfindet, wird die Leichtphase, enthaltend die begehrten Dimere, Co-Dimere und Oligomere abgelassen und aus der Vorrichtung abgeleitet. In Zone A), wo eine gröbere Abscheidung toleriert wird, entnimmt man die obere Phase, enthaltend Dimere, Co-Dimere und Oligomere, und bringt sie anschließend in den Kreislauf wieder. Somit werden am Austritt der Abscheidungszone b), wo das Abflussprodukt die Vorrichtung verläßt, in der Leichtphase ausschließlich feine Schwerphasentröpfchen zugelassen, wobei der Höchstdurchmesser der Schwerphasentröpfchen meist in dem Bereich von etwa 50 µm bis 200 µm, vorzugsweise von 55 µm bis 100 µm, ausgesucht wird. Die Durchflußgeschwindigkeit des zu behandelnden Einsatzes beim Eintritt in diese Art Abscheider beträgt etwa 1 m³/h bis 30 m³/h, vorzugsweise von 5 m³/h bis 20 m³/h.

[0022] Am Austritt der Abscheidungszone A), wo das Ausflussprodukt wieder Verwendung findet, werden große Schwerphasentröpfchen in der Leichtphase toleriert, da diese Tröpfchen anschließend einer weiteren Behandlung unterzogen werden. Hier wird oftmals ein Höchsttröpfchendurchmesser von etwa 100 µm bis 10⁻³ m, vorzugsweise von 200 µm bis 500 µm ausgesucht, wobei die Durchflußgeschwindigkeit des zu behandelnden Einsatzes beim Eintritt in diese Art Abscheider etwa 10 m³/h bis 100 m³/h, vorzugsweise von 25 m³/h bis 50 m³/h beträgt. Diese Leichtphase aus Zone A) wird anschließend in die Zuleitung für frischen Einsatz eingespeist, wobei das Gemisch aus der Leichtphase aus Zone A) und dem frischen Einsatz durch eine Kühlvorrichtung, zum Beispiel einen Wärmeaustauscher, vor Eintritt in das Reaktionsgefäß gekühlt wird.

[0023] Die dichtesten Phasen der Abscheiderinhalte werden in das Reaktionsgefäß zurückgeführt. Je nach der beabsichtigten Reaktion können sie in das Reaktionsgefäß ohne Zwischenbehandlung oder nach einer Zwischenbehandlung, wie zum Beispiel einer Kühlung oder einer Aufwärmung, eingespeist werden. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird mindestens ein Teil der flüssigen Katalysatorzusammensetzung, die in einer der Phasen enthalten ist, vor ihrer Rückführung in das Reaktionsgefäß aufbereitet: Ein Teil der flüssigen Katalysatorzusammensetzung, die in das Reaktionsgefäß zurückfließt, wird entnommen und durch die gleiche Menge an frischer flüssiger Katalysatorzusammensetzung ersetzt. Die Schwerphase aus der Abscheidungszone A) wird mehrfach auf diese Art und Weise behandelt.

[0024] In den meisten Reaktionen, bei denen das erfindungsgemäße Verfahren Anwendung findet, kann es von Vorteil sein, die in der Anlage enthaltene Schwerphasenmenge zu kontrollieren. Die Schwer-

phase enthält nämlich meist die Katalysatorzusammensetzung, die für die Reaktion erforderlich ist. Nun verläßt ein Teil dieser flüssigen Katalysatorzusammensetzung die Anlage als Tröpfchen in der Leichtphase. Nach einigen Betriebsstunden kann die Menge an Schwerphase, die mit der Leichtphase entfernt wird, nicht unbedeutend sein. Die Mengenkontrolle der Schwerphase kann im Dauerverfahren oder diskontinuierlich erfolgen.

[0025] Die Kontrolle im Dauerverfahren erfolgt durch die Überwachung des Gewichts der Reaktionsgefäße im Reaktionbereich während der ganzen Reaktionsdauer mittels beliebiger Wiegevorrichtungen, zum Beispiel mittels Gewichtsanzeigern. Wenn das Gewicht sich verändert, wird die Schwerphase aufgefüllt.

[0026] Die diskontinuierliche Kontrolle wird wie folgt durchgeführt: Nachdem die Abflussleitung von einem der Anlagenabscheider zugedreht wurde – es wird vorzugsweise ein Abscheider der Zone A) ausgesucht –, leitet man die gesamte Schwerphase in diesen Abscheider. Die Mengenkontrolle der Schwerphase erfolgt visuell, zum Beispiel mittels eines Spiegelmessinstruments; gegebenenfalls wird eine Schwerphasenmenge aufgefüllt, die der fehlenden Schwerphasenmenge entspricht; anschließend wird die Abflussleitung der Schwerphase aus diesem Abscheider geöffnet, damit die Vorrichtung wieder in Betrieb gesetzt werden kann.

[0027] Vorliegende Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zur Umsetzung des Verfahrens mit den Merkmalen des Anspruchs 12.

[0028] In einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung fließt mindestens eine der Schwerphasen in den Reaktionsbereich zurück.

[0029] Abb. 1 zeigt eine einfache Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei dem die Abscheidung an einem Zweiphasengemisch in 2 Abscheidungszone mit je einem Abscheider erfolgt. Der zu behandelnde Einsatz fließt über Leitung 1 in das Reaktionsgefäß R mittels einer Umwälzvorrichtung für Flüssigkeiten P. Der Abfluss tritt über Leitung 2 aus dem Reaktionsgefäß aus und wird in 2 Fraktionen geteilt. Eine Fraktion gelangt über Leitung 3 in die Abscheidungszone A), die einen einzigen Abscheider umfaßt, die andere Fraktion wird über Leitung 4 in die Abscheidungszone B) geleitet, die einen einzigen Abscheider hat. Die Schwerphase aus der Abscheidungszone A) wird dem Reaktionsgefäß über Leitung 7 und die Schwerphase aus der Abscheidungszone b) dem Reaktionsgefäß über Leitung 6 zugeführt. Die Leichtphase aus der Abscheidungszone A) fließt in Leitung 8 ein, die wiederum Leitung 1, welche für die Zufuhr von frischem Einsatz in das Reaktionsgefäß

vorgesehen ist, speist. Die Leichtphase aus der Abscheidungszone B) verläßt die Anlage über Leitung 5.

[0030] Abb. 2 stellt eine andere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens dar, in der die Abscheidung an einem Zweiphasengemisch in 2 Abscheidungszone mit je einem Abscheider erfolgt und in der die Wiederaufbereitung von mindestens einem Teil der Schwerphase aus der Abscheidungszone A) vorgesehen ist. Der zu behandelnde Einsatz gelangt in die Vorrichtung über Leitung 1 und wird durch die Flüssigkeitsumwälzvorrichtung P in Bewegung gebracht. Er fließt über Leitung 9 ab und tritt in eine Kühlvorrichtung F ein, wobei die Leitung 9 mit einem Ventil versehen ist. Der gekühlte Einsatz wird über Leitung 10 dem Reaktionsgefäß R zugeführt. Das Abflussprodukt verläßt das Reaktionsgefäß über Leitung 2 und wird anschließend in 2 Fraktionen geteilt. aber Leitung 3 gelangt eine Fraktion in die Abscheidungszone A), die andere Fraktion erreicht die Abscheidungszone B) über Leitung 4. Die Schwerphase aus der Abscheidungszone A) gelangt in das Reaktionsgefäß über Leitung 7 und die Schwerphase aus der Abscheidungszone B) erreicht das Reaktionsgefäß über Leitung 6. Die Entnahme des Abflussproduktes, das durch Leitung 7 fließt, erfolgt über Leitung 12, die Einspeisung vom Einsatz in Leitung 7 über Leitung 13. Die Leitungen 12 und 13 sind mit Ventilen versehen. Die Leichtphase aus der Abscheidungszone A) fließt durch die Leitung 8 und trifft auf die Leitung 1, die für die Einspeisung von frischem Einsatz vorgesehen ist. Die Leichtphase aus der Abscheidungszone B) verläßt die Vorrichtung über Leitung 5.

Beispiele

[0031] Folgende Beispiele dienen der Veranschaulichung der Erfindung, ohne deren Tragweite einzuschränken.

Beispiel 1 (erfindungsgemäß)

[0032] Dieses Beispiel wurde mittels der Vorrichtung entsprechend Abb. 2 durchgeführt.

[0033] Ein gesamter Einsatz, der in das Reaktionsgefäß R mit einer Durchflußgeschwindigkeit von 1008 kg/h eintritt und Olefine mit 4 Kohlenstoffatomen – darunter 60 Gewichtsprozent Butene und 40 Gewichtsprozent n-Butane – aufweist, wird in einem Reaktionsgefäß, das im Flüssig-flüssig-Zweiphasenmodus funktioniert, in Oligomere umgewandelt. Beim Eintritt in das Reaktionsgefäß beträgt die Temperatur des Einsatzes 5°C. Das Reaktionsgefäß enthält 40 kg einer Katalysatorzusammensetzung in Form von einer flüssigen Polarphase, die 19,6 kg Aluminiumchlorid, 18,3 kg Butylmethylimidazoniumchlorid und 2,1 kg Nickelchlorid enthält. Die Katalysatorzusammensetzung wird in die Phase verteilt, die die Ole-

fine enthält, und wirkt als Katalysator bei der Oligomerisierungsreaktion. Bei der Reaktion herrschen folgende Betriebsverhältnisse: Die Temperatur beträgt 10°C und der Druck ist der Atmosphärendruck. Nach der Reaktion gelangt das Abflußprodukt in 2 Abscheider mit einem Durchmesser von 150 mm und eine Höhe von 450 mm, die parallel geschaltet sind.

[0034] Die Durchflussmenge beim Eintritt in die Abscheidungszone A) beträgt 1087 kg/, die Durchflussmenge beim Eintritt in die Abscheidungszone b) 122 kg/h. In der Abscheidungszone A) werden durch den Abscheidungsprozeß die Katalysatortröpfchen mit einem Durchmesser von über 200 µm in der Leichtphase, die die Olefine sowie das nichtreagierende n-Butan enthält, entfernt. Diese Leichtphase, die eine Durchflussmenge von 906 kg/h hat, wird wieder in den Kreislauf gebracht und anschließend dem frischen Einsatz zugefügt. Das Gemisch, bestehend aus der Leichtphase und dem frischen Einsatz, wird durch einen Wärmeaustauscher auf 5°C heruntergekühlt und anschließend in das Reaktionsgefäß wiedereingespeist. Die Schwerphase aus der Abscheidungszone A) gelangt in das Reaktionsgefäß mit einer Durchflußmenge von 181 kg/h, nachdem sie zwischenbehandelt wurde. Diese Zwischenbehandlung besteht darin, dass 40 g/h der verbrauchten Katalysatorzusammensetzung im Dauerverfahren entfernt und durch die gleiche Menge frischer Katalysatorzusammensetzung ersetzt werden. Die Verweilzeit der Katalysatorzusammensetzung im Reaktionsgefäß beträgt dann 1.000 Stunden.

[0035] In der Abscheidungszone B) wurden durch die Klärung die Katalysatortröpfchen von mehr als 55 µm aus der olefinhaltigen Leichtphase entfernt. Diese Leichtphase verläßt die Vorrichtung mit einer Durchflussmenge von 102 kg/h. Die Schwerphase aus der Abscheidungszone B) gelangt direkt in das Reaktionsgefäß mit einer Durchflußmenge von 20 kg/h.

[0036] In der Leichtphase beträgt die Octenausbeute 82 Prozent.

Beispiel 2 (nicht erfindungsgemäß)

[0037] Ein gesamter Einsatz, der in das Reaktionsgefäß R mit einer Durchflussmenge von 1008 kg/h eintritt und Olefine mit 4 Kohlenstoffatomen – darunter 60 Gewichtsprozent Butene und 40 Gewichtsprozent n-Butane – aufweist, wird in einem Reaktionsgefäß, das im Flüssig-flüssig-Zweiphasenmodus funktioniert, in Oligomere umgewandelt. Das Reaktionsgefäß enthält 40 kg einer Katalysatorzusammensetzung in Form von einer flüssigen Polarphase, die 19,6 kg Aluminiumchlorid, 18,3 kg Butylmethylimidazoniumchlorid und 2,1 kg Nickelchlorid enthält.

[0038] Diese Katalysatorzusammensetzung wird in die Phase verteilt, die die Olefine enthält, und wirkt als

Katalysator bei der Oligomerisierungsreaktion. Nach der Reaktion gelangt das Abflussprodukt in 1 Abscheider mit einem Durchmesser von 450 mm und eine Höhe von 450 mm. Durch den Abscheidungsprozeß wurden die Katalysatortröpfchen mit einem Durchmesser von über 55 µm in der Leichtphase, die die Olefine sowie das nichtreagierende n-Butan enthält, entfernt. Diese Leichtphase, die eine Durchflussmenge von 906 kg/h hat, wird wieder in den Kreislauf gebracht und anschließend dem frischen Einsatz zugefügt. Das Gemisch, bestehend aus der Leichtphase und dem frischen Einsatz, wird durch einen Wärmeaustauscher auf 5°C heruntergekühlt und anschließend in das Reaktionsgefäß wiedereingespeist. Diese Leichtphase verläßt über Leitung 5 die Vorrichtung mit einer Durchflußmenge von 102 kg/h. Die Schwerphase gelangt in das Reaktionsgefäß mit einer Durchflußmenge von 201 kg/h, nachdem sie zwischenbehandelt wurde. Diese Zwischenbehandlung besteht darin, dass 40 g/h der verbrauchten Katalysatorzusammensetzung im Dauerverfahren entfernt und durch die gleiche Menge frischer Katalysatorzusammensetzung ersetzt werden.

[0039] In der Leichtphase beträgt die Octenausbeute 82 Prozent.

[0040] Um unter Anwendung von einem einzigen Abscheiden ein Endabflussprodukt mit den gleichen Spezifikationen wie das Endabflussprodukt aus Beispiel 1 zu erzielen, d. h. ein Abflussprodukt, aus dem die Tröpfchen der Katalysatorzusammensetzung, die einen Durchmesser von mehr als 55 µm aufweisen, aus der Leichtphase entfernt wurden, mußte also hier ein Abscheider mit dem dreifachen Durchmesser des Abscheiders aus Beispiel 1 ausgesucht werden. Mit einem einzigen Abscheider beträgt die in Anspruch genommene Bodenfläche 1590 cm³, mit 2 Abscheidern nur noch 353 cm³.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Trennung von mindestens 2 flüssigen Phasen, die mindestens zum Teil nicht mischbar sind, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Mehrphasenabflussprodukt aus einer chemischen Reaktion in mindestens 2 getrennten, parallel geschalteten, Abscheidungsbereichen entmischt wird, wobei jeder dieser Abscheidungsbereiche mindestens einen Abscheider umfasst, der Abscheidungsprozess – in mindestens einer Abscheidungszone A) stattfindet, wobei die leichteste Phase nach der Abscheidung dem Reaktionsbereich zurückgeführt wird, – und mindestens in einer Abscheidungszone B), die parallel zur Zone A) geschaltet ist, erfolgt, wobei die leichteste Phase nach der Abscheidung die Reaktionsvorrichtung verläßt.

2. Trennverfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass mindestens ein Teil der dichtes-

ten Phase aus mindestens einem Abscheider in den Reaktionsbereich eingespeist wird.

3. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass jede Abscheidungszone einen einzigen Abscheider umfasst.

4. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass in der Abscheidungszone A) die Durchflussmenge des in diese Abscheidungszone eintretenden Gemisches circa 10 bis 100 m³/h beträgt, wobei der Durchmesser der Tröpfchen aus einer Phase, die in einer anderen Phase toleriert werden, 100×10^{-6} m bis 10^{-3} m ist.

5. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass in der Abscheidungszone B) die Durchflussmenge des in diese Abscheidungszone eintretenden Gemisches circa 1 bis 30 m³/h beträgt, wobei der Durchmesser der Tröpfchen aus einer Phase, die in einer anderen Phase toleriert werden, 50×10^{-6} m bis 200×10^{-6} m ist.

6. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass eine der Phasen mindestens eine flüssige Katalysatorzusammensetzung enthält.

7. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die dichte Phase aus mindestens einer Abscheidungszone, die hauptsächlich eine flüssige Katalysatorzusammensetzung enthält, aus der besagten Abscheidungszone entnommen wird; vor ihrer Wiedereinspeisung in den Reaktionsbereich wird ein Teil dieser die Katalysatorzusammensetzung enthaltenden Phase entfernt und durch die gleiche Menge frischer Katalysatorzusammensetzung ersetzt.

8. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Reaktion in der folgenden Gruppe der Flüssig-flüssig-Zweiphasenreaktionen ausgesucht wird, die eine flüssige Katalysatorzusammensetzung enthalten: Oligomerisierung, Hydrierung, Hydroformulierung, Alkylierung.

9. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Reaktion eine Oligomerisierung von Olefinen mit 2 bis 8 Atomen im Molekül ist.

10. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die gesamte Schwerphasenmenge durch eine Überwachung des Reaktionsgefäßgewichtes während der ganzen Reaktionszeit im Dauerverfahren kontrolliert wird.

11. Trennverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die gesamte Schwerphasenmenge diskontinuierlich kontrolliert

wird, indem die gesamte Schwerphasenmenge in einen der Abscheider geleitet und der Phasenpegel visuell überprüft wird.

12. Vorrichtung zur Umsetzung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Reaktionsbereich und mindestens zwei getrennte, parallel geschaltete Abscheidbereiche vorgesehen sind, wobei jeder Abscheidbereich mindestens einen Abscheider umfasst und sie für den zu behandelnden Einsatz mindestens eine Zuleitung in den Reaktionsbereich, für das Abflussprodukt mindestens eine Leitung zur Entnahme aus dem Reaktionsbereich, die sich in genauso viele Leitungen aufteilt, wie es Abscheidbereiche gibt, und mindestens eine Entnahmeleitung für jede Phase aus jedem Abscheider umfasst.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Entnahmeleitung für mindestens eine der dichten Phasen in den Reaktionsbereich führt.

Es folgt eine Seite Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

