



(12) PATENT

(19) NO

(11) 327829

(13) B1

NORGE

(51) Int Cl.

C07C 51/09 (2006.01)

C07C 51/56 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

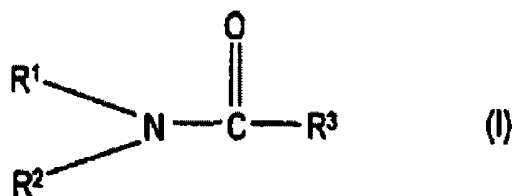
C07C 51/48 (2006.01)

C07C 53/02 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	20023513	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	2001.01.24 PCT/EP01/00749
(22)	Inng.dag	2002.07.23	(85)	Videreføringsdag	2002.07.23
(24)	Løpedag	2001.01.24	(30)	Prioritet	2000.01.24, DE, 10002793
(41)	Alm.tilgj	2002.08.26			
(45)	Meddelt	2009.10.05			
(73)	Innehaver	BASF Aktiengesellschaft, Carl-Bosch-Strasse 38, 67056 LUDWIGSHAFEN AM RHEIN, DE			
(72)	Oppfinner	Heinz Auer, Albrecht-Dürer-Strasse 12, D-68809 Neulussheim, DE Hans Hammer, Waldlichtung 42, D-68219 Mannheim, DE Bernd Bessling, 26021 Thorpe Court, Grosse Ile, MI 48138, US Hans Hasse, Schlehweg 25 A, 67661 KAISERSLAUTERN, DE Friedrich Sauer, Karlbacher Weg 24, D-67271 Obersülzen, DE Gerhard Wagner, Deichstrasse 20, D-67069 Ludwigshafen, DE Till Adrian, Littersheimer Weg 25, D-67240 Bobenheim-Roxheim, DE Maximilian Vicari, Paul-Münch-Strasse 6, D-67117 Limburgerhof, DE			
(74)	Fullmektig	Bryn Aarflot AS, Postboks 449 Sentrum, 0104 OSLO			
(54)	Benevnelse	Anvendelse av et ekstraheringsmiddel som et antiskummiddel ved fremstilling av vannfri maursyre			
(56)	Anførte publikasjoner	Ingen			
(57)	Sammendrag				

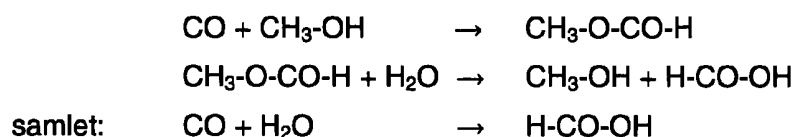
Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte for fremstilling av vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre, hvor det under opparbeidelsen samtidig anvendes en forbindelse med den generelle formelen I hvor radikalene R¹ og R² er alkyl-, cykloalkyl-, aryl- eller aralkylgrupper, eller R¹ og R² danner sammen, sammen med N-atomet, en heterocyklisk 5- eller 6-leddet ring, og bare ett av radikalene er en arylgruppe, og hvor R³ er hydrogen eller en C₁-C₄-alkylgruppe, som ekstraheringsmiddel for maursyre og som antiskummiddel for en destillasjonsprosess.



Foreliggende oppfinnelsen angår et apparat og en en fremgangsmåte for fremstilling av vannfri eller hovedsakelig vannfri maursyre, samt anvendelse av ekstraheringsmidlet anvendt ved opparbeidelse av maursyren.

"Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie", 4, utg., bd. 7, side 365, beskriver at maursyre kan fremstilles ved acidolyse av formamid under anvendelse av svovelsyre. Denne fremgangsmåten har imidlertid den ulempen at det oppnås støkiometriske mengder av ammoniumsulfat som et uunngåelig produkt.

En annen måte å fremstille maursyre på består av hydrolyse av metylformiat som syntetiseres fra metanol og karbonmonoksyd. Denne syntesen er basert på følgende ligninger:



Hydrolyse av metylformiat beskrevet i "Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie", 4. utg., bd. 7, side 366



har ulempen ved en ugunstig stilling for hydrolyselikevekten. En forskyvning i likevekten ved at de ønskede prosessproduktene fjernes ved destillasjon er ikke mulig ettersom metylformiat (kokepunkt 32°C) koker vesentlig lavere enn metanol (kokepunkt 65°C) og maursyre (kokepunkt 101°C). Vannfri maursyre kan ikke uten videre oppnås fra den resulterende vandige maursyreløsningen ved destillasjon ettersom den danner en azeotrop med vann. Vanskeligheten består således i å oppnå vannfri maursyre fra metylformiat-hydrolyseblandingen.

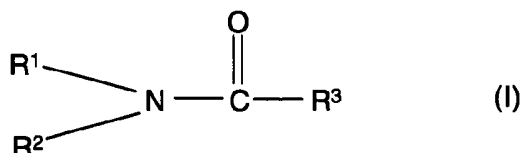
En fremgangsmåte beskrevet i EP-B-0 017 866 som omfatter trinnene a) til g), muliggjør fremstilling av vannfri maursyre med utgangspunkt i metylformiat. Vannfri maursyre oppnås her dersom

- a) metylformiat underkastes hydrolyse,
- b) metanol og overskudds-metylformiat avdestilleres fra den resulterende hydrolyseblandingen,
- c) bunnproduktet fra destillasjonen (b), og som omfatter maursyre og vann, ekstraheres i en væske/væske-ekstraksjon med et ekstraheringsmiddel som hovedsakelig tar opp maursyren,

- d) den resulterende ekstraktfasen, omfattende maursyre, ekstraheringsmiddel og noe av vannet, underkastes destillasjon,
- e) toppproduktet oppnådd i denne destillasjonen, og som omfatter vann og noe av maursyren, føres tilbake til den nedre del av destillasjonskolonnen i trinn (b),
- 5 f) bunnproduktet fra destillasjonstrinn (d), som omfatter hovedsakelig ekstraheringsmiddel og maursyre, skilles ved destillasjon i vannfri maursyre og ekstraheringsmidlet, og
- g) ekstraheringsmidlet som går ut av trinn (f) føres tilbake inn i prosessen.

I denne prosessen er det spesielt fordelaktig

- 10 h) å gjennomføre destillasjonstrinnene (b) og (d) i en enkelt kolonne,
- i) å innføre vannet som trenges for hydrolysen i form av vanndamp inn i den nedre delen av kolonnen som er anordnet for gjennomføring av trinn (b),
- k) å anvende metylformiat og vann i hydrolysen (a) i et molforhold på fra 1:2 til 1:10, og/eller
- 15 l) som ekstraheringsmiddel å anvende et karboksamid med den generelle formelen I



- hvor radikalene R¹ og R² er alkyl-, cykloalkyl-, aryl- eller aralkylgrupper, eller R¹ og R² danner sammen, sammen med N-atomet, en heterocyklisk 5- eller 6-leddet ring, og bare ett av radikalene er en arylgruppe, og hvor R³ er hydrogen eller en C₁-C₄-alkylgruppe.

Trinn (a) til (i) i den ovenfor beskrevne prosess beskrevet i EP-B-0 017 866 forklares mer detaljert i det følgende.

Trinn (a)

- 25 Hydrolysen gjennomføres vanligvis ved en temperatur i området fra 80 til 150°C.

Trinn (b)

- Destillasjonen av hydrolyseblandingen kan i prinsipp gjennomføres ved et hvert ønsket trykk, fortrinnsvis fra 0,5 til 2 bar. Vanligvis er det tilrådelig å arbeide under atmosfærisk trykk. I dette tilfellet er temperaturen på bunnen av kolonnen
- 30

ca. 110°C og temperaturen ved toppen av kolonnen er fra ca. 30 til 40°C. Hydrolyseblandingen settes fortrinnsvis til ved en temperatur i området fra 80 til 150°C, og metanolen fjernes fortrinnsvis i væskeform ved en temperatur på fra 55 til 65°C. Tilfredsstillende separasjon av blandingen i metylformiat og metanol på den ene siden og vandig maursyre på den andre siden er mulig selv under anvendelse av en destillasjonskolonne som har 25 teoretiske bunner (det teoretiske antall bunner er fortrinnsvis fra 35 til 45). Enhver design kan anvendes for kolonnen som er beregnet på trinn (b), men en siktbunn-kolonne eller pakket kolonne anbefales spesielt.

10 Trinn (c)

Væske/væske-ekstraksjonen av maursyren fra dens vandige løsning ved hjelp av et ekstraheringsmiddel gjennomføres fortrinnsvis ved atmosfærisk trykk og ved en temperatur på fra 60 til 120°C, spesielt fra 70 til 90°C, i motstrøm. Avhengig av type ekstraheringsmiddel, så kreves generelt ekstraheringsinnretninger med fra 1 til 12 teoretiske separasjonstrinn. Egnede ekstraheringsinnretninger for dette formålet er spesielt væske/væske-ekstraheringskolonner. I de fleste tilfellene oppnås tilfredsstillende resultater ved anvendelse av fra 4 til 6 teoretiske separasjonstrinn.

Valget av ekstraheringsmiddel er ikke begrenset. Spesielt egnede ekstraheringsmidler er karboksamider med den generelle formel I angitt i det foregående. Ekstraheringsmidler av denne type er særlig N,N-di-n-butylformamid og i tillegg N,N-di-n-butylacetamid, N-metyl-N-2-heptylformamid, N-n-butyl-N-2-etylheksylformamid, N-n-butyl-N-cykloheksylformamid og N-etylformanilid og blandinger av disse forbindelsene. Ytterligere egnede ekstraheringsmidler er bl.a. diisopropyleter, metylisobutylketon, etylacetat, tributylfosfat og butandiolformiat.

Trinn (d)

Ekstraktfasen skilles ved hjelp av destillasjon i en egnet destillasjonsinnretning i en flytende fase, som generelt omfatter hovedsaklig maursyre og ekstraheringsmiddel, og en dampfase som hovedsakelig omfatter vann og mindre mengder av maursyre. Dette er en ekstraktiv destillasjon. Bunntemperaturen er fortrinnsvis fra 140 til 180°C. En tilfredsstillende skillevirkning oppnås generelt med 5 teoretiske bunner.

Trinn (e)

Blanding av maursyre/vann resirkuleres generelt i dampform.

Trinn (f) og (g)

Destillasjonsinnretningen (vanligvis i form av en kolonne) for å gjennomføre trinn (f) drives med fordel under redusert trykk, fra ca. 50 til 300 mbar og tilsvarende lave topptemperaturer, fra ca. 30 til 60°C.

5 Trinn (h)

Denne varianten av fremgangsmåten gjelder trinn (b) og (d). Destillasjonsinnretningene for gjennomføring av trinn (b) og (d) er anordnet i en samlet destillasjonsinnretning. Destillasjonsinnretningene her er generelt i form av kolonner.

Trinn (i)

10 I dette trinnet tilveiebringes vann som kreves for hydrolysen i form av vannedamp.

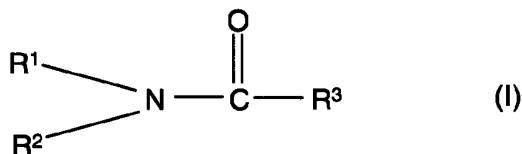
I fremgangsmåten beskrevet ovenfor hydrolyseres metylformiat i en hydrolysereaktor med et molart overskudd av vann. Hydrolyseaksjonen gjennomføres fortrinnsvis som en ren væskefasereaksjon ved temperaturer fra 80 til
 15 150°C. For å være i stand til å oppnå disse temperaturer i reaksjonsblandingen må hydrolysen gjennomføres ved overatmosfærisk trykk, fordi ved atmosfærisk trykk vil reaksjonsblandingen ha et kokepunkt under temperaturområdet indikert ovenfor. I det påfølgende trinn føres hydrolyseblandingen fra hydrolysereaktoren inn i en destillaskonskolonne for destillativ separasjon. Et lavere trykk forekommer
 20 i sistnevnte enn sammenligningsvis i hydrolysereaktoren. Ved innføring av hydrolyseblandingen i destillasjonsreaktoren dekomprimeres hydrolyseblandingen således plutselig (plutselig trykkfall). Konsekvensen er kraftig skumming av hydrolyseblandingen brakt inn i destillasjonskolonnen. Skummingen har i høy grad negative virkninger på separasjonsytelsen av det som befinner seg i det indre av destil-
 25 lasjonskolonnen, ettersom skummingen er forbundet med intensiv tilbakeblanding av de indre gass-strømmer og flytende strømmer i destillasjonskolonnen og som fortrinnsvis beveger seg i motstrøm. I tillegg begrenses i høy grad det fluid-dynamiske arbeidsområdet av skummingen, ettersom skummet forårsaker et betydelig trykktap i kolonnen. For å forhindre skummingen kan et kommersielt tilgjengelig
 30 antiskummiddel settes til destillasjonskolonnen over tilsetningspunktet for hydrolyseblandingen. Dette reduserer eller begrenser i høy grad skummingen, slik at de negative konsekvenser av skumming beskrevet ovenfor utelukkes. Eksempler på egnede antiskummidler som kan anvendes er silikonoljer. Kostnadene for antiskummidlene har en negativ virkning på prosessens kostnadseffektivitet. Dess-

uten er tilsetningen av kommersielt tilgjengelige antiskummidler ledsaget av innføring av fremmede substanser i prosessen, noe som generelt har en negativ virkning på produktkvaliteten. Ettersom nedbrytningsproduktene av antiskummidlene må elimineres fra prosessen, oppstår det betydelige avhendingskostnader ved
5 behandlingen av det korresponderende avløpsvannet.

Det er foreliggende oppfinnesles oppgave å tilveiebringe en fremgangsmåte hvor skumming forhindres uten høye kostnader og uten at det opptrer en skadelig virkning på produktkvaliteten. I tillegg skal avhendingskostnadene for antiskummidlet minimeres. Fremgangsmåten bør være enkel og praktisk å gjennomføre.
10

Løsningen på denne oppgaven oppnås ved hjelp av en prosess for tilveiebringelse av vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre, hvor

- i) metylformiat underkastes hydrolyse,
- ii) metanol og overskudds-metylformiat avdestilleres fra den resulterende
15 hydrolyseblandingen,
- iii) bunnproduktet fra destillasjon ii), omfattende maursyre og vann, ekstraheres i en væske/væske-ekstraksjon med et ekstraheringsmiddel som hovedsakelig tar opp maursyren, og ekstraheringsmidlet anvendt her er et karboksamid med den generelle formelen I



- 20 hvor radikalene R^1 og R^2 er alkyl-, cykloalkyl-, aryl- eller aralkylgrupper, eller R^1 og R^2 danner sammen, sammen med N-atomet, en heterocyklisk 5- eller 6-leddet ring, og bare ett av radikalene er en arylgruppe, og hvor R^3 er hydrogen eller en C_1 - C_4 -alkylgruppe,
- iv) den resulterende ekstraktfasen, omfattende maursyre, ekstraheringsmiddel
25 og noe av vannet, underkastes destillasjon,
- v) toppproduktet som oppnås i denne destillasjonen, og som omfatter vann og noe av maursyren, føres tilbake til den nedre delen av destillasjonsinnretningen i trinn ii),
- vi) bunnproduktet fra destillasjonstrinn iv), og som omfatter hovedsakelig
30 ekstraheringsmiddel og maursyre, skilles ved destillasjon i vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre og ekstraheringsmidlet, og

vii) ekstraheringsmidlet som kommer ut av trinn vi) føres tilbake til prosessen, Fremgangsmåten er kjennetegnet ved at den omfatter fjerning av en under-støm av det anvendte ekstraheringsmidlet fra prosessen og at den føres til destillasjonsinnretningen som er anordnet for gjennomføring av trinn ii), idet det korresponderende tilførselspunkt for under-strømmen av ekstraheringsmiddel i destillasjonsinnretningen er over tilførselspunktet for hydrolyseblandingen og under uttakspunktet for metanol.

For foreliggende oppfinnelses formål skal betegnelsen "i hovedsak vannfri maursyre" forstås å bety maursyre som inneholder et maksimum på 30%, fortrinnsvis et maksimum på 15%, vann.

Ekstraheringsmidlene innført i destillasjonsinnretningen for gjennomføring av trinn ii) forhindrer skumming. Alle egnede ekstraheringsmidler med den generelle formel I koker høyere enn komponentene i hydrolyseblandingen (metylformiat, vann, metanol og maursyre). Ekstraheringsmidlet ført inn i destillasjonskolonnen for gjennomføring av trinn ii) strømmes således ut av destillasjonskolonnen i flytende form og føres sammen med den vandige maursyren inn i reaktoren, og går igjen inn i ekstraheringsmiddelkretsen. Fordelene med fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er klare. Det er ikke lenger nødvendig å anvende kostbare ytterligere antiskummidler som deretter igjen må fjernes fra prosessen. Kostnadene for anskaffelse av antiskum og for behandling av avløpsvann som står i forbindelse med innføringen av antiskummiddel i begynnelsen, kan således spares. Det er grunnleggende fordelaktig dersom innføring av fremmede substanser kan unngås i prosessen. Ekstraheringsmidlet som antiskummiddel er således en komponent som allerede er til stede i prosessen under alle omstendigheter, og innføring av et ytterligere antiskummiddel unngås.

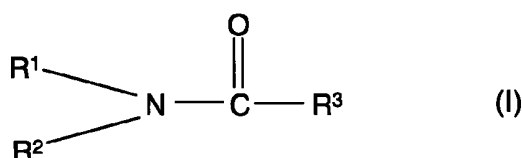
Foretrukne ekstraheringsmidler er N,N-di-n-butylformamid, N,N-di-n-butylacetamid, N-metyl-N-2-heptylformamid, N-n-butyl-N-2-etylheksylformamid, N-n-butyl-N-cykloheksylformamid og/eller N-etylformanilid.

I en foretrukken utførelse av oppfinnelsen tas under-strømmen av ekstraheringsmiddel som føres til destillasjonsinnretningen for gjennomføring av trinn ii) fra ekstraheringsmidlet som kommer fra trinn vi). I prinsippet kan imidlertid ekstraheringsmidlet for tilveiebringelse av under-strømmen tas fra ethvert ønsket sted i prosessen. Ekstraheringsmidler som kan anvendes er også blandinger som omfatter de forskjellige ekstraheringsmidlene i henhold til oppfinnelsen. I tillegg til ekstraheringsmiddel kan ekstraheringsmidlet anvendt som antiskum også inne-

holde andre komponenter, spesielt maursyre, vann, metanol og/eller metylformiat. Innføring av ytterligere antiskummidler som ikke er i samsvar med oppfinnelsen er i prinsippet mulig.

5 Generelt gjennomføres destillasjonstrinn ii) og iv) i en enkelt destillasjonsinnretning.

Oppfinnelsen angår også anvendelse av et karboksamid med den generelle formelen I



10 hvor radikalene R^1 og R^2 er alkyl-, cykloalkyl-, aryl- eller aralkylgrupper, eller R^1 og R^2 danner sammen, sammen med N-atomet, en heterocyklisk 5- eller 6-leddet ring, og bare ett av radikalene er en arylgruppe, og hvor R^3 er hydrogen, i den ovenfor beskrevne prosess som antiskummiddel ved den destillative separasjonen av hydrolyseblandingen som omfatter metylformiat, vann, maursyre og metanol, og som ekstraheringsmiddel for væske-væske-ekstraksjonen av maursyren.

15 Oppfinnelsen omfatter også et apparat for gjennomføring av prosessen beskrevet i det foregående. Dette omfatter

- α) en syntesereaktor,
- β) en hydrolysereaktor,
- χ) en destillasjonsinnretning for gjennomføring av trinn ii),
- 20 δ) en destillasjonsinnretning for gjennomføring av trinn iv),
- ε) en ekstraksjonsinnretning,
- φ) en destillasjonsinnretning for gjennomføring av trinn vi), og
- γ) en forbindelsesrørledning for tilførsel av en under-strøm av ekstraheringsmidlet inn i destillasjonskolonnen anordnet for gjennomføring av trinn ii).

25 Betegnelsen "syntesereaktor" er ment å bety en innretning hvor på den ene siden syntesen av metylformiat gjennomføres (vanligvis i en tilsvarende reaktor), og på den andre siden gjennomføres separasjonen av den resulterende synteseblandingen (vanligvis i en destillasjonsinnretning nedstrøms fra reaktoren). Den anvendte hydrolysereaktoren kan også være hvilken som helst ønsket reaktor
30 som er egnet for hydrolyse av metylformiat. Destillasjonsinnretningene er generelt

i form av kolonner. Den anvendte ekstraheringsinnretningen er fortrinnsvis en væske-væske ekstraksjonskolonne. Forbindelsesrørledningen for tilførsel av en under-strøm av ekstraheringsmiddel inn i destillasjonskolonnen foreslått for gjennomføring av trinn ii) er generelt i form av et rør anordnet mellom destillasjonsinnretningen 2 for gjennomføring av trinn ii) og et utførselsrør for ekstraheringsmiddel som forlater destillasjonsinnretningen for gjennomføring av trinn iv).

I en foretrukken utførelse av oppfinnelsen er destillasjonsinnretningen for gjennomføring av trinn ii) og destillasjonsinnretningen for gjennomføring av trinn iv) anordnet i en enkelt destillasjonsinnretning. Sistnevnte er generelt i form av en kolonne.

De vedlagte tegninger viser
 på fig. 1 og 2 diagrammer av anlegg for fremstilling av vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre i samsvar med tidligere teknikk,
 på fig. 3 og 4 diagrammer av anlegg for fremstilling av vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre i samsvar med fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen.

Referansetallene angitt ovenfor, under eller langs forbindelseslinjene eller pilene, tilsvarer komponentene som generelt utgjør hovedkomponenten av den korresponderende strøm. Ettersom sammensetningene av strømmene kan variere, så er disse referansetallene bare å anse som retningsgivende verdier. Referansetallet 21 angir her metylformiat, 22 angir vann, 23 angir maursyre, 24 angir metanol, 25 angir ekstraheringsmiddel, og 27 angir karbonmonoksyd.

Anleggene som er vist skjematisk på figurene 1 og 2 for gjennomføring av fremgangsmåten i samsvar med tidligere teknikk og anleggene som er vist skjematisk for gjennomføring av fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen, har det felles trekk at de omfatter en syntesereaktor 6, en hydrolysereaktor 1, en destillasjonsinnretning 2 for gjennomføring av trinn ii), en destillasjonsinnretning 4 for gjennomføring av trinn iv), en ekstraksjonsinnretning 3 og en destillasjonsinnretning for gjennomføring av trinn vi). Destillasjonsinnretningene 2 og 4 kan være anordnet i en felles destillasjonsinnretning 7.

I motsetning til anleggene i henhold til tidligere teknikk vist på fig. 1 og fig. 2, så omfatter anleggene vist på fig. 3 og fig. 4 for gjennomføring av fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen en forbindelsesrørledning 8 for tilførsel av en under-strøm av ekstraheringsmiddel inn i destillasjonskolonnen 2 foreslått for gjennomføring av trinn iv). Denne under-strøm av ekstraheringsmiddel tas fra

ekstraheringsmiddelstrømmen som går ut av destillasjonsinnretningen 5 og er fortrinnsvis avkjølt. Forbindelsesrørledningen 8 fører inn i destillasjonsinnretning 2 for gjennomføring av trinn ii) ved tilførselspunkt 9. Dette tilførselspunkt 9 for under-strømmen av ekstraheringsmiddel er i destillasjonsinnretningen anordnet over tilførselspunktet 11 for hydrolyseblandingen og under uttakspunktet 10 for metanol. Generelt er tilførselspunktet 9 for ekstraheringsmiddel lokalisert fra 2 til 40 teoretiske trinn, spesielt fra 5 til 20 teoretiske trinn, over tilførselspunktet 11 for hydrolyseblandingen.

Oppfinnelsen skal forklares mer detaljert i det følgende med referanse til et arbeidseksempel.

Eksempel

Det illustrative forsøk i henhold til oppfinnelsen gjennomføres i et anlegg som er vist skjematisk på fig. 4. 5,3 kg/time vandig maursyre fremstilles kontinuerlig. Destillasjonsinnretningen 7 anvendes, og denne er i form av en kolonne i et pilot-anlegg, har en diameter på 100 mm og er utstyrt med 100 klokkebunner. Den korresponderende reaktorutførsel er 20 kg/time. Hydrolyseblandingen føres inn på den førtifemte bunn, mens antiskummiddel føres inn på den sekstifemte bunn. Kolonnen drives under atmosfærisk trykk. Det anvendte ekstraheringsmiddel er N,N-di-n-butylformamid. En 200 g/time ekstraheringsmiddelstrøm føres inn 20 bunner over tilførselen 11 for hydrolyseblandingen. Dette muliggjør at skumming kan undertrykkes fullstendig. Dette tiltaket muliggjør at bunnene over tilførselsstedet 11 for hydrolyseblandingen kan oppnå den vanlige virkningsgrad ved tilsetning av antiskummidler på 0,7 teoretiske separasjonstrinn pr. praktisk bunn. Trykktapet er 2 mbar pr. bunn.

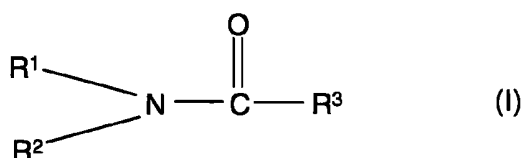
Sammenligning

Uten tilsetning av et antiskummiddel oppstår kraftig skumming i destillasjonsinnretningen 2 over tilførselspunktet for hydrolyseblandingen 11. Skummingen reduserer bunn-virkningsgraden for de skumfylte bunnene med 0,2 teoretiske separasjonstrinn pr. praktisk bunn. Trykktapet er 3,5 mbar pr. bunn.

Forsøket angitt ovenfor viser at det anvendte ekstraheringsmidlet er egnet som antiskummiddel ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for å oppnå vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre, hvor
- i) metylformiat underkastes hydrolyse,
- 5 ii) metanol og overskudds-metylformiat avdestilleres fra den resulterende hydrolyseblandingen,
- iii) bunnproduktet fra destillasjon ii), omfattende maursyre og vann, ekstraheres i en væske-væske-ekstrahering med et ekstraheringsmiddel som hovedsakelig tar opp maursyren, og ekstraheringsmidlet anvendt her er et
- 10 karboksamid med den generelle formelen I



- hvor radikalene R^1 og R^2 er alkyl-, cykloalkyl-, aryl- eller aralkylgrupper, eller R^1 og R^2 danner sammen, sammen med N-atomet, en heterocyklisk 5- eller 6-leddet ring, og bare ett av radikalene er en arylgruppe, og R^3 er
- 15 hydrogen eller en C_1 - C_4 -alkylgruppe,
- iv) den resulterende ekstraktfasen, omfattende maursyre, ekstraheringsmiddel og noe av vannet, underkastes destillasjon,
- v) toppproduktet som oppnås i denne destillasjonen, og som omfatter vann og noe av maursyren, føres tilbake til den nedre delen av destillasjonsinnretningen i trinn ii),
- 20 vi) bunnproduktet fra destillasjonstrinn iv), som omfatter hovedsakelig ekstraheringsmiddel og maursyre, skilles ved destillasjon i vannfri eller i hovedsak vannfri maursyre og ekstraheringsmidlet, og
- vii) ekstraheringsmidlet som kommer ut av trinn vi) føres tilbake til prosessen,
- 25 k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter fjerning av en under-støm av det anvendte ekstraheringsmidlet fra prosessen og at det føres til destillasjonsinnretningen som er anordnet for gjennomføring av trinn ii), idet det korresponderende tilførselspunkt for under-strømmen av ekstraheringsmidlet i destillasjonsinnretningen er over tilførselspunktet for hydrolyseblandingen og under uttakspunktet
- 30 for metanol.

2. Fremgangsmåte i henhold til krav 1, karakterisert ved at ekstraheringsmidlet som anvendes er N,N-di-n-butylformamid, N,N-di-n-butylacetamid, N-metyl-N-2-heptylformamid, N-n-butyl-N-2-etylheksylformamid, N-n-butyl-N-cykloheksylformamid/eller og N-etylformanilid.

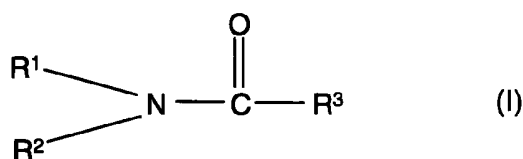
5

3. Fremgangsmåte i henhold til krav 1 eller 2, karakterisert ved at under-strømmen av ekstraheringsmiddel som anvendes tas fra ekstraheringsmidlet som forlater trinn vi).

10

4. Fremgangsmåte i henhold til et av kravene 1 til 3, karakterisert ved at destillasjonstrinnene ii) og iv) gjennomføres i en enkelt destillasjonsinnretning.

5. Anvendelse av et karboksamid med den generelle formelen I



15

hvor radikalene R^1 og R^2 er alkyl-, cykloalkyl-, aryl- eller aralkylgrupper, eller R^1 og R^2 danner sammen, sammen med N-atomet, en heterocyklisk 5- eller 6-leddet ring, og bare ett av radikalene er en arylgruppe, og hvor R^3 er hydrogen eller en C_1 - C_4 -alkylgruppe, ved en fremgangsmåte i henhold til et av kravene 1 til 6 som antiskummiddel ved destillativ separasjon av hydrolyseblandingen som omfatter metylformiat, vann, maursyre og, og som ekstraheringsmiddel for væske-væske-ekstraksjonen av maursyre.

20

6. Apparat for gjennomføring av en fremgangsmåte i henhold til et av kravene 1 til 4,

25

karakterisert ved at det omfatter

- α) en syntesereaktor (6),
- β) en hydrolysereaktor (1),
- χ) en destillasjonsinnretning (2) for gjennomføring av trinn ii),
- δ) en destillasjonsinnretning (4) for gjennomføring av trinn iv),
- ε) en ekstraksjonsinnretning (3),

30

- φ) en destillasjonsinnretning (5) for gjennomføring av trinn vi), og
- γ) en forbindelsesrørledning (8) for tilførsel av en under-strøm av ekstraheeringsmidlet inn i destillasjonskolonnen (2) anordnet for gjennomføring av trinn ii).

5

7. Apparat i henhold til krav 6,
karakterisert ved at destillasjonsinnretningen (2) for gjennomføring av trinn ii) og destillasjonsinnretningen (4) for gjennomføring av trinn iv) er anordnet i en enkelt destillasjonsinnretning.

FIG.1

1/4

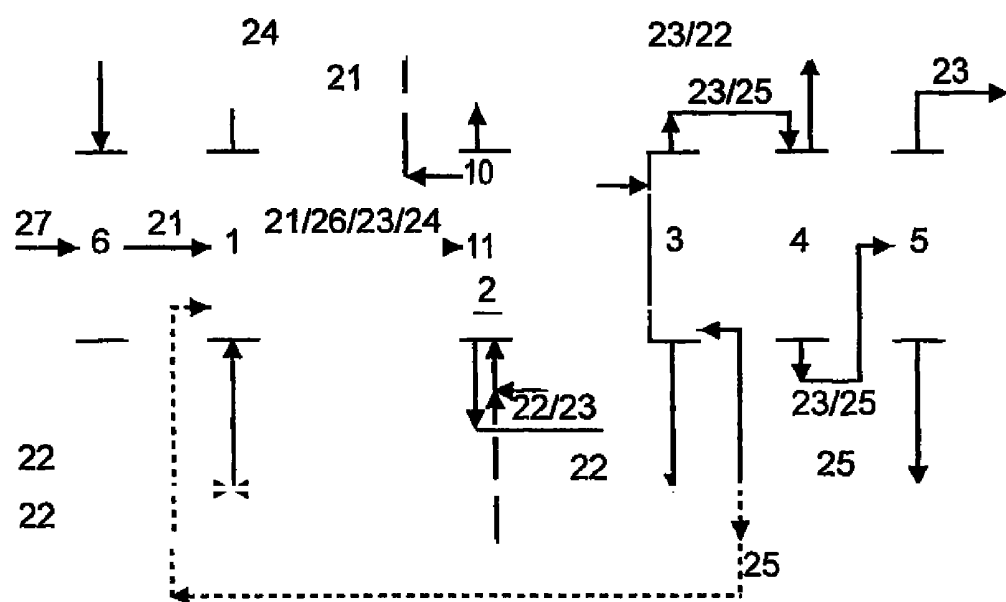


FIG.2

2/4

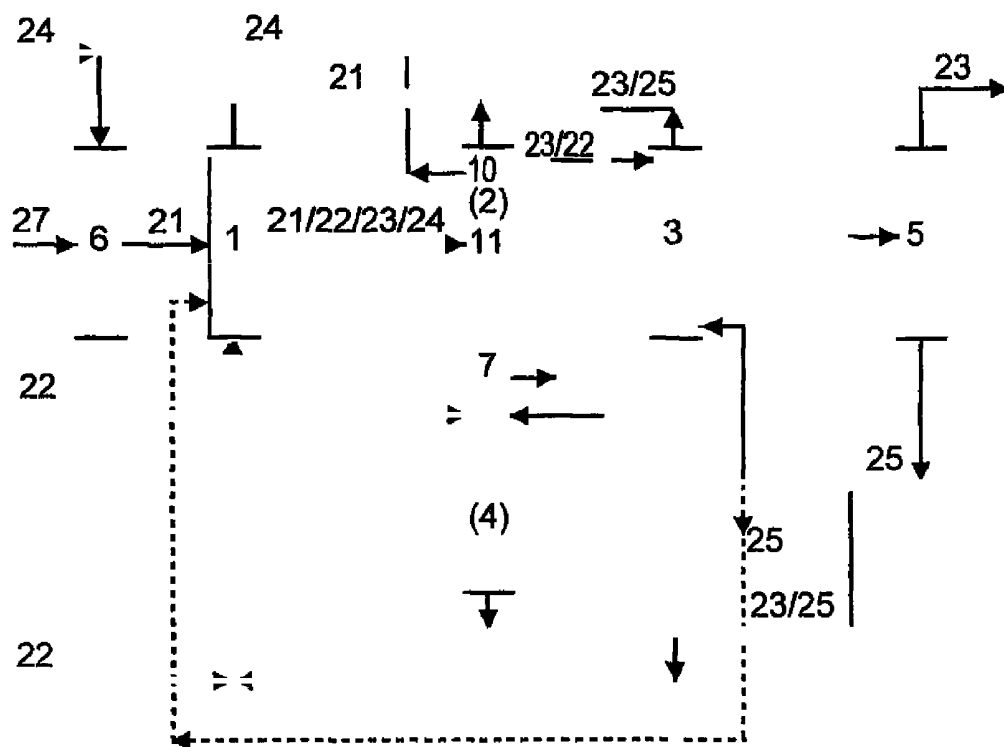


FIG.3

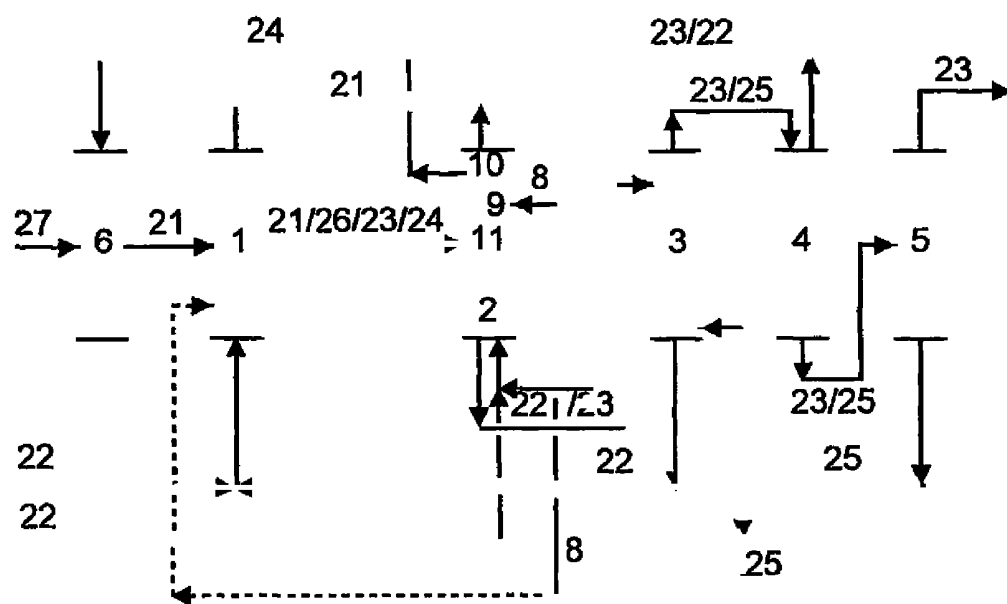


FIG.4.

