

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. Februar 2006 (23.02.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/018302 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C07D 323/06**,
B01D 3/14

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/008944

(22) Internationales Anmeldedatum:
18. August 2005 (18.08.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2004 040 284.1 19. August 2004 (19.08.2004) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **SIEGERT, Markus** [DE/DE]; Brechtelstr. 14, 69126 Heidelberg (DE). **LANG, Neven** [DE/DE]; Dürerstr. 16, 68163 Mannheim (DE). **STROEFER, Eckhard** [DE/DE]; Karl-Kuntz-Weg 9,

68163 Mannheim (DE). **STAMMER, Achim** [DE/DE]; Buttstädter Str. 6, 67251 Freinsheim (DE). **FRIESE, Thorsten** [DE/DE]; Haardtstr. 20, 68163 Mannheim (DE).

(74) Anwälte: **ISENBRUCK, Günter** usw.; ISENBRUCK BÖSL HÖRSCHLER WICHMANN HUHN, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

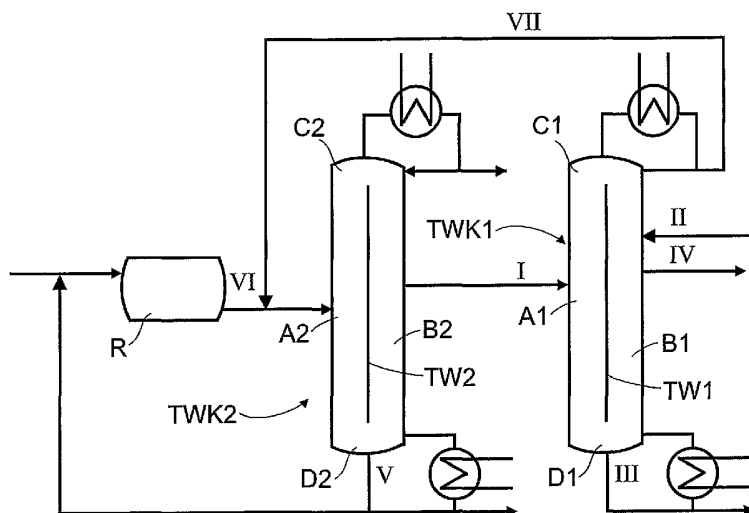
(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR THE SEPARATION BY DISTILLATION OF PURE TRIOXANE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR DESTILLATIVEN ABTRENNUNG VON REIN-TRIOXAN



(57) Abstract: The invention relates to a method for the separation by distillation of pure trioxane from a supply flow (I) containing trioxane in a mass proportion of at least 50 wt. % in relation to the total weight of the supply flow (I), in addition to formaldehyde and water. Said method is characterised in that the supply flow (I) and another flow (II) which contains water but does not contain any constituents foreign to the supply flow, are supplied to a dividing wall column (TWK1) comprising an essentially perpendicular dividing wall TW which divides the inside of the column into a supply region (A1), a delivery region (B1), an upper common column region (C1), and a lower common column region (D1). A bottom flow (III) containing pure trioxane and a lateral flow (IV) containing pure water are removed from the delivery region (B1), at the first dividing wall column (TWK1).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2006/018302 A1



GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Abtrennung von Rein-Trioxan aus einem Einsatzstrom (I), enthaltend Trioxan in einem Massenanteil von mindestens 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Einsatzstromes (I), und daneben Formaldehyd und Wasser, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom I sowie ein weiterer wasserhaltiger Strom (II), der keine Einsatzstrom-fremden Komponenten enthält, einer Trennwandkolonne (TWK1) mit einer im Wesentlichen senkrecht angeordneten Trennwand TW, die den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich (A1), einen Entnahmebereich (B1), einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (C1) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (D1) aufteilt, zugeführt werden, und dass aus der ersten Trennwandkolonne (TWK1) ein Sumpfstrom (III), enthaltend Rein-Trioxan und ein Seitenstrom (IV) auf dem Entnahmebereich (B1), enthaltend reines Wasser, abgezogen werden.

Verfahren zur destillativen Abtrennung von Rein-Trioxan

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Abtrennung von Rein-Trioxan aus einem Einsatzstrom, enthaltend Trioxan, Formaldehyd und Wasser.

10 Trioxan wird in der Regel durch Reaktivdestillation von wässriger Formaldehydlösung in Gegenwart saurer Katalysatoren hergestellt. Aus dem neben Trioxan Formaldehyd und Wasser enthaltenden Destillat wird anschließend das Trioxan mit halogenierten Kohlenwasserstoffen, wie Methylenchlorid oder 1,2-Dichlorethan, oder anderen, mit Wasser nicht mischbaren Lösungsmitteln, extrahiert.

15 Die DE-A 1 668 867 beschreibt ein Verfahren zur Abtrennung von Trioxan aus Wasser, Formaldehyd und Trioxan enthaltene Gemischen durch Extraktion mit einem organischen Lösungsmittel. Dabei wird eine aus zwei Teilstrecken bestehende Extraktionsstrecke an einem Ende mit einem üblichen organischen, mit Wasser praktisch nicht mischbaren Extraktionsmittel für Trioxan beschickt, am anderen Ende mit Wasser.
20 Zwischen den beiden Teilstrecken wird das zu trennende Destillat der Trioxan-Synthese zugeführt. Auf der Seite der Lösungsmittelzuführung wird dann eine wässrige Formaldehydlösung und auf der Seite der Wasserzuführung eine praktisch formaldehydfreie Lösung von Trioxan in dem Lösungsmittel erhalten. In einem Beispiel wird das bei der Trioxan-Synthese entstandene Destillat aus 40 Gew.-% Wasser, 35 Gew.-%
25 Trioxan und 25 Gew.-% Formaldehyd in den Mittelteil einer Pulsationskolonne eingebracht, am oberen Kolonnenende Methylenchlorid und am unteren Kolonnenende Wasser zugeführt. Dabei wird am unteren Kolonnenende eine etwa 25 gew.-%ige Lösung von Trioxan in Methylenchlorid und am oberen Kolonnenende eine etwa 30 gew.-%ige wässrige Formaldehydlösung erhalten.

30

Nachteil dieser Verfahrensweise ist der Anfall an Extraktionsmittel, welches aufgereinigt werden muss. Bei den verwendeten Extraktionsmitteln handelt es sich zum Teil um Gefahrenstoffe (T oder T⁺-Stoffe im Sinne der deutschen Gefahrstoffverordnung), deren Handhabung besondere Vorsichtsmaßnahmen erfordert.

35

Die DE-A 197 32 291 beschreibt ein Verfahren zur Abtrennung von Trioxan aus einem wässrigen Gemisch, das im Wesentlichen aus Trioxan, Wasser und Formaldehyd besteht, bei dem man dem Gemisch Trioxan durch Pervaporation entzieht und das an Trioxan angereicherte Permeat durch Rektifikation in Trioxan und ein azeotropes Gemisch aus Trioxan, Wasser und Formaldehyd trennt. In dem Beispiel wird ein wässriges Gemisch bestehend aus 40 Gew.-% Trioxan, 40 Gew.-% Wasser und 20 Gew.-%

40

Formaldehyd in einer ersten Destillationskolonne unter Normaldruck in ein Wasser/Formaldehyd-Gemisch und in ein azeotropes Trioxan/Wasser/Formaldehyd-Gemisch getrennt. Das azeotrope Gemisch wird in eine Pervaporationseinheit geleitet, welche eine Membran aus Polydimethylsiloxan mit einem hydrophoben Zeolithen enthält. Das mit Trioxan angereicherte Gemisch wird in einer zweiten Destillationskolonne unter Normaldruck in Trioxan und wiederum in ein azeotropes Gemisch aus Trioxan, Wasser und Formaldehyd aufgetrennt. Dieses azeotrope Gemisch wird vor die Pervaporationsstufe zurückgeführt.

10 Nachteilig an dieser Verfahrensweise sind die sehr hohen Investitionen für die Pervaporationseinheit.

Aus der nicht vorveröffentlichten deutschen Patentanmeldung DE 103 61 516/ ist ein Verfahren zur destillativen Abtrennung von Trioxan aus Trioxan/Formaldehyd/Wasser-Gemischen bekannt, das ohne Extraktions- oder Pervaporationsschritte auskommt. Das Verfahren benötigt jedoch für die Abtrennung von reinem Trioxan und reinem Wasser aus dem Produktgemisch aus einem Trioxan-Synthesereaktor eine Anlage mit drei Destillationskolonnen.

20 Es war demgegenüber Aufgabe der Erfindung, dieselbe Trennaufgabe, d.h. die Abtrennung von Rein-Trioxan und von reinem Wasser aus einem Trioxan/Formaldehyd/Wasser-Gemisch mit einer geringen Anzahl an Trennkolonnen und entsprechend mit niedrigeren Investitions- und Betriebskosten zu gewährleisten.

25 Die Aufgabe wird durch ein Verfahren zur destillativen Abtrennung von Rein-Trioxan aus einem Einsatzstrom, enthaltend Trioxan in einem Massenanteil von mindestens 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Einsatzstromes und daneben Formaldehyd und Wasser, gelöst, das dadurch gekennzeichnet ist, dass der Einsatzstrom sowie ein weiterer wasserhaltiger Strom, der keine Einsatzstrom-fremden Komponenten enthält, einer ersten Trennwandkolonne mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand, die den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich, einen Entnahmebereich, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich aufteilt, zugeführt werden, und dass aus der ersten Trennwandkolonne ein Sumpfstrom, enthaltend Rein-Trioxan und ein Seitenstrom aus dem Entnahmebereich, enthaltend reines Wasser, abgezogen werden.

Es wurde gefunden, dass es möglich ist, ein Trioxan/Formaldehyd/Wasser-Einsatzgemisch, vorausgesetzt, dieses enthält einen relativ hohen Gewichtsanteil von mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt von 60 bis 80 Gew.-% Trioxan, in einer einzigen Kolonne unter Erhalt von Rein-Trioxan und reinem Wasser aufzutrennen.

Dabei wird als Rein-Trioxan vorliegend ein Strom verstanden, der mindestens 97,5 Gew.-%, bevorzugt mindestens 99 Gew.-%, oder 99,9 Gew.-% Trioxan enthält und als reines Wasser ein Strom mit einem Wassergehalt von mindestens 95,0 Gew.-%, bevorzugt von mindestens 99,0 Gew.-%.

5

Als Reinst-Trioxan wird ein Strom bezeichnet, der mindestens 99,95 Gew.-% oder 99,96 Gew.-% oder auch 99,99 Gew.-% Trioxan enthält.

10 Indem ein weiterer wasserhaltiger, keine Einsatzstrom-fremden Komponenten enthaltender Strom zugeführt wird, ist es möglich, die vom Azeotrop der Binärseite Trioxan/Wasser in Richtung des leichtestsiedenden ternären Azeotrops Trioxan/Formaldehyd/Wasser verlaufende Grenzdestillationslinie in Richtung reinen Wassers zu überschreiten.

15 Im erfindungsgemäßen Trennverfahren wird eine Trennwandkolonne eingesetzt, d.h. eine Destillationskolonne mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand, die in Teilbereichen der Kolonne eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindert und die den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich, einen Entnahmebereich, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich und einen unteren
20 gemeinsamen Kolonnenbereich auftrennt.

Trennwandkolonnen sind bekannt und beispielsweise in EP-A 0 122 367, EP-A 0 126 288 oder EP-A 0 133 510 beschrieben.

25 In einer wirtschaftlich vorteilhaften Ausführungsform wird die Trennwand nicht in die Kolonne eingeschweißt, sondern in Form von lose gesteckten und adäquat abgedichteten Teilsegmenten ausgestaltet.

30 Die lose Trennwand weist vorteilhaft interne Mannlöcher oder herausnehmbare Segmente auf, die es erlauben, innerhalb der Kolonne von einer Seite der Trennwand auf die andere Seite derselben zu gelangen.

35 In einer Ausführungsform kann die Flüssigkeitsverteilung in den einzelnen Teilbereichen der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne gezielt ungleichmäßig eingestellt werden. Insbesondere kann die Flüssigkeit im Verstärkungsteil des Zuführbereichs und/oder des Entnahmebereichs verstärkt im Wandbereich und im Abtriebsteil des Zuführbereiches und/oder des Entnahmebereiches reduziert im Wandbereich der Trennwand aufgegeben werden.

40

Auf den Zuführbereich der ersten Trennwandkolonne, bevorzugt im mittleren Teil derselben, wird ein Trioxan/Formaldehyd/Wasser-Einsatzstrom, enthaltend mindestens 50 Gew.-% Trioxan, bezogen auf das Gesamtgewicht des Einsatzstromes, aufgegeben.

5 Bevorzugt setzt sich der Einsatzstrom wie folgt zusammen: 60 bis 80 Gew.-% Trioxan, 10 bis 30 Gew.-% Wasser, 3 bis 20 Gew.-% Formaldehyd und gegebenenfalls daneben noch bis 15 Gew.-% Leichtsieder, ausgewählt aus einem oder mehreren der nachfolgend aufgeführten Stoffe: Methylformiat, Methylal, Dimethoxydimethylether, Methanol, Ameisensäure sowie weitere Halb- und Vollacetale.

10

Der ersten Trennwandkolonne wird darüber hinaus ein weiterer wasserhaltiger Strom zugeführt, der keine Einsatzstrom-fremden Komponenten enthält, und dessen Wassergehalt bevorzugt mindestens 10 Gew.-%, insbesondere mindestens 50 Gew.-%, beträgt.

15

Vorteilhaft kann der Einsatzstrom durch Aufkonzentrieren eines Roh-Trioxan-Stromes, der als Reaktorausstrag aus einem Trioxan-Synthesereaktor anfällt, durch Abtrennung von Leichtsiedern und Schwersiedern auf einen Trioxangehalt von mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt von mindestens 60 Gew.-%, weiter bevorzugt von mindestens 70

20

Das vorliegende Verfahren ist nicht eingeschränkt bezüglich der konkreten Verfahrensführung im Trioxan-Synthesereaktor. Der in der Trioxansynthese anfallende Roh-Trioxan-Strom weist im Allgemeinen die nachfolgende Zusammensetzung auf: 55 bis

25 85 Gew.-% Formaldehyd, 15 bis 35 Gew.-% Wasser, 1,0 bis 30 Gew.-% Trioxan und daneben Leichtsieder und Schwersieder. Vorliegend werden als Leichtsieder Substanzen bezeichnet, deren Siedepunkt niedriger liegt als der Siedepunkt von reinem Trioxan und als Schwersieder Substanzen, deren Siedepunkt höher liegt als der Siedepunkt von reinem Trioxan. Leichtsieder sind vorliegend insbesondere Methylal, Methanol und Methylformiat und Schwersieder insbesondere Dimethoxydimethylether und

30 Ameisensäure.

30

Der Roh-Trioxan-Strom wird bevorzugt einer Trennwandkolonne im Zuführbereich derselben zugeführt und aus dem Entnahmebereich derselben ein an Trioxan aufkonzentrierter Seitenstrom abgezogen, der als Einsatzstrom in die erste Trennwandkolonne

35 geführt wird.

35

In der zweiten Trennwandkolonne werden über Kopf Leichtsieder abgetrennt und über Sumpf ein Schwersieder enthaltender Strom, der bevorzugt in den Trioxan-

40 Synthesereaktor recycelt wird.

40

Der Sumpfstrom aus der zweiten Trennwandkolonne enthält im Allgemeinen weniger als 1 Gew.-%, bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% Trioxan, besonders bevorzugt weniger als 0,01 Gew.-% Trioxan. Der Sumpfstrom setzt sich beispielsweise wie folgt zusammen: 65 bis 85 Gew.-% Formaldehyd, 15 bis 35 Gew.-% Wasser und 0 bis 1 Gew.-% Trioxan.

Die zweite Trennwandkolonne zur Aufkonzentrierung des Roh-Trioxan-Stromes wird bevorzugt bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,10 bis 5,0 bar absolut, insbesondere bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,50 bis 2,50 bar absolut, betrieben.

Die erste Trennwandkolonne, aus der man Rein-Trioxan und reines Wasser abtrennt, wird vorteilhaft bei einem höheren Kopfdruck als die zweite Trennwandkolonne, und zwar bei einem um 0,1 bis 15,0 bar höheren Kopfdruck als der Kopfdruck der zweiten Trennwandkolonne, betrieben.

Die erste und/oder die zweite Trennwandkolonne werden bevorzugt in der Weise ausgelegt, dass die Zahl der theoretischen Trennstufen jeweils zwischen 4 und 90, bevorzugt zwischen 15 und 60, liegt.

Hierbei beträgt die Summe der Zahl der theoretischen Trennstufen im Zuführbereich bevorzugt 80 bis 120%, weiter bevorzugt 90 bis 100% der Summe der Zahl der Trennstufen im Entnahmebereich der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne.

Bevorzugt sind die theoretischen Trennstufen in der ersten Trennwandkolonne und/oder in der zweiten Trennwandkolonne auf die einzelnen Kolonnenbereiche wie folgt aufgeteilt:

- 1 bis 50%, bevorzugt 5 bis 50% der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen auf den oberen gemeinsamen Kolonnenbereich,
- jeweils 1 bis 75%, bevorzugt 5 bis 50% der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen auf den Verstärkungsteil des Zulaufbereichs und/oder den Abtriebsteil des Zulaufbereichs und/oder den Verstärkungsteil des Entnahmebereichs und/oder den Abtriebsteil des Entnahmebereichs und
- 1 bis 50%, bevorzugt 5 bis 50% der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen auf den unteren gemeinsamen Kolonnenbereich.

In der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne können die Zuführstellen für den jeweiligen Einsatzstrom beziehungsweise die Entnahmestellen für den jeweiligen Seitenabzugsstrom vorzugsweise wie folgt positioniert werden:

40

Die Zuführstelle für den Einsatzstrom in den Zuführbereich der ersten Trennwandkolonne beziehungsweise für den Reaktorausstrag aus einem Trioxan-Synthesereaktor in den Zuführbereich der zweiten Trennwandkolonne sind jeweils von der Seitenabzugsstelle aus dem Entnahmebereich der ersten Trennwandkolonne beziehungsweise der
5 Seitenabzugsstelle aus dem Entnahmebereich der zweiten Trennwandkolonne auf unterschiedlicher Höhe in der Trennwandkolonne, insbesondere um 1 bis 20, bevorzugt um 1 bis 10 theoretische Trennstufen beabstandet, angeordnet.

Bevorzugt ist der Zuführbereich und/oder der Entnahmebereich der ersten Trennwandkolonne und/oder der zweiten Trennwandkolonne ganz oder teilweise mit geordneten
10 Packungen oder Füllkörpern bestückt. Vorteilhaft ist die Trennwand in den mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückten Bereichen wärmeisolierend ausgeführt.

Der Seitenentnahmestrom kann in der ersten wie auch in der zweiten Trennwandkolonne sowohl flüssig als auch gasförmig abgezogen werden.
15

Die Aufteilung des Brüdenstromes am unteren Ende der Trennwand in der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne kann einer natürlichen Verteilung unterliegen.

In einer Verfahrensalternative kann der Brüdenstrom am unteren Ende der Trennwand der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne durch die Wahl und/oder Dimensionierung der Trenneinbauten und/oder durch den Einbau Druckverlust erzeugender
20 Vorrichtungen, insbesondere von Blenden, so eingestellt werden, dass das Verhältnis des Brüdenstromes im Zulaufbereich zum Brüdenstrom im Entnahmebereich 0,5 bis 1,5, bevorzugt 0,9 bis 1,1, beträgt.
25

Bevorzugt kann die aus dem oberen gemeinsamen Kolonnenbereich der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne ablaufende Flüssigkeit in einem innerhalb oder außerhalb der Trennwandkolonne angeordneten Auffangraum gesammelt und
30 durch eine Festeinstellung oder Regelung am oberen Ende der Trennwand so aufgeteilt werden, dass das Verhältnis des Flüssigkeitsstromes zum Zulaufbereich zum Flüssigkeitsstrom zum Entnahmebereich 0,1 bis 1,0, bevorzugt 0,25 bis 0,8, beträgt.

Vorteilhaft kann die Flüssigkeit auf den Zulaufbereich über eine Pumpe gefördert oder
35 über eine statische Zulaufhöhe von mindestens 1 m mengengeregelt aufgegeben werden, bevorzugt über eine Kaskadenregelung in Verbindung mit der Flüssigkeitsstandregelung des Auffangraumes, wobei die Regelung so eingestellt wird, dass die auf den Zulaufbereich aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30% ihres Normalwertes sinken kann.

40

Die über den Seitenabzug des Entnahmebereiches entnommene Flüssigkeitsmenge kann vorteilhaft so geregelt werden, dass die auf den Verstärkungsteil des Entnahmebereiches aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30% ihres Normalwertes sinken kann.

5

In einer Ausführungsform können in der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne am oberen und am oberen Ende der Trennwand Probenahmemöglichkeiten vorgesehen sein, die es ermöglichen, aus der Trennwandkolonne kontinuierlich oder in zeitlichen Abständen flüssig oder gasförmig Proben zu entnehmen und hinsichtlich ihrer Zusammensetzung, bevorzugt gaschromatographisch, zu untersuchen.

10

Das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand in der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne kann vorteilhaft so eingestellt werden, dass die Konzentration an denjenigen hochsiedenden Komponenten, für die im Seitenabzug ein bestimmter Grenzwert für die Konzentration nicht überschritten werden soll, in der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand 5 bis 75%, bevorzugt 5 bis 50% des Grenzwertes im Seitenabzug beträgt und dass die Flüssigkeitsaufteilung am oberen Ende der Trennwand so eingestellt wird, dass bei höheren Gehalten an hochsiedenden Komponenten mehr Flüssigkeit und bei niedrigeren Gehalten an hochsiedenden Komponenten weniger Flüssigkeit auf den Zulaufbereich geleitet wird.

15

20

Vorteilhaft wird die Konzentration an leichtsiedenden Komponenten, für die im Seitenstrom ein bestimmter Grenzwert nicht überschritten werden soll, am unteren Ende der Trennwand auf 10 bis 99%, bevorzugt auf 25 bis 97,5% des für den Seitenstrom vorgegebenen Grenzwertes eingestellt und die Heizleistung des Sumpfordampfers in der Weise geregelt, dass bei einem höheren Gehalt an leichtsiedenden Komponenten die Heizleistung erhöht und bei einem niedrigeren Gehalt an leichtsiedenden Komponenten die Heizleistung verringert wird.

25

30

Die Entnahme des Kopfstromes aus der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne kann vorteilhaft temperaturgeregelt erfolgen, wobei als Messtemperatur eine Messstelle im oberen gemeinsamen Kolonnenbereich der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne verwendet wird, die um 1 bis 25, bevorzugt um 1 bis 10 theoretische Trennstufen unterhalb des oberen Endes der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne angeordnet ist.

35

Die Entnahme des Sumpfproduktes aus der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne kann vorteilhaft temperaturgeregelt erfolgen, wobei als Regeltemperatur eine Messstelle im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne verwendet wird, die um 1 bis 25, bevorzugt um 2 bis 15 theoretische

40

Trennstufen oberhalb des unteren Endes der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne angeordnet ist.

5 Bevorzugt kann die Entnahme des Seitenstromes aus dem Entnahmebereich der ersten und/oder zweiten Trennwandkolonne standgeregelt erfolgen, und der Flüssigkeitsstand im Sumpfverdampfer verwendet werden.

10 Anstelle der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne kann eine äquivalente Anordnung von zwei thermisch gekoppelten Kolonnen verwendet werden, wobei bevorzugt jede der thermisch gekoppelten Kolonnen mit jeweils einem eigenen Verdampfer und einem eigenen Kondensator ausgestattet ist.

15 Die thermisch gekoppelten Kolonnen können bei unterschiedlichen Drücken betrieben werden. Vorteilhaft werden in den Verbindungsströmen zwischen den beiden thermisch gekoppelten Kolonnen nur Flüssigkeiten gefördert.

20 Der Sumpfstrom aus der ersten der thermisch gekoppelten Kolonnen kann in einem zusätzlichen Verdampfer teilweise oder vollständig verdampft und anschließend der zweiten der thermisch gekoppelten Kolonnen zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt werden.

25 Der Einsatzstrom kann teilweise oder vollständig vorverdampft und der ersten Trennwandkolonne oder der ersten der thermisch gekoppelten Kolonnen zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt werden.

30 In einer weiteren bevorzugten Verfahrensvariante wird lediglich eine einzige Trennwandkolonne eingesetzt, die der vorstehend beschriebenen ersten Trennwandkolonne entspricht und der somit der vorstehend beschriebene Einsatzstrom, enthaltend mindestens 50 Gew.-% Trioxan, bezogen auf das Gesamtgewicht des Einsatzstromes, bevorzugt im mittleren Bereich, zugeführt wird.

35 Zusätzlich zu den vorstehenden Ausführungen zum Erhalt dieses Einsatzstromes für die Trennwandkolonne sind auch die nachfolgend beschriebenen Verfahrensführungen möglich:

40 Der Reaktionsaustrag aus dem Trioxan-Synthesereaktor wird einer ersten Destillationskolonne mit mindestens 2, bevorzugt 2 bis 50 theoretischen Trennstoffen zugeführt, die bei einem Kopfdruck zwischen 0,1 und 2 bar absolut, bevorzugt 0,5 bis 2 bar absolut, beispielsweise 1 bar absolut, betrieben wird. Der Abtriebsteil umfasst im Allgemeinen mindestens 25 % der Gesamtzahl der theoretischen Trennstoffe der Kolonne, bevorzugt 50 bis 90 %. Der Zuführstrom zur ersten Destillationskolonne, der der Reaktor-

5 austrag aus einem vorgelagerten Trioxan-Synthesereaktor ist, enthält im Allgemeinen 35 bis 80 Gew.-% Formaldehyd, 25 bis 45 Gew.-% Wasser und 1 bis 30 Gew.-% Trioxan. Dieses Gemisch wird in der ersten Destillationskolonne in einen Strom aus dem unteren Bereich der ersten Destillationskolonne, insbesondere einen Sumpfstrom und
10 einen Strom aus dem oberen Bereich der ersten Destillationskolonne, insbesondere einen Kopfstrom, aufgetrennt. Der Strom aus dem unteren Bereich der ersten Destillationskolonne enthält im Allgemeinen 51 bis 80 Gew.-% Formaldehyd, 20 bis 49 Gew.-% Wasser und 0 bis 1 Gew.-% Trioxan und wird vorzugsweise in den Trioxan-Synthesereaktor recycelt. Der Strom aus dem oberen Bereich der ersten Destillationskolonne enthält im Allgemeinen 1 bis 15 Gew.-% Formaldehyd, 15 bis 35 Gew.-% Wasser und 60 bis 80 Gew.-% Trioxan und wird einer zweiten Destillationskolonne zur Abtrennung von Leicht siedern zugeführt.

15 Der Trioxan-Synthesereaktor kann auch mit der ersten Destillationskolonne in einer Reaktivdestillationskolonne zusammengefasst sein. Diese kann im Abtriebsteil ein Katalysator-Festbett aus einem heterogenen Katalysator enthalten. Alternativ kann die Reaktivdestillation auch in Gegenwart eines homogenen Katalysators durchgeführt werden.

20 Der Kopfstrom aus der ersten Destillationskolonne wird vorzugsweise einer zweiten Destillationskolonne zur Abtrennung von Leicht siedern zugeführt. Übliche Leicht siedler, die bei der Trioxan-Synthese und der nachfolgenden destillativen Trennung gebildet werden können, sind Methylformiat, Methylal, Dimethoxydimethylether, Trimethoxydimethylether, Methanol, Ameisensäure sowie weitere Halb- und Vollacetale. Die Leicht
25 siedler werden vorzugsweise über den Kopf der zweiten Destillationskolonne, welche vorzugsweise bei einem Druck von 1 bis 2 bar betrieben wird, abgetrennt. Im Allgemeinen weist die Leichtsieder-Abtrennkolonne mindestens 5 theoretische Trennstufen, vorzugsweise 15 bis 50 theoretische Trennstufen auf. Vorzugsweise umfasst der Abtriebsteil dieser Kolonne 25 bis 90 % der theoretischen Trennstufen dieser Kolonne.

30 Um besonders strenge Spezifikationsanforderungen zu erfüllen, d. h. für den Erhalt von Trioxan mit einem Reinheitsgrad entsprechend den eingangs definierten Mindestgehalten für Reinst-Trioxan, ist es möglich, den Rein-Trioxanstrom einer weiteren dritten Destillationskolonne zuzuführen, die die Funktion einer Reinstkolonne hat und worin
35 gegenüber Trioxan schwersiedende Komponenten abgetrennt werden. Die Trioxan-Reinstkolonne kann insbesondere mit 5 bis 20 theoretischen Trennstufen ausgelegt sein und bei Atmosphärendruck oder auch bei Unter- oder Überdruck gegenüber dem Atmosphärendruck betrieben werden.

40 Bezüglich der einsetzbaren trennwirksamen Einbauten gibt es keine Einschränkungen.

Die Trioxan-Reinstkolonne ist insbesondere mit Abtriebs- und Verstärkungsteil ausgestattet, es kann sich jedoch auch um eine reine Abtriebskolonne ohne Verstärkungsteil handeln.

- 5 Aus der Trioxan-Reinstkolonne wird aus dem oberen Bereich derselben, bevorzugt vom Kopf, ein Reinst-Trioxan enthaltender Strom abgezogen, in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im Übrigen als Wertprodukt-Strom abgezogen. Der Sumpfstrom aus der Trioxan-Reinstkolonne, der noch gegenüber Trioxan schwersiedende Komponenten ent-
- 10 hält, wird vorzugsweise in den Trioxan-Synthesereaktor recycelt.

Das erhaltene Rein-Trioxan bzw. Reinst-Trioxan wird vorzugsweise zur Herstellung von Polyoxymethylen, Polyoxymethylenderivaten wie Polyoxymethylendimethylether und Diaminodiphenylmethan verwendet.

15

Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung sowie eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Es zeigen:

20

Figur 1 die schematische Darstellung einer Anlage zur Durchführung einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens und

25

Figur 2 die schematische Darstellung einer Anlage zur Durchführung einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens.

30

Die in Figur 1 dargestellte Anlage weist zwei Trennwandkolonnen, TWK 1 und TWK2 auf, jeweils mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand, TW 1 und TW 2, die den Kolonneninnenraum jeweils in einen Zuführbereich, A1, A2, einen Entnahmebereich, B1, B2, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich C1, C2 und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich D1, D2, aufteilen. Die Trennwandkolonnen TWK1 und TWK2 weisen jeweils Sumpfvverdampfer und Kondensatoren am Kolonnenkopf auf. Der zweiten Trennwandkolonne TWK 2 ist ein Trioxan-Synthesereaktor R vorgeschaltet.

35

40

Eine Formaldehyd-reiche wässrige Lösung wird dem Trioxan-Synthesereaktor zugeführt, der als Verdampfer, Rührbehälter, Fest- oder Fließbettreaktor ausgebildet ist. Aus dem Trioxan-Synthesereaktor wird ein Trioxan/Formaldehyd/Wasser-Gemisch VI abgezogen, mit dem Rückführstrom VII, der als Kopfstrom aus der ersten Trennwandkolonne TWK1 erhalten wird, vereinigt und auf den Zuführbereich A2 der zweiten Trennwandkolonne TWK2 aufgegeben. In der zweiten Trennwandkolonne TWK2 wird

ein formaldehydreicher Sumpfabzugsstrom V erhalten, der in den Trioxan-Synthesereaktor R recyclet wird, sowie ein Seitenstrom, der als Einsatzstrom I auf den Zufuhrbereich A1 der ersten Trennwandkolonne TWK1 aufgegeben wird.

- 5 Der ersten Trennwandkolonne TWK1 wird darüber hinaus ein weiterer wasserhaltiger Strom II an einer geeigneten Stelle derselben zugeführt.

Aus der ersten Trennwandkolonne TWK1 wird ein Sumpfstrom III, enthaltend Rein-Trioxan und ein Seitenabzugsstrom IV, enthaltend reines Wasser, abgezogen.

10

Nach der in Figur 2 dargestellten, besonders bevorzugten Verfahrensvariante wird ein formaldehydreicher, wässriger Strom 1, mit einem Formaldehydgehalt von üblicherweise 50 bis 80 Gew.%, dem Trioxan-Synthesereaktor R zugeführt, der als Verdampfer, Rührbehälter, Fest- oder Fließbettreaktor ausgebildet ist. Das den Trioxan-Synthesereaktor R verlassende Trioxan/Formaldehyd/Wasser-Gemisch 2 wird der ersten Destillationskolonne K1 zugeführt und darin in einen Sumpfstrom 3, enthaltend Formaldehyd und Wasser, sowie einen Kopfstrom 4, enthaltend Formaldehyd, Wasser und Trioxan, aufgetrennt. Der Sumpfstrom 3 wird in den Trioxan-Synthesereaktor R recyclet.

20

Der Kopfstrom 4 wird in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne K1 aufgegeben und im übrigen einer zweiten Kolonne K2 zur Abtrennung von Leichtsiedern zugeführt. Aus der Kolonne K2 wird ein Kopfstrom 5, enthaltend Leichtsieder, unter anderem Methylformiat, Methylal, Dimethoxydimethylether und Methanol, abgezogen, in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im übrigen ausgeschleust. Der Sumpfstrom 6 aus der Leichtsieder-Abtrennkolonne K2 wird einer ersten Trennwandkolonne TWK1 zugeführt, die wie zu Figur 1 beschrieben, aufgebaut ist und aus der ein Kopfstrom 7 abgezogen wird, der in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die erste Trennwandkolonne TWK1 aufgegeben und im übrigen in die erste Destillationskolonne K1 recyclet wird. Aus dem Entnahmebereich B1 der Trennwandkolonne TWK1 wird ein Seitenabzugsstrom 8, entsprechend dem Seitenabzugsstrom IV der in Figur 1 dargestellten Verfahrensvariante abgezogen, sowie ein Sumpfstrom 9, enthaltend Rein-Trioxan, der dem Sumpfstrom III aus der in Figur 1 dargestellten Verfahrensvariante entspricht. Der Sumpfstrom 9 aus der Trennwandkolonne TWK1 wird einer dritten Destillationskolonne K3 zugeführt, und darin in einen Kopfstrom 10, enthaltend Reinst-Trioxan, sowie einen Sumpfstrom 11 aufgetrennt, der in den Trioxan-Synthesereaktor R recyclet wird.

40

Ein wasserreicher Strom 12 wird der Trennwandkolonne TWK1 sowie der Destillationskolonne K1, jeweils an einer geeigneten Stelle derselben, zugeführt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur destillativen Abtrennung von Rein-Trioxan aus einem Einsatzstrom (I), enthaltend Trioxan in einem Massenanteil von mindestens 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Einsatzstromes (I), und daneben Formaldehyd und Wasser, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom (I) sowie ein weiterer wasserhaltiger Strom (II), der keine Einsatzstrom-fremden Komponenten enthält, einer Trennwandkolonne (TWK1) mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand (TW), die den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich (A1), einen Entnahmebereich (B1), einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (C1) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (D1) aufteilt, zugeführt werden, und dass aus der ersten Trennwandkolonne (TWK1) ein Sumpfstrom (I-II), enthaltend Rein-Trioxan und ein Seitenstrom (IV) aus dem Entnahmebereich (B1), enthaltend reines Wasser, abgezogen werden.
5
10
15
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom (I) 60 bis 80 Gew.-% Trioxan, 10 bis 30 Gew.-% Wasser, 3 bis 20 Gew.-% Formaldehyd und gegebenenfalls daneben noch bis zu 15 Gew.-% Leichtsiedern, ausgewählt aus einem oder mehreren der nachfolgend aufgeführten Stoffe: Methylformiat, Methylal, Dimethoxydimethylether, Methanol, Ameisensäure sowie weitere Halb- und Vollacetale enthält.
20
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der weitere wasserhaltige Strom (II) mindestens 10 Gew.-% Wasser, bevorzugt mindestens 50 Gew.-% Wasser, enthält.
25
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom (I) durch Aufkonzentrieren eines Roh-Trioxan-Stromes, der als Reaktorausstrag aus einem Trioxan-Synthesereaktor (R) anfällt, durch Abtrennung von Leichtsiedern und Schwersiedern, auf einen Trioxan-Gehalt von mindestens 50 Gew.-%, bevorzugt von mindestens 60 Gew.-%, weiter bevorzugt von mindestens 70 Gew.-%, erhalten wird.
30
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom (I) als Seitenabzugsstrom aus einer zweiten Trennwandkolonne (TWK2) gewonnen wird.
35
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Sumpfstrom (V) aus der zweiten Trennwandkolonne (TWK2), enthaltend Schwersieder, in den Trioxan-Synthesereaktor (R) recycelt wird.
40

- 5 7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Kopfdruck der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) im Bereich von 0,10 bis 5,0 bar absolut, bevorzugt im Bereich von 0,50 bis 2,50 bar absolut, liegt.
- 10 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Kopfdruck der ersten Trennwandkolonne (TWK1) um 0,1 bis 15,0 bar höher liegt als der Kopfdruck der zweiten Trennwandkolonne (TWK2).
- 15 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Zahl der theoretischen Trennstufen in der ersten Trennwandkolonne (TWK1) und/oder in der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) zwischen 4 und 90, bevorzugt zwischen 15 und 60, liegt.
- 20 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die theoretischen Trennstufen in der ersten Trennwandkolonne (TWK1) und/oder in der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) wie folgt aufgeteilt sind:
- 25 - 1 bis 50%, bevorzugt 5 bis 50% der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen auf den oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (C1, C2),
- jeweils 1 bis 75%, bevorzugt 5 bis 50% der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen auf den Verstärkungsteil des Zulaufbereichs (A1, A2) und/oder den Abtriebsteil des Zulaufbereichs (A1, A2) und/oder den Verstärkungsteil des Entnahmebereichs (B1, B2) und/oder den Abtriebsteil des Entnahmebereichs (B1, B2) und
- 30 - 1 bis 50%, bevorzugt 5 bis 50% der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen auf den unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (D1, D2).
- 35 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuführstelle für den Einsatzstrom (I) in den Zuführbereich (A1) der ersten Trennwandkolonne (TWK1) beziehungsweise für den Reaktorausstrag aus einem Trioxan-Synthesereaktor (R) in den Zuführbereich (A2) der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) jeweils von der Seitenabzugsstelle aus dem Entnahmebereich (B1) der ersten Trennwandkolonne (TWK1) beziehungsweise der Seitenabzugsstelle aus dem Entnahmebereich (B2) der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) auf unterschiedlicher Höhe in der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2), insbesondere um 1 bis 20, bevorzugt um 1 bis 10 theoretische Trennstufen beabstandet, angeordnet sind.
- 40

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Zuführbereich (A1, A2) und/oder der Entnahmebereich (B1, B2) der ersten Trennwandkolonne (TWK1) und/oder der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) ganz oder teilweise mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückt ist und dass die Trennwand (TW1, TW2) in den mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückten Bereichen bevorzugt wärmeisolierend ausgeführt ist.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Brüdenstrom am unteren Ende der Trennwand (TW1, TW2) der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) durch die Wahl und/oder Dimensionierung der Trenneinbauten und/oder durch den Einbau Druckverlust erzeugender Vorrichtungen, insbesondere von Blenden, so aufgeteilt wird, dass das Verhältnis des Brüdenstroms im Zulaufbereich (A1, A2) zum Brüdenstrom im Entnahmebereich (B1, B2) 0,5 bis 1,5, bevorzugt 0,9 bis 1,1, beträgt.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die aus dem oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (C1, C2) der ersten und/oder der zweiten Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) ablaufende Flüssigkeit in einem innerhalb oder außerhalb der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) angeordneten Auffangraum gesammelt und durch eine Festeinstellung oder Regelung am oberen Ende der Trennwand (TW1, TW2) so aufgeteilt wird, dass das Verhältnis des Flüssigkeitsstroms zum Zulaufbereich (A1, A2) zum Flüssigkeitsstrom zum Entnahmebereich (B1, B2) 0,1 bis 1,0, bevorzugt 0,25 bis 0,8, beträgt.
15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit auf den Zulaufbereich (A1, A2) über eine Pumpe gefördert oder über eine statische Zulaufhöhe von mindestens 1 m mengengeregelt aufgegeben wird, bevorzugt über eine Kaskadenregelung in Verbindung mit der Flüssigkeitsstandregelung des Auffangraumes, und dass die Regelung so eingestellt wird, dass die auf den Zulaufbereich (A1, A2) aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30% ihres Normalwertes sinken kann.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die über den Seitenabzug des Entnahmebereichs (B1, B2) entnommene Flüssigkeitsmenge so geregelt wird, dass die auf den Verstärkungsteil des Entnahmebereichs (B1, B2) aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30% ihres Normalwertes sinken kann.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die erste und/oder zweite Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) am oberen und unteren Ende der Trennwand (TW1, TW2) Probenahmemöglichkeiten aufweist, die es ermöglichen, aus der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) kontinuierlich oder in zeitlichen Abständen flüssig oder gasförmig Proben zu entnehmen und hinsichtlich ihrer Zusammensetzung, bevorzugt gaschromatographisch, zu untersuchen.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand (TW1, TW2) so eingestellt wird, dass die Konzentration an denjenigen hochsiedenden Komponenten, für die im Seitenabzug ein bestimmter Grenzwert für die Konzentration nicht überschritten werden soll, in der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand (TW1, TW2) 5 bis 75%, bevorzugt 5 bis 50%, des Grenzwertes im Seitenabzug beträgt, und dass die Flüssigkeitsaufteilung am oberen Ende der Trennwand (TW1, TW2) in der Weise eingestellt wird, dass bei höheren Gehalten an hochsiedenden Komponenten mehr Flüssigkeit und bei niedrigeren Gehalten an hochsiedenden Komponenten weniger Flüssigkeit auf den Zulaufbereich (A1, A2) geleitet wird.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Konzentration an leichtsiedenden Komponenten, für die im Seitenstrom ein bestimmter Grenzwert nicht überschritten werden soll, am unteren Ende der Trennwand (TW1, TW2) auf 10 bis 99%, bevorzugt 25 bis 97,5% des für den Seitenstrom vorgegebenen Grenzwertes eingestellt wird und die Heizleistung des Sumpferdampfers in der Weise eingestellt wird, dass bei dem höheren Gehalt an leichtsiedenden Komponenten die Heizleistung erhöht und bei einem niedrigeren Gehalt an leichtsiedenden Komponenten die Heizleistung verringert wird.
20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Entnahme eines Kopfstromes aus der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) temperaturgeregelt erfolgt und dass als Regeltemperatur eine Messstelle im oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (C1, C2) der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) verwendet wird, die um einer bis 25, bevorzugt um eine bis 10 theoretische Trennstufen unterhalb des oberen Endes der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) angeordnet ist.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Entnahme des Sumpfproduktes (III, V) temperaturgeregelt erfolgt und dass als Regeltemperatur eine Messstelle im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (D1, D2) der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) verwendet wird, die um eine bis 25, bevorzugt um 2 bis 15 theoretische Trennstufen oberhalb des unteren Endes der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) angeordnet ist.
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass die Entnahme des Seitenstromes aus dem Entnahmbereich (B1, B2) der Trennwandkolonne (TWK1, TWK2) standgeregelt erfolgt und dass als Regelgröße der Flüssigkeitsstand im Sumpfverdampfer verwendet wird.
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass anstelle der ersten Trennwandkolonne (TWK1) und/oder der zweiten Trennwandkolonne (TWK2) jeweils eine Zusammenschaltung von zwei thermisch gekoppelten Kolonnen verwendet wird, wobei bevorzugt jede der thermisch gekoppelten Kolonnen mit jeweils einem eigenen Verdampfer und einem eigenen Kondensator ausgestattet ist.
24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass die thermisch gekoppelten Kolonnen bei verschiedenen Drücken betrieben werden und dass in den Verbindungsströmen zwischen den beiden thermisch gekoppelten Kolonnen nur Flüssigkeiten gefördert werden.
25. Verfahren nach Anspruch 23 oder 24, dadurch gekennzeichnet, dass der Sumpfstrom aus der ersten der thermisch gekoppelten Kolonnen in einem zusätzlichen Verdampfer teilweise oder vollständig verdampft und anschließend der zweiten der thermisch gekoppelten Kolonnen zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt wird.
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 25, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom (I) teilweise oder vollständig vorverdampft und der ersten Trennwandkolonne (TWK1) oder der ersten der thermisch gekoppelten Kolonnen zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt wird.

FIG.1

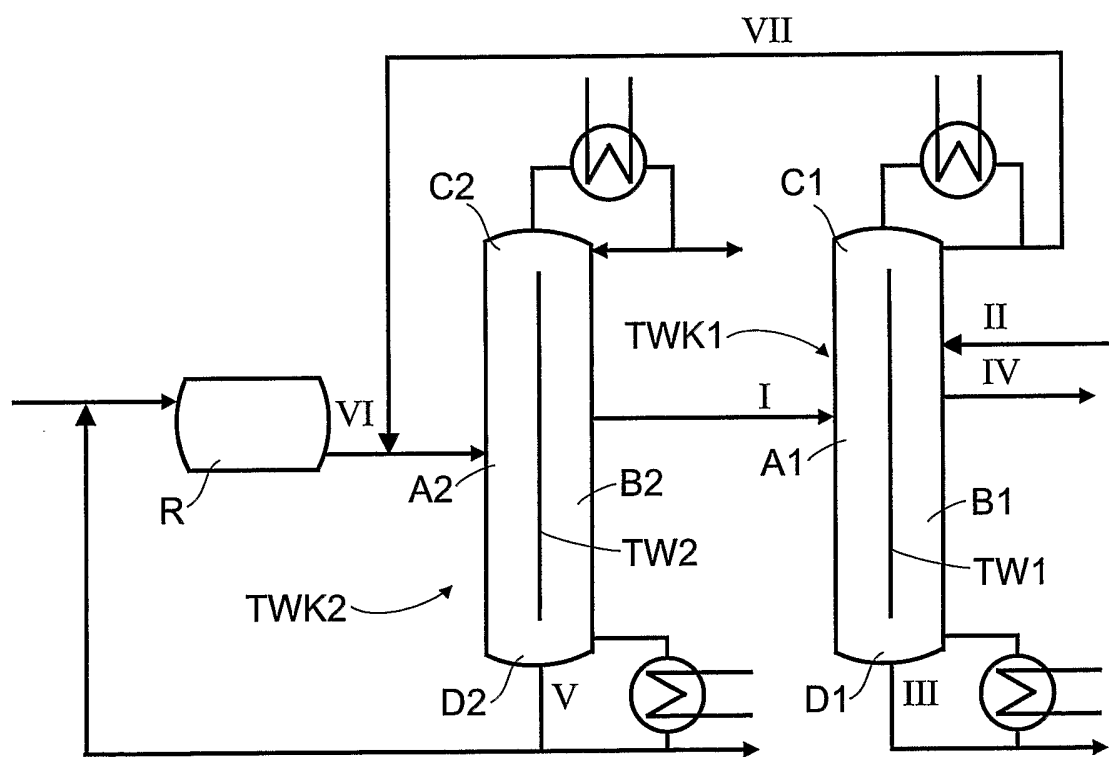
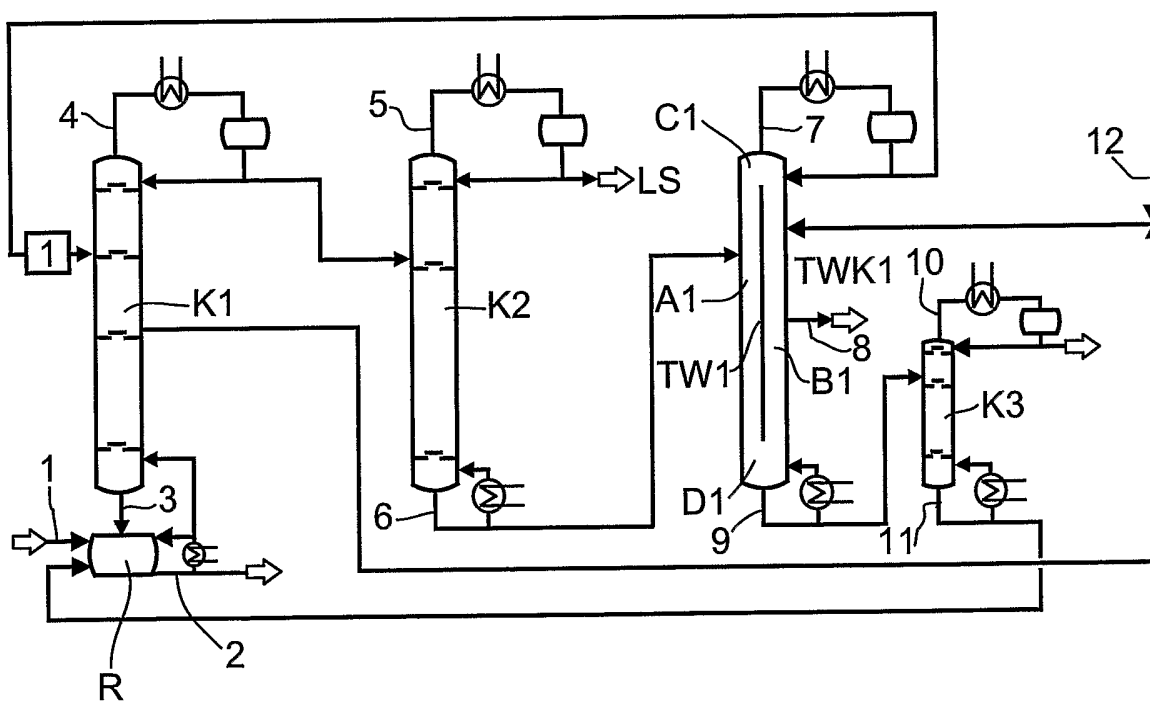


FIG.2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2005/008944

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C07D323/06 B01D3/14		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C07D B01D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, CHEM ABS Data, COMPENDEX		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 1 000 942 A (TICONA GMBH) 17 May 2000 (2000-05-17) claim 1 paragraph '0041!	1-26
A	EP 0 133 669 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT) 6 March 1985 (1985-03-06) claims figure 1	1-26
A	WO 99/05137 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT; FREYHOF, REINHARD; BITTERLICH, STEFAN; VANDEN) 4 February 1999 (1999-02-04) claims	1-26
A	US 5 766 424 A (ARNOLD ET AL) 16 June 1998 (1998-06-16) column 2	1-26
-/--		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
° Special categories of cited documents :		
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search <p style="text-align: center;">3 November 2005</p>		Date of mailing of the international search report <p style="text-align: center;">11/11/2005</p>
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer <p style="text-align: center;">Kollmannsberger, M</p>

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2005/008944

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2003/106786 A1 (KAIBEL GERD ET AL) 12 June 2003 (2003-06-12) claim 1	1-26
A	----- SCHULTZ M A ET AL: "REDUCE COSTS WITH DIVIDING-WALL COLUMNS" CHEMICAL ENGINEERING PROGRESS, AMERICAN INSTITUTE OF CHEMICAL ENGINEERS, PHILADELPHIA, PA, US, vol. 98, no. 5, May 2002 (2002-05), pages 64-71, XP001106017 ISSN: 0360-7275 the whole document	1-26
A	----- KAIBEL G: "DISTILLATION COLUMNS WITH VERTICAL PARTITIONS" CHEMICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY, WEINHEIM, DE, vol. 10, 1987, pages 92-98, XP002939161 ISSN: 0930-7516 the whole document -----	1-26

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2005/008944

Patent document cited in search report	A	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1000942	A	17-05-2000	DE 19851481 A1	11-05-2000
			JP 2000143658 A	26-05-2000
			US 6201136 B1	13-03-2001
EP 0133669	A	06-03-1985	DE 3328126 A1	21-02-1985
			JP 4075913 B	02-12-1992
			JP 60075478 A	27-04-1985
WO 9905137	A	04-02-1999	CN 1264374 A	23-08-2000
			DE 19732291 A1	28-01-1999
			EP 1001954 A1	24-05-2000
			JP 2001510839 T	07-08-2001
			PL 338381 A1	23-10-2000
			US 6200429 B1	13-03-2001
US 5766424	A	16-06-1998	BR 9603115 A	05-05-1998
			CA 2181528 A1	20-01-1997
			CN 1145901 A	26-03-1997
			DE 19526307 A1	23-01-1997
			EP 0754689 A1	22-01-1997
			JP 9031072 A	04-02-1997
US 2003106786	A1	12-06-2003	AU 7239101 A	20-11-2001
			BR 0110477 A	01-04-2003
			CN 1427832 A	02-07-2003
			DE 10021703 A1	08-11-2001
			WO 0185708 A1	15-11-2001
			EP 1280787 A1	05-02-2003
			JP 2003532720 T	05-11-2003
			MX PA02010530 A	10-03-2003
			TW 527353 B	11-04-2003

INTERNATIONAL RESEARCH REPORT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/008944

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 C07D323/06 B01D3/14

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RESEARCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 C07D B01D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, COMPENDEX

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie ^o	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 1 000 942 A (TICONA GMBH) 17. Mai 2000 (2000-05-17) Anspruch 1 Absatz '0041!	1-26
A	EP 0 133 669 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT) 6. März 1985 (1985-03-06) Ansprüche Abbildung 1	1-26
A	WO 99/05137 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT; FREYHOF, REINHARD; BITTERLICH, STEFAN; VANDEN) 4. Februar 1999 (1999-02-04) Ansprüche	1-26
A	US 5 766 424 A (ARNOLD ET AL) 16. Juni 1998 (1998-06-16) Spalte 2	1-26
	-/--	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

^o Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. November 2005

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

11/11/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
 Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Kollmannsberger, M

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 2003/106786 A1 (KAIBEL GERD ET AL) 12. Juni 2003 (2003-06-12) Anspruch 1	1-26
A	----- SCHULTZ M A ET AL: "REDUCE COSTS WITH DIVIDING-WALL COLUMNS" CHEMICAL ENGINEERING PROGRESS, AMERICAN INSTITUTE OF CHEMICAL ENGINEERS, PHILADELPHIA, PA, US, Bd. 98, Nr. 5, Mai 2002 (2002-05), Seiten 64-71, XP001106017 ISSN: 0360-7275 das ganze Dokument	1-26
A	----- KAIBEL G: "DISTILLATION COLUMNS WITH VERTICAL PARTITIONS" CHEMICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY, WEINHEIM, DE, Bd. 10, 1987, Seiten 92-98, XP002939161 ISSN: 0930-7516 das ganze Dokument	1-26

INTERNATIONALE RESEARCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/008944

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1000942	A	17-05-2000	DE 19851481 A1	11-05-2000
			JP 2000143658 A	26-05-2000
			US 6201136 B1	13-03-2001
EP 0133669	A	06-03-1985	DE 3328126 A1	21-02-1985
			JP 4075913 B	02-12-1992
			JP 60075478 A	27-04-1985
WO 9905137	A	04-02-1999	CN 1264374 A	23-08-2000
			DE 19732291 A1	28-01-1999
			EP 1001954 A1	24-05-2000
			JP 2001510839 T	07-08-2001
			PL 338381 A1	23-10-2000
			US 6200429 B1	13-03-2001
US 5766424	A	16-06-1998	BR 9603115 A	05-05-1998
			CA 2181528 A1	20-01-1997
			CN 1145901 A	26-03-1997
			DE 19526307 A1	23-01-1997
			EP 0754689 A1	22-01-1997
			JP 9031072 A	04-02-1997
US 2003106786	A1	12-06-2003	AU 7239101 A	20-11-2001
			BR 0110477 A	01-04-2003
			CN 1427832 A	02-07-2003
			DE 10021703 A1	08-11-2001
			WO 0185708 A1	15-11-2001
			EP 1280787 A1	05-02-2003
			JP 2003532720 T	05-11-2003
			MX PA02010530 A	10-03-2003
			TW 527353 B	11-04-2003