

(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
5. Januar 2006 (05.01.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/000392 A1

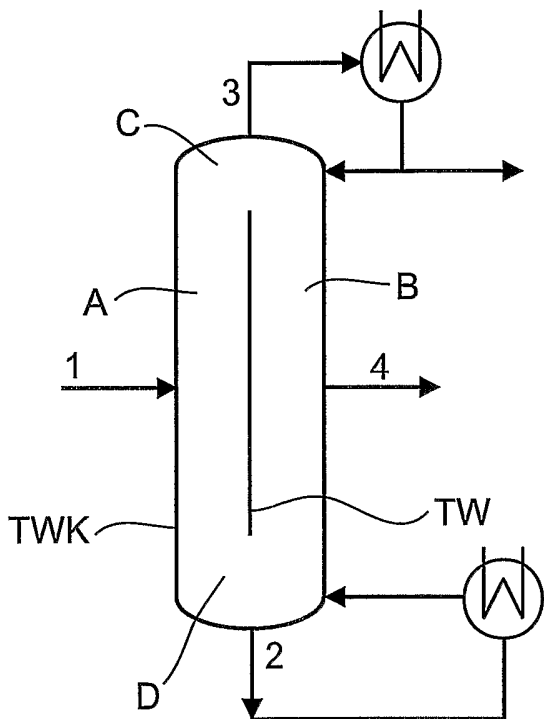
- (51) Internationale Patentklassifikation:
C07C 231/24 (2006.01) C07C 233/05 (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/006732
- (22) Internationales Anmeldedatum:
22. Juni 2005 (22.06.2005)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
10 2004 030 616.8 24. Juni 2004 (24.06.2004) 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): **PESCHEL, Werner** [DE/DE]; Dr.-Kausch-Str. 24, 67251 Freinsheim (DE). **RUST, Harald** [DE/DE]; Dudostr. 57, 67435 Neustadt (DE). **KIRCHNER, Tanja** [DE/DE]; Corneliusstr. 4, 55283 Nierstein (DE).

- (74) **Anwalt: ISENBRUCK, Günter**; ISENBRUCK BÖSL HÖRSCHLER WICHMANN HUHNS, PATENTANWÄ, LTE, 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, 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, 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).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title:** METHOD FOR THE PURIFICATION OF DIMETHYLACETAMIDE (DMAC)

(54) **Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR REINIGUNG VON DIMETHYLACETAMID (DMAC)



(57) **Abstract:** Disclosed is a method for the distillative purification of aqueous raw dimethylacetamide (raw DMAC) containing DMAC as well as low-boiling and high-boiling components. According to the inventive method, the low-boiling and high-boiling components are eliminated in one column or several columns that are mounted in series so as to obtain pure DMAC. The disclosed method is characterized in that the pure DMAC is withdrawn from the single column or the last of several columns as a liquid side stream.

(57) **Zusammenfassung:** Es wird ein Verfahren zur destillativen Reinigung von wasserhaltigem Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAC), enthaltend DMAC, Leichtsieder und Schwertsieder vorgeschlagen, wobei die Leichtsieder und die Schwertsieder unter Erhalt von Rein-DMAC in einer Kolonne der in mehreren hintereinander geschalteten Kolonnen abgetrennt werden, das dadurch gekennzeichnet ist, dass das Rein-DMAC als flüssiger Seitenstrom aus der einen Kolonne oder aus der letzten der mehreren Kolonnen abgezogen wird.

WO 2006/000392 A1



Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

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.

Verfahren zur Reinigung von Dimethylacetamid (DMAc)

Beschreibung

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid. Für Dimethylacetamid wird im Folgenden die abgekürzte Bezeichnung DMAc verwendet.

10 DMAc wird überwiegend als Lösungsmittel eingesetzt, beispielsweise als Lösungsmittel zum Lösungsspinnen von elastischen Polyurethan-Blockcopolymeren, die unter dem Markennamen Spandex[®] oder Lycra[®] bekannt sind, wie auch zur Herstellung von Hohlfasern.

15 Um beim Lösungsspinnen qualitativ hochwertige Fasern erhalten zu können, werden an das hierbei eingesetzte DMAc die nachfolgend aufgeführten Spezifikationsanforderungen gestellt: Wassergehalt < 100 ppm, pH-Wert zwischen 6,5 und 7 und spezifische elektrische Leitfähigkeit < 0,6 $\mu\text{S}/\text{cm}$, oder auch < als 0,2 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Die elektrische Leitfähigkeit des Rein-DMAc wird im Wesentlichen durch seinen Gehalt an Verunreinigungen, wie Säuren, insbesondere Essigsäure und Salzen, insbesondere den Aminsalzen der Essigsäure, bewirkt. Die angegebenen Spezifikationen des Rein-DMAc be-
20 züglich pH-Wert und elektrischer Leitfähigkeit entsprechen einem Gehalt an Essigsäure von weniger als 50 Gew.-ppm.

25 Ein DMAc, das diese Spezifikationsanforderungen erfüllt, wird im Folgenden als Rein-DMAc bezeichnet.

Demgegenüber wird als Roh-DMAc ein Gemisch, enthaltend DMAc, bezeichnet, das die oben definierten Spezifikationsanforderungen nicht erfüllt. Roh-DMAc enthält als Hauptkomponenten neben DMAc Amine, Essigsäure und Wasser. Hierbei ist der Gesamtgehalt an Säuren, überwiegend Essigsäure, daneben auch Spuren an Ameisensäure sowie an höheren Carbonsäuren, von erfindungsgemäß zu reinigendem Roh-DMAc nicht größer als 20 Gew.-%, bezogen auf DMAc.

35 Als wasserhaltiges Roh-DMAc wird vorliegend ein Roh-DMAc mit einem Wassergehalt zwischen 1 und 99 Gew.-%, oder auch zwischen 2 und 99 Gew.-%, auch zwischen 80 und 98 Gew.-%, insbesondere zwischen 95 und 98 Gew.-%, oder auch zwischen 1 und 6 Gew.-% verstanden.

40 Bekannte Anlagen zur destillativen Reinigung von DMAc werden unter Vakuum betrieben, um Zersetzungsreaktionen des DMAc wirksam zu unterdrücken und dadurch die Einhaltung der Spezifikationsanforderungen zu gewährleisten.

Es wurde jedoch gefunden, dass in Destillationsanlagen, die wie bislang üblich unter Vakuum betrieben wurden, die Spezifikationsanforderungen häufig nicht erfüllt werden können.

5

Die FR-PS 1,406,279 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von DMAc durch Umsetzung von Essigsäure mit Dimethylamin und destillative Auftrennung des Reaktionsgemisches in einer Zweikolonnen-Anordnung, wobei die erste Kolonne bei Atmosphärendruck oder geringfügig erhöhtem Druck, einer Sumpftemperatur zwischen 165 und 170°C, einer Kopftemperatur zwischen 95 und 105°C und einer Temperatur zwischen 100 und 200°C im Bereich des Kolonnen-Feeds, der etwa in der Mitte der Kolonne angeordnet ist, betrieben wird. Aus der ersten Kolonne wird ein Kopfstrom, enthaltend Dimethylamin und Wasser abgezogen und ein gasförmiger oder flüssiger Sumpfstrom, enthaltend DMAc, Essigsäure sowie Monomethylacetamid. Dieser Sumpfstrom wird einer zweiten Kolonne, etwa im mittleren Bereich derselben, zugeführt und in einen Kopfstrom, enthaltend gereinigtes DMAc und einen Sumpfstrom, enthaltend das ternäre Azeotrop von Essigsäure, DMAc und Monomethylacetamid, aufgetrennt.

Zur Auslegung und zu den Betriebsbedingungen für die zweite Kolonne wird lediglich angegeben, dass es sich um einen klassischen Kolonnentyp und klassische Betriebsbedingungen handelt. Aus den Beispielen ist zu entnehmen, dass die zweite Kolonne bei einem Druck von 400 mm Hg und einer Kopftemperatur von 143°C betrieben wird, sowie dass das gereinigte DMAc noch etwa 225 ppm Essigsäure und ebensoviel Wasser enthält, und somit den hohen Spezifikationsanforderungen, wie sie für Rein-DMAc für die Zwecke der vorliegenden Erfindung definiert sind, nicht erfüllen.

Ein spezielles, in der Praxis häufig auftretendes Problem ist der zu hohe Gehalt an Aminen im destillativ gewonnenen Rein-DMAc.

Als Amine kommen im vorliegenden Verfahren überwiegend das leichtflüchtige Dimethylamin vor, das einen Siedepunkt von ca. 7°C bei 1 bar absolut hat, daneben insbesondere Monomethylamin.

Um die vorstehend aufgeführte Spezifikationsanforderung für den pH-Wert im Bereich zwischen 6,5 und 7 einhalten zu können, darf die Aminkonzentration im Rein-DMAc einen Wert von etwa 5 Gew.-ppm nicht übersteigen. Amine in höherer Konzentration müssten durch Zugabe von Säuren neutralisiert werden. Mit dem Anstieg des Säuregehalts würde jedoch die elektrische Leitfähigkeit unzulässig ansteigen.

Um das Problem unzulässig hoher Aminkonzentrationen im destillativ gewonnenen Rein-DMAc zu lösen, wurde daher in der nicht vorveröffentlichten deutschen Patent-

anmeldung DE 103 15 214.8 eine Betriebsweise bei einem gegenüber üblichen Verfahren erhöhten Druck, und zwar einem Druck im Bereich des Normaldrucks, vorgeschlagen.

- 5 Diese Betriebsweise ist jedoch für die destillative Trennung von Stoffgemischen mit überwiegend Van der Waals-Kräften und ohne Wasserstoffbrückenbildung thermodynamisch ungünstig, da mit der Erhöhung des Druckes der Verteilungskoeffizient der leichter siedenden Komponente kleiner und somit der Trennaufwand größer wird. Dieser Effekt ist bei dem vorliegend aufzutrennenden Stoffgemisch besonders stark ausgeprägt.
- 10

- Es war daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur destillativen Gewinnung von Rein-DMAc zur Verfügung zu stellen, das die Einhaltung der geforderten Spezifikationen insbesondere für das Lösungsspinnen zur Herstellung von elastischen Polyurethan-Blockcopolymerfasern sowie zur Herstellung von Hohlfasern gewährleistet und das die Nachteile bekannter Verfahren nicht aufweist.
- 15

- Darüber hinaus sollte das Verfahren die Abtrennung des Wassers aus dem Roh-DMAc in einem Reinheitsgrad, insbesondere mit einem Restgehalt an DMAc von unter 50 ppm gewährleisten, der die Wiederverwendung oder die problemlose Entsorgung desselben als Abwasser erlaubt.
- 20

- Die Lösung geht aus von einem Verfahren zur destillativen Reinigung von wasserhaltigem Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAc), enthaltend DMAc, Leichtsieder und Schwertsieder, wobei die Leichtsieder und die Schwertsieder unter Erhalt von Rein-DMAc in einer oder mehreren hintereinander geschalteten Kolonnen abgetrennt werden
- 25

- Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass das Rein-DMAc als flüssiger Seitenstrom aus der einen Kolonne oder aus der letzten der mehreren hintereinander geschalteten Kolonnen abgezogen wird.
- 30

- Es wurde überraschend gefunden, dass es möglich ist, auf destillativem Wege die Aminkonzentration im Rein-DMAc unterhalb von etwa 5 Gew.-ppm abzureichern und damit die geforderten Spezifikationen für Rein-DMAc einzuhalten. Dieses Ergebnis ist überraschend, da in der praktischen Durchführung von destillativen Trennverfahren im Allgemeinen die Abreicherung von Komponenten auf Restgehalte unterhalb von 10 ppm schwierig ist, insbesondere da sich schlechter durchmischte Zonen, besonders in Randbereichen von Packungen, bei der praktischen Durchführung von Destillationen nicht vollständig vermeiden lassen. Darüber hinaus finden in den Stoffgemischen, die im vorliegenden Trennverfahren eingesetzt werden, unter den Verfahrensbedingungen
- 35
- 40

der Destillation sehr komplexe Reaktionen statt, die unter anderem zur Neubildung von Aminen führen.

5 Demgegenüber wurde unerwartet gefunden, dass die gewünschte niedrige Aminkonzentration im Wertprodukt Rein-DMAc erreicht werden kann, wenn dieses als flüssiger Seitenabzug aus der Destillation entnommen wird.

10 Dabei wird unter Seitenabzug wie üblich verstanden, dass in der Kolonne oberhalb der Abzugsstelle mindestens eine weitere theoretische Trennstufe vorhanden ist.

Als Leichtsieder werden vorliegend Substanzen bezeichnet, deren Siedepunkt unterhalb des Siedepunktes von DMAc (166°C bei Normaldruck) liegt und als Schwersieder Substanzen, deren Siedepunkt oberhalb des Siedepunktes von DMAc liegt.

15 Leichtsieder sind im vorliegenden Verfahren insbesondere Wasser, daneben Dimethylamin und Diethylamin.

20 Schwersieder sind insbesondere das Azeotrop von DMAc mit Essigsäure, daneben Ethanolamine, wie auch sogenannte Heavyends, d.h. hochmolekulare Zersetzungsprodukte in Form von hochviskosen Flüssigkeiten oder Feststoffen.

25 Als Kolonne in Abtriebsfahrweise wird eine Kolonne bezeichnet, die nur unterhalb der Zuführung des in der Kolonne aufzutrennenden Gemisches trennwirksame Einbauten aufweist. Demgegenüber weist eine Kolonne in Verstärkungsfahrweise nur oberhalb der Zuführung des in der Kolonne aufzutrennenden Gemisches trennwirksame Einbauten auf.

30 Als Trennwandkolonne wird in bekannter Weise eine Kolonne mit in Kolonnenlängsrichtung angeordneter Trennwand bezeichnet, die in Teilbereichen der Kolonne eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindert. Die Trennwand teilt den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich, einen Entnahmebereich, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich sowie einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich.

35 Bei der vorliegenden Trennaufgabe müssen aus dem Ausgangsgemisch Roh-DMAc Leichtsieder und Schwersieder abgetrennt und das Wertprodukt, Rein-DMAc, als Mittelsieder abgezogen werden.

40 Für diese Trennaufgabe wird der Fachmann die im Einzelfall günstigste Kolonnenkonfiguration unter Berücksichtigung von wirtschaftlichen Überlegungen, insbesondere der

Zusammensetzung des Feed-Stroms Roh-DMAc und der geforderten Spezifikation für das Rein-DMAc, aktuellen Energiekosten, usw. wählen.

- 5 Aus wirtschaftlichen Gründen, insbesondere Investitions- und Energiekosten, ist häufig die Wahl einer Trennwandkolonne für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens besonders vorteilhaft.

- 10 Der grundsätzliche Aufbau einer Trennwandkolonne mit vertikal in Kolonnenlängsrichtung angeordneter Trennwand, die in Teilbereichen der Kolonne eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindert, wurde vorstehend angegeben.

Die Trennwand kann in dem Fachmann bekannter Weise ausgestaltet sein; besonders vorteilhaft ist es, dieselbe lose, insbesondere gesteckt, auszubilden.

- 15 Die im Einzelfall günstigsten trennwirksamen Einbauten wird der Fachmann nach üblichen verfahrenstechnischen Überlegungen bestimmen. Aus konstruktionstechnischen Gründen sind für die Trennwandkolonne insbesondere geordnete oder ungeordnete Packungen vorzuziehen, Böden sind weniger gut geeignet.

- 20 Die Bestimmung der im Einzelfall optimalen Trennstufenzahl im Bereich der Trennwand wird der Fachmann nach allgemeinen verfahrenstechnischen Überlegungen vornehmen und hierbei insbesondere berücksichtigen, dass, in Abhängigkeit von der vorgegebenen Spezifikation für das Wertprodukt die Leichtsiederkonzentration am unteren Ende der Trennwand einen vorgegebenen Wert nicht übersteigt und entsprechend die
25 Schwersiederkonzentration am oberen Ende der Trennwand einen vorgegebenen Wert nicht übersteigt.

- Weiterhin können für die vorliegende Trennaufgabe Kolonnenkonfigurationen aus mehreren hintereinander geschalteten Kolonnen eingesetzt werden, insbesondere eine
30 Kolonnenkonfiguration aus einer Hauptkolonne und einer Seitenabzugskolonne, wobei das Rein-DMAc aus der Seitenabzugskolonne abgetrennt wird. Diese Kolonnenkonfiguration ist besonders vorteilhaft für die destillative Reinigung von Roh-DMAc mit relativ hohem Wassergehalt.

- 35 In Abhängigkeit von der Zusammensetzung des Roh-DMAc-Stromes, der Reinheitsanforderungen an das Rein-DMAc sowie von wirtschaftlichen Überlegungen kann es in der Kolonnenkonfiguration mit Hauptkolonne und Seitenabzugskolonne vorteilhaft sein, aus der Hauptkolonne den Seitenstrom flüssig abzuziehen und die Seitenabzugskolonne in Abtriebsfahrweise zu betreiben.

In der Kolonnenkonfiguration mit Hauptkolonne und Seitenabzugskolonne wird der Fachmann die im Einzelfall am besten geeigneten trennwirksamen Einbauten nach üblichen verfahrenstechnischen Überlegungen bestimmen und insbesondere Böden, Füllkörper oder Packungen einsetzen.

5

Als Einbauten eignen sich übliche Einbauten wie handelsübliche Böden, Füllkörper oder Packungen, beispielsweise Glockenböden, Tunnelböden, Ventilböden, Siebböden, Dualflowböden und Gitterböden, Pall-Ringe®, Berl®-Sattelkörper, Netzdrahringe, Raschig-Ringe®, Intalox®-Füllkörper und Intos®, aber auch geordnete Packungen, wie beispielsweise Sulzer-Mellapak®, Sulzer-Optiflow®, Kühni-Rombopak® und Montz-Pak® sowie Gewebepackungen. Bevorzugt sind Hochleistungspackungen.

10

Die oben beschriebenen Packungen können gleichermaßen in der Kolonnenkonfiguration mit Trennwandkolonne eingesetzt werden.

15

Der Durchmesser der Kolonnen bezüglich Höhe und Positionierung von Zu- und Abläufen kann nach dem bekannten Konzept der theoretischen Trennstufen in Verbindung mit den gewählten Einbauten ermittelt werden.

20

Als eine theoretische Trennstufe wird in bekannter Weise diejenige Kolonneneinheit verstanden, welche ein Anreichern der leichter flüchtigen Komponente entsprechend dem thermodynamischen Gleichgewicht bewirkt, vorausgesetzt, dass ideale Durchmischung vorliegt, flüssige und gasförmige Phase im Gleichgewicht stehen und kein Mitreißen von Flüssigkeitstropfen erfolgt (vgl. Vauck, Müller: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, VCH-Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1988).

25

Die Zahl der theoretischen Trennstufen für den Bereich oberhalb der Zuführung des zu reinigenden Roh-DMAc-Stromes, d. h. für den oberen Bereich der Hauptkolonne oder für den Bereich oberhalb des Trennblechs in der Trennwandkolonne wird nach üblichen verfahrenstechnischen Überlegungen in Abhängigkeit von Leichtsiederanteil am Roh-DMAc und dem zulässigen Verlust an DMAc über den Kopf der ersten Kolonne festgelegt.

30

Die Zahl der theoretischen Trennstufen im Abtriebsteil der Hauptkolonne oder der Trennwandkolonne unterhalb des Trennblechs wird vorzugsweise im Bereich von 5 bis 30, insbesondere im Bereich von 10 bis 25, besonders bevorzugt im Bereich von 12 bis 18 festgelegt.

35

Bevorzugt sind die Hauptkolonne beziehungsweise die Trennwandkolonne jeweils mit einem Sumpfordampfer und einem Kondensator am Kolonnenkopf ausgestattet.

40

Vorteilhaft wird die Temperatur am Kopf der Hauptkolonne oder der Trennwandkolonne in einem Bereich von 40 bis 130°C, bevorzugt in einem Bereich von 50 bis 80°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von 50 bis 70°C, und die Temperatur im Sumpf der Hauptkolonne oder der Trennwandkolonne jeweils in einem Bereich von 90 bis 200°C, bevorzugt in einem Bereich von 110 bis 170°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von 120 bis 140°C geregelt.

Unabhängig von der im Einzelfall gewählten Kolonnenkonfiguration kann es vorteilhaft sein, die Kolonne, aus der das Rein-DMAc abgezogen wird, das heißt insbesondere die Trennwandkolonne und die der Hauptkolonne nachgeschaltete Seitenabzugskolonnen bei einem Kopfdruck < als 1 bar absolut zu betreiben, bevorzugt bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,1 bis 0,7 bar absolut, besonders bevorzugt bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,2 bis 0,4 bar absolut. Die Betriebsweise bei Atmosphärendruck oder unterhalb Atmosphärendruck führt insbesondere zu einer vorteilhaft kleineren Kolonnendimensionierung.

Der Schwersiederaustrag enthält neben Essigsäure auch das Wertprodukt DMAc, da Essigsäure und DMAc ein Schwersiederazeotrop bilden. Die vollständige thermische Auftrennung von Essigsäure und DMAc ist deshalb destillativ nicht möglich. Üblicherweise wird deshalb Essigsäure zunächst mit Lauge neutralisiert und das verbleibende Gemisch eingedampft. Dabei werden die Brüden, im Wesentlichen das DMAc, in die Destillation zurückgeführt und der verbleibende Rückstand entsorgt. Die Neutralisation und das anschließende Eindampfen kann sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich erfolgen.

Vorteilhaft wird die destillative Reinigung kontinuierlich betrieben.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird somit in überraschend einfacher Weise ein Rein-DMAc gewonnen, das die geforderten Spezifikationen bezüglich Wassergehalt, elektrischer Leitfähigkeit und insbesondere pH-Wert erfüllt.

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

Es zeigen im Einzelnen:

Figur 1 ein Verfahrensschema mit Trennwandkolonne und

Figur 2 ein Verfahrensschema mit Hauptkolonne und Seitenabzugskolonnen.

40

Figur 1 zeigt eine Trennwandkolonne TWK mit in Kolonnenlängsrichtung angeordneter Trennwand TW, die den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich A, einen Entnahmebereich B, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich C sowie einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich D aufteilt.

5

Der Feed-Strom 1, Roh-DMAc, wird dem Zuführbereich A der Trennwandkolonne TWK zugeführt. Aus dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich D wird ein Sumpfstrom 2 abgezogen, aus dem oberen gemeinsamen Kolonnenbereich C ein Kopfstrom 3 und dem Entnahmebereich B ein Seitenstrom 4, enthaltend Rein-DMAc.

10

Figur 2 zeigt ein Verfahrensschema für eine Kolonnenkonfiguration mit Hauptkolonne HK und einer Seitenabzugskolonne SK. Die Ströme sind in gleicher Weise wie in Figur 1 bezeichnet, das heißt der Feed-Strom, enthaltend Roh-DMAc als Strom 1, der Sumpfstrom, in der vorliegenden Ausführungsform aus der Hauptkolonne HK, als Strom 2, der Kopfstrom, in der vorliegenden Ausführungsform aus der Hauptkolonne HK, als Strom 3 und der Rein-DMAc enthaltende Strom der in der vorliegenden Ausführungsform als Kopfstrom aus der Seitenabzugskolonne SK entnommen wird, als Strom 4.

15

20 Ausführungsbeispiel

Einer Trennwandkolonne TWK, wie in Figur 1 schematisch dargestellt, mit 57 theoretischen Trennstufen, mit einer Trennwand TW, die sich zwischen der 18. und der 38. theoretischen Trennstufe, bei Zählung der Trennstufen von unten nach oben in der

25

Kolonne, erstreckte, wurde ein Roh-DMAc-Strom 1 mit der folgenden Zusammensetzung zugeführt:

DMAc 99,1 Gew.-%, Dimethylamin 30 ppm, Dimethylformamid 0,2 Gew.-%, Wasser 0,3 Gew.-%, Essigsäure 1000 ppm, Ameisensäure 350 ppm, Phosphorsäure 50 ppm und Heavyends 0,2 Gew.-%.

30

Der Kopfdruck in der Trennwandkolonne TWK betrug ca. 250 mbar.

Auf gleicher Höhe mit dem Roh-DMAc-Strom 1, das heißt ebenfalls von der 30. theoretischen Trennstufe, wurde aus dem Entnahmebereich B der Trennwandkolonne TWK bei einer Temperatur von 125,5°C ein flüssiger Seitenstrom mit folgender Zusammensetzung abgezogen:

35

DMAc 99,9 Gew.-%, Dimethylformamid 720 ppm, Essigsäure 30 ppm, Wasser 80 ppm und Dimethylamin < 5 ppm. Die Zusammensetzung entsprach den Spezifikationsanforderungen für den Einsatz in der Faserherstellung.

40

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur destillativen Reinigung von wasserhaltigem Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAc), enthaltend DMAc, Leichtsieder und Schwersieder, wobei die Leichtsieder und die Schwersieder unter Erhalt von Rein-DMAc in einer Kolonne oder in mehreren hintereinander geschalteten Kolonnen abgetrennt werden, da-
10 durch gekennzeichnet, dass das Rein-DMAc als flüssiger Seitenstrom (4) aus der einen Kolonne oder aus der letzten der mehreren Kolonnen abgezogen wird.
- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die eine Kolonne eine Trennwandkolonne (TWK) ist, mit in Kolonnenlängsrichtung angeordneter Trennwand (TW) die den Kolonneninnenraum in einen Zuführbereich (A), einen Entnahmebereich (B), einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich (C) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (D) aufteilt, und dass das Rein-DMAc aus dem Entnahmebereich (B) der Trennwandkolonne (TWK) abgezogen wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die mehreren Kolonnen eine Hauptkolonne (HK) und eine Seitenabzugskolonne (SK) sind und dass das Rein-DMAc aus der Seitenabzugskolonne (SK) abgetrennt wird.
- 25 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Kolonne, aus der das Rein-DMAc abgezogen wird, bei einem Kopfdruck kleiner als 1 bar absolut, bevorzugt bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,1 bis 0,7 bar absolut, besonders bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,2 bis 0,4 bar absolut, betrieben wird.
- 30 5. Verfahren nach Anspruch 2 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuführstelle für das Roh-DMAc und die Entnahmestelle für das Rein-DMAc auf gleicher Höhe in der Trennwandkolonne positioniert sind.
- 35 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es kontinuierlich betrieben wird.
- 40 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Abtriebsteil der Hauptkolonne (HK) oder der Trennwandkolonne (TWK) 5 bis 30, bevorzugt 10 bis 25, besonders bevorzugt 12 bis 18 theoretische Trennstufen aufweist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne (TWK) oder die Hauptkolonne (HK) jeweils einen Sumpfdampfer und einen Kondensator am Kolonnenkopf aufweisen.
- 5 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur am Kopf der Trennwandkolonne (TWK) oder der Hauptkolonne (HK) in einem Bereich von 40 bis 130°C, bevorzugt in einem Bereich von 50 bis 80°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von 50 bis 70°C, und die Temperatur im Sumpf der Trennwandkolonne (TWK) oder der Hauptkolonne (HK) jeweils in einem Bereich von 90 bis 200°C, bevorzugt in einem Bereich von 110 bis 170°C, besonders bevorzugt in einem Bereich von 120 bis 140°C, eingestellt wird.
- 10 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Hauptkolonne (HK) einen gasförmigen Seitenabzug aufweist und die Seitenabzugskolonne (SK) in Verstärkungsfahrweise betrieben wird.
- 15

FIG.1

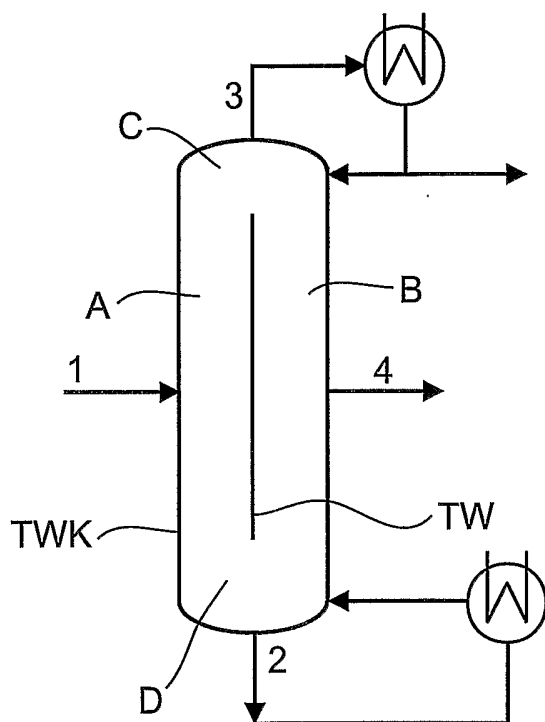
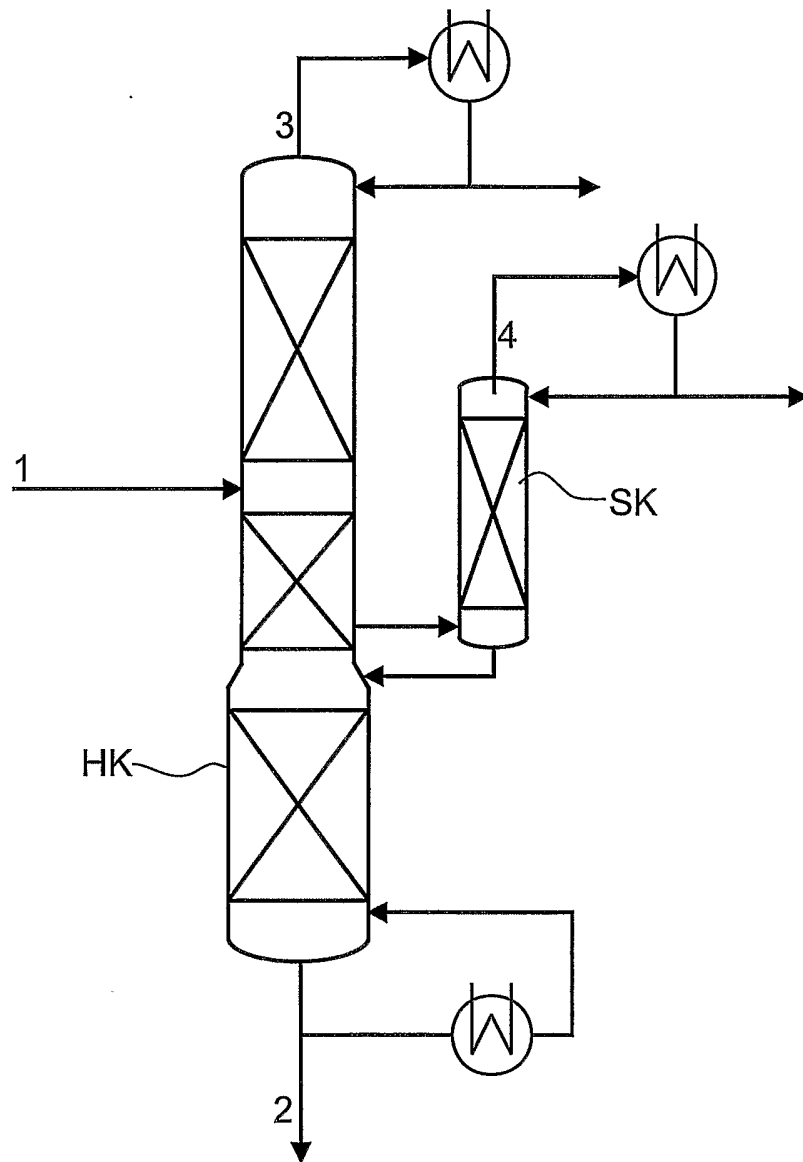


FIG.2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP2005/006732

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C07C231/24 C07C233/05

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)
C07C

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, WPI Data, BEILSTEIN Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	WO 2004/087639 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT; PESCHEL, WERNER; SCHOENMAKERS, HARTMUT; ALTHA) 14 October 2004 (2004-10-14) page 8, line 11 - page 9, line 4; claims 1-11; figure 1	1-10
A	WO 2004/002926 A (MALLINCKRODT INC; GENTILCORE, MICHAEL, J) 8 January 2004 (2004-01-08) Seite 4, Zeilen 11-22; Seite 5, Zeile 19 -Seite 6, Zeile 5; claims 1-22; figures 1-18	1-10

Further documents are listed in the continuation of box C.

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

17 November 2005

Date of mailing of the international search report

24/11/2005

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

Kleidernigg, 0

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2005/006732

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
WO 2004087639	A	14-10-2004	DE	10315214 A1	14-10-2004
WO 2004002926	A	08-01-2004	AU	2003238296 A1	19-01-2004
			CA	2491342 A1	08-01-2004
			CN	1665574 A	07-09-2005
			EP	1551522 A2	13-07-2005
			US	2004000470 A1	01-01-2004

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2005/006732

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES C07C231/24 C07C233/05		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) C07C		
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, WPI Data, BEILSTEIN Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie ^o	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, A	WO 2004/087639 A (BASF AKTIENGESELLSCHAFT; PESCHEL, WERNER; SCHOENMAKERS, HARTMUT; ALTHA) 14. Oktober 2004 (2004-10-14) Seite 8, Zeile 11 - Seite 9, Zeile 4; Ansprüche 1-11; Abbildung 1	1-10
A	WO 2004/002926 A (MALLINCKRODT INC; GENTILCORE, MICHAEL, J) 8. Januar 2004 (2004-01-08) Seite 4, Zeilen 11-22; Seite 5, Zeile 19 -Seite 6, Zeile 5; Ansprüche 1-22; Abbildungen 1-18	1-10
<input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen		
<input checked="" type="checkbox"/> 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 17. November 2005		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts 24/11/2005
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 Kleidernigg, O

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/006732

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2004087639 A	14-10-2004	DE 10315214 A1	14-10-2004
WO 2004002926 A	08-01-2004	AU 2003238296 A1	19-01-2004
		CA 2491342 A1	08-01-2004
		CN 1665574 A	07-09-2005
		EP 1551522 A2	13-07-2005
		US 2004000470 A1	01-01-2004