

(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
14. Januar 2016 (14.01.2016)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2016/005359 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

B01D 3/32 (2006.01) **C07C 7/08** (2006.01)
B01D 3/40 (2006.01) **C07C 7/167** (2006.01)
B01F 5/04 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2015/065423

(22) Internationales Anmeldedatum:
7. Juli 2015 (07.07.2015)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
14176082.7 8. Juli 2014 (08.07.2014) EP

(71) Anmelder: BASF SE [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder: HEIDA, Bernd; Speyerer Str. 26, 67158 Ellerstadt (DE). HOFINGER, Julia; Comeniusstr. 30, 67071 Ludwigshafen (DE). RENZE, Peter; Emil-Heckel-Str. 16, 68163 Mannheim (DE).

(74) Anwalt: REITSTÖTTER - KINZEBACH; Im Zollhof 1, 67061 Ludwigshafen (DE).

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

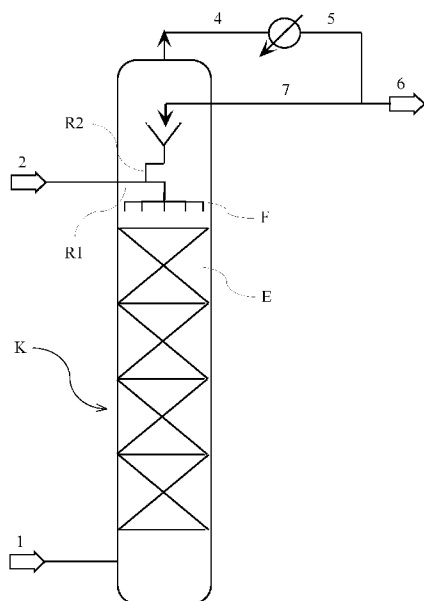
(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: COLUMN WITH SEPARATIVE INSTALLATIONS FOR SEPARATING A MIXTURE OF HYDROCARBONS AND/OR HYDROCARBON DERIVATIVES BY MEANS OF AN EXTRACTIVE DISTILLATION USING A SELECTIVE SOLVENT

(54) Bezeichnung : KOLONNE MIT TRENNWIRKSAMEN EINBAUTEN ZUR AUFTRENNUNG EINES GEMISCHES VON KOHLENWASSERSTOFFEN UND/ODER KOHLENWASSERSTOFFDERIVATEN DURCH EXTRAKTIVDESTILLATION MIT EINEM SELEKTIVEN LÖSUNGSMITTEL

Fig. 1:



(57) Abstract: The invention relates to a column (K) with separative installations (E) for separating a mixture of hydrocarbons and/or hydrocarbon derivatives (1) by means of an extractive distillation using a selective solvent (2) by supplying the selective solvent (2) in the upper column region and supplying the hydrocarbons and/or hydrocarbon derivative (1) mixture to be separated below the supply of the selective solvent (2). In the column (K), the selective solvent (2) is loaded with the mixture (1) components for which the solvent has a higher affinity, and the solvent is discharged from the lower column region as a loaded selective solvent (3), whereas the mixture components for which the selective solvent (2) has a lower affinity remain in the vapor phase and are drawn as a top stream (4), which is completely or partly condensed while obtaining a condensate (5) that is drawn partly as a product stream (6) and otherwise returned to the column (K) as a return stream (7). The invention is characterized in that - a first substantially horizontal inlet pipe (R1) for supplying the selective solvent is provided in the column region above the separative installations (E), - the first substantially horizontal inlet pipe (R1) has a cross-sectional constriction up to a narrowest point (V) and expands again after the cross-sectional constriction, and - a second inlet pipe (R2) is provided which opens into the first substantially horizontal inlet pipe (R1) in the region of the narrowest point of the cross-sectional constriction (V) for supplying the return stream (7).

(57) Zusammenfassung:

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

Vorgeschlagen wird eine Kolonne (K) mit trennwirksamen Einbauten (E) zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1) durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (2), mit Zuführung des selektiven Lösungsmittels (2) im oberen Kolonnenbereich und Zuführung des aufzutrennenden Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1) unterhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmittels (2), wobei sich in der Kolonne (K) das selektive Lösungsmittel (2) mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch (1) belädt, zu denen es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel (3) aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen wird, wogegen die Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch, zu denen das selektive Lösungsmittel (2) eine niedrigere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom (4) abgezogen werden, der vollständig oder teilweise unter Erhalt eines Kondensats (5) kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom (6) abgezogen und im Übrigen als Rücklauf (7) erneut auf die Kolonne (K) aufgegeben wird, die dadurch gekennzeichnet ist, dass - im Kolonnenbereich oberhalb der trennwirksamen Einbauten (E), ein erstes, im Wesentlichen horizontales Einleitrohr (R1) für die Zuführung des selektiven Lösungsmittels vorgesehen ist, - wobei das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) eine Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle (V) aufweist, und sich nach der Querschnittsverengung erneut aufweitet, und wobei - ein zweites Einleitrohr (R2), das im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung (V) in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) einmündet, für die Zuführung des Rücklaufs (7) vorgesehen ist.

Kolonne mit trennwirksamen Einbauten zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel

- 5 Die Erfindung betrifft eine Kolonne mit trennwirksamen Einbauten zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel sowie ein Verfahren unter Verwendung der Kolonne.
- 10 Extraktivdestillationskolonnen dienen zur Auftrennung von Gemischen von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten unter Einsatz eines selektiven Lösungsmittels, das die Flüchtigkeitsunterschiede zwischen den Komponenten des aufzutrennenden Gemisches erhöht. Das aufzutrennende Gemisch und das selektive Lösungsmittel werden im Gegenstrom über die trennwirksamen
- 15 Einbauten der Kolonne geleitet, wobei sich das selektive Lösungsmittel mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch belädt, zu dem es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen wird, wogegen die Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch, zu denen das selektive Lösungsmittel eine niedrigere
- 20 Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden, der vollständig oder teilweise unter Erhalt eines Kondensats kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom abgezogen und im Übrigen als Rücklauf erneut auf die Kolonne aufgegeben wird.
- 25 Für einen effizienten Betrieb der Kolonne ist es erforderlich, dass der Rücklauf gleichmäßig mit dem selektiven Lösungsmittel vermischt wird und eingelöst, so dass eine einphasig flüssige Lösung mit homogener Zusammensetzung erhalten wird.
- Bei bekannten Kolonnen, ohne die erfindungsgemäße Vorvermischung von selektivem
- 30 Lösungsmittel und Rücklauf, das heißt mit getrennter Zuführung derselben, verliert die Kolonne beträchtlich an Effizienz, weil die Einlösung und Homogenisierung der beiden Flüssigkeiten zumindest teilweise im oberen Bereich der trennwirksamen Einbauten erfolgt und diese somit nicht für die eigentliche Trennaufgabe zur Verfügung stehen. So liegt der Effizienzverlust für eine Kolonne mit einem Durchmesser von 4,70 m in der
- 35 Extraktivdestillation zur Abtrennung von 1,3-Butadien aus einem C₄-Schnitt mit N-Methylpyrrolidon als selektivem Lösungsmittel im Bereich von bis zu 60 %.

Zur Lösung des obigen Problems wurde beispielsweise vorgeschlagen, zwei Flüssigkeitsverteiler übereinander anzuordnen, und auf jeden derselben jeweils einen

der zu vermischenden Flüssigkeitsströme aufzugeben. Dadurch kann zwar eine teilweise Verbesserung der Effizienz der Kolonne erreicht werden, jedoch unter Inkaufnahme von zusätzlicher Bauhöhe.

- 5 Es war demgegenüber Aufgabe der Erfindung, eine Extraktivdestillationskolonne zur Verfügung zu stellen, die eine ausgezeichnete Vermischung von Rücklauf und selektivem Lösungsmittel gewährleiste ohne dass Effizienzverluste oder eine zusätzliche Bauhöhe der Kolonne in Kauf genommen werden müssten.
- 10 Die Aufgabe wird gelöst durch eine Kolonne mit trennwirksamen Einbauten zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel, mit Zuführung des selektiven Lösungsmittels im oberen Kolonnenbereich und Zuführung des aufzutrennenden Gemisches von
- 15 Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten unterhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmittels, wobei sich in der Kolonne das selektive Lösungsmittel mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch belädt, zu denen es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen wird, wogegen die Komponenten aus dem
- 20 aufzutrennenden Gemisch, zu denen das selektive Lösungsmittel eine niedrigere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden, der vollständig oder teilweise unter Erhalt eines Kondensats kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom abgezogen und im Übrigen als Rücklauf erneut auf die Kolonne aufgegeben wird, die dadurch gekennzeichnet ist, dass
- 25 - im Kolonnenbereich oberhalb der trennwirksamen Einbauten, ein erstes, im Wesentlichen horizontales Einleitrohr für die Zuführung des selektiven Lösungsmittels vorgesehen ist,
- wobei das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr eine Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle aufweist, und sich nach der
- 30 Querschnittsverengung erneut aufweitet, und wobei
- ein zweites Einleitrohr, das im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr einmündet, für die Zuführung des Rücklaufs vorgesehen ist.
- 35 Ein Fachmann auf dem Gebiet der Extraktivdestillationen hätte eine Einmischvorrichtung für den Rücklauf in das selektive Lösungsmittel in der obigen Form, die den Venturi-Effekt nutzt, nicht eingesetzt, insbesondere wegen der Befürchtung, dass der Treibstrahl, vorliegend der Strom des selektiven Lösungsmittels,

Gas einsaugen könnte, wobei sich Gaspolster bilden können, die sich negativ auf die Gleichverteilung der Flüssigkeit über den Kolonnenquerschnitt auswirken.

5 Es hat sich jedoch überraschenderweise gezeigt, dass sich im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitohres ein dynamisches Gleichgewicht einstellt, das im Wesentlichen wie folgt beschrieben werden kann:

10 Die Saugwirkung des Flüssigkeitsstrahles des selektiven Lösungsmittels, das durch das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr einströmt erlischt, sobald über das zweite Einleitrohr, das im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr einmündet, eine bestimmte Menge Gas eingesaugt wird; es staut sich eine Flüssigkeitssäule im zweiten Einleitrohr auf, die aber sehr bald wieder zerstört wird, da sich die Saugwirkung erneut einstellt, sobald
15 auch nur eine geringe Flüssigkeitssäule im zweiten Einleitrohr aufgebaut ist. Das bereits eingesaugte Gas wird aufgrund der hohen Turbulenzen abwärts der engsten Stelle der Querschnittsverengung vollständig in die Flüssigkeit eingelöst.

Erfindungsgemäß kann jede bekannte Extraktivdestillationskolonne eingesetzt werden.
20 Bevorzugt sind Kolonnen im World-Scale Maßstab, weil bei großen Kolonnendurchmessern, insbesondere von größer als 0,5 m oder auch von größer als 1,5 m, die Einlösung und Homogenisierung des Rücklaufs mit dem selektiven Lösungsmitteln mit zunehmendem Kolonnendurchmesser schwieriger wird. Die trennwirksamen Einbauten können insbesondere Böden oder Packungen sein. Im Falle
25 von Packungen sind Flüssigkeitsverteiler oberhalb derselben stets erforderlich.

Vorteilhaft ist oberhalb der trennwirksamen Einbauten in der Kolonne ein Flüssigkeitsverteiler angeordnet.

30 Im Falle von Böden als trennwirksamen Einbauten ist ein zusätzlicher Flüssigkeitsverteiler oberhalb derselben nicht zwingend erforderlich; es ist auch möglich, dass die obersten Böden die Funktion desselben übernehmen, diese stehen dann jedoch nicht mehr für die eigentliche Trennaufgabe zur Verfügung.

35 Der Flüssigkeitsverteiler verteilt die Flüssigkeit gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt, und weist Einrichtungen auf, dergestalt, dass der Dampf getrennt von der Flüssigkeit nach oben durch die Kolonne geleitet wird. Als Flüssigkeitsverteiler können zum Beispiel Kastenrinnenverteiler, Lochbodenverteiler, Tüllenverteiler oder Rohrverteiler eingesetzt werden.

Der Rücklauf wird bevorzugt auf trennwirksame Einbauten, insbesondere Böden, aufgegeben, um das Lösungsmittel aus dem aufsteigenden Dampf auszuwaschen.

- 5 Die Vermischung der beiden Flüssigkeitsströme ist umso schwieriger, je größer die Unterschiede in der Dichte und der Viskosität sind. Dies trifft insbesondere für Dichteunterschiede von größer als etwa 3 bis 5 % und Viskositätsunterschiede von größer als etwa 50 % zu.
- 10 Problematisch ist beispielsweise die Vermischung von sogenanntem Raffinat 1, das heißt einer Mischung, die im Wesentlichen Butane und Butene enthält, mit N-Methylpyrrolidon und 8,3 Gew.-% Wasser als selektivem Lösungsmittel, da die beiden Flüssigkeiten sich sowohl in der Dichte (NMP/Wasser = 1.014 kg/m^3 gegenüber Raffinat 1 = 572 kg/m^3) sowie der Viskosität (NMP/Wasser = $1,179 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ gegenüber
- 15 Raffinat 1 = $0,14 \text{ mPa}\cdot\text{s}$) deutlich unterscheiden.

- Durch die besondere Ausgestaltung des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres, mit einer Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle, und einer anschließenden Aufweitung, wird der bekannte Venturi-Effekt genutzt, das heißt die
- 20 Einschnürung zeugt lokal erhöhte Geschwindigkeiten, wodurch über das zweite Einleitrohr, das im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung, das heißt der Einschnürung, angeordnet ist, der zweite Flüssigkeitsstrom eingesaugt wird, ohne dass hierfür eine Förderpumpe oder ein statischer Druck erforderlich wäre. Durch Ausnutzung des Venturi-Effektes wird somit eine gute Durchmischung bei
- 25 Flüssigkeitsströmen, ohne Einsatz bewegter Bauteile sowie ohne zusätzliche Bauhöhe, die zur Aufbringung eines statischen Druckes erforderlich wäre, ermöglicht.

- Vorliegend soll das erste Einleitrohr im Wesentlichen horizontal in der Kolonne angeordnet sein, worunter verstanden wird, dass geringfügige fertigungs- und
- 30 einbaubedingte Abweichungen von der Horizontalen, von bis zu 5 Grad oder auch von bis zu 10 Grad mit umfasst sind.

- Vorteilhaft wird das Verhältnis des Querschnittes des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres vor der Querschnittsverengung zum Querschnitt des ersten,
- 35 horizontalen Einleitrohres an der engsten Stelle der Querschnittsverengung dergestalt gewählt, dass der Druck innerhalb des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres an der engsten Stelle der Querschnittsverengung größer als der Druck außerhalb des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres in unmittelbarer

Nähe der engsten Stelle der Querschnittsverengung der engsten Stelle der Querschnittsverengung ist.

- Weiter bevorzugt wird der Durchmesser des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres vor der Querschnittsverengung dergestalt gewählt, dass die Strömungsgeschwindigkeit im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr vor der Querschnittsverengung im Bereich von 0,1 bis 5,0 m/s, bevorzugt im Bereich von 0,3 bis 1,5 m/s liegt.
- 10 Die Geometrie des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres wird bevorzugt der Gestalt gewählt, dass sich die Querschnittsverengung über eine Länge von bis zu 4 mal dem Durchmesser des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres, bevorzugt von bis zu 3 mal und die Aufweitung nach der engsten Stelle der Querschnittsverengung, über eine Länge zwischen 0,1 mal den Durchmesser des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres und 15 mal den Durchmesser des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres, erstreckt.

- Durch diese besondere Ausgestaltung des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres soll eine minimierte Länge desselben erreicht werden, so dass der Einbauaufwand hierfür möglichst niedrig ist.

- In einer vorteilhaften Ausgestaltung taucht das zweite Einleitrohr, das im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr einmündet, in dasselbe, bevorzugt bis auf eine Eintauchtiefe von 0,1 mal bis 0,8 mal dem Durchmesser des zweiten Einleitrohres, bevorzugt bis auf eine Eintauchtiefe von 0,15 bis 0,75 mal dem Durchmesser des zweiten Einleitrohres, ein.

- Durch diese bevorzugte Ausgestaltung des zweiten Einleitrohres wird eine zusätzliche Verbesserung der Vermischung über den Querschnitt des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres, erreicht. Weiter bevorzugt endet das zweite, in das erste, im Wesentlichen horizontale Rohr eingetauchte Einleitrohr abgeschrägt in einem Anstellwinkel gegenüber der Längsachse desselben in einem Bereich von 4° bis 65°.

- Durch diese weiter bevorzugte Ausgestaltung wird eine weitere Verbesserung der Vermischung über den Querschnitt des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres durch verstärkte Ablösewirbel am Ende des zweiten Einleitrohres und insgesamt höhere Einsaugwirkung erreicht.

In einer weiter verbesserten Ausgestaltung ist im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr nach der engsten Stelle der Querschnittsverengung, im Wesentlichen quer zur Längsachse desselben, ein im Wesentlichen planes statisches Mischelement angeordnet, das den Querschnitt desselben teilweise blockiert.

5

Das vorliegend vorgesehene statische Mischelement soll im Wesentlichen plan sein, das heißt seine Abmessung in Längsrichtung des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres, soll gegenüber den beiden anderen Dimensionen desselben vernachlässigbar sein.

10

Das im Wesentlichen plane statische Mischelement soll den Querschnitt des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres teilweise, bevorzugt im Bereich von 5 % bis 50 % desselben blockieren.

15

Das im Wesentlichen plane statische Mischelement ist bevorzugt um mindestens das Doppelte des Durchmessers des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres an der Stelle des engsten Querschnittes desselben von der Stelle des engsten Querschnittes beabstandet.

20

Vorteilhaft ist das statische Mischelement exzentrisch im Querschnitt des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres angeordnet, wobei es an der Innenwand desselben anliegt oder wandnah zu derselben ausgebildet ist, im oberen Bereich des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres jedoch von der Innenwand desselben beabstandet ist.

25

Bevorzugt ist das exzentrisch, im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr angeordnete statische Mischelement in Form eines Kreisringes ausgebildet.

30

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist das exzentrisch, im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr angeordnete statische Mischelement in Form eines nach oben offenen Kreisringes ausgebildet, der bevorzugt mittels Stegen im oberen Bereich der Innenwand an derselben befestigt ist.

35

Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel in einer Kolonne, mit Zuführung des selektiven Lösungsmittels im oberen Kolonnenbereich und Zuführung des aufzutrennenden Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten unterhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmittels,

- wobei sich in der Kolonne das selektive Lösungsmittel mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch belädt, zu dem es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen wird, wogegen die Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch von
- 5 Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten, zu denen das selektive Lösungsmittel eine niedrigere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden, der vollständig oder teilweise unter Erhalt eines Kondensats kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom abgezogen und im Übrigen als Rücklauf erneut auf die Kolonne aufgegeben wird, das dadurch
- 10 gekennzeichnet ist, dass
- das selektive Lösungsmittel über ein erstes, im Wesentlichen horizontales Einleitrohr in den oberen Kolonnenbereich, oberhalb der trennwirksamen Einbauten, zugeführt wird, wobei das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr eine Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle aufweist, und
 - 15 sich nach der Querschnittsverengung erneut aufweitet, und wobei
 - über ein zweites Einleitrohr, das an der engsten Stelle der Querschnittsverengung in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr einmündet, der Rücklauf zugeführt wird.
- 20 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich bevorzugt um die Extraktivdestillation von C₄-Schnitten zur Gewinnung von Butanen und/oder Butenen und/oder 1,3-Butadien mit einem selektiven Lösungsmittel ausgewählt aus N-Methylpyrrolidon oder Mischungen hiervon mit Wasser, Dimethylformamid und Acetonitril oder die Extraktivdestillation von aromatenhaltigen Gemischen zur
- 25 Gewinnung von Benzol und/oder Toluol und/oder Xylol.

Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung sowie von Ausführungsbeispielen näher erläutert.

- 30 In der Zeichnung zeigen im Einzelnen:

Figur 1 die schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Kolonne,

- 35 Figur 2 die schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform für ein erstes, im Wesentlichen horizontal in der Kolonne angeordnetes Einleitrohr im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr sowie mit einem statischen

Mischelement stromabwärts der engsten Stelle der Querschnittsverengung im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr und

5 Figuren 3A und 3B Beispiele für bevorzugte Ausführungsformen statischer Mischelemente

Figur 1 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform für eine erfindungsgemäße Kolonne K für die Durchführung einer Extraktivdestillation eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten 1 durch
10 Gegenstromführung mit einem selektiven Lösungsmittel 2 an trennwirksamen Einbauten E, mit einem Flüssigkeitsverteiler F oberhalb derselben, wobei sich in der Kolonne K das selektive Lösungsmittel 2 mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch 1 belädt, zu denen es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel 3 aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen
15 wird, wogegen die Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch, zu denen das selektive Lösungsmittel 2 eine niedrigere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom 4 abgezogen werden, der unter Erhalt eines Kondensats 5 kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom 6 abgezogen und im Übrigen als Rücklauf 7 erneut auf die Kolonne K aufgegeben wird.

20 Das selektive Lösungsmittel 2 wird über ein im Wesentlichen horizontales Einleitrohr R1 oberhalb der Einbauten E und des Flüssigkeitsverteilers F in die Kolonne eingeleitet. Das im Wesentlichen horizontale Einleitrohr R1 weist eine Geometrie auf, die einen Venturi-Effekt bewirkt, das heißt das Einleitrohr R1 hat eine
25 Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle, worauf es sich erneut aufweitet, und wobei im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung aus einem zweiten Einleitrohr R2 der Rücklauf 7 eingesaugt wird, ohne dass hierfür eine Förderpumpe oder ein statischer Druck erforderlich wäre.

30 Die schematische Darstellung in Figur 2 verdeutlicht das für die Erfindung wesentliche Einmischelement des Rücklaufs 7 in das selektive Lösungsmittel 2: Das selektive Lösungsmittel 2 wird über ein erstes Einleitrohr R1, das eine Querschnittsverengung bis zu einem engsten Querschnitt V aufweist und sich anschließend erneut aufweitet, zugeführt. Im Bereich der engsten Stelle V der Querschnittsverengung ist das zweite
35 Einleitrohr R2 angeordnet, durch das der Rücklauf 7 geleitet und in den Strom 2 des selektiven Lösungsmittels eingemischt wird. In der dargestellten bevorzugten Ausführungsvariante wird eine zusätzliche Verbesserung der Mischgüte erreicht, indem stromabwärts der engsten Stelle V der Querschnittsverengung und quer zur

Hauptströmungsrichtung durch das erste Einleitrohr R1 ein statischer Mischer M angeordnet ist.

Bevorzugte geometrische Ausgestaltungen für statische Mischer M sind in den Figuren 3A und 3B dargestellt: in Form eines nach oben offenen Kreisringes, der an der unteren Innenwand des Rohres R1 anliegt, in Figur 3A bzw. in Form eines exzentrisch angeordneten Kreisringes, der ebenfalls an der unteren Innenwand des ersten Einleitrohres R1 anliegt, von der oberen Innenwand desselben jedoch beabstandet und daran mit Stegen befestigt ist, in Figur 3B.

Ausführungsbeispiele:

In einer Extraktivdestillationskolonne K mit einem Innendurchmesser von 5,33 m wird oberhalb von trennwirksamen Einbauten E ein Strom von selektivem Lösungsmittel 2 enthaltend ein N-Methyl-Pyrrolidon/Wasser-Gemisch mit einer Dichte 1013,7 kg/m³ und einer Viskosität von 1,179 mPa·s, mit einem Massenstrom von 417 t/h eingeleitet. Der Rücklauf 7 mit einem Massenstrom von 22 t/h enthält ein Gemisch aus Butanen und Butenen mit einer Dichte von 572,1 kg/m³ und einer Viskosität von 0,14 mPa·s.

Vergleichsbeispiel:

Zum Vergleich ist in der Extraktivdestillationskolonne K oberhalb der trennwirksamen Einbauten E ein handelsüblicher Lochboden-Flüssigkeitsverteiler angeordnet. In der Ebene der Öffnungen des Flüssigkeitsaustritts aus dem Flüssigkeitsverteiler beträgt die Mischgüte $X_{\max}/X_{\text{av}}$, die wie nachfolgend angegeben definiert wird, 6,8.

Bei der Angabe der Mischgüte bezeichnet $X_{\max}$ vorliegend den höchsten Wert im Messgebiet für den Massenanteil des Stromes 7, X_{av} bezeichnet entsprechend den mittleren Wert im Messgebiet für den Massenanteil des Stromes 7, das heißt den Wert, der bei perfekter Mischung im gesamten Messgebiet zu finden ist.

Die Mischgüte wird durch das Verhältnis $X_{\max}/X_{\text{av}}$ definiert. Sie ist somit 1 bei idealer Vermischung.

Analog wird das Verhältnis $X_{\min}/X_{av}$ definiert, das heißt als Verhältnis aus dem niedrigsten Wert im Messgebiet, bezogen auf den mittleren Wert im Messgebiet, jeweils für den Massenanteil des Stromes 7.

5 Erfindungsgemäße Beispiele:

Beispiel 1:

Einmischvorrichtung oberhalb der trennwirksamen Einbauten E ist ein erstes, im Wesentlichen horizontal angeordnetes Einleitrohr R1 vorgesehen, das eine Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle V aufweist und sich danach erneut aufweitet. Im Bereich der engsten Stelle V der Querschnittsverengung V mündet ein zweites Einleitrohr R2 in dieses ein, taucht teilweise in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr R1 ein und weist ein abgeschrägtes Ende auf.

15

Die konkreten Abmessungen sind die Folgenden:

- Durchmesser des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1 = 304,8 mm,
- 20 - Querschnittsverengung des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1 über eine Länge von 150 mm in Längsrichtung derselben,
- Bereich der engsten Stelle V der Querschnittsverengung: über 75 mm in Längsrichtung des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1,
- Durchmesser an der engsten Stelle V des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1 = 130 mm,
- 25 - woran sich eine Aufweitung bis auf den ursprünglichen Durchmesser, von 304,8 mm über eine Länge von 480 mm des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1, erstreckt.

30 Im Bereich der engsten Stelle V der Querschnittsverengung taucht ein zweites Einleitrohr R2, mit einem Innendurchmesser von 50,8 mm in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr R1, und zwar bis auf eine Eintauchtiefe von 49,2 mm am stromaufwärts gelegenen Ende bzw. bis auf eine Eintauchtiefe von 29,2 mm am stromabwärts gelegenen Ende desselben ein, das heißt, das zweite Einleitrohr R2 ist abgeschrägt.

35

- In einem Messgebiet, das als Querschnitt des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1, in einer Entfernung von 2 m stromabwärts des stromabwärts gerichteten Endes der engsten Stelle V der Querschnittsverengung definiert wird,
- 5 werden die folgenden Werte für die Mischgüte ermittelt:

$X_{\max}/X_{av}$ gleich 1,09 und

$X_{\min}/X_{av}$ gleich 0,85.

10 Beispiel 2:

- Die Anordnung in Beispiel 2 entspricht der Anordnung in Beispiel 1, wobei jedoch zusätzlich stromabwärts der Einleitrohre R1 und R2 ein statisches Mischelement M angeordnet ist, entsprechend der schematischen Darstellung in Figur 3B in Form eines
- 15 exzentrisch angeordneten Ringes aus einem Stahlblech mit einer Dicke von 4 mm, einem Außendurchmesser von 260 mm und einem Innendurchmesser von 200 mm, das an der unteren Innenwand des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres R1 anliegt und an der oberen Innenwand desselben mit zwei Stegen befestigt ist.
- 20 Die Mischgüte ermittelt sich in diesem Fall zu 1,02 für $X_{\max}/X_{av}$ bzw. 0,99 für $X_{\min}/X_{av}$.

Bezugszeichenliste

Stoffströme:

- | | | |
|----|---|---|
| 5 | 1 | Gemisch von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten |
| | 2 | selektives Lösungsmittel |
| | 3 | beladenes, selektives Lösungsmittel |
| | 4 | Kopfstrom |
| | 5 | Kondensat |
| 10 | 6 | Produktstrom |
| | 7 | Rücklauf |

Apparate und -teile:

- | | | |
|----|----|--|
| 15 | K | Kolonne |
| | E | trennwirksame Einbauten |
| | F | Flüssigkeitsverteiler |
| | R1 | erstes, im Wesentlichen horizontales Einleitrohr |
| | R2 | zweites Einleitrohr |
| 20 | V | engste Stelle der Querschnittsverengung |

Patentansprüche

1. Kolonne (K) mit trennwirksamen Einbauten (E) zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1) durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (2),
mit Zuführung des selektiven Lösungsmittels (2) im oberen Kolonnenbereich und Zuführung des aufzutrennenden Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1) unterhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmittels (2), wobei sich in der Kolonne (K) das selektive Lösungsmittel (2) mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch (1) belädt, zu denen es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel (3) aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen wird,
wogegen die Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch, zu denen das selektive Lösungsmittel (2) eine niedrigere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom (4) abgezogen werden,
der vollständig oder teilweise unter Erhalt eines Kondensats (5) kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom (6) abgezogen und im Übrigen als Rücklauf (7) erneut auf die Kolonne (K) aufgegeben wird,
dadurch gekennzeichnet, dass
- im Kolonnenbereich oberhalb der trennwirksamen Einbauten (E), ein erstes, im Wesentlichen horizontales Einleitrohr (R1) für die Zuführung des selektiven Lösungsmittels vorgesehen ist,
 - wobei das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) eine Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle (V) aufweist, und sich nach der Querschnittsverengung erneut aufweitet, und wobei
 - ein zweites Einleitrohr (R2), das im Bereich der engsten Stelle der Querschnittsverengung (V) in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) einmündet, für die Zuführung des Rücklaufs (7) vorgesehen ist.
2. Kolonne (K) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass oberhalb der trennwirksamen Einbauten (E) in der Kolonne (K) ein Flüssigkeitsverteiler (F) angeordnet ist.
3. Kolonne (K) nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Durchmesser von $> 0,5$ m, insbesondere einen Durchmesser von $> 1,0$ m aufweist.

4. Kolonne (K) nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis des Querschnittes des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) vor der Querschnittsverengung zum Querschnitt des ersten, horizontalen Einleitrohres (R1) an der engsten Stelle (V) der Querschnittsverengung dergestalt gewählt wird, dass der Druck innerhalb des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) an der engsten Stelle (V) der Querschnittsverengung kleiner als der Druck außerhalb des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) in unmittelbarer Nähe der engsten Stelle (V) der Querschnittsverengung der engsten Stelle (V) der Querschnittsverengung ist.
5. Kolonne (K) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Durchmesser des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) vor der Querschnittsverengung dergestalt gewählt wird, dass sich die Strömungsgeschwindigkeit im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr (R1) vor der Querschnittsverengung im Bereich von 0,1 bis 5,0 m/s, bevorzugt im Bereich von 0,3 bis 1,5 m/s, liegt.
6. Kolonne (K) nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das zweite Einleitrohr (R2), das im Bereich der engsten Stelle (V) der Querschnittsverengung in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) einmündet, in dasselbe, bevorzugt bis auf eine Eintauchtiefe von 0,1 mal bis 0,8 mal dem Durchmesser des zweiten Einleitrohres (R2), bevorzugt bis auf eine Eintauchtiefe von 0,15 bis 0,75 mal dem Durchmesser des zweiten Einleitrohres (R2), eintaucht.
7. Kolonne (K) nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das zweite, in das erste, im Wesentlichen horizontale Rohr eingetauchte Einleitrohr abgeschrägt in einem Anstellwinkel gegenüber der Längsachse desselben in einem Bereich von 4° bis 65° endet.
8. Kolonne (K) nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr, nach der engsten Stelle der Querschnittsverengung, im Wesentlichen quer zur Längsachse desselben, ein statisches Mischelement (M) angeordnet ist, das den Querschnitt desselben teilweise blockiert.
9. Kolonne (K) nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass das statische Mischelement (M) um mindestens das Doppelte des Durchmessers des ersten,

im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) an der Stelle des engsten Querschnittes (V) von der Stelle des engsten Querschnittes (V) im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr(R1) beabstandet ist.

- 5 10. Kolonne (K) nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass das statische Mischelement (M) exzentrisch im Querschnitt des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) angeordnet ist, wobei es an der Innenwand desselben anliegt oder wandnah zu derselben ausgebildet, im oberen Bereich des ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohres (R1) jedoch von
10 der Innenwand desselben beabstandet ist.
11. Kolonne (K) nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das exzentrisch, im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr (R1) angeordnete statische Mischelement (M) in Form eines Kreisringes ausgebildet ist.
15
12. Kolonne (K) nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass das exzentrisch, im ersten, im Wesentlichen horizontalen Einleitrohr (R1) angeordnete statische Mischelement (M) in Form eines nach oben offenen Kreisringes ausgebildet ist, der bevorzugt mittels Stegen im oberen Bereich der Innenwand an derselben befestigt ist.
20
13. Verfahren zur Auftrennung eines Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1) durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (2) in einer Kolonne (K) nach einem der Ansprüche 1 bis 12,
25 mit Zuführung des selektiven Lösungsmittels (2) im oberen Kolonnenbereich und Zuführung des aufzutrennenden Gemisches von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1) unterhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmittels (2), wobei sich in der Kolonne (K) das selektive Lösungsmittel (2) mit den Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch belädt, zu dem es eine höhere Affinität hat, und als beladenes selektives Lösungsmittel (3) aus dem unteren Kolonnenbereich abgezogen wird,
30 wogegen die Komponenten aus dem aufzutrennenden Gemisch von Kohlenwasserstoffen und/oder Kohlenwasserstoffderivaten (1), zu denen das selektive Lösungsmittel (2) eine niedrigere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom (4) abgezogen werden,
35 der vollständig oder teilweise unter Erhalt eines Kondensats (5) kondensiert wird, das teilweise als Produktstrom (6) abgezogen und im Übrigen als Rücklauf (7) erneut auf die Kolonne aufgegeben wird,

dadurch gekennzeichnet, dass

- 5 - das selektive Lösungsmittel (2) über ein erstes, im Wesentlichen horizontales Einleitrohr (R1) in den oberen Kolonnenbereich, oberhalb der trennwirksamen Einbauten (E), zugeführt wird, wobei das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) eine Querschnittsverengung bis zu einer engsten Stelle (V) aufweist, und sich nach der Querschnittsverengung erneut aufweitet, und wobei
 - 10 - über ein zweites Einleitrohr (R2), das an der engsten Stelle (V) der Querschnittsverengung in das erste, im Wesentlichen horizontale Einleitrohr (R1) einmündet, der Rücklauf (7) zugeführt wird.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass es sich um die Extraktivdestillation von C₄-Schnitten zur Gewinnung von Butanen und/oder Butenen und/oder 1,3-Butadien mit einem selektiven Lösungsmittel ausgewählt aus N-Methylpyrrolidon oder Mischungen hiervon mit Wasser, Dimethylformamid und Acetonitril oder die Extraktivdestillation von aromatenhaltigen Gemischen zur Gewinnung von Benzol und/oder Toluol und/oder Xylol, handelt.
- 15

Fig. 1:

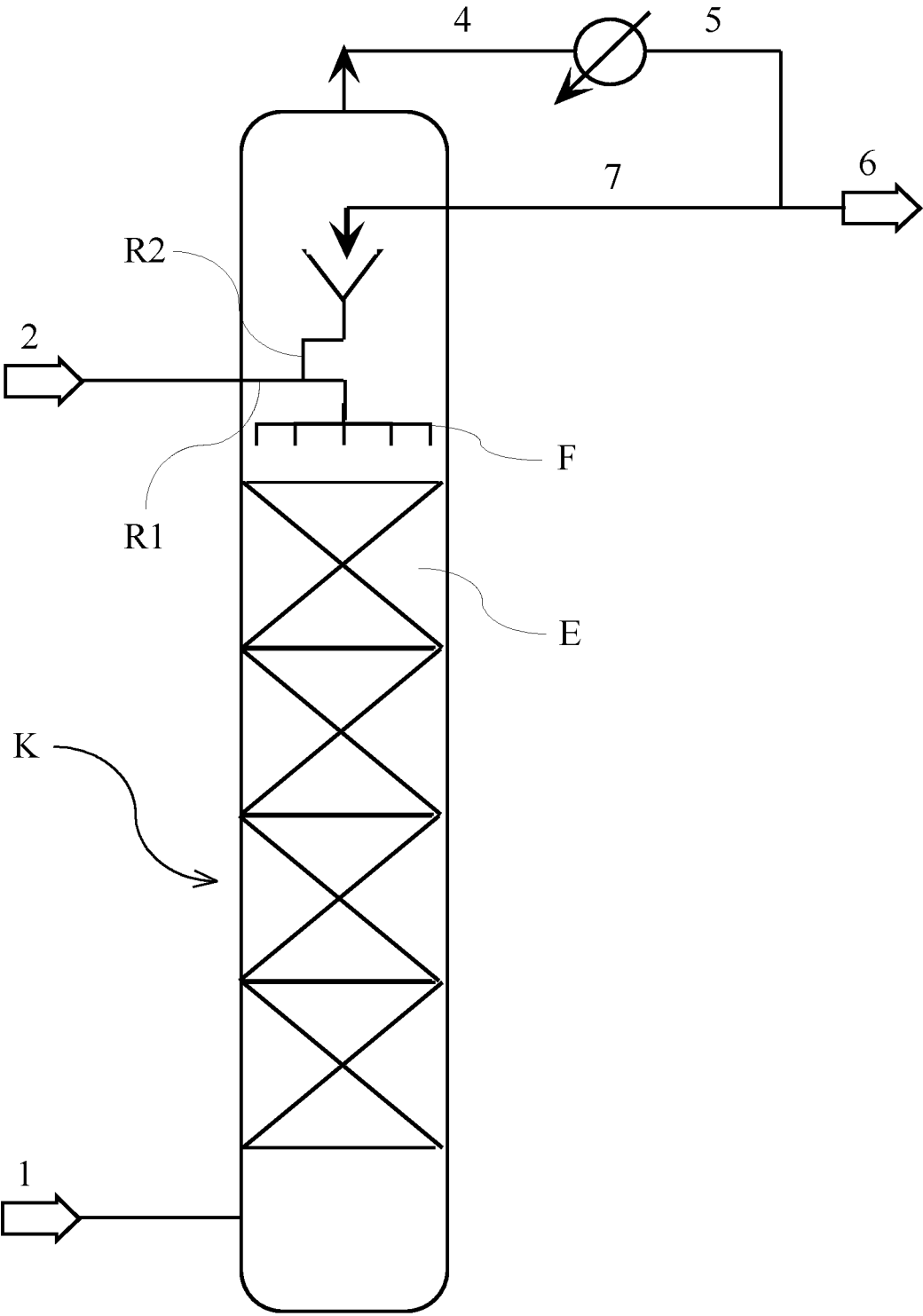


Fig. 2:

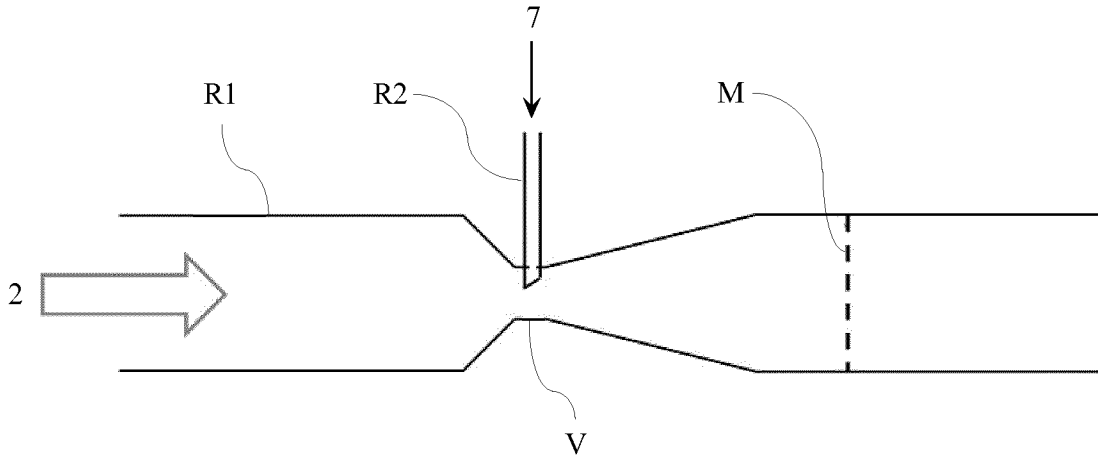


Fig. 3A:

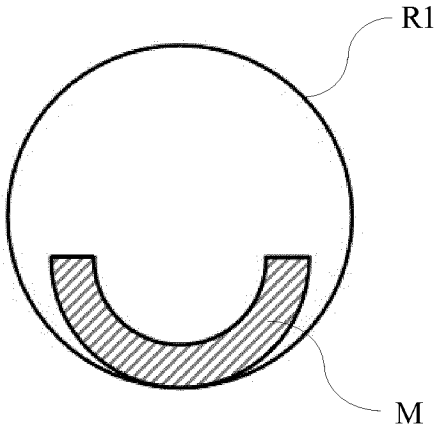
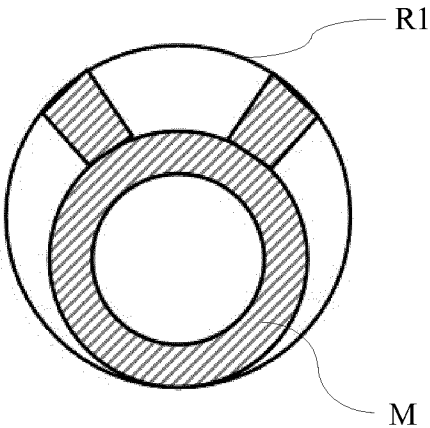


Fig. 3B:



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/065423

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. B01D3/32 B01D3/40 B01F5/04 C07C7/08 C07C7/167 ADD.																				
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) B01D B01F 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 practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data																				
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category*</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>DE 10 2010 011014 A1 (BASF SE [DE]) 15 September 2011 (2011-09-15) abstract; claim 1; figure 1 -----</td> <td>1-14</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 4 802 630 A (KROMREY EDWARD P [US] ET AL) 7 February 1989 (1989-02-07) abstract; figures 1,2 -----</td> <td>1-14</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>FR 2 606 291 A1 (ELF AQUITAINE [FR]) 13 May 1988 (1988-05-13) figure 1 -----</td> <td>1-14</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2 610 141 A (DROUT JR WILLIAM M) 9 September 1952 (1952-09-09) figure 1 -----</td> <td>1-14</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2005/059838 A1 (YADA SHUHEI [JP] ET AL) 17 March 2005 (2005-03-17) figure 5 -----</td> <td>1-14</td> </tr> </tbody> </table>			Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	A	DE 10 2010 011014 A1 (BASF SE [DE]) 15 September 2011 (2011-09-15) abstract; claim 1; figure 1 -----	1-14	A	US 4 802 630 A (KROMREY EDWARD P [US] ET AL) 7 February 1989 (1989-02-07) abstract; figures 1,2 -----	1-14	A	FR 2 606 291 A1 (ELF AQUITAINE [FR]) 13 May 1988 (1988-05-13) figure 1 -----	1-14	A	US 2 610 141 A (DROUT JR WILLIAM M) 9 September 1952 (1952-09-09) figure 1 -----	1-14	A	US 2005/059838 A1 (YADA SHUHEI [JP] ET AL) 17 March 2005 (2005-03-17) figure 5 -----	1-14
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.																		
A	DE 10 2010 011014 A1 (BASF SE [DE]) 15 September 2011 (2011-09-15) abstract; claim 1; figure 1 -----	1-14																		
A	US 4 802 630 A (KROMREY EDWARD P [US] ET AL) 7 February 1989 (1989-02-07) abstract; figures 1,2 -----	1-14																		
A	FR 2 606 291 A1 (ELF AQUITAINE [FR]) 13 May 1988 (1988-05-13) figure 1 -----	1-14																		
A	US 2 610 141 A (DROUT JR WILLIAM M) 9 September 1952 (1952-09-09) figure 1 -----	1-14																		
A	US 2005/059838 A1 (YADA SHUHEI [JP] ET AL) 17 March 2005 (2005-03-17) figure 5 -----	1-14																		
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.																				
* Special categories of cited documents : <table> <tr> <td> "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent 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 </td> <td> "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 </td> </tr> </table>			"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent 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																
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent 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		Date of mailing of the international search report																		
15 September 2015		28/09/2015																		
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Weber, Christian																		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/065423

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 102010011014 A1	15-09-2011	CN 102781892 A	14-11-2012
		DE 102010011014 A1	15-09-2011
		EP 2545019 A1	16-01-2013
		JP 5758922 B2	05-08-2015
		JP 2013522175 A	13-06-2013
		KR 20130016264 A	14-02-2013
		TW 201139368 A	16-11-2011
		WO 2011110562 A1	15-09-2011

US 4802630 A	07-02-1989	AU 590345 B2	02-11-1989
		CA 1269410 A1	22-05-1990
		JP H0580250 B2	08-11-1993
		JP S62225234 A	03-10-1987
		NZ 218133 A	29-09-1988
		US 4802630 A	07-02-1989

FR 2606291 A1	13-05-1988	NONE	

US 2610141 A	09-09-1952	BE 494834 A	17-07-1950
		DE 974477 C	05-01-1961
		FR 60565 E	09-11-1954
		FR 975923 A	12-03-1951
		GB 673768 A	11-06-1952
		NL 78159 C	15-01-1955
		US 2610141 A	09-09-1952
		US 2663679 A	22-12-1953

US 2005059838 A1	17-03-2005	AU 2003264366 A1	29-03-2004
		BR 0306213 A	24-08-2004
		CN 1622930 A	01-06-2005
		EP 1535893 A1	01-06-2005
		JP 3971974 B2	05-09-2007
		JP 2004091424 A	25-03-2004
		RU 2333194 C2	10-09-2008
		US 2005059838 A1	17-03-2005
		WO 2004022518 A1	18-03-2004

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES		
INV. B01D3/32	B01D3/40	B01F5/04 C07C7/08 C07C7/167
ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)		
B01D B01F 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		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 10 2010 011014 A1 (BASF SE [DE]) 15. September 2011 (2011-09-15) Zusammenfassung; Anspruch 1; Abbildung 1 -----	1-14
A	US 4 802 630 A (KROMREY EDWARD P [US] ET AL) 7. Februar 1989 (1989-02-07) Zusammenfassung; Abbildungen 1,2 -----	1-14
A	FR 2 606 291 A1 (ELF AQUITAINE [FR]) 13. Mai 1988 (1988-05-13) Abbildung 1 -----	1-14
A	US 2 610 141 A (DROUT JR WILLIAM M) 9. September 1952 (1952-09-09) Abbildung 1 -----	1-14
A	US 2005/059838 A1 (YADA SHUHEI [JP] ET AL) 17. März 2005 (2005-03-17) Abbildung 5 -----	1-14
☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. 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 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		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
15. September 2015		28/09/2015
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Weber, Christian

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/065423

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 102010011014 A1	15-09-2011	CN 102781892 A	14-11-2012
		DE 102010011014 A1	15-09-2011
		EP 2545019 A1	16-01-2013
		JP 5758922 B2	05-08-2015
		JP 2013522175 A	13-06-2013
		KR 20130016264 A	14-02-2013
		TW 201139368 A	16-11-2011
		WO 2011110562 A1	15-09-2011

US 4802630 A	07-02-1989	AU 590345 B2	02-11-1989
		CA 1269410 A1	22-05-1990
		JP H0580250 B2	08-11-1993
		JP S62225234 A	03-10-1987
		NZ 218133 A	29-09-1988
		US 4802630 A	07-02-1989

FR 2606291 A1	13-05-1988	KEINE	

US 2610141 A	09-09-1952	BE 494834 A	17-07-1950
		DE 974477 C	05-01-1961
		FR 60565 E	09-11-1954
		FR 975923 A	12-03-1951
		GB 673768 A	11-06-1952
		NL 78159 C	15-01-1955
		US 2610141 A	09-09-1952
		US 2663679 A	22-12-1953

US 2005059838 A1	17-03-2005	AU 2003264366 A1	29-03-2004
		BR 0306213 A	24-08-2004
		CN 1622930 A	01-06-2005
		EP 1535893 A1	01-06-2005
		JP 3971974 B2	05-09-2007
		JP 2004091424 A	25-03-2004
		RU 2333194 C2	10-09-2008
		US 2005059838 A1	17-03-2005
		WO 2004022518 A1	18-03-2004
