



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I725169 B

(45)公告日：中華民國 110 (2021) 年 04 月 21 日

(21)申請案號：106113244

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 04 月 20 日

(51)Int. Cl. : C07C45/82 (2006.01)

B01D3/14 (2006.01)

C07C47/02 (2006.01)

(30)優先權：2016/04/21 英國

1606981.7

(71)申請人：英商強生瑪西大維科技公司(英國) JOHNSON MATTHEY DAVY TECHNOLOGIES LIMITED (GB)

英國

(72)發明人：羅德 雅卓安 LORD, ADRIAN (GB)；施密特 馬汀 盧卡斯 SMIDT, MARTIN LUCAS (NL)；沙赫 阿圖 曼尼羅 SHAH, ATUL MANILAL (GB)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：

TW 201008906A

審查人員：彭瓊嬋

申請專利範圍項數：18 項 圖式數：4 共 32 頁

(54)名稱

用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物之方法

(57)摘要

本發明描述一種用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物之方法，其中該方法包含：供應包含該醛混合物之饋料至第一分離容器；在第一溫度及第一壓力下操作該第一分離容器使得發生分離；自該第一分離容器回收包含該直鏈醛之第一流且供應該第一流至第二分離容器；在第二溫度及第二壓力下操作該第二分離容器使得發生分離；自該第二分離容器回收包含該直鏈醛之產物流及包含高沸點組分之第二流，且供應該第二流至第三分離容器；在第三溫度及第三壓力下操作該第三分離容器使得發生分離；及自該第三分離容器回收包含該醛混合物之第三流且再引入該第三流至該第一分離容器。

A process for the distillation of an aldehyde mixture comprising a straight-chain aldehyde and a branched-chain aldehyde is described in which the process comprises: supplying a feed comprising the aldehyde mixture to a first separation vessel; operating said first separation vessel at a first temperature and a first pressure such that separation occurs; recovering a first stream comprising the straight-chain aldehyde from said first separation vessel and supplying said first stream to a second separation vessel; operating said second separation vessel at a second temperature and a second pressure such that separation occurs; recovering a product stream comprising the straight-chain aldehyde and a second stream comprising high-boiling components from said second separation vessel, and supplying said second stream to a third separation vessel; operating said third separation vessel at a third temperature and a third pressure such that separation occurs; and recovering a third stream comprising the aldehyde mixture from said third separation vessel and reintroducing said third stream to the first separation vessel.

指定代表圖：

符號簡單說明：

1:第一分離區

2:第二分離區

3:第三分離區

11:管線/饋料流

12:管線

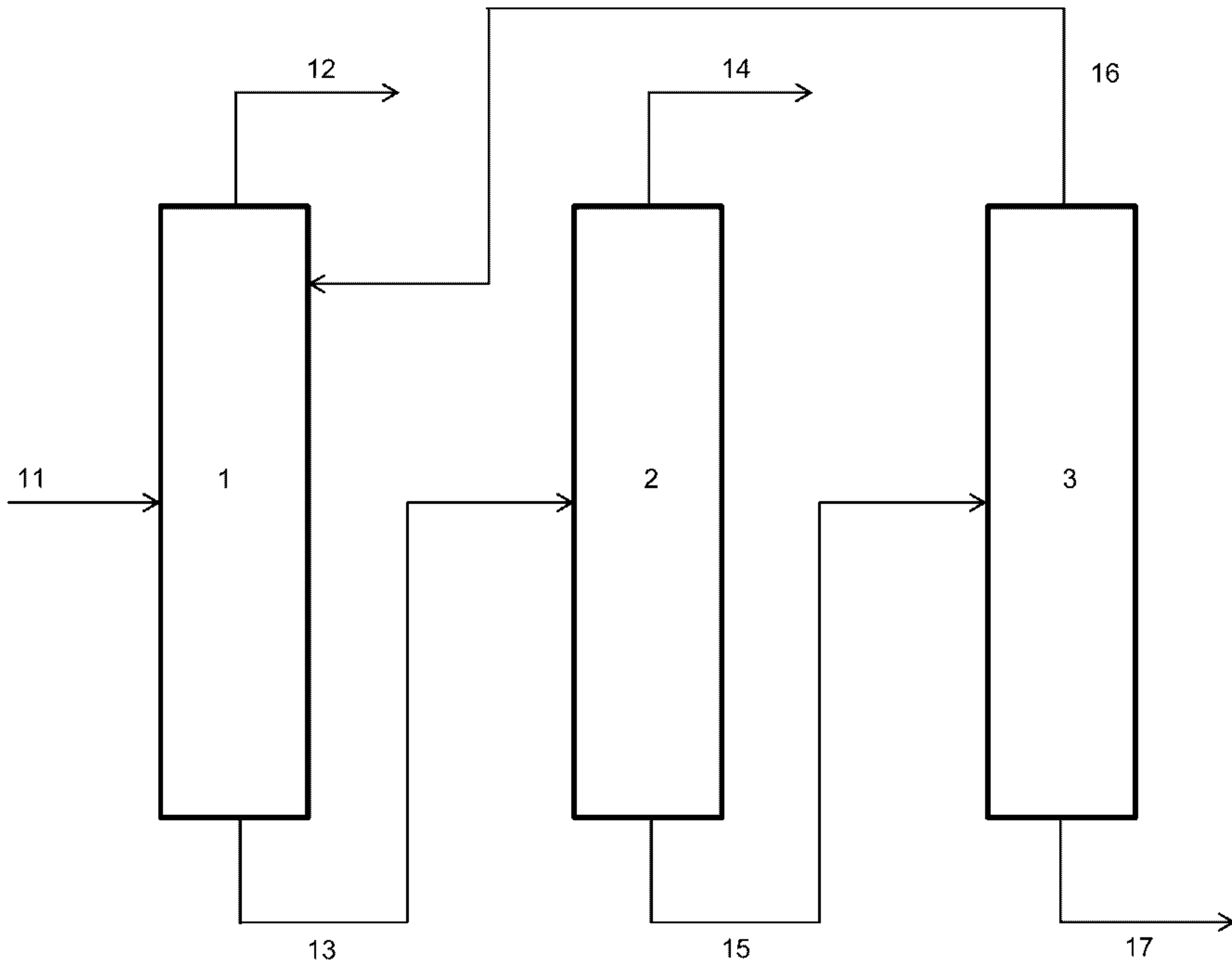
13:管線

14:管線/流

15:管線

16:管線

17:管線



【圖1】



I725169

**【發明摘要】****【中文發明名稱】**

用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物之方法

**【英文發明名稱】**

PROCESS FOR DISTILLATION OF ALDEHYDE MIXTURE  
COMPRISING STRAIGHT CHAIN ALDEHYDE AND  
BRANCHED CHAIN ALDEHYDE

**【中文】**

本發明描述一種用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物之方法，其中該方法包含：供應包含該醛混合物之饋料至第一分離容器；在第一溫度及第一壓力下操作該第一分離容器使得發生分離；自該第一分離容器回收包含該直鏈醛之第一流且供應該第一流至第二分離容器；在第二溫度及第二壓力下操作該第二分離容器使得發生分離；自該第二分離容器回收包含該直鏈醛之產物流及包含高沸點組分之第二流，且供應該第二流至第三分離容器；在第三溫度及第三壓力下操作該第三分離容器使得發生分離；及自該第三分離容器回收包含該醛混合物之第三流且再引入該第三流至該第一分離容器。

**【英文】**

A process for the distillation of an aldehyde mixture comprising a straight-chain aldehyde and a branched-chain aldehyde is described in which the process comprises: supplying a feed comprising the aldehyde mixture to a first separation vessel; operating said first separation vessel at a first temperature and a first pressure such that separation occurs; recovering a first stream comprising the straight-chain aldehyde from said first separation vessel and supplying said first stream to a second separation vessel; operating said second separation vessel at a second temperature and a second pressure

such that separation occurs; recovering a product stream comprising the straight-chain aldehyde and a second stream comprising high-boiling components from said second separation vessel, and supplying said second stream to a third separation vessel; operating said third separation vessel at a third temperature and a third pressure such that separation occurs; and recovering a third stream comprising the aldehyde mixture from said third separation vessel and reintroducing said third stream to the first separation vessel.

【指定代表圖】

圖1

【代表圖之符號簡單說明】

1	第一分離區
2	第二分離區
3	第三分離區
11	管線/饋料流
12	管線
13	管線
14	管線/流
15	管線
16	管線
17	管線

## 【發明說明書】

### 【中文發明名稱】

用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物之方法

### 【英文發明名稱】

PROCESS FOR DISTILLATION OF ALDEHYDE MIXTURE  
COMPRISING STRAIGHT CHAIN ALDEHYDE AND  
BRANCHED CHAIN ALDEHYDE

### 【技術領域】

本發明係關於一種用於分離直鏈及分支鏈醛之方法。本發明尤其係關於一種用於分離正丁醛及異丁醛(其亦稱為丁醛)之方法。更特定言之，本發明係關於一種用於在高產量及低成本下分離醛(諸如正丁醛及異丁醛)之改良的方法。該方法尤其適用於自直鏈及分支鏈醛之混合物分離直鏈醛且可允許直鏈醛達成至少95%之純度，且較佳至少98%之純度，且更佳至少99%之純度，或直鏈醛之完全選擇率。

### 【先前技術】

直鏈及分支鏈醛之混合物通常作為氫甲醯化方法之結果形成。舉例而言，丁醛幾乎完全藉由丙烯之氫甲醯化生成。傳統地，丙烯之氫甲醯化藉由羰基鈷催化。近年來已使用與膦或亞磷酸酯配位體錯合之銻作為催化劑。氫甲醯化反應產生正丁醛及異丁醛之混合物，其可在後續步驟中分離。

丁醛之一種用途係產生丁醇。正丁醇之一種用途係產生丙烯酸丁酯，其藉由正丁醇與丙烯酸之酯化獲得。此係重要的衍生物，因為其廣泛用作溶劑、調味劑、芳香劑及作為用於產生其他化學製品(諸如潤滑劑及塑化劑)的化學中間體或前驅體。

正丁醛，其一種商業上最重要的用途係產生2-乙基己醇。在此反應

中，純的正丁醛通常進行醇醛縮合以形成2-乙基己烯醛。2-乙基己烯醛隨後氫化以形成中間產物2-乙基己醇。若在醇醛縮合反應期間存在異丁醛，則形成不利的反應產物，諸如乙基甲基戊醇。乙基甲基戊醇之存在可存在問題。舉例而言，其存在導致形成較低品質塑化劑。因此，需要藉由自正丁醛及異丁醛之混合物分離正丁醛來產生大體上純的正丁醛。

在分離可獲自氫甲醯化反應之其他直鏈及分支鏈醛之情況下遭遇類似問題，諸如在丁烯之氫甲醯化反應之後產生C<sub>5</sub>醛。舉例而言，直鏈C<sub>5</sub>醛，稱為1-戊醛或正戊醛，用於產生2-丙基庚醇，該2-丙基庚醇繼而用於製備塑化劑，且其遭受與關於正丁醛論述之彼等類似的缺陷。此等缺陷由產物中存在2-丙基庚醇之異構體(諸如2-丙基,4-甲基己醇及2-丙基,5-甲基己醇)造成。

儘管有可能藉由更改方法變量(諸如溫度、壓力及催化劑)來更改氫甲醯化反應之選擇率以達成較高濃度之所需的正鏈異構體產物。然而，尚不可能達成所需層級之選擇率及理想地正鏈醛異構體的完全選擇率，且因此獲自氫甲醯化方法的產物將係直鏈及分支鏈醛兩者的混合物。除醛之混合物以外，來自氫甲醯化反應之產物將亦包含高沸點組分，其稱為重物質。此等高沸點組分藉由組分之間的反應形成且可包括二聚體、三聚體及四聚體。認為部分高沸點組分之形成藉由縮合反應發生，諸如醇醛縮合反應、Tischenko型反應或Cannizaro型反應。此等反應之論述及其機制之詳情可發現於例如US 5841002及US 6193872中。

產物流亦可含有低沸點組分，其稱為輕物質。可存在之輕物質可包括未反應之烯烴、烷烴及溶解氣體中之一或多者。溶解氣體可包括一氧化碳、氫氣、二氧化碳、甲烷、氮氣、氬氣及水中之一或多者。產物流亦可

包括藉由氫甲醯化方法期間醛還原成醇所形成的相對應醇，水及烷烴。

由於脂族醛容易經由加熱之操作及雜質縮合或聚合，歷史上必需反覆地分步蒸餾獲自氫甲醯化方法之粗製醛以便獲得足夠純度之產物。

在工業方法中，分離直鏈及分支鏈醛(諸如分離正丁醛及異丁醛)可在使用兩個獨立的蒸餾塔的兩步蒸餾方法中實現。將分離正丁醛及異丁醛作為一實例，一種此類方法描述於US 5102505資料欄中。選擇蒸餾條件使得分支鏈醛呈液體形式在蒸餾塔之上部區域取出，且直鏈醛分離成兩個相異的產物流。直鏈醛之第一產物流基本上由純的直鏈醛構成，其呈蒸氣自蒸餾塔之下部區域取出。直鏈醛之第二產物流含有主要部分之高沸點組分，其在蒸餾塔之底部取出作為底部產物。然而，僅可能達成至多70重量%之存在於粗產物中之直鏈醛。

一替代佈置論述於US 6511583中，其中第一蒸餾塔自高沸點組分分離丁醛流。包含正丁醛之流作為側取物取自第一蒸餾塔，且含有正丁醛及高沸點組分兩者之流亦取自第一蒸餾塔底部。取自第一蒸餾塔底部之流在第二蒸餾塔中分離成包含高沸點組分之更濃縮的流及主要包含正丁醛之流，該主要包含正丁醛之流進料返回至第一蒸餾塔中。

儘管兩步方法的確允許一定分離，但可注意到各種缺點及缺陷。舉例而言，在正分離之丁醛之混合物的情況下，獲自兩塔方法的第二塔的正丁醛與取自第一蒸餾塔的側取物相比更純且含有較少高沸點組分及較少異丁醛。因此已提議串聯連接第一蒸餾塔及第二蒸餾塔，其中第一塔之底部殘留物在第二塔中分離成高沸點組分流及純的、無異丁醛的正丁醛流，藉此達成相同高正丁醛產率。

然而，存在與使用兩步蒸餾方法相關之明顯缺陷。一個缺陷係損失

大量所需的醛產物，因其轉化成高沸點組分所致。此係回收直鏈醛(諸如正丁醛)所需之高溫的直接結果。舉例而言，據估計作為當場轉化成高沸點組分之結果，可損失大約1至2重量%或大於2重量%之正丁醛，當該方法在商業規模上使用時該損失係大量的。此外，任何取自來自第一蒸餾塔之側取口之直鏈醛通常含有引入至塔中的高沸點組分中的一部分，其通過獲得直鏈醛的側取口隨後添加至塔。亦應理解第一蒸餾塔中之分支鏈醛含量將升高且可隨著自塔底部向上之每一塔盤急劇升高，因此必需添加額外負荷需求至再沸器，以便達成所需的分支鏈醛含量。

另外，為獲得呈高產量之直鏈醛，產生高沸點組分之濃縮流係至關重要的。高沸點組分與直鏈醛相比具有低得多的揮發性且因此在塔底部中需要高溫。在高溫下其他反應變得至關重要，諸如醛之進一步縮合或高沸點組分之裂解。高沸點組分(其為分支鏈醛之錯合物或寡聚物)之裂解可釋放分支鏈醛返回至蒸餾塔中，其可隨後最終結束存在於直鏈醛流中，藉此取消移除分支鏈醛而採取的工作。因此至關重要的是第二塔中的溫度保持相對低，較佳如在第一塔中相同的溫度。為達成此目的，第一塔之壓力可減小或高沸點組分之濃度可藉由將仍大量的直鏈醛保留於高沸點組分流中來限制。

改良蒸餾方法及直鏈及分支鏈醛(諸如正丁醛及異丁醛)之分離之嘗試已集中於添加不同組分以有助於蒸餾及使雜質形成最小化。舉例而言，水添加至混合丁醛饋料之方法揭示於US 5227544中。據稱添加至丁醛饋料之水的量足以在蒸餾期間將異丁醛寡聚物水解成單體形式，其減少存在於最終產物中的異丁醛的量，且其亦減少當製備2-乙基己醇時形成的雜質的數目。改良蒸餾方法及正丁醛及異丁醛之分離之一替代嘗試揭示於

DE3320648中，其描述添加單羧酸(諸如丁酸)，亦即意欲減少蒸餾塔中高沸點組分之形成。據稱單羧酸藉由將空氣進料至塔中當場形成。然而，添加其他組分至蒸餾塔中已伴隨有缺陷，諸如需要自丁醛分離額外組分。舉例而言，水可為不利的組分，因為其可導致液體發泡且致使塔盤低效，或限制塔的負載量低於其所欲負載量。

因此仍需要用於純化醛混合物之新穎及改良方法，包含分離直鏈醛及分支鏈醛，其不遭受與先前技術相關之缺陷。特定言之，仍需要用於自正丁醛及異丁醛之混合物分離正丁醛之改良方法，其使得所需正丁醛能夠在超過至少95%之純度、至少98%之純度、至少99%之純度及較佳100%純度下獲得。已發現本發明之方法(其涉及三階段分離)產生呈高產量及高純度獲得之直鏈醛，諸如正丁醛。本發明之方法亦避免形成額外高沸點組分，其係與現有兩步蒸餾方法相關之缺點。

#### 【發明內容】

#### 【圖式簡單說明】

圖1 係本發明之第一態樣之方法的示意圖；

圖2 係包含單個分離容器之比較方法之示意圖；

圖3 係包含兩個分離容器之比較方法之示意圖；及

圖4 係包含兩個分離容器、及來自第二分離容器之回收流之比較方法的示意圖。

#### 【實施方式】

因此，根據本發明之第一態樣，提供用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物的方法，其中該方法包含：

i) 供應包含醛混合物之饋料至第一分離容器；

- ii) 在第一溫度及第一壓力下操作該第一分離容器使得發生分離；
- iii) 自該第一分離容器回收包含直鏈醛之第一流且供應該第一流至第二分離容器；
- iv) 在第二溫度及第二壓力下操作該第二分離容器使得發生分離；
- v) 自該第二分離容器回收包含直鏈醛之產物流及包含高沸點組分之第二流，且供應該第二流至第三分離容器；
- vi) 在第三溫度及第三壓力下操作該第三分離容器使得發生分離；及
- vii) 自該第三分離容器回收包含醛混合物之第三流且再引入該第三流至第一分離容器。

用於本發明之方法中之醛混合物可為獲自氫甲醯化方法的產物。氫甲醯化方法之實例描述於US 4148830、US 4247486、US 4593127及US 6100432中。然而，本發明之蒸餾方法可用於分離由其他氫甲醯化方法或其他方法產生之醛混合物。

在一個佈置中，氫甲醯化反應之起始物質可為烯烴或烯烴之混合物。適合之烯烴之實例包括乙烯、丙烯、1-丁烯、2-丁烯(順或反)及異丁烯。獲自氫甲醯化方法之醛將比烯烴起始物質之碳原子多一個碳原子。

催化劑通常用於氫甲醯化反應中。可使用任何適合之催化劑。可用於氫甲醯化反應中之適合之催化劑的實例描述於US 5102505中。在一個佈置中，催化劑可為銻催化劑，其可視情況與一或多種配位體組合使用。該一或多種配位體可為膦或亞磷酸酯。在一個佈置中，該一或多種配位體可為三苯膦。

存在於饋料中之直鏈對分支鏈醛之比率將總體上視用以產生醛的方法而定。

除醛以外，饋料可進一步包括較輕沸點組分、較重沸點組分或較輕及較重沸點組分兩者。饋料中之其他組分的量可為約0.1至約5重量%、約0.2至約4重量%或約0.2至約3重量%。

本發明之方法具有優勢，與現有分離方法相比，其可在較低成本下且在更溫和條件下進行。此外，該方法可使得直鏈醛含量能夠為約98%至約99.98%。可實現約99%之純度，或約99.9%或甚至100%純度。

直鏈醛產物流可含有小於約0.5重量%之高沸點組分。替代地其可含有小於約0.4%、0.3%、0.2%、或0.1%、0.05%、0.02%或0.01重量%之高沸點組分。

無論饋料之組成如何，其進料至第一分離容器。在一個佈置中，饋料包含直鏈及分支鏈C<sub>3-5</sub>醛。因此饋料可包含正丁醛及異丁醛，或正戊醛及異戊醛。在一個佈置中，饋料可包含正丁醛及異丁醛之混合物。

第一分離容器可為任何適合之分離容器。在一個佈置中，第一分離容器可為蒸餾塔，諸如盤式塔或填充塔。若第一分離容器係盤式塔，則可使用任何適合數目個塔盤。在一個佈置中，塔盤之數目可為約40至約160，約50至約150，約60至約140，約70至約130，或約80至約120。

饋料可供應至第一分離容器之任何部分。在一個佈置中，饋料可供應至第一分離容器之中間部分，諸如，例如在約塔盤5至100處，或在約塔盤10至90處。就此而言，塔盤係自塔頂部編號。

第一分離容器可進一步包含再沸器、冷凝器、或再沸器及冷凝器，視情況第一分離容器可進一步包含回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵。

為促進分離，第一分離容器在任何適合之溫度及壓力下操作。溫度及壓力將視欲分離之組合物及第一分離容器之形式而定。在一個佈置中，

第一分離容器之下部部分之溫度可為約200°C至約65°C，約125°C至約85°C，約120°C至約90°C，約115°C至約95°C，或約110°C至約100°C。在一個佈置中，第一分離容器之壓力可為約1.0至約2.4絕對巴(bara)，約1.2至約2.2絕對巴，或約1.4至約2.0絕對巴。然而，將理解，總體上將存在溫度及壓力概況，其中反應器之底部與塔頂部相比較熱且具有增加的壓力。因此舉例而言，在一個佈置中，第一分離容器可具有約1.5絕對巴及約2.3絕對巴之頂部壓力，約104°C之底部溫度及約73°C區域中的頂部溫度。

將理解，操作第一分離容器使得直鏈醛可與來自第一分離容器底部之高沸點組分一起回收。較輕沸點組分(包括異丁醛)可自第一分離容器之頂部或接近頂部回收。

包含直鏈醛及高沸點組分之第一流傳遞至第二分離容器。在一個佈置中，第一流可自第一分離容器底部回收。

第二分離容器可為任何適合之分離容器，其可與第一分離容器相同或不同。在一個佈置中，第二分離容器可為蒸餾塔，諸如盤式塔或填充塔。若第二分離容器係盤式塔，則可使用任何適合數目個塔盤。在一個佈置中，盤式塔中之塔盤之數目可為約2至約100，約2至約50，約3至約25，約4至約20，約4至約15，約4至約10，或6至8個塔盤。在一個佈置中，第二分離容器中之塔盤之數目可小於存在於第一分離容器中之塔盤之數目。

第一流可供應至第二分離容器之任何部分。在一個佈置中，第一流可供應至任何適合之位置。在一個佈置中其可提供至第二分離容器之中間部分，諸如當塔盤之數目係2至100時在約塔盤45至55處，當塔盤之數目係約2至約50時在約塔盤20至30處，當塔盤之數目係約4至約15時在約塔

盤8至12處，或當塔盤之數目係約4至約10時在約6至8處。就此而言，塔盤係自塔頂部編號。在一個替代佈置中，第一流在塔底部上方1至10個、塔底部上方約2至9個、塔底部上方約3至7個塔盤處供應至第二分離容器

第二分離容器可包含再沸器、冷凝器、或再沸器及冷凝器，視情況第二分離容器可進一步包含回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵。在第二分離容器係盤式塔且其包含再沸器及冷凝器之佈置中，塔盤之數目可為2至100，約2至約50，約3至約25，約4至約20，約4至約15，約4至約10，或6至8個塔盤。

類似地，在該等佈置中，第一流可供應任何適合之位置。在一個佈置中，其可供應至第二分離容器之中間部分，諸如當塔盤之數目係2至100時在約塔盤40至55處，或在約塔盤42至50處，或在約塔盤45至48處，諸如當塔盤之數目係2至100時約塔盤45至55，當塔盤之數目係約2至約50時在約塔盤20至30處，當塔盤之數目係約4至約15時在約塔盤8至12處，或當塔盤之數目係約4至約10時在約6至8處。就此而言，塔盤係自塔頂部編號。

為促進分離，第二分離容器係在任何適合之溫度及壓力下操作。溫度及壓力將視欲分離之組合物及第二分離容器之形式而定。在一個佈置中，第二分離容器之下部部分之溫度可為約200°C至約65°C，約125°C至約85°C，約120°C至約90°C，約115°C至約95°C，或約110°C至約100°C。第二分離容器上部之溫度可低於第一分離容器上部之溫度，使得高沸點組分之形成及/或高沸點組分裂解以形成直鏈及分支鏈醛降至最低。在一個佈置中，第二分離容器之壓力可為約1.0至約2.4絕對巴，約1.2至約2.2絕對巴，或約1.4至約2.0絕對巴。然而，將理解，總體上將存在溫度及壓力

概況，其中反應器之底部較熱，且在分離容器之底部具有增加的壓力。因此舉例而言，在一個佈置中，第二分離容器可具有約1.5絕對巴及約2.3絕對巴之頂部壓力，約104°C之底部溫度及約70°C至約100°C區域中的頂部溫度。

將理解，操作第二分離容器使得直鏈醛可自高沸點組分分離。直鏈醛可作為產物流自第二分離容器頂部回收。高沸點組分可自第二分離容器之底部回收。

包含高沸點組分、獲自第二分離容器之第二流傳遞至第三分離容器。在一個佈置中，第二流可取自第二分離容器之底部。

第三分離容器可為任何適合之分離容器，其可與第一分離容器及/或第二分離容器相同或不同。在一個佈置中，第三分離容器可為蒸餾塔，諸如盤式塔或填充塔。若分離容器係盤式塔，則可使用任何適合數目個塔盤。在一個佈置中，盤式塔中之塔盤之數目可為約2至約100，約2至約50，約3至約25，約4至約20，約4至約15，或約4至約10。在一個佈置中，第三分離容器之盤式塔中之塔盤的數目可小於存在於第一分離容器中的塔盤的數目。在一個佈置中，在第一分離容器、第二分離容器及第三分離容器係盤式塔之情況下，第二分離容器及第三分離容器中之塔盤之數目可小於存在於第一分離容器中的塔盤的數目。

第二流可供應至第三分離容器之任何部分。在一個佈置中，第二流可供應至第三分離容器之中間部分，諸如當塔盤之數目係約2至約100時在約塔盤45至55處，當塔盤之數目係約2至約50時在約塔盤20至30處，當塔盤之數目係約3至約25或塔盤之數目係4至約20時在約塔盤10至15處，或當塔盤之數目係約4至約15時在約塔盤8至12處，或當塔盤之數目係約4

至約10時約6至8。就此而言，塔盤自塔頂部編號。

第三分離容器可包含再沸器、冷凝器、或再沸器及冷凝器，視情況第三分離容器可進一步包含回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵。在第三分離容器係盤式塔且其包含再沸器及冷凝器之佈置中，塔盤之數目可為約1至約100，約2至約50，約2至約25，約2至約20，約4至約15，或約5至約10。第二流可供應至任何適合之位置。在一個佈置中其可供應至第三分離容器之中間部分，諸如當塔盤之數目係約2至約20時在約塔盤7至13處，或當塔盤之數目係約4至約15時在約塔盤8至10處，或當塔盤之數目係約5至約10時在塔盤6至8處。就此而言，塔盤自塔頂部編號。在一個替代安排中，第二流係在塔底部上方1至10個、塔底部上方約2至9個、塔底部上方約3至7個塔盤處供應至第三分離容器。

在一個安排下，第三分離容器可為部分蒸發器，使得分離容器不包含任何塔盤且其不包含冷凝器。部分蒸發器可為單鍋型再沸器或蒸發器，或具有外部再沸器之容器。

為促進分離，第三分離容器在任何適合之溫度及壓力下操作。溫度及壓力將視欲分離之組合物及第三分離容器之形式而定。在一個佈置中，第三分離容器之下部部分之溫度可為約200°C至約65°C，125°C至約85°C，或約120°C至約90°C，或約115°C至約95°C，約110°C至約100°C。在一個佈置中，第三分離容器之壓力可為約1.0至約2.4絕對巴，約1.2至約2.2絕對巴，或約1.4至約2.0絕對巴。然而，將理解，總體上將存在溫度及壓力概況，其中反應器之底部較熱，且在分離容器之底部具有增加的壓力。因此舉例而言，在一個佈置中，第三分離容器可具有約1.5絕對巴及約2.3絕對巴之頂部壓力，約130至131°C之底部溫度及約70°C至約100°C

區域中的頂部溫度。

亦將理解，第三分離容器操作使得分離條件可允許高沸點組分分解且其恢復成可作為第三流回收的直鏈及/或或分支鏈醛，其可自第三反應容器頂部移除。任何剩餘高沸點組分自第三分離容器底部移除。

本發明之三階段方法與現有先前技術方法相比對於操作條件較不敏感，因此第三分離容器可在與先前技術方法中可用相比的較苛刻條件(諸如高溫及/或壓力)下操作。

包含直鏈及分支鏈醛、回收自第三分離容器之流可回收至第一分離容器。在一個佈置中，第三流可視為第三分離容器之頂部產物。將顯而易見的是可回收第三流且供應至第一分離容器的塔盤可視所用的條件而優化。第三分離容器之操作可包括以與US 5227544中所描述之方法類似的方法將水注入第三塔中。

將理解，上文所指示之溫度及壓力僅為指示性的。各分離容器具有不同任務及負荷，且將恰當地選擇操作條件。總之，第一分離容器之作用係自醛饋料流移除分支鏈醛及輕物質。來自此分離容器之底部之流(其具有減少的分支鏈醛含量)在第二分離容器中處理。此饋料之一部分作為來自第二分離容器之塔頂產物自第二分離塔移除，留下重物質、較高沸點組分及直鏈醛之混合物。此等組分在第三分離容器中分離。此第三分離容器可在比第二分離容器中使用之溫度較高之溫度下操作，因為此可使得非所需重物質中之一部分能夠回收至分支鏈及/或直鏈醛，其可隨後回收至第一分離容器以使得能夠進一步分離。

第一分離容器、第二分離容器及第三分離容器可為任何適合之分離容器，諸如盤式塔或填充塔。在一個佈置中，第一分離容器、第二分離容

器及第三分離容器可相同或不同，其中分離容器不同將理解准許分離容器之任何組合。舉例而言，第一分離容器、第二分離容器及第三分離容器可為盤式塔，或第一分離容器及第二分離容器可為盤式塔且第三容器為填充塔，或第一容器及第三容器可為盤式塔且第二容器可為填充塔。

所用之分離容器之類型及分離的醛可影響所用的分離條件。因此，將理解，亦設想上文陳述之分離條件(諸如溫度及壓力)、分離容器之形式(諸如盤式塔)及塔盤之數目及流引入至盤式塔的容器的部分的組合。舉例而言，將理解，正丁醛及異丁醛之混合物可藉由三個分離容器分離，其中各分離容器係盤式塔，且第一分離容器包含約40至約160個塔盤，饋料供應至第一分離容器之中間部分，在約塔盤90至110處，且第一分離容器之溫度及壓力係約115°C至約95°C及約1.2至約2.4絕對巴，其中第二分離容器包含約2至約50個塔盤，來自第一分離容器之第一流供應至第二分離容器之中間部分，在約塔盤20至30處，且第二分離容器之溫度及壓力係約110°C至約100°C及約1.4至約2.2絕對巴，且其中第三分離容器包含約3至約25個塔盤，來自第二分離容器之第二流供應至第三分離容器之中間部分，在約塔盤10至15處，且第三分離容器之溫度及壓力係約120°C至約90°C及約1.0至約2.2絕對巴。將理解，亦設想分離條件(諸如溫度及壓力)、分離容器之形式(諸如盤式塔)及塔盤之數目及其中流引入至盤式塔的容器的部分的其他類似組合。就此而言，塔盤自塔頂部編號。

在第一分離容器、第二分離容器及/或第三分離容器係塔的一個佈置中，可使用任何適合的尺寸塔。在第一分離容器、第二分離容器及第三分離容器係塔的佈置中，第一塔的直徑可大於第二塔的直徑，且第二塔的直徑可大於第三塔的直徑。將理解，所選擇之塔中之每一者的直徑可視饋料

流中正醛對異醛的比率，及自第一分離容器頂部移除的流中的正醛對異醛的所需比率，第三流的尺寸及第三流的異醛含量而定。

現將參考隨附圖式藉助於實例描述本發明，在該等圖式中：

圖1 係本發明之第一態樣之方法的示意圖；

圖2 係包含單個分離容器之比較方法之示意圖；

圖3 係包含兩個分離容器之比較方法之示意圖；及

圖4 係包含兩個分離容器、及來自第二分離容器之回收流之比較方法的示意圖。

為避免疑問，此等圖式僅意欲為輔助理解本發明且不意欲理解為在所說明之組分的精確佈置或其定位、容器的形狀或輔助特徵中的任一者方面限制本發明的範疇。熟習此項技術者將理解圖式係圖解的且在商業工廠中可需要設備的其他物件，諸如原料鼓、泵、真空泵、壓縮機、氣體再循環壓縮機、溫度感測器、壓力感測器、減壓閥、控制閥、流動控制器、位準控制器、保存槽、儲存槽及其類似物。提供此類輔助設備不形成本發明之一部分，且該提供係根據習知化學工程實務。

如圖1中所說明，包含正丁醛、異丁醛及高沸點組分之饋料流藉由管線11進料至第一分離區1，其中異丁醛在在高溫及壓力下自正丁醛及高沸點組分分離。第一分離區可包含盤式塔、及視情況再沸器、冷凝器、或再沸器及冷凝器、回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵(未圖示)。異丁醛(其可包括少量正丁醛)藉由管線12回收。

包含正丁醛及高沸點組分之混合物之第一流在管線13中自第一分離區回收。第一流傳遞至第二分離區2，其中正丁醛在高溫及壓力下自高沸點組分分離。第二分離區可包含盤式塔、及視情況再沸器、冷凝器、或再

沸器及冷凝器、回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵(未圖示)。正丁醛藉由管線14回收。

包含稀高沸點組分之第二流藉由管線15自第二分離區回收。第二流傳遞至第三分離區3，其中高沸點組分在高溫及壓力下濃縮。第三分離區可包含盤式塔、及視情況再沸器、冷凝器、或再沸器及冷凝器、回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵(未圖示)。第三分離區之高溫及壓力允許一些正丁醛及/或異丁醛藉由高沸點組分之分解形成。高沸點組分經濃縮且在管線17中自第三分離區回收。

形成於第三分離區中之醛混合物在管線16中回收且再引入至第一分離區中。

單個塔分離之實例陳述於圖2中，其中包含正丁醛、異丁醛及高沸點組分之饋料流藉由管線11進料至第一分離區1。饋料流在高溫及壓力下分離成正丁醛及異丁醛。異丁醛在管線12中回收且正丁醛在管線14中回收。饋料中不分解之重物質及/或形成於分離塔中之任何重物質將隨正丁醛離開塔。

兩步分離方法之實例陳述於圖3中，其中包含正丁醛、異丁醛及高沸點組分之饋料流藉由管線11進料至第一分離區1。第一分離區1及第二分離區2藉由管線13串聯連接。

異丁醛在第一分離區中自正丁醛及高沸點組分分離，且藉由管線12回收。正丁醛及高沸點組分自第一分離區回收且藉由管線13進料至第二分離區2，其中正丁醛自高沸點組分分離。正丁醛藉由管線14回收，且高沸點組分藉由管線15回收。

兩步分離方法之另一實例陳述於圖4中，其中包含正丁醛、異丁醛及

高沸點組分之饋料流藉由管線11進料至第一分離區1。第一分離區1及第二分離區2藉由管線13串聯連接。正丁醛之側取物在管線14中獲自第一分離區1。

異丁醛在第一分離區中自正丁醛及高沸點組分分離，且藉由管線12回收。正丁醛及高沸點組分自第一分離區回收且藉由管線13進料至第二分離區2，其中正丁醛自高沸點組分分離。高沸點組分藉由管線15回收且正丁醛藉由管線16回收且回收至第一分離區。獲自第二分離區2之正丁醛可藉由管線16直接回收至第一分離區中，或其可在回收至第一分離區之前引入至饋料流11，未圖示。

由於底部塔盤中之異丁醛濃度隨著聚水坑(sump)上方之每一塔盤急劇升高，為在正丁醛側取物中達成所需異丁醛濃度，塔底部之異丁醛濃度需要為所需濃度的約一半。為在具有相同數目之塔盤之塔中達成該低異丁醛濃度，通常需要額外的再沸器及冷凝器負荷。

現將參考已使用可獲自Schneider Electric Software之Simulation Sciences Inc Pro/II 8.2建模軟體，使用已知的或容易地測定的物理性質產生的隨附實例及比較例藉助於實例描述本發明。

以下實例中高沸點組分之形成及存在逆反應不意欲表示實際反應。存在此等以模擬重物質裂解。一般認為高沸點組分係縮合反應之產物，諸如醇醛縮合、Tishchenko型或Cannizzaro型反應，產生多個具有各種數目個氧原子之C<sub>4</sub>、例如C<sub>8</sub>、C<sub>12</sub>及C<sub>16</sub>分子。此等反應描述於US 5841002及US 6193872中。

假定逆反應在高溫下進行。在比較實例5及6及實例7中，逆反應在131°C之底部溫度下操作之塔中進行。第一塔，或丁醛異構體塔需要最大再沸

器負荷。假定高沸點組分之形成在此塔中進行，因為其將具有最大總量之異丁醛。然而，高沸點組分亦可形成於第二塔及第三塔中，但出於實例之目的此已被忽略，因為其不影響自正丁醛移除異丁醛之效率，儘管其的確影響正丁醛產率。

比較實例3及6展示顯著較高濃度之C<sub>8</sub>高沸點組分(正丁醛及異丁醛之Tishchenko產物)及乙基-異戊烯醛(正或異丁醛之醇醛縮合產物)存在於正丁醛產物流中。此主要係因為所有高沸點組分通常在側取口上方進料至第一塔且其必需通過側取口以便自正丁醛產物流分離。因此，不可避免的是一些高沸點組分將存在於採集正丁醛側取物之塔盤上。

### 比較實例1

使用如圖2中所示之單個塔分離容器來分離含有3.22莫耳%異丁醛、96.77莫耳%正丁醛、101 ppm莫耳三聚體及28 ppm莫耳2-乙基己烯醛之27,764 kg/h的饋料流。為模擬在丁醛異構體塔中形成各種高沸點組分，0.5%之正丁醛轉化為三聚體，0.5%之正丁醛與異丁醛反應以形成丁酸異丁酯(經由Tishchenko反應)，0.5%之正丁醛與異丁醛反應以形成乙基-異戊烯醛(經由醇醛縮合反應)，隨後進入塔。當自塔頂部計數時，饋料流在塔盤40處進料至丁醛異構體塔。使用80個理論塔盤、再沸器及冷凝器模擬塔。塔在頂部1.5絕對巴及在底部2.3絕對巴下操作。頂部冷凝器中獲得之冷凝物經傾析以移除水，隨後作為回流返回至塔。操作丁醛異構體塔，使得經由塔頂獲得之異丁醛含有0.06莫耳%正丁醛，且底部產物正丁醛含有0.07莫耳%異丁醛。冷凝器之前的塔頂部的溫度係大約73°C，且底部的溫度係大約103.5°C。

比較實例1需要低再沸器負荷，但由此在丁醛異構體塔中製備之任何

高沸點組分不自正丁醛產物流分離。

## 比較實例2

使用如圖3中所示，包含串聯連接之兩個塔、無回收之兩步分離方法來精煉如在比較實例1中使用之相同饋料(包括三聚體、丁酸丁酯及乙基-異戊烯醛)。丁醛異構體塔與比較實例1中之塔一致且經操作以在頂部及底部提取物達成相同異丁醛及正丁醛規格。底部提取物傳遞至第二塔。第二塔含有8個理論塔盤、設定成0.25莫耳/莫耳之回流比及再沸器。另外，其含有冷卻至起泡溫度之冷凝器。在熱動力學中，起泡點係在給定壓力下，當加熱由兩個或多於兩個組分組成之液體時形成蒸氣之第一氣泡時的溫度。鑒於與液體相比蒸氣將可能具有不同組成，當設計蒸餾系統時，不同組成之起泡點以及露點係適用的資料。壓力在塔頂部設定成1.5絕對巴，且壓力梯度在底部產生2.3絕對巴之壓力。在第二塔(其在頂部1.5絕對巴下操作且具有可忽略的壓力梯度)中，高沸點組分流經濃縮使得底部溫度係131°C。純的正丁醛產物作為液體自第二塔之頂部獲得，且高沸點組分之濃縮流獲自底部。

當與實例1相比時，如表1中所說明，獲自第二塔之正丁醛中之高沸點組分的數目存在可觀測的降低。

## 比較實例3

如圖4中所示，使用包含串聯連接之兩個塔、具有回收之兩步分離方法用於精煉如在比較實例1中使用之相同饋料(包括三聚體、丁酸丁酯及乙基-異戊烯醛)。操作丁醛異構體塔使得塔頂獲得之異丁醛含有0.06莫耳%正丁醛，正丁醛富集蒸氣流作為側取物在塔盤79處(聚水坑上方一個塔盤)採集，含有0.07莫耳%異丁醛。獲得含有大部分高沸點組分之底部提取物

且傳遞至第二塔。第二塔含有8個理論塔盤、再沸器、冷卻至起泡溫度之冷凝器及設定成0.25莫耳/莫耳之回流比。壓力設定成1.5絕對巴。在第二塔中高沸點組分流經濃縮使得底部溫度係131°C。主要含有正丁醛之第二塔之塔頂產物作為液體返回至第一塔，且當自塔頂部計數時插入於塔盤70中。

比較實例3展示再沸器負荷升高。此主要係因為正丁醛作為聚水坑上方之側取物採集。

#### 實例4

根據本發明，且如圖1中所示之三步分離方法利用如與比較實例2之設定相同之設定，除操作第二塔以產生104°C之底部溫度以外，且獲自第二塔底部之高沸點組分之濃縮流傳遞至第三塔，用於精煉如與比較實例1中使用之饋料相同之饋料。第三塔含有8個理論塔盤、具有冷卻至起泡溫度之冷凝器及設定成0.25莫耳/莫耳之回流比，及再沸器。壓力在整個塔中設定成1.5絕對巴。在第三塔中高沸點組分流經分離使得底部溫度係131°C。獲自第三塔、主要含有丁醛之塔頂產物作為液體返回至第一塔，且當自塔頂部計數時插入於塔盤70上。

#### 比較實例5

包括存在於進入第二塔之饋料中之50%之丁酸丁酯的逆分解以形成異丁醛及正丁醛隨後進入第二塔的兩步分離方法用於精煉如與比較實例1中使用的饋料相同的饋料。此係模擬歸因於第二塔中增加的溫度的異丁醛形成。第一塔與比較實例2一致操作，亦即目標為正丁醛流中相同異丁醛濃度。

藉由逆反應形成之所有異丁醛保留於正丁醛產物流中，其與比較實

例2形成對比(參見表1)。

### 比較實例6

具有與比較實例3之設定相同之設定，且如圖4中所示之兩步分離方法用於精煉如與比較實例1中使用的饋料相同的饋料。逆反應與比較實例5中所陳述相同，亦即在進入第二塔之饋料中50%之丁酸丁酯轉化為正丁醛及異丁醛。第一塔現與比較實例3一致操作，亦即目標為底部流中相同異丁醛濃度。

### 實例7

包括以與實例4相同方式設定之逆反應且圖1中所示之三步分離方法用於精煉如與比較實例1中使用的饋料相同的饋料。逆反應與比較實例5中所陳述相同，除進入第三塔而非第二塔之饋料中50%之丁酸丁酯轉化為正丁醛及異丁醛以外。第一塔與比較實例4一致操作，亦即目標為底部流中相同異丁醛濃度。獲自第三塔、主要含有丁醛之塔頂產物作為液體返回至第一塔，且插入於塔盤35上，回收物現與實例4中相比含有更多異丁醛，且其因此回收至塔中之較高位置。

實例展示根據本發明之三階段分離方法產生當與現有方法相比時具有最低濃度之異丁醛及丁酸異丁酯及乙基-異戊烯醛之正丁醛，甚至在存在逆反應之情況下。實例亦展示使用三階段分離方法宜需要先前技術方法及現有兩階段方法所需之較小再沸器負荷。

實例及比較實例之結果陳述於表1中

表1

		比較 實例1	比較 實例2	比較 實例3	實例4	比較 實例5	比較 實例6	實例7
再沸器負荷 第一塔	MW	11.92	11.92	16.44	11.95	11.92	18.38	12.22

再沸器負荷 第二塔	MW	n/a	3.64	1.08	3.63	3.69	1.13	3.64
再沸器負荷 第三塔	MW	n/a	n/a	n/a	0.074	n/a	n/a	0.12
再沸器負荷總和	MW	11.92	15.56	17.52	15.65	15.61	19.51	15.98
正丁醛 產率	莫耳%	98.5	98.0	98.0	98.0	98.3	98.3	98.3
流14中之異丁醛	ppm wt	700	700	700	700	3225	702	700
流14中之丁酸異丁酯	ppm wt	9900	30	209	4	16	190	4
流14中之乙基異戊烯己烯醛	ppm wt	8666	0.1	88	0	0.1	79	0
流14中之三聚體	ppm wt	5262	0.0	0.3	0	0	0.3	0.0

將理解，流14係具有經純化之正丁醛之產物流。

### 比較實例8 (實例5之C5實例模擬)

兩步分離方法用以分離2-甲基丁醛及戊醛且因此係實例5之C5模擬。含有49.55重量% 2-甲基丁醛、49.55重量%戊醛、0.17重量%之戊酸異戊酯、0.12重量% C5三聚體及少量部分之C5鏈烷烴之9,121.5 kg/h的饋料進料至異構體塔。為模擬異構體塔中形成各種高沸點組分，0.5重量%之正戊醛與2-甲基丁醛反應以形成C5三聚體，0.5重量%之戊醛與2-甲基丁醛反應以形成C10丙烯醛，且另一0.5重量%之戊醛反應2-甲基丁醛以形成戊酸異戊酯，隨後進入塔。使用80個理論塔盤模擬塔，且饋料在距頂部塔盤37處進入。操作塔使得塔頂產物含有0.2重量%戊醛。塔在頂部1.2絕對巴及在底部2.0絕對巴及在底部產物中1000 ppmw之2-甲基丁醛下操作。塔頂部溫度係大約96°C且底部約127°C。底部產物進料至第二塔以自戊醛產物移除重物質。使用5個理論塔盤模擬塔，且饋料在距頂部塔盤4處進入。塔頂部壓力係1.1絕對巴。操作塔以在底部產物中得到10重量%之濃度之戊醛。使用1.0之回流比。頂部產物作為液體抽取。在此等條件下頂部溫度係頂部106°C且底部170°C。底部之高溫可在底部產生分解反應。為模擬底部

重組分之分解，50%之戊酸異戊酯轉化回2-甲基丁醛及戊醛，隨後進入塔。

### **比較實例9 (C5實例模擬實例6)**

兩步分離方法具有與比較實例6之設定相同之設定，且如圖4中所示。如在實例8中操作異構體塔以在頂部產物中得到0.2重量之%戊醛。正戊醛之蒸氣側取物取自距異構體塔之頂部塔盤78處。操作異構體塔以在側取物中得到大約1000 ppmw之2-甲基丁醛。取自塔底部之流動速率係2831 kg/h。第二塔以與實例8中相同之方式操作。第二塔之塔頂產物在距異構體塔頂部塔盤60處返回至異構體塔。逆反應與比較實例8中所陳述相同，亦即進入第二塔之饋料中50%之戊酸異戊酯轉化為2-甲基丁醛及正戊醛。

### **實例10 (C5實例模擬實例7)**

三步分離方法具有與實例4之設定相同之逆反應，且展示於圖1中。逆反應與比較實例8及9中所陳述之逆反應相同，除了進入第三塔之饋料中50%之戊酸異戊酯轉化為2-甲基丁醛及戊醛。操作第一塔以在頂部產物中得到0.2重量%之戊醛且在底部產物中得到約970 ppm wt，亦即在獲自第二塔頂部之產物正戊醛中目標為1000 ppm wt之2-甲基丁醛。獲自第三塔、主要含有醛之塔頂產物作為液體返回至第一塔，且插入於塔盤46上，回收物現與實例9中相比含有更多2-甲基丁醛，且其因此回收至塔中之較高位置。

實例展示根據本發明之三階段分離方法產生當與現有方法相比時具有最低濃度之異丁醛及丁酸異丁酯及乙基-異戊烯醛之正丁醛，甚至在存在逆反應之情況下。實例亦展示使用三階段分離方法宜需要先前技術方法及現有兩階段方法所需之較小再沸器負荷。

實例10及比較實例8及9之結果陳述於表2中

表2

		實例8	實例9	實例10
再沸器負荷第1塔	MW	4.8236	6.1586	4.9309
再沸器負荷第2塔	MW	0.8540	0.5126	0.9337
再沸器負荷第3塔	MW	n/a	n/a	0.0389
再沸器負荷總和	MW	5.6776	6.6712	5.9035
正戊醛產率	莫耳%	98.21	98.21	98.22
流14中之2-甲基丁醛	ppm wt	3565	1005	1004
流14中之戊酸異戊酯	ppm wt	74.6	47	9
流14中之丙烯醛	ppm wt	0.0	4.4	0.0
流14中之C5三聚體	ppm wt	0.0	0.3	0.0

【符號說明】

- |    |        |
|----|--------|
| 1  | 第一分離區  |
| 2  | 第二分離區  |
| 3  | 第三分離區  |
| 11 | 管線/饋料流 |
| 12 | 管線     |
| 13 | 管線     |
| 14 | 管線/流   |
| 15 | 管線     |
| 16 | 管線     |
| 17 | 管線     |

## 【發明申請專利範圍】

### 【第1項】

一種用於蒸餾包含直鏈醛及分支鏈醛之醛混合物之方法，其中該方法包含：

- i) 供應包含該醛混合物之饋料至第一分離容器；
- ii) 在第一溫度及第一壓力下操作該第一分離容器使得發生分離；
- iii) 自該第一分離容器回收包含該直鏈醛之第一流且供應該第一流至第二分離容器；
- iv) 在第二溫度及第二壓力下操作該第二分離容器使得發生分離；
- v) 自該第二分離容器回收包含該直鏈醛之產物流及包含高沸點組分之第二流，且供應該第二流至第三分離容器；
- vi) 在第三溫度及第三壓力下操作該第三分離容器使得發生分離；及
- vii) 自該第三分離容器回收包含該醛混合物之第三流且再引入該第三流至該第一分離容器。

### 【第2項】

如請求項1之方法，其中該饋料包含：直鏈及分支鏈C<sub>4</sub>醛；或直鏈及分支鏈C<sub>5</sub>醛。

### 【第3項】

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器、該第二分離容器或該第三分離容器各自獨立地為蒸餾塔。

### 【第4項】

如請求項3之方法，其中該蒸餾塔為盤式塔或填充塔。

### 【第5項】

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器、該第二分離容器或該第三分離容器中之任一者之下部部分的溫度係約200°C至約65°C。

**【第6項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器、該第二分離容器或該第三分離容器中之任一者的壓力係選自約1.0至約2.4絕對巴。

**【第7項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器係盤式塔，視情況其中該盤式塔中之塔盤之數目係約40至約160。

**【第8項】**

如請求項6之方法，其中該饋料係在如自該塔之頂部計數約塔盤5至100處供應至該第一分離容器。

**【第9項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第二分離容器係盤式塔，視情況其中該盤式塔中之塔盤之數目係約2至約100。

**【第10項】**

如請求項9之方法，其中該第一流係在該塔之底部上方1至10個塔盤處供應至該第二分離容器。

**【第11項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第三分離容器係盤式塔，視情況其中該盤式塔中之塔盤之數目係約2至約100。

**【第12項】**

如請求項11之方法，其中該第二流係在該塔之底部上方1至10個塔盤

處供應至該第三分離容器。

**【第13項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器、該第二分離容器或該第三分離容器各自獨立地進一步包含以下中之任一者：再沸器、冷凝器、再沸器及冷凝器、回流鼓、回流泵或回流鼓及回流泵。

**【第14項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器及該第二分離容器係盤式塔，且該第二分離容器中之塔盤之數目小於存在於該第一分離容器中之塔盤之數目。

**【第15項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器及該第三分離容器係盤式塔，且該第三分離容器中之塔盤之數目小於存在於該第一分離容器中之塔盤之數目。

**【第16項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第一分離容器、該第二分離容器及該第三分離容器係盤式塔，且該第二分離容器及該第三分離容器中之塔盤之數目小於存在於該第一分離容器中之塔盤之數目。

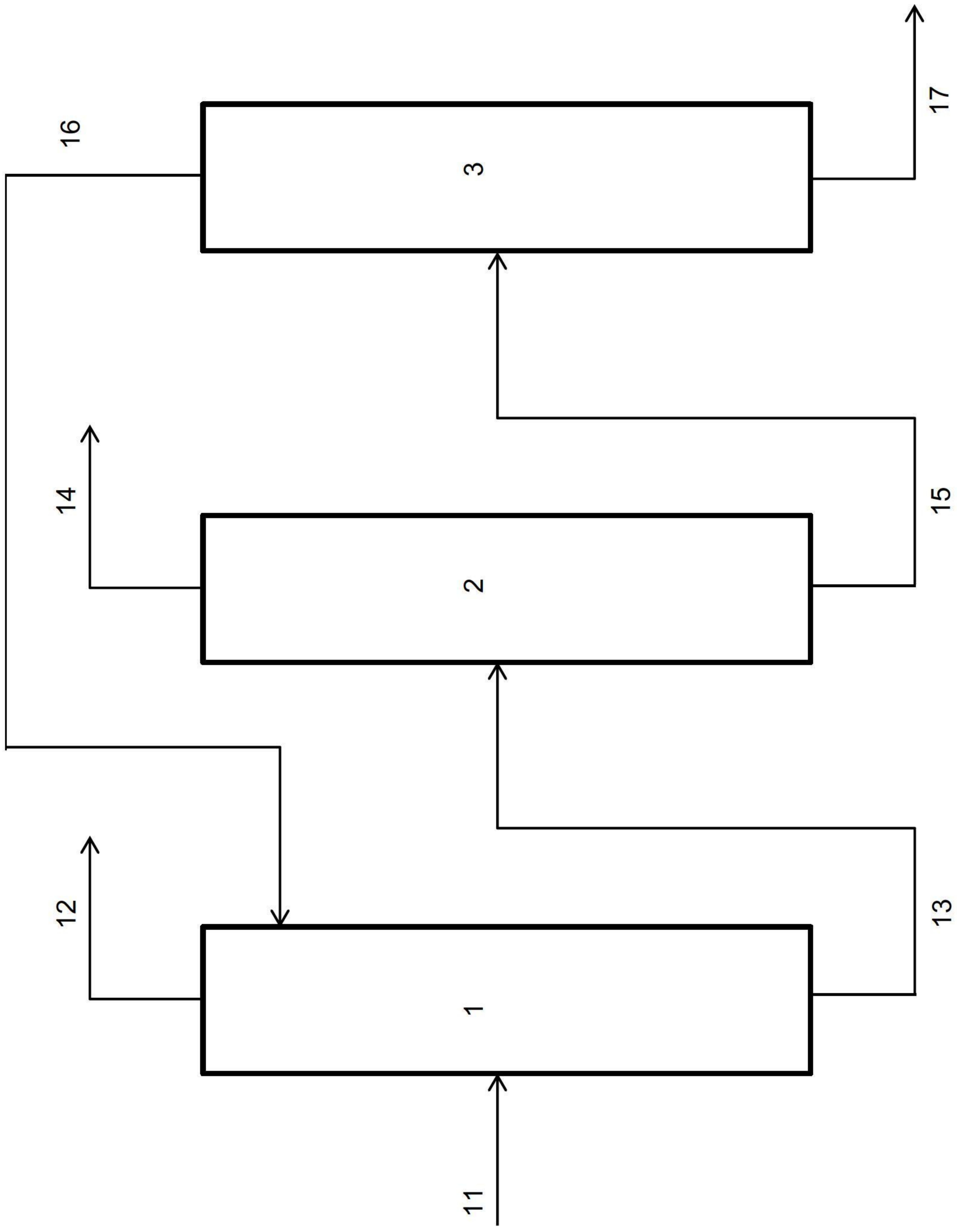
**【第17項】**

如請求項1及2中任一項之方法，其中該第三分離容器係部分蒸發器，其中該容器不包含任何塔盤且其不包含冷凝器。

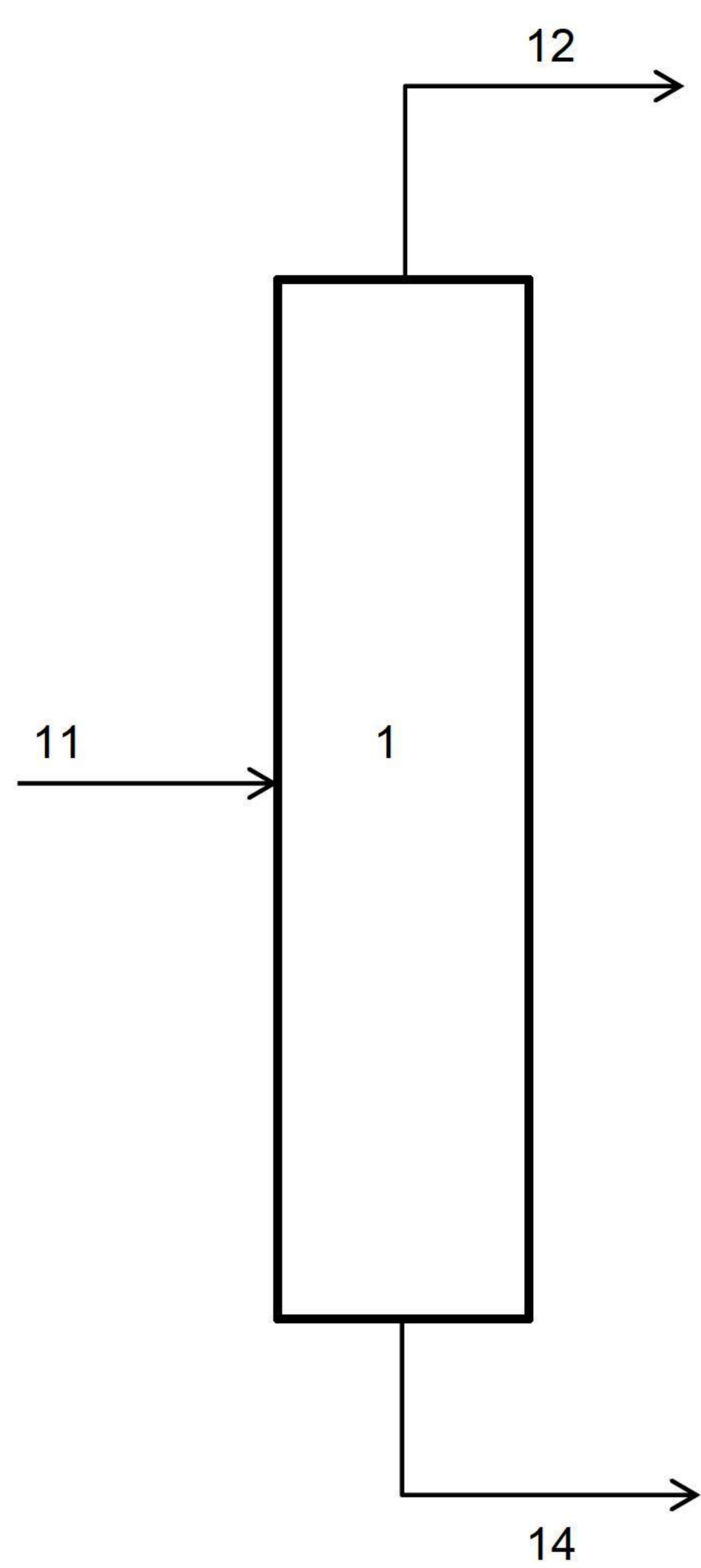
**【第18項】**

如請求項17之方法，其中該部分蒸發器係選自單鍋型再沸器或蒸發器、或具有外部再沸器之容器。

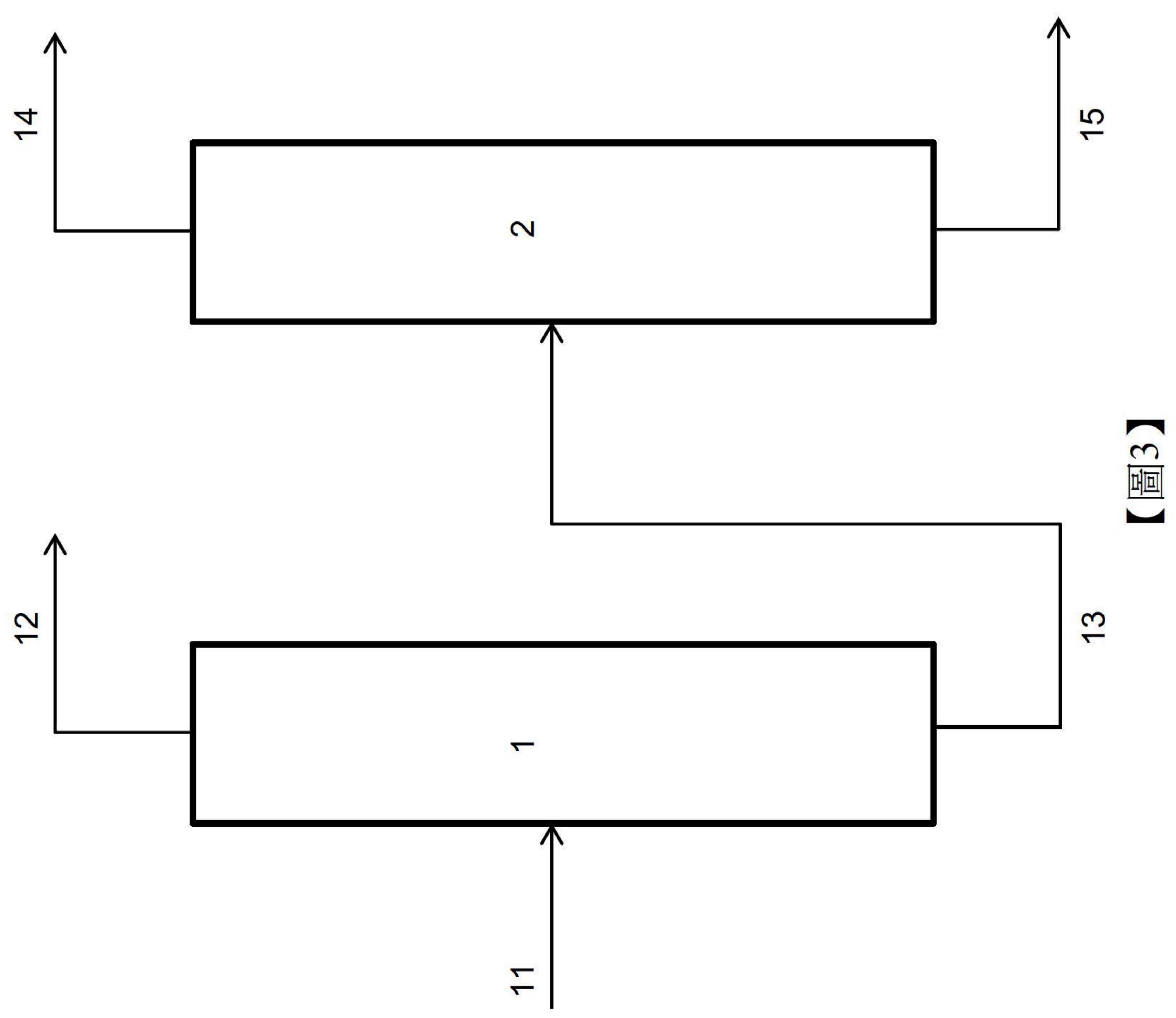
【發明圖式】

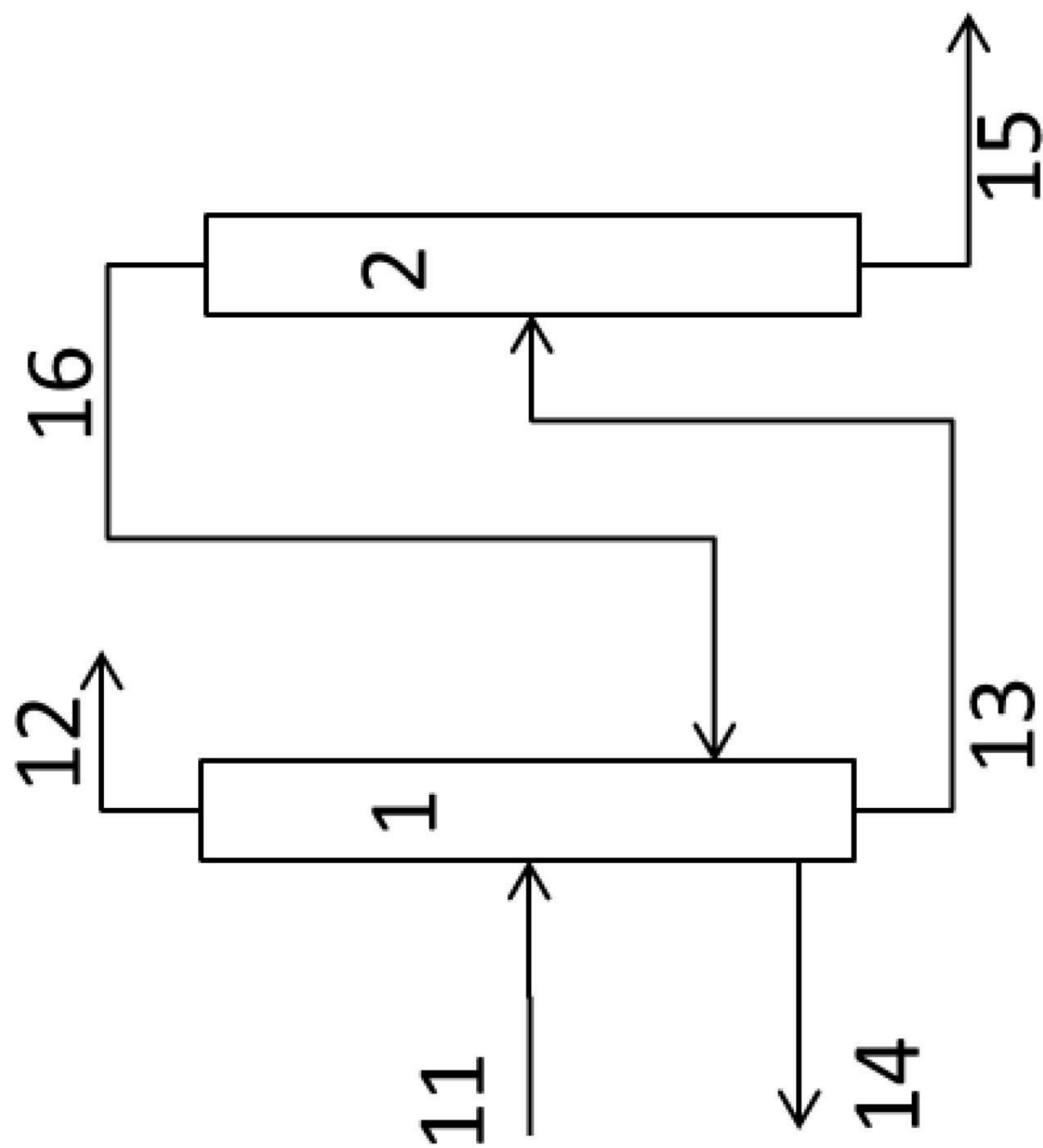


【圖1】



【圖2】





【圖4】