



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **281 183 A5**4'51) C 07 C 45/82
C 07 C 47/22

PATENTAMT der DDR

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP C 07 C / 327 525 1

(22) 12.04.89

(44) 01.08.90

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, Leuna 3, 4220, DD

(72) Richter, Karl-Heinz, Dr. Dipl.-Chem.; Frankr., Heike; Trautmann, Peter, Dr. Dipl.-Chem.; Heßler, Mario, Dipl.-Ing.; Trillhaase, Erika, DD

(73) siehe (71)

(54) Verfahren zur Isolierung von alpha-Ethylacrolein

(55) Destillation; Extraktivdestillation; Isolierung; alpha-Ethylacrolein; Butanal; Methanol; Wasser; Trimethylolpropan; Nebenprodukte; thermische Spaltung

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Isolierung von alpha-Ethylacrolein aus Rohprodukten der thermischen Spaltung organischer Nebenprodukte der Trimethylolpropan-Erzeugung. In einer ersten Destillation wird aus dem Rohprodukt ein Destillat abgetrennt, welches praktisch die Gesamtmengen an Methanol und Butanal sowie eine Teilmenge des alpha-Ethylacroleins enthält, während der in zwei Phasen zerfallende Sumpf aus der Gesamtmenge Wasser und der Restmenge an alpha-Ethylacrolein besteht. Aus dem Destillat dieser ersten Destillation wird in einem zweiten Destillationsschritt durch eine Extraktivdestillation mit Wasser das Methanol abgetrennt und in den Sumpf gewaschen. Das Destillat besteht aus einem Gemisch aus alpha-Ethylacrolein und Butanal, aus welchem sich eine geringe Menge Wasser als Unterphase abscheidet. Durch geeignete Vereinigung der gewonnenen Destillationsschnitte und Phasen und deren Destillation werden die einzelnen Produkte in hoher Reinheit gewonnen.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Isolierung von alpha-Ethylacrolein aus einem Rohprodukt, welches im wesentlichen aus alpha-Ethylacrolein, Methanol, Butanal, Wasser und Formaldehyd besteht und durch thermische Spaltung von organischen Nebenprodukten der Trimethylolpropan-Erzeugung gewonnen wurde, durch eine Kombination von Destillationsschritten, **dadurch gekennzeichnet**, daß dieses Rohprodukt zunächst im Temperaturbereich von 333 bis 361 K unter Normaldruck in einer ersten kontinuierlichen arbeitenden Destillation A mit einer theoretischen Trennstufenzahl von 20 bis 50 bei einem Rücklaufverhältnis von 5 bis 20 in ein Destillat A, bestehend aus den Gesamtmengen an Methanol und Butanal sowie einem Teil des alpha-Ethylacroleins und ein in zwei Phasen zerfallendes praktisch methanolfreies Sumpfprodukt A, bestehend aus der Gesamtmenge Wasser und dem restlichen alpha-Ethylacrolein, aufgetrennt wird, daß das Destillat A in eine zweite im Temperaturbereich von 345 bis 370 K unter Normaldruck kontinuierlich arbeitende Destillationsstufe B mit einer theoretischen Trennstufenzahl von 20 bis 50 eingespeist und die zum Kopf der Kolonne aufsteigenden Brüden durch Aufgeben der 2- bis 10fachen Menge Wasser, bezogen auf die Gesamtmasse des in die Kolonne B eingespeisten Destillates A, am Kopf der Kolonne B einer Extraktivdestillation unterzogen werden, daß die aus dem Destillat B sich abscheidende wäßrige Unterphase in die Kolonne B zurückgeleitet und die aus der Gesamtmenge des in die Kolonne B eingespeisten Butanals und alpha-Ethylacroleins sowie geringen Mengen Wassers bestehende, praktisch methanol-, formaldehyd- und nebenproduktfreie Oberphase des Destillates B mit der Oberphase des Sumpfes A, desgleichen das die gesamte Methanolmenge enthaltende Sumpfprodukt der Destillation B mit der Unterphase des Sumpfes A vereinigt und die erhaltenen Mischungen in an sich bekannter Weise destillativ zu reinem alpha-Ethylacrolein, reinem Butanal, Methanol und schadstofffreiem Abwasser aufgearbeitet werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Destillation A unter Normaldruck bei Sumpftemperaturen von 348 bis 361 K, vorzugsweise 352 bis 358 K, und Kopftemperaturen von 333 bis 343 K, vorzugsweise 335 bis 338 K, und die Destillation B unter Normaldruck bei Sumpftemperaturen von 360 bis 370 K, vorzugsweise 362 bis 364 K, Kopftemperaturen von 345 bis 355 K, vorzugsweise 348 bis 350 K, und einer Extraktivwassertemperatur von 340 bis 345 K, vorzugsweise 342 bis 344 K, durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Destillation A bei einem Rücklaufverhältnis von 8 bis 12 durchgeführt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß am Kopf der Destillationsstufe B die 4- bis 7fache Menge Wasser, bezogen auf die Gesamtmasse des in die Kolonne B eingespeisten Destillates A, aufgegeben wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft die Isolierung von alpha-Ethylacrolein aus einem Rohprodukt, welches durch thermische Spaltung von organischen Nebenprodukten der Trimethylolpropan-Erzeugung gewonnen wurde. Alpha-Ethylacrolein ist ein wichtiger Ausgangsstoff für Farbstoffe, Pharmazeutika, Schimmungs- und Unfallschuttmittel, Lösungsmittel und Polymere.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Das bekannte Verfahren der Synthese von alpha-Ethylacrolein über die Mannich-Basis und deren Zersetzung führt zu einem Rohprodukt, welches in seiner Zusammensetzung mit dem erfindungsgemäß zu bearbeitendem Rohprodukt nicht vergleichbar ist (DE 3106557).

Analoges gilt für die Erzeugung von alpha-Ethylacrolein durch Umsetzung von Formaldehyd mit Butanol in der Gasphase an einem geeigneten Katalysator (US 3578702). US 3701798 beansprucht die Gasphaseumsetzung von Butanol mit methanolischem Formaldehyd bei 34% Umsatz zu alpha-Ethylacrolein. Für die Aufarbeitung des dabei entstehenden Synthesegemisches aus Methanol, Butanol, Wasser, alpha-Ethylacrolein und Formaldehyd werden jedoch keine Hinweise gegeben.

Nach der Patentschrift DD 77201 können organische Nebenprodukte der Trimethylolpropanerzeugung thermisch gespalten werden, wobei ein Gemisch aus alpha-Ethylacrolein, Methanol, Wasser, Formaldehyd und Butanal entsteht, welches noch geringe Mengen anderer unbekannter Verunreinigungen enthält. Ein technisches Verfahren zur Isolierung und Reinigung des alpha-Ethylacroleins aus diesem Gemisch ist bisher nicht bekannt. In der Patentschrift DD 77201 wird unter präparativen Bedingungen die Trocknung des Spaltproduktes mit Calciumchlorid genannt, um ein durch Destillation aufarbeitbares Produkt zu erhalten. Dies ist jedoch technisch aufwendig und unökonomisch und entspricht nicht modernen Forderungen des Umweltschutzes.

Die Hauptbestandteile des erfindungsgemäß aufzuarbeitenden Rohproduktes sind alpha-Ethylacrolein (0,55 bis 0,65 kg/kg), Methanol (0,20 bis 0,30 kg/kg), Wasser (0,05 bis 0,10 kg/kg), Formaldehyd (0,01 bis 0,02 kg/kg), Butanol (bis etwa 0,05 kg/kg) und verschiedene unbekannte Komponenten (bis etwa 0,05 kg/kg).

Die Aufarbeitung dieses Rohproduktes, insbesondere die Isolierung und Reinigung des alpha-Ethylacroleins, sind durch das stark nichtideale destillative Verhalten dieses Komponentengemisches, durch das Auftreten von Azeotropen, außerordentlich erschwert. Dies zeigt bereits folgende Tabelle des Siedeverhaltens:

Komponente bzw. Azeotrop	Kp. (°C)	Zusammensetzung in kg/kg
Methanol/alpha-Ethylacrolein	63,6	0,762/0,238
Methanol	64,6	1,00
Butanal/Wasser	68	0,90/0,10 (heterogen)
Butanal	75,7	1,00
alpha-Ethylacrolein/Wasser	78,7	0,877/0,123 (heterogen)
alpha-Ethylacrolein	92	1,00

Ob gegebenenfalls weitere Azeotrope in diesem System vorliegen, ist bisher nicht bekannt. Nach Ogorodnikov, Lesteva und Kogan in „Azeotrope Gemische“ (Leningrad 1971) wird z. B. ein Azeotrop Methanol-Butanal verneint. Eigene Untersuchungen machen jedoch ein solches Azeotrop mit einem Kp. von 335 K mit einem Methanolgehalt von etwa 0,37 kg/kg wahrscheinlich. Ein Beispiel für eine technische Trennung des beschriebenen komplexen Gemisches ist bisher nicht beschrieben. Durch die starke Nichtidealität, Komplexität und Heterogenität ist dieses System für eine Vorausberechnung oder Berechnung z. Zt. praktisch noch nicht zugänglich.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines kontinuierlichen Verfahrens zur Isolierung und Gewinnung von alpha-Ethylacrolein aus einem alpha-ethylacroleinhaltigem Rohprodukt, welches durch thermische Spaltung von organischen Nebenprodukten der Trimethylolpropan-Erzeugung gewonnen wird. Gleichzeitig sollte die Möglichkeit zur Rückgewinnung weiterer Werkstoffe bestehen. Weiterhin sollte die Gewinnung von alpha-Ethylacrolein auf ökonomisch günstige Weise möglich sein und den Ansprüchen des Umweltschutzes genügen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es bestand die Aufgabe, ein kontinuierliches Verfahren zur Isolierung und Reinigung von alpha-Ethylacrolein aus einem alpha-ethylacroleinhaltigen Rohprodukt, das durch thermische Spaltung von organischen Nebenprodukten der Trimethylolpropan-Erzeugung erhalten wird, zu entwickeln. Dabei sollte mit möglichst geringem technischem Aufwand das im Rohprodukt enthaltene alpha-Ethylacrolein weitgehend vollständig und umweltschonend gewonnen werden.

Die Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Isolierung von alpha-Ethylacrolein aus einem Rohprodukt, welches im wesentlichen aus alpha-Ethylacrolein, Methanol, Butanal, Wasser und Formaldehyd besteht und durch thermische Spaltung von organischen Nebenprodukten der Trimethylolpropan-Erzeugung gewonnen wird, durch eine Kombination von Destillationsschritten erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß dieses Rohprodukt zunächst im Temperaturbereich von 333 bis 361 K unter Normaldruck in einer ersten kontinuierlich arbeitenden Destillation A mit einer theoretischen Trennstufenzahl von 20 bis 50 bei einem Rücklaufverhältnis von 5 bis 20, vorzugsweise 8 bis 12, in ein Destillat A, bestehend aus den Gesamtmengen an Methanol und Butanal sowie einem Teil des alpha-Ethylacroleins und ein in zwei Phasen zerfallendes praktisch methanolfreies Sumpfprodukt A, bestehend aus der Gesamtmenge Wasser und dem restlichen alpha-Ethylacrolein, aufgetrennt wird, daß das Destillat A in eine zweite im Temperaturbereich von 345 bis 370 K unter Normaldruck kontinuierlich arbeitende Destillationsstufe B mit einer theoretischen Trennstufenzahl von 20 bis 50 eingespeist und die zum Kopf der Kolonne aufsteigenden Brüden durch Aufgeben der 2- bis 10fachen, vorzugsweise 4- bis 7fachen Menge Wasser, bezogen auf die Gesamtmenge des in die Kolonne B eingespeisten Destillats A, am Kopf der Kolonne B einer Extraktivdestillation unterzogen werden, daß die aus dem Destillat B sich abscheidende wäßrige Unterphase in die Kolonne B zurückgeleitet und die aus der Gesamtmenge des in die Kolonne B eingespeisten Butanals und alpha-Ethylacroleins sowie geringen Mengen Wassers bestehende, praktisch methanol-, formaldehyd- und nebenproduktfreie Oberphase des Destillats B mit der Oberphase des Sumpfes A, desgleichen das die gesamte Methanolmenge enthaltende Sumpfprodukt der Destillation B mit der Unterphase des Sumpfes A vereinigt und die erhaltenen Mischungen in an sich bekannter Weise destillativ zu reinem alpha-Ethylacrolein, reinem Butanal, Methanol und schadstofffreiem Abwasser aufgearbeitet werden.

Die Festlegung der genauen Fahrparameter der Destillation A ist abhängig von der Zusammensetzung des eingesetzten Rohproduktes und der Kolonnendimensionierung. Unter den gewählten Destillationsbedingungen der Kolonne A erwies sich jedoch die Einhaltung von Sumpftemperaturen von 348 bis 361 K, vorzugsweise 352 bis 358 K, und Kopftemperaturen von 333 bis 343 K, vorzugsweise 335 bis 338 K, als vorteilhaft, um einerseits ein praktisch wasserfreies Destillat A zu erhalten, welches die mit dem Rohprodukt eingespeisten Gesamtmengen an Methanol und Butanal neben Teilmengen des alpha-Ethylacroleins enthält, und andererseits einen praktisch methanol- und butanalfreien Sumpf A, der aus der größeren Restmenge an alpha-Ethylacrolein und der Gesamtmenge des mit dem Rohprodukt eingespeisten Wassers besteht. Das in zwei Phasen zerfallende Sumpfprodukt der Destillation wird laufend entnommen und in einem Dekanter D in die Phasen getrennt. Entsprechend der gegenseitigen Löslichkeiten besteht die Oberphase vorwiegend aus alpha-Ethylacrolein mit Formaldehyd, Nebenprodukten und etwas Wasser und die Unterphase vorwiegend aus Wasser mit etwas gelöstem alpha-Ethylacrolein.

In der Destillation B erfolgt die Zerlegung des Destillates A durch eine Extraktivdestillation mit Wasser. Das Wasser wird am Kopf der Kolonne B aufgegeben und rieselt den zum Kopf aufsteigenden Destillationsbrüden entgegen. Im Ergebnis dieser Extraktivdestillation gewinnt man ein praktisch methanolfreies Destillat B und ein praktisch aldehydfreies wäßriges

Sumpfprodukt B. Das Destillat B besteht aus den Gesamtmengen an alpha-Ethylacrolein und Butanal, welche mit dem Destillat A in die Destillation B eingespeist wurden, und etwas Wasser, welches sich als Unterphase aus dem Destillat B auf Grund der geringen gegenseitigen Löslichkeiten abscheidet. Diese aldehydhaltige Unterphase wird zweckmäßigerweise in die Destillation B zurückgeführt. Diese Rückführung geschieht am Kopf der Kolonne B, könnte jedoch auch zusammen mit der Einspeisung des Destillates A in die Kolonne erfolgen. Das Sumpfprodukt B enthält praktisch die Gesamtmenge des mit dem Rohprodukt in die Aufarbeitung eingespeisten Methanols.

Auch für den Betrieb der Destillation B ist die Festlegung der genauen Fahrparameter abhängig von der aktuellen Zusammensetzung des Destillates A und der Kolonnen Dimensionierung. Für die dargestellten Destillationsbedingungen erwiesen sich die Einhaltung einer Sumpftemperatur von 360 bis 370 K, vorzugsweise 362 bis 364 K, einer Kopftemperatur von 345 bis 355 K, vorzugsweise 348 bis 350 K, und einer Extraktivwassertemperatur von 340 bis 345 K, vorzugsweise 342 bis 344 K, als vorteilhaft.

Die kontinuierlich abgezogenen Oberphasen des Destillates B und des Sumpfproduktes A werden vereinigt und anschließend nach bekannten Destillationsverfahren aufgearbeitet, wobei neben reinem alpha-Ethylacrolein auch reines Butanal zurückerhalten wird.

Eine geringe Menge der Aldehyde einschließlich des Formaldehyds geht durch Verharzung in Form eines Destillationsrückstandes verloren. Eine geringe Menge wäßriger butanalhaltiger Vorlauf kann in das Trennverfahren zurückgeführt werden. Desgleichen werden das Sumpfprodukt der Destillation B und die Unterphase des Sumpfproduktes der Destillation A vereinigt und auf an sich bekannte Weise anschließend daraus destillativ des Methanol zurückgewonnen. Das hierbei erhaltene Abwasser ist praktisch schadstofffrei und entspricht den Forderungen des Umweltschutzes. Die Hauptmenge dieses Abwassers wird in die Extraktivdestillation B zurückgeführt, eine kleinere Menge wird aus dem Prozeß ausgekreist und verworfen.

Für den Betrieb der Destillation A und der Destillation B sind auch andere Druckverhältnisse, z.B. Vakuum oder Überdruck, möglich, ohne daß sich das dargestellte Trennverhalten ändert. Zur Vermeidung zusätzlicher Aufwendungen erweist sich jedoch der Betrieb unter Normaldruck als am vorteilhaftesten.

Das erfindungsgemäß auftretende Trennverhalten des eingesetzten Rohproduktes ist überraschend. So war auf Grund des bisher bekannten und oben dargestellten Siedeverhaltens der Einzelkomponenten und der binären Systeme nicht zu erwarten, daß in der Destillation A eine quantitative Abtrennung des Methanols und des Butanals neben einer gewissen Menge alpha-Ethylacrolein aus dem komplexen Rohprodukt möglich wäre. Es war auch nicht zu erwarten, daß bei der Extraktivdestillation mit Wasser das in der Destillation A erhaltene Methanol-Butanal-alpha-Ethylacrolein-Gemisch so zerlegt werden kann, daß das im Vergleich zu Butanal und alpha-Ethylacrolein und deren Azeotropen mit Wasser niedrigsiedende Methanol praktisch vollkommen in den Sumpf gewaschen, gleichzeitig das niedrig siedende Methanol-Alpha-Ethylacrolein-Azeotrop zerstört wird und die höhersiedenden Komponenten Butanal und alpha-Ethylacrolein gemeinsam mit Wasser, praktisch frei von anderen Bestandteilen, als Destillat gewonnen werden können.

Ausführungsbeispiel

In eine aus etwa 36 berechneten Böden bestehende kontinuierlich arbeitende Füllkörperkolonne A werden zwischen den unteren und dem mittleren Drittel der Kolonnensäule 1000,0 Masseteile/h des alpha-ethylacroleinhaltigen Rohproduktes folgender Zusammensetzung eingespeist:

Formaldehyd	0,0144 kg/kg
Methanol	0,2180 kg/kg
Wasser	0,0755 kg/kg
Butanal	0,0376 kg/kg
alpha-Ethylacrolein	0,6270 kg/kg
unbek. Nebenprodukte	0,0274 kg/kg

Bei Einhaltung einer Sumpftemperatur von 355 bis 357 K, einer Kopftemperatur von 334 bis 337 K und einem Rücklaufverhältnis von 10 fallen 394,63 Masseteile/h Destillat folgender Zusammensetzung an:

Formaldehyd	Spuren
Methanol	0,5524 kg/kg
Wasser	0,0001 kg/kg
Butanal	0,0952 kg/kg
alpha-Ethylacrolein	0,3521 kg/kg
unbek. Nebenprodukte	Spuren

Als Sumpfprodukt der Destillation A fallen 605,37 Masseteile/h an, welche über einen Dekanter D geführt werden und hier in eine wasserhaltige Unterphase (62,14 Masseteile/h) und eine vorwiegend aus alpha-Ethylacrolein sowie den schwerflüchtigen Nebenprodukten bestehende Oberphase (543,23 Masseteile/h) folgender Zusammensetzung (in kg/kg) aufgetrennt werden:

	Sumpffprodukt (Durchschnitt)	Oberphase	Unterphase
Formaldehyd	0,0238	0,0255	0,0091
Methanol	Spuren	Spuren	Spuren
Wasser	0,1247	0,0273	0,9763
Butanal	Spuren	Spuren	Spuren
alpha-Ethylacrolein	0,8062	0,8967	0,0145
unbek. Nebenprodukte	0,0453	0,0505	Spuren

Das Destillat der Kolonne A wird zwischen unterem und mittleren Drittel in die Kolonne BN eingespeist, wobei die konstruktiven Bedingungen identisch mit denen der Kolonne A sind. Bei Einhaltung einer Sumpftemperatur von 362 bis 364 K und einer Kopf­temperatur von 348 bis 350 K werden am Kopf der Kolonne 2 170,47 Masseteile/h Wasser mit einer Temperatur von 343 K sowie die 18,74 Masseteile/h Unterphase, die sich aus dem Destillat abscheiden, aufgegeben. Es fallen 200,62 Masseteile/h Destillat an, welches in 18,74 Masseteile/h einer wäßrigen Unterphase und in 181,88 Masseteile/h einer alpha-ethylacroleinreichen Oberphase folgender Zusammensetzung (in kg/kg) zerfällt:

	Destillat (Durchschnitt)	Oberphase	Unterphase
Formaldehyd	Spuren	Spuren	Spuren
Methanol	0,0001	0,0001	Spuren
Wasser	0,1180	0,0290	0,9815
Butanal	0,1883	0,2068	0,0097
alpha-Ethylacrolein	0,6936	0,7641	0,0088
unbek. Nebenprodukte	Spuren	Spuren	Spuren

Als Sumpffprodukt der Kolonne B fallen 2383,23 Masseteile/h eines praktisch butanal- und alpha-ethylacroleinfreien Produktes folgender Zusammensetzung an:

Formaldehyd	Spuren
Methanol	0,0915 kg/kg
Wasser	0,9085 kg/kg
Butanal	Spuren
alpha-Ethylacrolein	0,0004 kg/kg
unbek. Nebenprodukte	Spuren

Durch Vereinigung der Oberphase des Destillats der Kolonne B mit der Oberphase des im Dekanter D getrennten Sumpffproduktes der Kolonne A werden 725,11 Masseteile/h eines alpha-ethylacroleinreichen Produktes folgender Zusammensetzung gewonnen:

Formaldehyd	0,0191 kg/kg
Methanol	0,00002 kg/kg
Wasser	0,0277 kg/kg
Butanal	0,0519 kg/kg
alpha-Ethylacrolein	0,8635 kg/kg
unbek. Nebenprodukte	0,0378 kg/kg

Dieses Produkt wird nunmehr in bekannter Weise destillativ zu reinem Butanal und reinem alpha-Ethylacrolein aufgearbeitet. Dabei fallen an:

Wasserfraktion (mit 0,0303 kg/kg Butanal)	20,73 Ma.-T/h
Butanal (0,9961 kg/kg)	33,40 Ma.-T/h
alpha-Ethylacrolein (0,99 kg/kg)	608,77 Ma.-T/h
Destillationsrückstand (mit 0,6167 kg/kg vorwiegend polymere Aldehyde, davon 0,3639 kg/kg alpha-Ethylacrolein)	61,21 Ma.-T/h

Des gleichen werden die aus Dekanter D anfallende Unterphase mit dem Sumpffprodukt der Kolonne B zu 2 445,37 Masseteile/h eines Produktes folgender Zusammensetzung vereinigt:

Formaldehyd	0,0002 kg/kg
Methanol	0,0891 kg/kg
Wasser	0,9103 kg/kg
Butanal	Spuren
alpha-Ethylacrolein	0,0004 kg/kg
unbek. Nebenprodukte	Spuren

Aus diesem Produkt wird ebenfalls ohne Probleme destillativ das Methanol zurückgewonnen. Im einzelnen fallen dabei an:

Methanol-alpha-Ethylacrolein (Azeotrop)	3,80 Ma.-T/h
Methanol (0,9848 kg/kg)	218,41 Ma.-T/h
Abwasser (praktisch schadstofffrei)	2223,16 Ma.-T/h

Die butanalhaltige Wasserfraktion aus der Aufarbeitung der Oberphasen sowie die geringe Menge Methanol-alpha-Ethylacrolein-Azeotrop aus der Aufarbeitung der Unterphasen können an geeigneter Stelle in den Prozeß zurückgeführt werden. Der überwiegende Teil des Abwassers wird in der Kolonne B erneut für die Extraktivdestillation eingesetzt, der Rest wird verworfen.