

(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
12. September 2008 (12.09.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/107333 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C07C 29/141 (2006.01) C07C 45/82 (2006.01)
C07C 45/75 (2006.01) C07C 47/19 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/052240

(22) Internationales Anmeldedatum:

25. Februar 2008 (25.02.2008)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

07103432.6 2. März 2007 (02.03.2007) EP

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

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SIRCH, Tilman
[DE/DE]; Limburgstrasse 18, 67105 Schifferstadt (DE).
STEININGER, Michael [DE/DE]; Wolfskeule 12, 67435
Neustadt (DE). MAAS, Steffen [DE/DE]; Weede-
strasse 35, 55270 Bubenheim (DE). RITTINGER, Stefan
[DE/DE]; Lohengrinstrasse 37, 68199 Mannheim (DE).
SCHLITZER, Stephan [DE/DE]; Mannheimer Strasse 1,
67117 Limburgerhof (DE).

(74) Anwalt: ISENBRUCK, Günter; Isenbruck Bösl
Hörschler Wichmann Huhn, Patentanwälte, Theodor-
Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

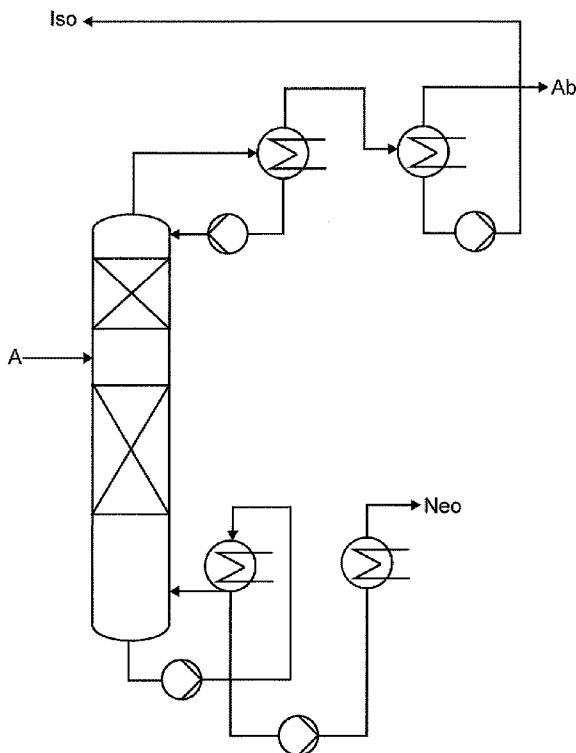
(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING HYDROXY PIVALIN ALDEHYDE AND NEOPENTYL GLYCOL

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HYDROXYPIVALINALDEHYD UND NEOPENTYLGLYKOL

FIG.1



(57) Abstract: The invention relates to hydroxy pivalin aldehyde, which is produced by the aldolization of isobutyraldehyde with formaldehyde and subsequent processing of the reaction product by distillation, wherein the reaction product is fed to a distillation column, which is operated at a top pressure ranging between 0.5 and 1.5 bar and in which a two-stage condensation process is provided in the top region. In this process, the vapors are first fed to a partial condenser operated at a temperature ranging between 50 and 80°C, the condensate of which is returned at least partially to the distillation column, and the vapors that are not condensed in the partial condenser are fed to a downstream condenser operated at a temperature ranging between -40° and +30°C, the condensate of which is discharged at least partially.

(57) Zusammenfassung: Die Herstellung von Hydroxypivalinaldehyd erfolgt durch Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd und anschließender destillativer Aufarbeitung des erhaltenen Reaktionsaustlags, wobei der Reaktionsaustlag einer Destillationskolonne zugeführt wird, die bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,5 bar betrieben wird und in der im Kopfbereich eine zweistufige Kondensation vorgesehen ist, bei der die Brüden zunächst in einen bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 80°C betriebenen Partialkondensator geführt

werden, dessen Kondensat zumindest teilweise

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2008/107333 A1



DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,

TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

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

in die Destillationskolonne zurückgeführt wird, und bei der die im Partialkondensator nicht kondensierten Brüden einem nachgeschalteten, bei einer Temperatur im Bereich von -40 bis +30°C betriebenen Kondensator zugeführt werden, dessen Kondensat zumindest teilweise ausgeschleust wird.

Verfahren zur Herstellung von Hydroxypivalinaldehyd und Neopentylglykol

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Hydroxypivalinaldehyd durch Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd sowie ein Verfahren zur Herstellung von Neopentylglykol durch Hydrierung des so erhaltenen Isobutyraldehyds.

- 10 Die Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd und die weitere Umsetzung zu Neopentylglykol sind an sich bekannt. Die WO 98/17614 betrifft beispielsweise ein Verfahren zur ununterbrochenen Herstellung von Neopentylglykol unter Verwendung von Formaldehyd, das eine Methanolkonzentration von 0,1 bis 15% aufweist. Der Austrag der Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit wässriger Formaldehydlösung wird unter
- 15 Zuhilfenahme von Octanol als Extraktionsmittel in eine wertproduktthaltige organische Phase und eine wässrige Phase aufgetrennt. Die organische Phase wird anschließend leicht andestilliert, um restliche Leichtsieder abzutrennen. Der Sumpf dieser ersten Kolonne wird hydriert, und Neopentylglykol wird als Wertprodukt nach einer weiteren Extraktion und weiterer Destillation erhalten.

20

Neopentylglykol wird beispielsweise mit Hydroxypivalinsäure zu Hydroxypivalinsäure-Neopentylglykolester (HPN) umgesetzt. Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in der EP-A-0 895 982 beschrieben.

- 25 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung von Hydroxypivalinaldehyd durch Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd, das zu einer möglichst geringen thermischen Belastung des Produkts führt und mit geringem Aufwand eine nahezu vollständige Abtrennung des Aldehyds aus der wässrigen Lösung erlaubt.

30

- Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von Hydroxypivalinaldehyd durch Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd und anschließender destillativer Aufarbeitung des erhaltenen Reaktionsaustrags, bei dem der Reaktionsaustrag einer Destillationskolonne zugeführt wird, die bei einem Kopf-
- 35 druck im Bereich von 0,5 bis 1,5 bar betrieben wird und in der im Kopfbereich eine zweistufige Kondensation vorgesehen ist, bei der die Brüden zunächst in einen bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 80°C betriebenen Partialkondensator geführt werden, dessen Kondensat zumindest teilweise in die Destillationskolonne zurückgeführt wird, und bei der die im Partialkondensator nicht kondensierten Brüden einem

40

nachgeschalteten, bei einer Temperatur im Bereich von -40 bis +30°C betriebenen Kondensator zugeführt werden, dessen Kondensat zumindest teilweise ausgeschleust wird.

5

Es wurde erfindungsgemäß gefunden, dass die Abscheidung der Restbrüden bei der Destillation vorteilhaft durch eine Kombination eines Partialkondensators mit nachgeschaltetem kaltem Kondensator erreicht wird. Es wurde erfindungsgemäß gefunden, dass ein Totalkondensator, der direkt nach der Kolonne betrieben wird, durch Hydroxypivalinaldehyd zugesetzt werden kann. Der Kondensator muss jedoch, wenn er die Brüden vollständig kondensieren soll, möglichst kalt betrieben werden. Der Hydroxypivalinaldehyd wird dabei aufgrund einer hohen kalten Rücklaufmenge in der Kolonne niedergeschlagen, was zu einer hohen thermischen Belastung im Sumpf der Kolonne führt, da der Verdampfer diese Energie aufbringen muss. Zudem kann der Kondensator durch Hydroxypivalinaldehyd zugesetzt werden.

10
15

Die erfindungsgemäße Fahrweise verhindert den Niederschlag von Hydroxypivalinaldehyd im Kondensator.

Zudem wird in einem Druck- und Temperaturbereich der Kolonne gearbeitet, der es erlaubt, Hydroxypivalinaldehyd in flüssiger Phase zu halten und gleichzeitig die thermische Belastung gering zu halten.

20

Nach der Aldolisierung werden nicht umgesetzte Aldehyde und ein Teil der vorzugsweise im Verfahren mitverwendeten Amin-Base destillativ abgetrennt und vorzugsweise zurückgeführt. Im Destillationssumpf bleiben die Produkte der Aldolisierung (Hydroxypivalinaldehyd), Wasser, Ammoniumformiat aus der Amin-Base und Ameisensäure zurück. Die destillative Abtrennung sollte bevorzugt bei moderatem Druck erfolgen, um nicht durch erhöhte Temperatur Hydroxypivalinaldehyd in Hydroxypivalinsäure-Neopentylglykolester (HPN) zu zersetzen. Andererseits sollte der Druck nicht zu gering sein, um noch am Kopf die Leichtsieder Isobutyraldehyd und Amin-Base, beispielsweise Trialkylamin wie Trimethylamin, zu kondensieren.

25
30

Die Destillation darf nicht bei zu niedrigem Druck stattfinden, da unterhalb von etwa 60°C die Löslichkeit von Hydroxypivalinaldehyd (HPA) in der wässrigen Lösung schlagartig auf etwa 1 bis 3 Gew.-% abfällt, in Abhängigkeit von Isobutyraldehyd- und Methanol-Gehalt. Methanol wird dabei über die wässrige Formaldehyd-Lösung eingeschleppt, die je nach Herstellungsbedingungen etwa 1 bis 3 Gew.-% Methanol enthält.

35

40

Wird der nicht umgesetzte Aldehyd von der wässrigen Lösung abgetrennt, so würde bei einer einstufigen Destillation Methanol mit abgetrennt, das über eine Rückführung in die Aldolisierung in den Prozess zurückgeführt würde und nur über einen weiteren
5 Schritt, beispielsweise die Ausschleusung von Aldehyd mit Methanol, ausgeschleust werden könnte.

Erfindungsgemäß wurde gefunden, dass die vorstehend beschriebenen Nachteile mit der mehrstufigen Kondensation mit Rücklauf vermieden werden können, wobei bei der
10 Destillation spezifische Bedingungen einzuhalten sind. Im Ergebnis wird u. a. Methanol ausreichend im Sumpf zurückgehalten.

Es hat sich gezeigt, dass bei Ausführung der destillativen Trennung nahe Umgebungsdruck, d. h. bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,5 bar absolut, am Kopf die
15 Leichtsieder mit Wasser als Kühlmedium kondensiert werden können. Die sich einstellenden Sumpftemperaturen führen bei der erfindungsgemäßen Vorgehensweise noch zu keiner signifikanten Hydroxypivalinaldehyd-Zersetzung.

Vorzugsweise wird das Kondensat des Partialkondensators zu mehr als 70 Gew.-%, besonders bevorzugt vollständig in die Destillationskolonne zurückgeführt. Dabei wird
20 das Kondensat vorzugsweise in den Kolonnenkopf zurückgeführt. Das Kondensat des nachgeschalteten Kondensators wird vorzugsweise zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere vollständig ausgeschleust.

Der Partialkondensator wird bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 80°C, vorzugsweise 55 bis 60°C betrieben. Der nachgeschaltete Kondensator wird bei einer Temperatur im Bereich von -40 bis +30°C, vorzugsweise -10 bis +10°C betrieben. Der Kopfdruck beträgt besonders bevorzugt 1 bis 1,2 bar.

Der Sumpf der Destillationskolonne ist bevorzugt mit einem Verdampfer mit kurzer Verweilzeit verbunden, der bei einer Temperatur im Bereich von 90 bis 130°C, besonders bevorzugt von 100 bis 105°C betrieben wird. Dabei handelt es sich bei dem Verdampfer besonders bevorzugt um einen Fallfilmverdampfer, ferner können bevorzugt ein Wischfilmverdampfer oder ein Kurzwegverdampfer eingesetzt werden. Wesentlich
35 ist dabei, dass eine kurze Verweilzeit und damit eine geringe thermische Belastung erreicht wird. Der Verdampfer kann in geeigneter Weise mit Wärme versorgt werden, beispielsweise mit 4 bar Dampf.

Vorzugsweise wird ein mit Hydroxypivalinaldehyd angereichertes Gemisch aus dem Sumpf des Verdampfers ausgeschleust. Auch ein Ausschleusen aus dem Umlauf ist erfindungsgemäß möglich. Dieses Gemisch kann zur Verminderung der thermischen Belastung vor der weiteren Aufarbeitung in einem Kühler mit einer Kühlertemperatur im Bereich von 50 bis 80°C, besonders bevorzugt 55 bis 60°C, abgekühlt werden. Das abgekühlte Gemisch kann einem Abscheider und nachfolgend einer Hydrierung zugeführt werden. Zur Herstellung von Neopentylglykol wird zunächst wie vorstehend aldolisiert und aufgearbeitet, und nachfolgend wird eine Hydrierung des so erhaltenen Hydroxypivalinaldehyds durchgeführt.

Bevorzugt weist die Destillationskolonne Einbauten zur Erhöhung der Trennleistung auf. Dabei wird der Reaktionsaustausch der Aldolisierung vorzugsweise in einem räumlichen Bereich zwischen $\frac{1}{4}$ und $\frac{3}{4}$ der theoretischen Böden der Destillationskolonne zugeführt, besonders bevorzugt in einem räumlichen Bereich zwischen $\frac{1}{3}$ und $\frac{2}{3}$ der theoretischen Böden der Destillationskolonne. Beispielsweise kann die Zuführung etwas oberhalb der Mitte der theoretischen Böden erfolgen (Verhältnis 3:4).

Die destillativen Einbauten können beispielsweise als geordnete Packung vorliegen, beispielsweise als Blechpackung wie Mellapak 250 Y oder Montz Pak, Typ B1-250. Es kann auch eine Packung mit geringerer oder erhöhter spezifischer Oberfläche vorliegen, oder es kann eine Gewebepackung oder eine Packung mit anderer Geometrie wie Mellapak 252 Y verwendet werden. Vorteilhaft bei der Verwendung dieser destillativen Einbauten ist der geringe Druckverlust und der geringe spezifische Flüssig-Hold-up im Vergleich zu beispielsweise Ventilböden.

Im Partialkondensator fällt als Kondensat überwiegend Wasser an, das vorzugsweise der Kolonne vollständig als Rücklauf zugeführt wird. Beispielsweise kann ein Gemisch als Kondensat erhalten werden, das etwa 10 Gew.-% Isobutyraldehyd, etwa 5 Gew.-% Amin-Base wie Trimethylamin, etwa 1 Gew.-% Hydroxypivalinaldehyd und etwa 5 Gew.-% Methanol neben Wasser enthält. Die Restbrüden enthalten die überwiegende Menge an Isobutyraldehyd und Amin-Base wie Trimethylamin. Diese werden in dem nachgeschalteten Kondensator möglichst vollständig niedergeschlagen. Als Kühlmedium kann hierbei bevorzugt möglichst kaltes Wasser (z. B. etwa 5°C) oder eine Kältemischung (z. B. Glykol-Wasser mit beispielsweise -20°C) verwendet werden.

In der beigefügten Zeichnung ist die destillative Aufarbeitung des Aldolisierungs-Reaktionsproduktes schematisch dargestellt. Der Aldolisierungsaustag (A) wird an der gezeigten Stelle in der Mitte der Destillationskolonne zugeführt. Am Kolonnenkopf schließt sich eine zweistufige Kondensation an, wobei letztendlich ein Abgas (Ab)

abgeführt wird. Im Kolonnensumpf wird Isobutyraldehyd zurückgeführt und verdampft. Ausgeschleuster Hydroxypivalinaldehyd wird zur Neopentylglykolhydrierung (NEO) weitergeleitet. Aus der Kondensation wird Isobutyraldehyd (ISO) zurückgeführt.

- 5 Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele näher erläutert.

Beispiele

Aldolisierung von Isobutyraldehyd (IBA) mit Formaldehyd

10

Es wurden ca. 750 g/h Isobutyraldehyd (ca. > 99,5 GC-Flächen-% IBA) mit ca. 700 g/h Formaldehyd (ca. 49% Formaldehyd, 1,5% Methanol, Rest Wasser) und 80 g/h Trimethylaminlösung (50% TMA in Wasser) in einer zweistufigen Rührkesselkaskade zur Reaktion gebracht.

15

IBA-Rückführung Beispiel 1

Anschließend wurde die Lösung in einer Kolonne destillativ von Leichtsiedern befreit. Die Kolonne (Durchmesser 30 mm) ist mit 2 m Gewebepackung ($500 \text{ m}^2/\text{m}^3$ spezifische Oberfläche) im Verstärkungsteil und 4 m Blechpackung ($250 \text{ m}^2/\text{m}^3$) ausgerüstet. Der Aldolisierungsaustrag wurde oberhalb der Blechpackung zugeführt, am Kopf der Kolonne wurde das Destillat gasförmig bei ca. 85°C abgezogen und einem Partialkondensator zugeführt. Dort wurde es mittels Wasser bei 55°C abgekühlt. Das hierbei anfallende Kondensat (ca. 50 g/h) wurde vollständig der Kolonne zugeführt, die Restbrüden wurden dem Nachkondensator zugeführt. Dort wurden diese mittels einer Glykol-Wasser-Kältemischung bei -20°C nahezu vollständig kondensiert. Das erhaltene Kondensat (von ca. 80 g/h) wurde dem ersten Rührkessel zugeführt. In der dem Kondensator nachgeschalteten Kühlfalle fielen ca. 1 g/h Flüssigkeit an (ca. 80% IBA, ca. 20% TMA).

30

Die IBA-Abtrennung wurde bei einem Kopfdruck von ca. 1 bar absolut betrieben. Als Verdampfer wurde ein Fallfilmverdampfer verwendet. Es wurde eine Sumpftemperatur im Sumpf der Kolonne von 102°C eingestellt. Die Rücklaufmenge (bzw. Kühlwassermenge des Partialkondensators) zur Kolonne wurde mittels der Temperatur in der Mitte der Gewebepackung geregelt, es wurde eine Temperatur von 85°C eingestellt.

35

Aus dem Kolonnensumpf wurde mittels einer Pumpe ca. 100 kg/h Flüssigkeit abgezogen. Diese wurde dem Fallfilmverdampfer (bestehend aus einem ölbeheizten Edelstahlrohr, Länge, 2,5 m, Innendurchmesser ca. 21 mm, Wandstärke ca. 2 mm) zu-

40

geführt. Es wurde aus dem Sumpf des Fallfilmverdampfers ca. 1,5 kg/h Produkt mit einer Konzentration von ca. 0,3% Isobutyraldehyd abgezogen. Die Brüden und überschüssige Flüssigkeit wurden dem Kolonnensumpf zugeführt. Das ausgeschleuste
5 Sumpfprodukt enthielt ca. 70% HPA, ca. 1,5% HPN, 0,3% IBA, Rest Wasser.

Hydrierung von Hydroxypivalinaldehyd zu Neopentylglykol

Katalysatoraktivierung

10

150 ml eines Cu/Al₂O₃-Katalysators wie in der EP 44444 beschrieben wurden in einem Rohrreaktor bei 190°C durch Überleiten eines Gemisches aus 5 Vol.% Wasserstoff und 95 Vol.% Stickstoff (Gesamtvolumen 50 NI/h) drucklos für 24 h aktiviert.

15 Hydrierung

Als Ausgangslösung diente das vorstehend als Hydrierfeed beschriebene Gemisch. Dem Gemisch wurden ca. 10 Gew.-% bezogen auf den Hydrierfeed einer 15%-igen wässrigen Lösung von Trimethylamin zugesetzt. Der so erhaltene Zulauf wurde in Riesel-
20 selfahrweise bei 40 bar H₂-Druck über den auf 120°C beheizten Reaktor gefahren. Die Belastung betrug 0,4 kg HPA (I_{Kat.}*h). Ein Teil des Hydrieraustrags wurde dem Zulauf wieder zugemischt (Kreislauffahrweise). Das Verhältnis von Kreislauf zu Zulauf betrug 10:1. Der pH-Wert wurde von Proben des Reaktorausstrags bei Raumtemperatur zu 8,9
gemessen.

25

Es wurde eine wässrige Lösung mit ca. 69% NPG, ca. 1,8% HPN, ca. 2 % Isobutanol, ca. 3,5% Methanol, ca. 2% TMA, Rest Wasser nach der Hydrierung erhalten.

IBA-Rückführung Beispiel 2

30

Bei sonst gleichen Bedingungen der Aldolisierung wurde am Kopf der IBA-Rückführung ein Kondensator mit Kühlwasser (ca. 10°C) und einem nachgeschalteten Phasenscheider verwendet. Die Sumpftemperatur der Kolonne wurde auf 102°C eingestellt. Am Kopf wurde das Destillat gasförmig dem Kondensator zugeführt. Es fielen ca. 255
35 g/h flüssiges Kondensat an. In dem nachgeschalteten Phasenscheider wurde eine wässrige Phase von 95 g/h abgetrennt und der Kolonne vollständig zugeführt. Es wurde weiterhin vom Phasenscheider 135 g/h dem ersten Rührkessel zugeführt. Um die

40

Regeltemperatur in der Kolonne auf 85°C zu halten, wurden zusätzlich der Kolonne 25 g/h organische Phase zugeführt. In der dem Kondensator nachgeschalteten Kühlfalle fielen ca. 5 g/h Flüssigkeit an (ca. 80% IBA, ca. 20% TMA).

5

Im Sumpf des Fallfilmverdampfers wurde eine wässrige HPA-Lösung von ca. 1,5 kg/h mit ca. 0,4% Isobutyraldehyd und 2,6% HPN ausgeschleust, ca. 69% HPA.

10 Nach analoger Hydrierung wie in Beispiel 1 wurde eine wässrige Lösung mit ca. 68% NPG, ca. 2,8% HPN, ca. 2,1 Isobutanol, 3,4% Methanol, ca. 2% TMA, Rest Wasser erhalten.

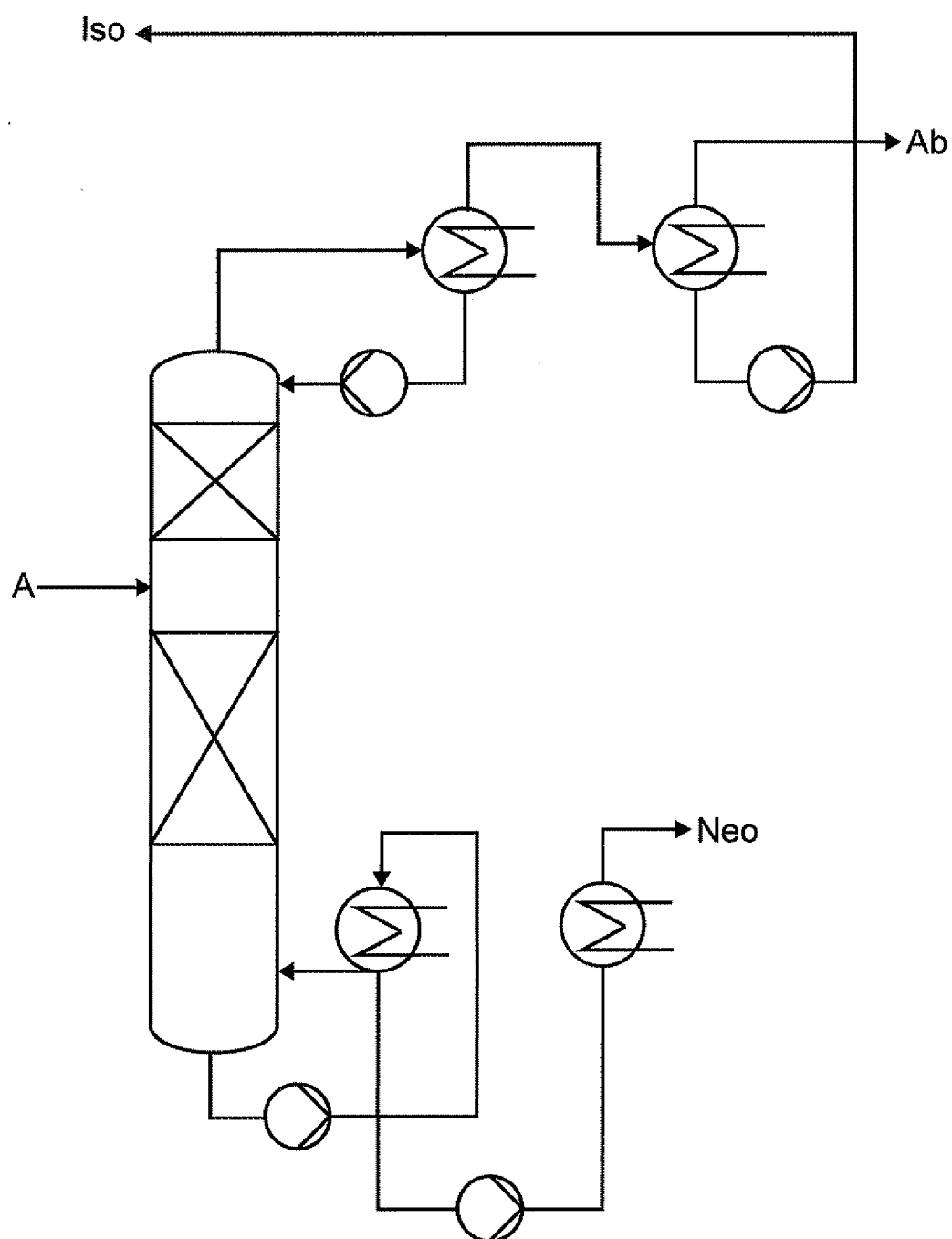
Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Hydroxypivalinaldehyd durch Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd und anschließender destillativer Aufarbeitung des erhaltenen Reaktionsaustrags, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktionsaustrag einer Destillationskolonne zugeführt wird, die bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,5 bar betrieben wird und in der im Kopfbereich eine zweistufige Kondensation vorgesehen ist, bei der die Brüden zunächst in eine bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 80°C betriebenen Partialkondensator geführt werden, dessen Kondensat zumindest teilweise in die Destillationskolonne zurückgeführt wird, und bei der die im Partialkondensator nicht kondensierten Brüden einem nachgeschalteten, bei einer Temperatur im Bereich von -40 bis +30°C betriebenen Kondensator zugeführt werden, dessen Kondensat zumindest teilweise ausgeschleust wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Sumpf der Destillationskolonne mit einem Verdampfer mit kurzer Verweilzeit verbunden ist, der bei einer Temperatur im Bereich von 90 bis 130°C betrieben wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfer ein Fallfilmverdampfer, Wischfilmverdampfer oder Kurzwegverdampfer ist.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass ein mit Hydroxypivalinaldehyd angereichertes Gemisch aus dem Sumpf des Verdampfers ausgeschleust wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das ausgeschleuste Gemisch vor der weiteren Aufarbeitung in einem Kühler mit einer Kühlertemperatur im Bereich von 50 bis 80°C abgekühlt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillationskolonne Einbauten zur Erhöhung der Trennleistung aufweist und der Reaktionsaustrag der Aldolisierung in einem räumlichen Bereich zwischen $\frac{1}{4}$ und $\frac{3}{4}$ der theoretischen Böden der Destillationskolonne zugeführt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Kondensat des Partialkondensators vollständig in die Kolonne zurückgeführt wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Kondensat des Partialkondensators in den Kolonnenkopf zurückgeführt wird.
- 5 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Aldolisierung in Gegenwart von Aminen als Base durchgeführt wird.
- 10 10. Verfahren zur Herstellung von Neopentylglykol durch Aldolisierung von Isobutyraldehyd mit Formaldehyd und Aufarbeitung des Reaktionsaustrags nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 und nachfolgende Hydrierung des so erhaltenen Hydroxypivalinaldehyds.

FIG.1

1/1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2008/052240

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C07C29/141 C07C45/75 C07C45/82 C07C47/19

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data, BEILSTEIN Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	DE 103 17 545 A1 (BASF AG [DE]) 4 November 2004 (2004-11-04) paragraphs [0015] - [0026]; claims 1-7	1-10
Y	EP 1 568 678 A (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO [JP]) 31 August 2005 (2005-08-31) paragraphs [0020] - [0022]; claims 1-9	1-10
A	EP 0 522 368 A (ARISTECH CHEMICAL CORP [US]) 13 January 1993 (1993-01-13) claims 1-29; examples 2-4,6,8	1-10
A	WO 98/17614 A (LG CHEMICAL LIMITED [KR]; CHOI JUNG UK [KR]; JUNG SEONG MOON [KR]; LEE) 30 April 1998 (1998-04-30) cited in the application Beispiele und Ansprüche	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

23 Juni 2008

Date of mailing of the international search report

02/07/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Butkowskyj-Walkiw, T

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2008/052240

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 10317545	A1	04-11-2004	NONE	
EP 1568678	A	31-08-2005	CN 1781893 A JP 2005239599 A KR 20060042238 A SG 114746 A1 US 2005192466 A1	07-06-2006 08-09-2005 12-05-2006 28-09-2005 01-09-2005
EP 0522368	A	13-01-1993	AT 150439 T CA 2072485 A1 DE 69218309 D1 DE 69218309 T2 JP 5201898 A	15-04-1997 29-12-1992 24-04-1997 26-06-1997 10-08-1993
WO 9817614	A	30-04-1998	CN 1234017 A DE 69710092 D1 EP 0935594 A1 JP 2000505103 T JP 3224547 B2 US 6201159 B1	03-11-1999 14-03-2002 18-08-1999 25-04-2000 29-10-2001 13-03-2001

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/052240

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. C07C29/141 C07C45/75 C07C45/82 C07C47/19

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

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

C07C

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

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

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data, BEILSTEIN Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	DE 103 17 545 A1 (BASF AG [DE]) 4. November 2004 (2004-11-04) Absätze [0015] - [0026]; Ansprüche 1-7	1-10
Y	EP 1 568 678 A (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO [JP]) 31. August 2005 (2005-08-31) Absätze [0020] - [0022]; Ansprüche 1-9	1-10
A	EP 0 522 368 A (ARISTECH CHEMICAL CORP [US]) 13. Januar 1993 (1993-01-13) Ansprüche 1-29; Beispiele 2-4,6,8	1-10
A	WO 98/17614 A (LG CHEMICAL LIMITED [KR]; CHOI JUNG UK [KR]; JUNG SEONG MOON [KR]; LEE) 30. April 1998 (1998-04-30) in der Anmeldung erwähnt Beispiele und Ansprüche	1-10

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

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

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

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

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

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

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

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

23. Juni 2008

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

02/07/2008

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde

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

Bevollmächtigter Bediensteter

Butkowskyj-Walkiw, T

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/052240

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 10317545	A1	04-11-2004	KEINE		
EP 1568678	A	31-08-2005	CN	1781893 A	07-06-2006
			JP	2005239599 A	08-09-2005
			KR	20060042238 A	12-05-2006
			SG	114746 A1	28-09-2005
			US	2005192466 A1	01-09-2005
EP 0522368	A	13-01-1993	AT	150439 T	15-04-1997
			CA	2072485 A1	29-12-1992
			DE	69218309 D1	24-04-1997
			DE	69218309 T2	26-06-1997
			JP	5201898 A	10-08-1993
WO 9817614	A	30-04-1998	CN	1234017 A	03-11-1999
			DE	69710092 D1	14-03-2002
			EP	0935594 A1	18-08-1999
			JP	2000505103 T	25-04-2000
			JP	3224547 B2	29-10-2001
			US	6201159 B1	13-03-2001