

(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
21. Dezember 2007 (21.12.2007)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2007/144320 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C07D 323/06 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/055694

(22) Internationales Anmeldedatum:
11. Juni 2007 (11.06.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
06115287.2 12. Juni 2006 (12.06.2006) EP

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

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SIEGERT, Markus
[DE/DE]; Brechtelstr. 14, 69126 Heidelberg (DE). LANG,
Neven [DE/DE]; Dürerstrasse 16, 68163 Mannheim (DE).
STRÖFER, Eckhard [DE/DE]; Karl-Kuntz-Weg 9,
68163 Mannheim (DE). SIGWART, Christoph [DE/DE];
Multring 52, 69469 Weinheim (DE).

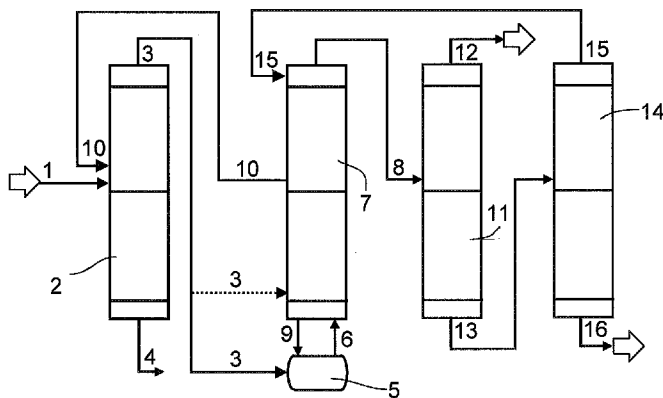
(74) Anwalt: ISENBRUCK, Günter; ISENBRUCK BÖSL
HÖRSCHLER WICHMANN HUHN, Theodor-Heuss-An-
lage 12, 68165 Mannheim (DE).

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

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: INTEGRATED METHOD FOR THE PREPARATION OF TRIOXANE FROM FORMALDEHYDE

(54) Bezeichnung: INTEGRIERTES VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON TRIOXAN AUS FORMALDEHYD



(57) Abstract: Integrated method for the preparation of trioxane from formaldehyde, comprising the steps: a) introduction of a feeding flow A1 containing formaldehyde and water and a return flow B3 consisting essentially of formaldehyde and trioxane into a formaldehyde concentration unit, wherein said flows are separated into a formaldehyde-rich flow A2 and a flow A3 consisting essentially of water; b) introduction of a product flow C1, containing trioxane, water, and formaldehyde, a return flow E1 containing trioxane, water, and formaldehyde, and possibly flow A2 into a first low-pressure distillation column, wherein said flows are distilled at a pressure of from 0.1 to 1.5 atmospheres, with a trioxane-enriched flow B1 containing predominantly trioxane, and also water and formaldehyde, a slough

removal flow B2 consisting essentially of formaldehyde and water, and the return flow B3 containing predominantly water, and also formaldehyde and trioxane removed as a side removal flow; c) introduction of a slough removal flow B2 and possibly the flow A2 into a trioxane synthesis reactor, wherein said flows are allowed to react, and wherein the flow C1 containing trioxane, water, and formaldehyde is obtained; d) introduction of a flow B1 into a mid-pressure distillation column, wherein said flow is distilled at a pressure of from 1.0 to 3.0 atmospheres, wherein a low boiler stream D1 containing methanol, methylal, and methylformate, and a stream D2 containing predominantly trioxane and also formaldehyde and water are obtained; e) introduction of a stream D2 into a high-pressure distillation column, wherein said stream is distilled at a pressure of from 2.5 to 10.0 atmospheres, wherein the return flow E1 contains trioxane, water, and formaldehyde, and a product flow E2 consisting essentially of trioxane is obtained; wherein flow A2 can be introduced into either the low-pressure distillation column or into the trioxane-35 synthesis reactor, or into both.

(57) Zusammenfassung: Integriertes Verfahren zur Herstellung von Trioxan aus Formaldehyd mit den Schritten: a) ein Formaldehyd und Wasser enthaltender Einspeisungsstrom A1 und ein überwiegend Wasser und daneben Formaldehyd und Trioxan enthaltender Rückführstrom B3 werden einer Formaldehyd-Aufkonzentrierungseinheit zugeführt und in einen Formaldehyd-reichen Strom A2 und einen im Wesentlichen

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2007/144320 A1



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, 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.

EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(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,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

aus Wasser bestehenden Strom A3 aufgetrennt; b) ein Trioxan, Wasser und Formaldehyd enthaltender Produktstrom C1, ein Trioxan, Wasser und Formaldehyd enthaltender Rückführstrom E1 und gegebenenfalls der Strom A2 werden einer ersten Niederdruck-Destillationskolonne zugeführt und bei einem Druck von 0,1 bis 1,5 bar destilliert, wobei ein an Trioxan angereicherter, überwiegend Trioxan und daneben Wasser und Formaldehyd enthaltender Strom B1, ein im Wesentlichen aus Formaldehyd und Wasser bestehender Sumpfabzugsstrom B2 und der überwiegend Wasser und daneben Formaldehyd und Trioxan enthaltende Rückführstrom B3 als Seitenabzugsstrom entnommen werden; c) der Sumpfabzugsstrom B2 und gegebenenfalls der Strom A2 werden einem Trioxan-Synthesereaktor zugeführt und reagieren gelassen, wobei der Trioxan, Wasser und Formaldehyd enthaltende Strom C1 erhalten wird; d) der Strom B1 wird einer Mitteldruck-Destillationskolonne zugeführt und bei einem Druck von 1,0 bis 3,0 bar destilliert, wobei ein Leichtsiederstrom D1 enthaltend Methanol, Methylal und Methylformiat und ein überwiegend Trioxan und daneben Formaldehyd und Wasser enthaltender Strom D2 erhalten werden; e) der Strom D2 wird einer Hochdruck-Destillationskolonne zugeführt und bei einem Druck von 2,5 bis 10,0 bar destilliert, wobei der Trioxan, Wasser und Formaldehyd enthaltende Rückführstrom E1 und ein im Wesentlichen aus Trioxan bestehender Produktstrom E2 erhalten werden; wobei der Strom A2 entweder der Niederdruck-Destillationskolonne oder dem Trioxan-Synthesereaktor oder beiden zugeführt werden kann.