

Verfahren zur Abtrennung von Acrolein aus dem Prozessgas einer heterogen katalysierten Oxidation von Propen

Die heterogen katalysierte Oxidation von Propen mit Luftsauerstoff nach dem gegenwärtigen Stand der Technik wird in den neuesten Auflagen von Ullmann's

- 5 Encyclopedia of Industrial Chemistry, D. Arntz et al., online, Edition 15.04.2007, Band 1, Wiley-VCH-Verlag und Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, W. G. Etzhorn, online, Edition 18.12.2009, Band 1, John Wiley and Sons Inc. umfassend beschrieben.

Die Oxidation des Propen erfolgt dabei an in Rohrbündelreaktoren eingebrachten

- 10 Katalysatoren bei erhöhten Temperaturen (300 – 400 °C) und leicht erhöhtem Druck. Dem Feedgas werden neben Propen und Luft oft auch Dampf und andere Inertgase zugemischt, um mit der Feedgaszusammensetzung außerhalb der Zündgrenzen zu bleiben. Die Reaktionswärme wird meist durch eine flüssige Salzschnmelze, die durch den Mantelraum des Rohrbündelreaktors zirkuliert, abgeführt. Als geeignete
- 15 Katalysatoren wird eine Vielzahl unterschiedlicher Mischoxidsysteme angegeben, die als Basis Molybdän, Wismut, Eisen, Kobalt, Nickel und weitere Promotoren enthalten, wie beispielsweise angegeben in PCT-Anmeldung WO 2008/046843 oder WO 2008/104432. Aus vielen Patentschriften sind verschiedenste weitere derartige Mischoxidsysteme bekannt, die die erzielbare Acroleinausbeute erhöhen. Es werden
- 20 dabei sowohl Vollkatalysatoren (z. B. als Tabletten oder Hohlzylinder) als auch Trägerkatalysatoren (z. B. als Schalenkatalysatoren) eingesetzt. Allen Reaktionssystemen gemeinsam ist, dass bei der Oxidationsreaktion neben dem Zielprodukt Acrolein auch diverse weitere Nebenprodukte gebildet werden (u.a. Acrylsäure, Essigsäure, Formaldehyd, Acetaldehyd, Allylalkohol, CO, CO₂).

- 25 Um das Acrolein als Einsatzstoff für weitere Synthesereaktionen verwenden zu können, muss es aus diesem Reaktionsgemisch abgetrennt und aufgereinigt werden. Die prinzipielle Vorgehensweise ist dazu ebenfalls in obigen Literaturstellen nachzulesen. Zunächst ist das Reaktionsgas abzukühlen und dann aus dem Reaktionsgas die hochsiedenden Anteile und Wasser abzutrennen. Das
- 30 hochsiederhaltige anfallende Abwasser wird üblicherweise thermisch entsorgt. Es können aber auch andere Entsorgungswege eingeschlagen werden. Aus dem so vorgereinigten Prozessgasstrom wird dann das Acrolein ausgewaschen (absorbiert), da eine Auskondensation aufgrund der Verdünnung und der niedrigen Siedetemperatur

2

vollkommen unwirtschaftlich wäre. Aus der erhaltenen Sorbatlösung werden das Acrolein und die noch vorhandenen Leichtsieder abdestilliert. Die von Acrolein befreite Sorptionsflüssigkeit kann dann erneut zur Absorption von Acrolein eingesetzt werden. Als Sorptionsflüssigkeit wird üblicherweise Wasser eingesetzt oder ein Gemisch aus
5 Wasser und einem organischen Lösungsmittel.

Falls nötig, kann das Acrolein im Weiteren zur Abtrennung der Leichtsieder noch weiter destilliert werden. Aus den genannten und vielen weiteren Literaturstellen ist bekannt, dass Acrolein, bzw. Acrylsäure, Formaldehyd oder Allylalkohol leicht polymerisieren. Daher wird im Aufarbeitungsteil bzw. dem Acrolein selbst Stabilisator zugesetzt, um die
10 Polymerisationsneigung zu verringern. Als geeignet hat sich dafür z.B. Hydrochinon erwiesen, es werden jedoch auch eine Vielzahl anderer Stabilisatorsysteme beschrieben. Auch durch den Zusatz von Stabilisator kann eine Polymerisation im Aufarbeitungsteil nicht 100%ig verhindert werden. Insbesondere durch die thermische Belastung bei der Abtrennung des Acrolein aus der Sorptionsflüssigkeit werden immer
15 in kleinem Umfang Oligomere gebildet, die sich über die Zeit in der Sorptionsflüssigkeit anreichern und zur Bildung von Polymeren führen, die dann wiederum eine Verschmutzung der Produktionseinrichtungen mit der Notwendigkeit einer Reinigung verursachen.

DE 2263496 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Acrylsäure und Acrolein, bei
20 dem das aus einer katalytischen Gasphasenoxidation von Propen kommende Acrolein- und Acrylsäure-haltige Gasgemisch zur extraktiven Abtrennung von Acrylsäure durch eine Waschflüssigkeit, die eine Mischung aus Wasser und organischer Flüssigkeit ist, geleitet wird. Die dabei entstehende hochsiedende, Acrylsäure-haltige wässrig-/organische Lösung wird als Sumpfphase abgetrennt. Als hochsiedendes organisches
25 Extraktionsmittel wird insbesondere 2-Ethylhexanol verwendet. Die Acrylsäure wird in mehreren Aufarbeitungsschritten destillativ von der wässrig-/organischen Lösung abgetrennt. Dazu wird zunächst Wasser abdestilliert und die Acrylsäure aus der verbliebenen organischen Flüssigkeit abdestilliert und dann die organische Flüssigkeit als Waschflüssigkeit wiederverwendet. Nachteil des Verfahrens ist, dass relativ große
30 Mengen Lösungsmittel verwendet und im Kreis gefahren werden müssen, die in einem aufwendigen Prozess wiedergewonnen werden müssen, das bedeutet einen nicht unerheblichen Energieaufwand sowie eine weitere Quelle zusätzlicher Verunreinigungen, welche insbesondere durch die Reaktion des Lösungsmittels mit Acrylsäure entstehen.

Neben der möglichst effizienten Abtrennung von Nebenprodukten aus dem Acroleinprozess ist es ferner notwendig, eine Ablagerung von sich bildenden Polymernebenprodukten in den Apparaten (zum Beispiel Kolonnen, Kolonneneinbauten, Wärmetauschern) und Rohrleitungen zu verhindern, die schnell zu einer Verschlechterung der Wärmedurchgänge oder des Anlagendurchsatzes führen würden. Dies kann zwar prinzipiell auch durch Verwendung von Wasser/Lösungsmittel-Gemischen als Waschlösung insbesondere in der Quenchstufe geschehen, wie es in einem Verfahren gemäß DE 2263496 stattfindet. Nachteil dabei ist aber vor allem der gesonderte Aufwand für dessen Reinigung und Recycling.

WO 2010044990 A1 beschreibt dagegen ein Verfahren zur extraktiven Abtrennung von Acrylsäure aus dem Abwasser eines Acroleinprozesses mit Hilfe von verflüssigten C3- Gasen Propylen und/ oder Propan als Extraktionsmittel mit dem Ziel Acrylsäure zurückzugewinnen. Dieses Verfahren ermöglicht die leichte destillative Abtrennung des Lösungsmittels von der Acrylsäure-haltigen Extraktionslösung, was einen Vorteil gegenüber höhersiedenden Extraktionsmitteln darstellt.

WO2001096271 offenbart schließlich die Herstellung von Acrolein beginnend mit einer Absorption von Propylen/Propan in ein organisches Lösungsmittel (C_{8-20} -Alkan oder Alken), bei dem Propylen/Propan anschließend z. B. destillativ (Anspruch 4) vom Absorptionsmittel abgetrennt wird (Ansprüche 1,3). Mitgerissenes Absorptionsmittel wird danach mit Wasser aus dem Propylen/Propan-Strom ausgewaschen. Das erhaltene Gemisch aus Wasser/organische Lösungsmittel wird durch Phasentrennung aufbereitet, damit die beiden Phasen getrennt in den Prozess wiederverwendet werden (Seite 59, Zeile 1 – Seite 60, Zeile 8).

Für die Wirtschaftlichkeit eines Produktionsprozesses ist es allgemein von besonderer Bedeutung, dass die Betriebsdauer zwischen notwendigen Reinigungsstillständen möglichst lange sowie der Energieverbrauch im laufenden Betrieb möglichst niedrig ist.

Durch den Einsatz verbesserter katalysatoren wie beispielsweise beschrieben in WO 2008/104432 oder WO 2008/046843 ist es mittlerweile gelungen den Acrylsäureanteil im Acroleinprozess weiter zu reduzieren, so dass ein Verfahren mit Verwendung von großen Mengen von Lösungsmitteln zur Abtrennung der Acrylsäure gemäß DE 2263496 wirtschaftlich noch weniger attraktiv geworden ist.

Die vorliegende Erfindung hat daher zur Aufgabe, einen Prozess zur Abtrennung von Acrolein aus dem Prozessgas einer heterogen katalysierten Oxidation von Propen

- bereitzustellen, der unter Zusatz eines organischen Lösungsmittels im Aufarbeitungsteil eine Erhöhung der Betriebszeit der Anlage ermöglicht, dabei jedoch die Nachteile der bekannten Prozesse vermeidet, sowie insbesondere eine Unterdrückung von Schaumbildung in den Kolonnen und eine Durchsatzerrhöhung in
- 5 bestehenden Anlagen erlaubt sowie gleichzeitig eine möglichst einfache und kostengünstige Aufarbeitung und Recyclierung des eingesetzten Lösungsmittels ermöglicht.

Beschreibung der Erfindung

Es gelingt erfindungsgemäß, die Nachteile des Standes der Technik zu überwinden, durch Bereitstellung eines kontinuierlichen Verfahrens zur Herstellung von Acrolein, bei dem die nachfolgenden Schritte durchgeführt werden

- 5 A) Gasphasenoxidation von Propen mit Hilfe von Luft an einem heterogenen Katalysator in Anwesenheit eines Verdünnungsgases in einer Reaktionsstufe unter Erzeugung eines Acrolein-haltigen Gasstromes (Prozessgas)
- 10 B) Auffangen des Acrolein-haltigen Gasstromes aus A) in einer Quenchstufe bestehend aus Sumpf-, Mittel- und Kopfteil zur Abtrennung von Nebenprodukten in Gegenwart von Wasser und einer kaum wasserlösliches organisches Lösungsmittel enthaltenden organischen Phase
- 15 C) Auffangen des Acrolein-haltigen Gasstromes aus der Quenchstufe B) in einer Absorptionsstufe bestehend aus Sumpf-, Mittel- und Kopfteil in Gegenwart von Wasser und einer kaum wasserlösliches organisches Lösungsmittel enthaltenden organischen Phase zur Gewinnung einer organische Phase enthaltenden wässrigen Acrolein-Lösung und eines nicht kondensierbaren Gasstromes
- 20 C1) zumindest teilweise Rückführung des nicht kondensierbaren Gasstromes aus C) als Verdünnungsgas in die Reaktionsstufe A)
- D) Destillative Abtrennung des Acroleins aus der organische Phase enthaltenden wässrigen Acrolein-Lösung aus C) in einer Destillationsstufe,
- 25 wobei die verbleibende vom Acrolein befreite, organische Phase enthaltende wässrige Lösung aus der Destillationsstufe D) ausgetragen wird, so dass sich eine organische Phase II bildet, die vom zugehörigen wässrigen Anteil II getrennt wird (Phasentrennung II), die organische Phase II in den Sumpfteil der Quenchstufe B) eingetragen wird, aus welchem die organische Phase II durch Destillation und /oder Strippung zusammen mit
- 30 einem wässrigen Anteil über den Kopfteil abgetrennt wird, so dass sich eine organische Phase I bildet, welche vom zugehörigen wässrigen Anteil I getrennt wird (Phasentrennung I) und in den Sumpfteil der Absorptionsstufe C) eingetragen wird.

Unter einem kaum wasserlöslichen organischen Lösungsmittel wird insbesondere ein organisches Lösungsmittel verstanden, dass eine Wasserlöslichkeit von $\leq 20\text{g/l}$, vorzugsweise von $\leq 6,0\text{g/l}$, besonders bevorzugt von $\leq 2,0\text{g/l}$ jeweils bei 20°C aufweist.

- 5 Im Fall der Ausführung der Quenchstufe B) in Form einer Kolonne ist am unteren Ende des Kopfteils vorzugsweise ein Fangboden installiert, über dem sich der Austrag der organisch/wässrigen Phase zum Phasentrenner I befindet (vgl. Figur 1), so dass aus dem so entstandenen Zwischensumpf besonders gut Flüssigkeit ausgetragen werden kann.
- 10 In Schritt C1 können auch ergänzend zu oder anstelle des nicht kondensierbaren Gasstromes (nicht kondensierbaren Prozessgases) weitere Inertgase, wie zum Beispiel Stickstoff oder Wasserdampf oder sauerstoffarmes Abgas aus einer Verbrennungsanlage als Verdünnungsgas verwendet werden.

- Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht insbesondere durch den Zusatz eines
- 15 organischen Lösungsmittels und die sich daraus bildenden organischen Phasen im Aufarbeitungsteil die Abtrennung von potentiell Polymer bildenden Verunreinigungen und damit eine Erhöhung der Betriebszeit der Anlage und dabei gleichzeitig, das eingesetzte Lösungsmittel intern zu rezirkulieren und destillativ zu reinigen, ohne dass es eines zusätzlichen apparativen Aufwands bedarf. Auch wird die
- 20 Schäumungsneigung im System insbesondere in der Destillationsstufe reduziert. Das Verfahren ermöglicht somit insgesamt eine Erhöhung der Betriebszeit der Anlage und des Durchsatzes an Edukt- bzw. Produktströmen.

- Bevorzugt wird dabei ein Verfahren bei dem permanent oder intermittierend kaum wasserlösliches organisches Lösungsmittel zur Ergänzung der organischen Phase an
- 25 geeigneter Stelle des Verfahrens eingebracht wird. So wird insbesondere das Konstanthalten des Gehalts an organischer Phase und dadurch eine stabile Fahrweise ermöglicht.

- Besonders bevorzugt ist es ferner, dass das organische Lösungsmittel in den Sumpfteil der Absorptionsstufe und/oder der Destillationsstufe eingebracht wird. Durch
- 30 den Eintrag in die Sumpf der Absorptionsstufe wird insbesondere die Hauptfunktion der Absorptionsstufe, die Abtrennung des Acroleins aus dem Quenchgas aus der Stufe B) am wenigsten beeinträchtigt. Das organische Lösungsmittel wird dazu vorzugsweise in

den Zufuhrstrom der organischen Phase zur Absorptionsstufe eingemischt oder separat unterhalb dieser Position eingeführt. Im Fall des Lösungsmiteleintrags in den Sumpf der Destillationsstufe wird durch diese Maßnahme auch das Durchschlagen des Lösungsmittels bzw. der organischen Phase in den Kopfteil der Destillationsstufe und damit ins Produkt Acrolein verhindert.

Vorzugsweise eingesetzt wird ein organisches Lösungsmittel, das einen Siedepunkt bei Normaldruck von 150 bis 230 °C, besonders bevorzugt 170 bis 190 °C aufweist. Dadurch ist insbesondere die Austragung des Lösungsmittels vom Sumpfteil in den Kopfteil durch Strippung und Destillation in der Quenchstufe gewährleistet. Als Strippgas dient hier insbesondere das Prozessgas.

Besonders bevorzugt wird als organisches Lösungsmittel ein verzweigter bzw. unverzweigter offenkettiger C6- bis C10-Alkohol, insbesondere 2-Ethylhexanol verwendet, welches auch großtechnisch in hinreichenden Mengen zu Verfügung steht. Da die Alkohole mit im Prozess auftretenden Substanzen reagieren, z.B. mit Acrylsäure unter Bildung von Acrylsäureestern, also im Falle von 2-Ethylhexanol zu 2-Ethylhexylacrylat bzw. mit Essigsäure zu 2-Ethylhexylacetat und mit Formaldehyd zu 2-Ethylhexylformal und 2-Ethylhexyldiformal, werden diese Prozessprodukte zusammen mit dem Lösungsmittel Bestandteil der erfindungsgemäß verwendeten organischen Phasen, welche in diesem Zusammenhang auch als Lösungsmittelmatrix (LM) bezeichnet werden. Dies ist im vorliegenden Prozess sogar von Vorteil, denn weiterhin bevorzugt sollte die Lösungsmittelmatrix auch eine gute Aufnahmefähigkeit für gebildete Oligomere und weitere organische Nebenprodukte aufweisen, was mit der aus den genannten Alkoholen gebildeten organischen Phasen in besonderer Weise der Fall ist.

Weiter bevorzugt ist beim erfindungsgemäßen Verfahren, dass bezogen auf die in die Reaktionsstufe A) eingetragenen Menge an Propen zwischen 0,05 und 1 Gew.%, vorzugsweise zwischen 0,1 und 0,5 Gew.% organisches Lösungsmittel ergänzt wird, vorzugsweise soviel organisches Lösungsmittel ergänzt wird, dass ein gleichbleibender Gehalt an organischer Phase aufrechterhalten wird. Dies kann durch Gehaltsbestimmung der organischen Phasen, insbesondere der organischen Phase im Ausgangsstrom der Phasentrennungen, insbesondere der Phasentrennung II durch bekannte Analysenmethoden überprüft und entsprechend nachjustiert werden. Dadurch wird eine besonders vorteilhafte und gleichmäßige Fahrweise des

erfindungsgemäßen Verfahrens und eine Minimierung des Lösungsmittelverbrauchs ermöglicht.

Weiter bevorzugt ist beim erfindungsgemäßen Verfahren auch, dass der Acrolein-haltige Gasstrom aus A) mit einer Temperatur von 200-280°C, insbesondere von 220-
5 250°C in den Sumpfteil des entsprechenden Schritts B) gelangt. Das Prozessgas wird dazu bereits im Nachkühler der Reaktionsstufe A entsprechend abgekühlt, um den Kühlwasserbedarf in der Quenchstufe abzusenken. Höhere Temperaturen würden darüberhinaus die Bildung von Nebenprodukten verstärken. Somit wird eine energetisch und im Hinblick auf maximale Acrolein-Selektivität optimierte Fahrweise
10 der Kombination aus der Reaktionsstufe A) und der nachfolgenden Quenchstufe B) ermöglicht.

Weiter bevorzugt ist beim erfindungsgemäßen Verfahren, dass in der Quenchstufe B die Sumpftemperatur zwischen 60 und 90 °C bei einem Druck im Kopfteil von 1,2 bis 1,8 bar (Absolutdruck) so eingestellt wird, dass keine separate organische Phase im
15 Sumpfteil der Quenchstufe B vorhanden ist. Damit wird der Sumpfaustrag der im Prozess benötigten organischen Phase verhindert und auch gewährleistet, dass die flüchtigen Anteile der organischen Phase erfindungsgemäß in den Kopfteil der Quenchstufe B transportiert werden.

Besonders bevorzugt wird dabei die Sumpftemperatur der Quenchstufe B eingestellt,
20 indem ein Teilstrom der dort kondensierten Flüssigkeit abgeführt wird und nach entsprechendem Abkühlen dem unteren Drittel der Quenchstufe B wieder zugeführt wird (unteres Umpumpen). Die gleichmäßige Beschickung und Temperatureinstellung insbesondere via externe Wärmetauscher wird auf diese Weise möglich.

Ganz besonders bevorzugt wird dabei, dass aus dem abgeführten Teilstrom der
25 kondensierten Flüssigkeit ein Teilstrom aus dem Verfahren ausgeschleust wird. Dadurch werden Acrylsäure und weitere Nebenprodukte, insbesondere die in der organischen Phase II enthaltenen hochsiedenden Nebenprodukte, die nicht mit der organischen Phase II abgestrippt werden und das gebildete Reaktionswasser aus dem Sumpfteil der Quenchstufe und aus dem Verfahren ausgeschleust. Damit wird ein
30 konstantes Flüssigkeitsniveau im Sumpf der Kolonne sowie ein weitgehend konstanter Anteil von Nebenprodukten erreicht.

Ebenso bevorzugt ist beim erfindungsgemäßen Verfahren, dass ein Teilstrom der im Kopfteil der Quenchstufe B vorhandenen Kondensats abgeführt wird, vorzugsweise auf

< 20°C gekühlt und dem Kopfteil der Quenchstufe B wieder zugeführt wird, wodurch der aus dem Mittelteil der Quenchstufe B eintretende Acrolein-haltige Gasstrom gekühlt wird und fortwährend weiteres Kondensat erzeugt wird, welches als Rücklauf in den Mittelteil der Quenchstufe zurückgeführt wird (oberes Umpumpen). Dies ermöglicht
5 vor allem eine gleichmäßige Beschickung und Temperatureinstellung insbesondere via externen Wärmetauscher zur Kondensation von wässriger und organischer Phase bzw. Lösungsmittel.

Ebenso bevorzugt ist beim erfindungsgemäßen Verfahren, dass ein Teilstrom des Kondensats aus dem Kopfteil der Quenchstufe B der Phasentrennung I zugeführt wird.
10 Dadurch ist eine In situ- Abtrennung der organischen Phase I auf sehr einfache und effiziente Weise möglich zur sofortigen Wiederverwendung im Verfahren.

Auch bevorzugt ist beim erfindungsgemäßen Verfahren, dass die Phasentrennung I bei einer Temperatur von 8 bis 60 °C, vorzugsweise von 10 bis 50 °C besonders bevorzugt von 12 bis 40°C durchgeführt wird. Dadurch wird insbesondere eine optimale
15 Abtrennung der organischen Phase mit dem vorhandenen Lösungsmittel bei minimalen Verlusten erreicht.

Erfindungsgemäß weiter bevorzugt ist ein Verfahren bei dem die Phasentrennung I mit einer Verweilzeit von 0,5 bis 20 min, vorzugsweise von 1 bis 10 min durchgeführt wird. Auch diese Bedingungen tragen zu einer optimalen Abtrennung der organischen
20 Phase mit dem vorhandenen Lösungsmittel bei minimalen Verlusten bei.

Erfindungsgemäß bevorzugt ist auch ein Verfahren, bei dem der wässrige Anteil I aus der Phasentrennung I zumindest teilweise dem Rücklauf des erzeugten Kondensats aus der Quenchstufe B zugeführt wird. Dadurch wird der Durchbruch von Acrylsäure in die Absorptionsstufe weitgehend verhindert und die Anreicherung von LM im Mittelteil
25 der Quenchkolonne verringert.

Erfindungsgemäß bevorzugt ist weiter ein Verfahren, bei dem die aus der Destillationsstufe D ausgetragene vom Acrolein befreite, organische Phase enthaltende wässrige Lösung (Sorptionslösung) teilweise direkt auf den Kopfteil der Absorptionsstufe C zurückgeführt wird und der restliche Teil der Phasentrennung II
30 zugeführt wird.

Die Sorptionslösung aus der Destillation wird dabei sofort in situ- und praktisch verlustfrei verwertet sowie die Gesamtmenge der Abfallströme minimiert. Durch diese

Fahrweise lässt sich die Verweilzeit in der Phasentrennung II so einstellen, dass eine optimale Abtrennung der organischen Phase möglich wird.

Für die optimale Funktion des erfindungsgemäß betriebenen Phasentrenners II ist dabei neben einer hinreichend langen Verweilzeit die Wahl einer geeigneten

- 5 Temperatur entscheidend. Bevorzugt ist daher ein Verfahren bei dem die Phasentrennung II bei einer Temperatur von 10 bis 90 °C, vorzugsweise von 15 bis 60 °C besonders bevorzugt von 20 bis 40°C durchgeführt wird. Damit wird die optimale Abtrennung der organischen Phase mit dem vorhandenen Lösungsmittel bei den gegebenen Viskositäten unter minimalen Verlusten sichergestellt.
- 10 Erfindungsgemäß bevorzugt wird auch ein Verfahren, bei dem die Phasentrennung II mit einer Verweilzeit von 0,5 bis 20 min, vorzugsweise von 1 bis 10 min durchgeführt wird. Das trägt ebenfalls zu einer optimalen Abtrennung der organischen Phase mit dem vorhandenen Lösungsmittel bei minimalen Verlusten bei, ohne dass die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens leidet.
- 15 Erfindungsgemäß weiter bevorzugt wird ein Verfahren, bei dem die Menge an organischer Phase II, die in die Quenchstufe B) eingetragen wird 0,1 bis 3 Gew.%, vorzugsweise 0,2 bis 1 Gew.%, bezogen auf die insgesamt in die Reaktionsstufe A) eingetragenen Mengen an Propen beträgt. Dies gewährleistet eine optimale Entfaltung der Wirkung der organischen Phase bei minimaler Belastung durch die zusätzlich
- 20 eingebrachten Stoffströme.

- Erfindungsgemäß bevorzugt wird auch ein Verfahren bei dem der wässrige Anteil II aus der Phasentrennung II teilweise zur Absorptionsstufe C), vorzugsweise zum Kopfteil der Absorptionsstufe, zurückgeführt wird und vorzugsweise ein weiterer Teilstrom des wässrigen Anteils II aus dem Verfahren ausgeschleust wird. Dadurch
- 25 wird das Prozesswasser sofort und praktisch verlustfrei verwertet sowie die Gesamtmenge der Abfallströme minimiert. Durch die Ausschleusung wird die Gesamtmenge der Flüssigkeit im Verfahren (hold-up) kontrolliert und die Anreicherung von Nebenprodukten in der wässrigen Phase vermieden.

- Erfindungsgemäß bevorzugt wird weiter ein Verfahren bei dem der Gehalt an
- 30 organischer Phase in der Sorptionslösung 0,1 bis 5 Gew.% beträgt, vorzugsweise 0,2 bis 3 Gew.%. Der Gehalt an Lösungsmittel-haltiger organischer Phase ist damit so hoch, dass sich eine abtrennbare organische Phase II ausbildet.

Erfindungsgemäß wird auch bevorzugt ein Verfahren bei dem die Sorptionslösung mit einer Temperatur von 5 – 18°C, vorzugsweise 6 - 12°C und bei einem Druck am Kopfteil der Absorptionsstufe C) zwischen 1,1 und 1,7 bar in die Absorptionsstufe C) eingebracht wird. Dies gewährleistet eine weitgehende Absorption von Acrolein aus dem Quenchgasstrom.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren sind die Quench-, Absorptions- und/oder Destillationsstufe jeweils vorzugsweise in Form einer Kolonne ausgeführt. Der Vorteil dabei ist u.a. die einfache Verfahrensführung, der variable Einbau von Packungen oder Böden und damit die Anpassung an verschiedene Randbedingungen des Prozesses, z.B. Durchflüsse, Trennstufen etc.. Es handelt sich dabei vorzugsweise um gebräuchliche Packungskolonnen, Füllkörperkolonnen oder Bodenkolonnen wie Glockenboden- bzw. Siebbodenkolonnen.

Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt eine Verwendung von im Vergleich zu den bekannten Verfahren sehr geringen Lösemittelmengen, welche integriert in eine vorhandene Acroleinanlage ohne großen zusätzlichen apparativen oder Energieaufwand wiedergewonnen und wiederverwendet werden mit den weiteren bereits genannten positiven Wirkungen auf Durchsatz und Anlagenverfügbarkeit. Dies ist bei einem großtechnischen Prozess sowohl unter ökonomischer als auch ökologischer Hinsicht von großem Vorteil.

20

Beschreibung des Ausführungsbeispiels

Zur näheren Erläuterung der Erfindung anhand des Ausführungsbeispiels wird auf Fig. 1 Bezug genommen, die eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zeigt.

Dem Stand der Technik entsprechend wird zunächst Propen verdampft und das gasförmige Propen (3) mit Luft (1), Dampf (2) und Kreisgas (19, nicht kondensierbares Prozessgas = rezirkuliertes Prozessabgas) gemischt und die Mischung dem Rohrbündelreaktor (entsprechend Stufe A) zugeführt. Dort erfolgt dann an geeigneten Katalysatoren die Umsetzung des Propens zu Acrolein und weiteren Nebenprodukten (Reaktion).

30

Das den Reaktor unten verlassende Prozessgas (4, Reaktionsgas) wird zunächst in einer ersten Kolonne (mit Böden und Packungen, im Weiteren als Quenchkolonne

bezeichnet, entsprechend Stufe B) von Hochsiedern befreit. Zuerst erfolgt dazu im unteren Teil der Kolonne eine Kühlung des vorzugsweise mit 220- 250 °C eintretenden Prozessgases mittels eines Kühlkreislaufes. Im Mittelteil der Kolonne erfolgt dann die weitgehende Abreicherung der Hochsieder, insbesondere von Acrylsäure. In einem
5 Kühlkreislauf im oberen Teil der Quenchkolonne erfolgt eine weitere Abkühlung des Prozessgases, das aus dem Mittelteil der Kolonne nach oben kommt, wobei aus dem gesättigten Gasstrom Flüssigkeit auskondensiert wird, die als Rücklauf auf den Mittelteil der Kolonne zurückgeführt wird.

Dem Stand der Technik entsprechend wird nun das Acrolein aus dem Prozessgas, das
10 aus der Quenchkolonne am Kopf austritt, in einer nachfolgenden Kolonne (mit strukturierten Packungen, im Weiteren als Absorptionskolonne bezeichnet, entsprechend Stufe C) absorbiert. Dazu wird dieses Prozessgas der Absorptionskolonne im Sumpfbereich zugeführt und vom Kolonnenkopf her mit Sorptionslösung gewaschen, wobei sich die Sorptionslösung mit Acrolein belädt. Das
15 von Acrolein weitgehend befreit Prozessgas verlässt als Abgas (12) die Anlage und wird teilweise als Kreisgas (19, Verdünnungsgas, rezirkuliertes Prozessabgas) zur Inertisierung der Feedmischung des Reaktors zurückgeführt.

Weiterhin dem Stand der Technik entsprechend wird die mit Acrolein beladene Sorptionsflüssigkeit aus dem Sumpf der Absorptionskolonne (entsprechend Stufe C)
20 abgezogen und etwa mittig einer Destillationskolonne (Bodenkolonne, auch als Desorptionskolonne bezeichnet, entsprechend Stufe D) zugeführt. Dort erfolgt die destillative Abtrennung des Acrolein aus der Sorptionslösung. Im Abtriebsteil der Kolonne wird die Sorptionslösung weitgehend von Acrolein befreit und kann dann auf die Absorptionskolonne zurückgeführt werden (10), wobei der Sorptionslösung noch in
25 geringen Umfang VE Wasser (11) zugefügt wird. Im Verstärkungsteil der Kolonne wird das Acrolein bis nahe an den azeotropen Punkt aufkonzentriert und der austretende Acroleinbrüdenstrom in einem Einspritzkondensator (23) durch im Kreislauf zirkuliertes unterkühltes Acrolein auskondensiert, dem Stabilisator (13) zugesetzt wird. Als Stabilisator wird in der Regel Hydrochinon oder auch andere geeignete Stabilisatoren
30 verwendet. Der für die Trennung notwendige Rücklauf wird auf die Kolonne zurückgeführt und das gewonnene Acrolein dem Acroleintanklager zugeführt (14).

Dieser bisher in wesentlichen Punkten dem Stand der Technik entsprechende Aufarbeitungsprozess wird nun erfindungsgemäß um die beiden Phasentrenner I und II im Kopfkreislauf der Quenchkolonne und in der Rückführung der Sorptionslösung (10)

auf die Absorptionskolonne ergänzt und die Betriebsweise des Aufarbeitungsprozesses entsprechend der weiteren Beschreibung erfindungsgemäß geändert.

Dem üblicherweise als Sorptionsflüssigkeit verwendeten Wasser wird ein organisches Lösungsmittel zugesetzt, das kaum in Wasser löslich ist, eine organische Phase bei
5 der Mischung mit Wasser ausbildet, und das vorzugsweise einen Siedepunkt aufweist von 150 -230°C, vorzugsweise von 170 -190 °C. Weiterhin bevorzugt sollte das Lösungsmittel auch eine gute Aufnahmefähigkeit für gebildete Oligomere und weitere organische Nebenprodukte aufweisen. Als besonders gut geeignet für diesen Zweck hat sich 2-Ethylhexanol erwiesen bzw. die damit gebildeten organischen Phasen. Zur
10 Ergänzung von organischem Lösungsmittel wird dieses beispielsweise im unteren Bereich der Absorptionsstufe C eingetragen (5).

Um dem weiteren Zweck des Lösungsmittels, nämlich der Abtrennung von potentiell Polymer bildenden Verunreinigungen Rechnung zu tragen, muss die Lösungsmittelmatrix gereinigt werden. Dazu wird aus dem Teilstrom 6 der zur
15 Absorptionskolonne (Schritt C) zurückgeführten Sorptionslösung 6 mit dem Phasentrenner II eine organische Phase II (LM II) abgetrennt. Ein Betrieb in einem Bereich von 10°C – 90 °C wird dabei eingehalten, in besonders geeigneter Weise ein Temperaturbereich von 15°C – 60 °C. Dementsprechend ist der Phasentrenner II nach dem als WT1 gekennzeichneten Wärmetauscher in den Prozess eingebunden. Im WT1
20 wird zur Optimierung des Energieverbundes die warme Sorptionsflüssigkeit aus dem Sumpf der Desorptionskolonne mit kalter beladener Sorptionsflüssigkeit aus dem Sumpf der Absorptionskolonne gekühlt und die beladene Sorptionsflüssigkeit vor Eintritt in die Desorptionskolonne vorgewärmt.

Die Lösungsmittel enthaltende organische Phase kann aus einem Teilstrom der
25 Sorptionsflüssigkeit abgetrennt werden, es kann aber auch die rezirkulierte Sorptionsflüssigkeit insgesamt durch den Phasentrenner II geleitet werden. Aus dem Volumen des vollständig gefluteten Phasentrenners II und dem durchgeleiteten Volumenstrom an Flüssigkeit ergibt sich die Verweilzeit (VWZ) im Phasentrenner II. Eine hinreichend gute Trennung wird bei Verweilzeiten von 0,5 – 20 min erzielt,
30 besonders bevorzugt einer VWZ von 1 -10 min und diese entsprechend eingestellt.

Die abgeschiedene organische Phase II (LM II) wird nun auf den oberen Boden des Sumpfkreislaufs in der Quenchkolonne (Stufe B) geleitet (7). Die aus dem Phasentrenner II abgezogene Menge wird dabei so bemessen, dass etwas mehr Flüssigkeit abgezogen wird, als LM II im Phasentrenner II anfällt und dadurch die

Ausbildung einer Grenzschicht im Phasentrenner II vermieden wird. Dies hat sich als vorteilhaft erwiesen, da an der Grenzschicht vermehrt Polymere gebildet werden.

5 Aus der dem Sumpfkreislauf des Quenchers zugeführten organischen Phase II (7, LM II) werden dann durch das heiße Prozessgas die flüchtigen Lösungsmittelmatrixanteile im Gegensatz zu den sonstigen Hochsiedern abgestrippt, da die LM II eine zweite Phase ausbildet (Prinzip der Wasserdampfdestillation). Im oberen (den Kopfteil einbeziehenden) Kühlkreislauf kondensiert bei den tieferen Temperaturen die LM II zum großen Teil mit dem übrigen Kondensat aus und wird dann über einen im oberen Kühlkreislauf (8) befindlichen Phasentrenner I aus dem Kühlkreislauf abgetrennt. Die
10 abgetrennte organische Phase I (LM I) wird in den Sumpf der Absorptionskolonne (Stufe C) zurückgeführt (9). Die Betriebsparameter für den Phasentrenner I gleichen in Bezug auf die VWZ denen für Phasentrenner II, die Arbeitstemperatur kann jedoch tiefer eingestellt werden, da die abdestillierte LM I eine niedrigere Viskosität aufweist, als die mit Hochsiedern beladene LM II aus Phasentrenner II.

15 Diese Betriebsweise erlaubt einen in weiten Bereichen frei einstellbaren Lösungsmittelstrom im dargestellten geschlossenen Kreislauf durch den warmen Teil der Desorptionskolonne (Stufe D), ohne dass größere Lösungsmittelverluste auftreten. Die einstellbare Menge ist vor allem durch die Destillationskapazität in der Quenchkolonne limitiert. Der Gehalt an LM stellt sich entsprechend der zugeführten
20 Frischlösungsmittelmenge und den Verlusten an LM mit dem Abwasser (15, 16) und dem Abgas (18) ein. Der LM-Gehalt sollte mindestens so hoch sein, dass sich eine organische Phase (umfassend LM) ausbildet, zu hohe LM-Konzentrationen in der Sorptionslösung verschlechtern ggf. die Trennwirkung in der Absorptionskolonne. Beispielsgemäß vorteilhaft beträgt der LM- Gehalt in der Sorptionslösung 0,1 bis 5
25 Gew.% , bevorzugt 0,2-3 Gew.%.

Die durch das Lösungsmittel aufgenommenen Verunreinigungen verbleiben im Sumpf der Quenchkolonne und werden zusammen mit dem Abwasser verbrannt. Von Vorteil ist dabei, dass im acrylsäurehaltigen Abwasser (16) die Verunreinigungen gut genug löslich sind und keine separate organische Phase entsteht, welche den
30 anschließenden Verbrennungsprozess durch schwankenden Heizwert beeinträchtigen könnte. Ein weiterer deutlicher Vorteil dieses Prozesses ist, dass die verfahrensbedingten Apparate genutzt werden und keine zusätzlichen Apparate für eine externe Lösungsmittelaufarbeitung notwendig werden. Der

Lösungsmittelverbrauch ist soweit herabgesetzt, dass nur vergleichsweise geringe Lösungsmittelverluste im Abgas und im Abwasser ergänzt werden müssen.

Ein weiterer Vorteil dieser Prozessführung ist, dass der Lösungsmittelgehalt vor Aufgabe der Sorptionsflüssigkeit auf die Absorptionskolonne und vor Aufgabe des oberen Kühlkreislaufs auf die Quenchkolonne bzw. der Rücklauf der Quenchkolonne soweit im Lösungsmittelgehalt erniedrigt ist, dass an diesen Stellen in den Kolonnen Packungen (wie im Ausführungsbeispiel) eingesetzt werden können. Dies erlaubt bei gegebener Apparategröße bekanntermaßen einen höheren Durchsatz als bei der Nutzung von Böden als Kolonneneinbauten.

10

Versuchsbeschreibung der Vergleichsbeispiele 1 bis 3

Die Vergleichsbeispiele wurden analog dem oben beschriebenen Beispiel ausgeführt jedoch mit den folgenden Unterschieden:

- Figur 2: Im Gegensatz zu Verfahren gemäß Beispiel 1 (Figur 1) sind im Vergleichsbeispiel 1 der Phasentrenner I und Phasentrenner II nicht installiert und es wird dem Verfahren kein Lösungsmittel zugeführt.
- Figur 3: Im Gegensatz zu Verfahren gemäß Beispiel 1 (Figur 1) sind im Vergleichsbeispiel 2 der Phasentrenner I und Phasentrenner II nicht installiert und es wird dem Verfahren Lösungsmittel in den Sumpf der Absorption zugeführt. Dieses reichert sich in der Sorptionsflüssigkeit in gewissen Umfang an und wird zusammen mit dem Prozessabwasser aus dem Sorptionskreislauf (Strom 15) als verschmutzte org. Phase aus dem Prozess entfernt und thermisch entsorgt.
- Figur 4: Im Gegensatz zu Verfahren gemäß Beispiel 1 (Figur 1) ist im Vergleichsbeispiel 3 der Phasentrenner II installiert und es wird dem Verfahren Lösungsmittel in den Sumpf der Absorption zugeführt. Die aus dem Phasentrenner II, der wie in Beispiel 1 betrieben wird, abgezogene organische Phase II (LM II) wird einer 2-stufigen Vakuumdestillation zugeführt. In einer ersten Stufe werden Leichtsieder abgetrennt, in einer zweiten Stufe der destillierbare Anteil der LM von Hochsiedern abdestilliert. Dieser Anteil wird zusammen mit dem frischen

Lösungsmittel (Strom 5) wieder in den Sumpf der Absorptionsstufe zurückgeführt.

Die in den Beispielen (Vergleichsbeispielen) verwendeten Verfahrenseinstellungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Verfahrenseinstellungen der Beispiele / Vergleichsbeispiele

Nr. in den Fig.	Beschreibung	Einheit	Beispiel gemäß Figur 1	Vergleichsbeispiel 1 gemäß Figur 2	Vergleichsbeispiel 2 gemäß Figur 3	Vergleichsbeispiel 3 gemäß Figur 4
1	Luft (trocken)	Nm ³ /h	28500	24000	28500	28500
2	Dampf	kg/h	1500	1263	1500	1500
3	Propen (Pe)	Nm ³ /h	3800	3200	3800	3800
4	Prozessgas	°C	240	240	240	240
5	2 Ethylhexanol	kg/h	14		30	30
		kg/100kgPe	0,2		0,4	0,4
	Destillat aus ext. Aufarbeitung	kg/h	n.a.	n.a.		70
6	Sorptionslösung	m ³ /h	67,5	n.a.	n.a.	67,5
	Temperatur	°C	25	n.a.	n.a.	25
	VWZ	Min	6	n.a.	n.a.	6
	Gehalt organischer Phase	Gew. %	0,3	n.a.	n.a.	0,5
7	organische Phase aus Phasentrenner II	kg/h	60	n.a.	n.a.	n.a.
		kg/100kgPe	0,8			
8	Kühlkreislauf	m ³ /h	60	n.a.	n.a.	n.a.
	Temp.	°C	20	n.a.	n.a.	n.a.
	VWZ	Min.	6	n.a.	n.a.	n.a.
9	organische Phase aus Phasentrenner I	kg/h	40	n.a.	n.a.	n.a.
		kg/100kgPe	0,6			

Nr. in den Figuren	Beschreibung	Einheit	Beispiel gemäß Figur 1	Vergleichs- beispiel 1 gemäß Figur 2	Vergleichs- beispiel 2 gemäß Figur 3	Vergleichs- beispiel 3 gemäß Figur 4
10	Sorptionslösung	m ³ /h	135	120	135	135
		°C	8	8	8	8
11	VE Wasser	m ³ /h	1,2	1,2	1,2	1,2
12	Druck am Austritt aus der Absorptionsstufe	bara	1,3	1,3	1,3	1,3
13	Stabilisator (10 % Hydrochinon in Acrolein)	kg/h	50	42	50	50
14	Acrolein	kg/h	8000	6737	8000	8000
15	Abwasser aus dem Sorbatkreislauf	t/h	1,2	1,2	1,2	1,2
16	Abwasser aus der Quenchstufe	t/h	5,4	4,6	5,4	5,4
17	organische Phase aus Phasentrenner II zur externen Aufarbeitung	kg/h	n.a.	n.a.	n.a.	100
18	Prozessabgas zur Verbrennung	Nm ³ /h	25600	21600	25600	25600
19	Rezirkuliertes Prozessabgas	Nm ³ /h	22000	18560	22000	22000
20	Temperatur Sumpf Quencher	°C	70	70	70	70
21	Druck am Kopf des Quenchers	bara	1,5	1,5	1,5	1,5
22	Temperatur im Kopfkreislauf Quencher	°C	14	14	14	14

n. a.: nicht anwendbar

Ergebnisse der Beispiele/Vergleichsbeispiele:

Die aufgeführten Beispiele/Vergleichsbeispiele wurden in jeweils einer Anlage durchgeführt, wie sie den in Figuren 1 bis 4 gezeigten Anlagen entspricht. Die angegebenen Ergebnisse sind dabei im Wesentlichen durch die beschriebenen

5 Parameter bestimmt.

Fig. 1 Erfindungsgemäßer Prozess
Anlagenbetrieb > 1 Jahr bis Reinigung erforderlich wird
Spez. Lösungsmittel-Verbrauch ca. 0,2 Gew.% Frischlösungsmittel
bezogen auf die eingesetzte Propen-Menge

10 Vergleichsbeispiele 1-3:

Fig. 2 Es zeigt sich dabei, dass die maximal einstellbare Anlagenlast (d.h. Pe
Einspeisung) auf etwa 80% der Anlagenlast aus Beispiel 1 begrenzt ist.
Bei höherer Last wird das Betriebsverhalten der Anlage durch
Schaumbildung in der Destillation instabil. Weiterhin wird beobachtet,
15 dass selbst bei dieser niedrigeren Last bereits nach max. 3 Monaten
eine Reinigung des Sumpfbereichs der Destillation erforderlich wird
(Bildung von Polymerablagerungen). Kein Lösungsmittelverbrauch.

Fig. 3 Es zeigt sich, dass in diesem Fall keine Produktionsminderung wegen
Schaumbildung in der Destillation mehr notwendig wird und das
20 Reinigungsintervall der Produktionsanlage auf bis zu 6 Monate
verlängert wird. Der Frischlösungsmittelverbrauch liegt dabei bei $\geq 0,4$
Gew.% Lösungsmittel bezogen auf die eingesetzte Propenmenge

Fig. 4 Es zeigt sich dabei, dass ein Anlagenbetrieb wie in Beispiel 1 ermöglicht
wird, der Frischlösungsmittelverbrauch dabei aber auch bei $\geq 0,4$ Gew.%
25 Lösungsmittel bezogen auf die eingesetzte Propenmenge liegt. Das
Investitionsvolumen für die Vakuumdestillationsanlage ist wesentlich
höher als für den Phasentrenner I und der Betrieb aufgrund der
teerartigen Konsistenz des Destillationsrückstandes störanfällig

Bezugszeichentabelle

Nr. in Figuren	Beschreibung
1	Luft (trocken)
2	Dampf
3	Propen
4	Prozessgas
5	2 Ethylhexanol Destillat aus ext. Aufarbeitung
6	Sorptionslösung
7	organische Phase aus Phasentrenner II
8	Kühlkreislauf
9	organische Phase aus Phasentrenner I
10	Sorptionslösung
11	VE Wasser
12	Druck am Austritt aus der Absorptionsstufe
13	Stabilisator (10 % Hydrochinon in Acrolein)
14	Acrolein
15	Abwasser aus dem Sorbatkreislauf
16	Abwasser aus der Quenchstufe
17	organische Phase aus Phasentrenner II zur externen Aufarbeitung
18	Prozessabgas zur Verbrennung
19	Rezirkuliertes Prozessabgas
20	Temperatur Sumpf Quencher
21	Druck am Kopf des Quenchers
22	Temperatur im Kopfkreislauf Quencher
23	Einspritzkondensator
WT1	Wärmetauscher 1

Patentansprüche

1. Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Acrolein, bei dem die nachfolgenden Schritte durchgeführt werden

- 5 A) Gasphasenoxidation von Propen mit Hilfe von Luft an einem heterogenen Katalysator in Anwesenheit eines Verdünnungsgases in einer Reaktionsstufe
- 10 B) Auffangen des Acrolein-haltigen Gasstromes aus A) in einer Quenchstufe bestehend aus Sumpf-, Mittel- und Kopfteil zur Abtrennung von Nebenprodukten in Gegenwart von Wasser und einer kaum wasserlösliches organisches Lösungsmittel enthaltenden organischen Phase
- 15 C) Auffangen des Acrolein-haltigen Gasstromes aus der Quenchstufe B) in einer Absorptionsstufe bestehend aus Sumpf-, Mittel- und Kopfteil in Gegenwart von Wasser und einer kaum wasserlösliches organisches Lösungsmittel enthaltenden organischen Phase zur Gewinnung einer organische Phase enthaltenden wässrigen Acrolein-Lösung und eines nicht kondensierbaren Gasstromes
- 20 C1) zumindest teilweise Rückführung des nicht kondensierbaren Gasstromes aus C) als Verdünnungsgas in die Reaktionsstufe A)
- 20 D) Destillative Abtrennung des Acroleins aus der organische Phase enthaltenden wässrigen Acrolein-Lösung aus C) in einer Destillationsstufe
- 25 wobei die verbleibende vom Acrolein befreite, organische Phase enthaltende wässrige Lösung aus der Destillationsstufe D) ausgetragen wird, so dass sich eine organische Phase II bildet, die vom zugehörigen wässrigen Anteil II getrennt wird (Phasentrennung II), die organische Phase II in den Sumpfteil der Quenchstufe B) eingetragen wird, aus welchem die organische Phase II durch Destillation und /oder Strippung zusammen mit einem wässrigen Anteil über den Kopfteil abgetrennt wird, so dass sich eine organische Phase I bildet,
- 30 welche vom zugehörigen wässrigen Anteil I getrennt wird (Phasentrennung I) und in den Sumpfteil der Absorptionsstufe C) eingetragen wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass permanent oder intermittierend kaum wasserlösliches organisches Lösungsmittel zur Ergänzung der organischen Phase an geeigneter Stelle des Verfahrens eingebracht wird.
- 5 3. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Lösungsmittel in den Sumpfteil der Absorptionsstufe und/oder der Destillationsstufe eingebracht wird.
4. Verfahren gemäß Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass ein organisches Lösungsmittel eingesetzt wird, das einen Siedepunkt bei Normaldruck von 150 bis 230 °C, vorzugsweise von 170 bis 190 °C aufweist.
- 10 5. Verfahren gemäß Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass als organisches Lösungsmittel ein verzweigter bzw. unverzweigter offenkettiger C6- bis C10-Alkohol, vorzugsweise 2-Ethylhexanol verwendet wird.
6. Verfahren gemäß Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass bezogen auf die in die Reaktionsstufe A) eingetragenen Menge an Propen 0,05 bis 1 Gew.%, vorzugsweise zwischen 0,1 und 0,5 Gew.% organisches Lösungsmittel ergänzt wird, vorzugsweise soviel organisches Lösungsmittel ergänzt wird, dass ein gleichbleibender Gehalt an organischer Phase aufrechterhalten wird.
- 15 7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Acrolein-haltige Gasstrom aus A) mit einer Temperatur von 200-280 °C vorzugsweise von 220-250 °C in den Sumpfteil des entsprechenden Schritts B) gelangt.
- 20 8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass in der Quenchstufe B die Sumpftemperatur zwischen 60 und 90 °C bei einem Druck im Kopfteil von 1,2 bis 1,8 bar so eingestellt wird, dass keine separate organische Phase im Sumpfteil der Quenchstufe B vorhanden ist.
- 25 9. Verfahren gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Sumpftemperatur der Quenchstufe B eingestellt wird, indem ein Teilstrom der dort kondensierten Flüssigkeit abgeführt wird und nach entsprechendem Abkühlen dem unteren Drittel der Quenchstufe B wieder zugeführt wird (unteres Umpumpen).
- 30

10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass aus dem abgeführten Teilstrom der kondensierten Flüssigkeit ein Teilstrom aus dem Verfahren ausgeschleust wird.
- 5 11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teilstrom der im Kopfteil der Quenchstufe B vorhandenen Kondensats abgeführt wird, vorzugsweise auf $< 20^{\circ}\text{C}$ gekühlt und dem Kopfteil der Quenchstufe B wieder zugeführt wird, wodurch der aus dem Mittelteil der Quenchstufe B eintretende Acrolein-haltige Gasstrom gekühlt wird und fortwährend weiteres Kondensat erzeugt wird, welches als Rücklauf in den Mittelteil der Quenchstufe zurückgeführt wird (oberes Umpumpen).
- 10 12. Verfahren gemäß Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teilstrom des Kondensats der Phasentrennung I zugeführt wird.
13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Phasentrennung I bei einer Temperatur von 8 bis 60°C , vorzugsweise von 10 bis 50°C besonders bevorzugt von 12 bis 40°C durchgeführt wird.
- 15 14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Phasentrennung I mit einer Verweilzeit von 0,5 bis 20 min, vorzugsweise von 1 bis 10 min durchgeführt wird.
15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass der wässrige Anteil I aus der Phasentrennung I zumindest teilweise dem Rücklauf des erzeugten Kondensats zugeführt wird.
- 20 16. Verfahren gemäß mindestens einer der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die aus der Destillationsstufe D ausgetragene vom Acrolein befreite, organische Phase enthaltende wässrige Lösung (Sorptionslösung) teilweise direkt auf den Kopfteil der Absorptionsstufe C zurückgeführt wird und der restliche Teil der Phasentrennung II zugeführt wird.
- 25 17. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Phasentrennung II bei einer Temperatur von 10 bis 90°C , vorzugsweise von 15 bis 60°C , besonders bevorzugt von 20 bis 40°C durchgeführt wird.
- 30

18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Phasentrennung II mit einer Verweilzeit von 0,5 bis 20 min, vorzugsweise von 1 bis 10 min durchgeführt wird.
- 5 19. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge an organischer Phase II, die in die Quenchstufe B) eingetragen wird 0,1 bis 3 Gew.%, vorzugsweise 0,2 bis 1 Gew.%, bezogen auf die insgesamt in die Reaktionsstufe A) eingetragenen Mengen an Propen beträgt.
- 10 20. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass der wässrige Anteil II aus der Phasentrennung II teilweise zur Absorptionsstufe C), vorzugsweise zum Kopfteil der Absorptionsstufe, zurückgeführt wird und vorzugsweise ein weiterer Teilstrom des wässrigen Anteils II aus dem Verfahren ausgeschleust wird.
- 15 21. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass der Gehalt an organischer Phase in der Sorptionslösung 0,1 bis 5 Gew.% beträgt, vorzugsweise 0,2 bis 3 Gew.%.
22. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 16 oder 21 dadurch gekennzeichnet, dass die Sorptionslösung mit einer Temperatur von 5 – 18°C, vorzugsweise 6 – 12°C und bei einem Druck am Kopfteil der Absorptionsstufe C) zwischen 1,1 und 1,7 bar in die Absorptionsstufe C) eingebracht wird.
- 20 23. Verfahren gemäß mindestens einer der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass die Quench-, Absorptions- und/oder Destillationsstufe jeweils in Form einer Kolonne ausgeführt ist.