

(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 2006 (21.12.2006)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2006/134088 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C08G 2/08 (2006.01) *C07C 41/56* (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2006/063095

(22) Internationales Anmeldedatum:
12. Juni 2006 (12.06.2006)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2005 027 701.2 15. Juni 2005 (15.06.2005) DE

(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): **STRÖFER, Eckhard** [DE/DE]; Karl-Kuntz-Weg 9, 68163 Mannheim (DE). **HASSE, Hans** [DE/DE]; Schlehweg 25a, 67661 Kaiserslautern (DE). **BLAGOV, Sergej** [RU/DE]; Paul-Linke-Str. 12, 70195 Stuttgart (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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING POLYOXYMETHYLENE DIMETHYL ETHERS FROM METHANOL AND FORMALDEHYDE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON POLYOXYMETHYLENDIMETHYLETHERN AUS METHANOL UND FORMALDEHYD

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing tri- and tetraoxymethylene glycol dimethyl ether (POMDME_{n=3,4}) by reacting formaldehyde with methanol followed by a distillative processing of the reaction mixture with the following steps: a) feeding an aqueous formaldehyde solution and methanol into a reactor and reacting; b) feeding reaction mixture a into a reactive evaporator and separating it into a low-boiling fraction b1 containing formaldehyde, water, methanol, methylene glycol, polyoxymethylene glycols, hemiformals, methylal and polyoxymethylene glycol dimethyl ether (POMDME_{n>1}) and a high-boiling fraction b2 and returning the high-boiling fraction b2 into the reactor (step a)); c) feeding the low-boiling fraction b1 into a first distillation column and separating it into a low-boiling fraction c1 containing formaldehyde, water, methylene glycol, methanol, hemiformals, methylal, di-, tri- and tetraoxymethylene glycol dimethyl ether (POMDME_{n=2,3,4}) and into a high-boiling fraction c2 and returning the high-boiling fraction c2 into the reactive evaporator (step b)); d) feeding the low-boiling fraction c1 into a second distillation column and separating it into a low-boiling fraction d1 and into a high-boiling fraction d2 consisting of formaldehyde, water, methylene glycol, polyoxymethylene glycols, tri- and tetraoxymethylene glycol dimethyl ether (POMDME_{n=3,4}); e) feeding the high-boiling fraction d2 into a phase separating apparatus and separating it into an aqueous phase e1 consisting of formaldehyde, water, methylene glycol and polyoxymethylene glycols and into an organic phase e2 containing tri- and tetraoxymethylene glycol dimethyl ether (POMDME_{n=3,4}); f) feeding the organic phase e2 into a third distillation column and separating it into a low-boiling fraction f1 consisting of formaldehyde, water, methylene glycol and polyoxymethylene glycols and into a high-boiling fraction f2 consisting of tri- and tetraoxymethylene glycol dimethyl ether (POMDME_{n=3,4}).

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung von Tri- und Tetraoxymethylenglykoldimethylether (POMDME_{n=3,4}) durch Umsetzung von Formaldehyd mit Methanol und anschließender destillativer Aufarbeitung des Reaktionsgemischs mit den Schritten: a) Einspeisung von wässriger Formaldehydlösung und von Methanol in einen Reaktor und Umsetzung; b) Einspeisung des Reaktionsgemischs a in einen Reaktiwerdampfer und Auftrennung in eine Leichtsiederfraktion b1 enthaltend Formaldehyd, Wasser, Methanol, Methylenglykol, Polyoxymethylenglykole, Hemiformale, Methylal und Polyoxymethylenglykoldimethylether (POMDME_{n>1}) und eine Schwersiederfraktion b2 und Rückführung der Schwersiederfraktion b2 in den Reaktor (Schritt a)); c) Einspeisung der Leichtsiederfraktion b1 in eine erste Destillationskolonne und Auftrennung in eine Leichtsiederfraktion c1 enthaltend Formaldehyd, Wasser, Methylenglykol, Methanol, Hemiformale, Methylal, Di-, Tri- und Tetraoxymethylenglykoldimethylether (POMDME_{n=2,3,4}) und eine Schwersiederfraktion c2 und Rückführung der Schwersiederfraktion c2 in den Reaktiwerdampfer (Schritt b)); d) Einspeisung der Leichtsiederfraktion d in eine zweite Destillationskolonne und Auftrennung in eine Leichtsiederfraktion d1 und eine Schwersiederfraktion d2 aus Formaldehyd, Wasser, Methylenglykol, Polyoxymethylenglykolen, Tri- und Tetraoxymethylenglykoldimethylether (POMDME_{n=3,4}); e) Einspeisung der Schwersiederfraktion d2 in einen Phasentrennapparat und Auftrennung in eine wässrige Phase e1 aus Formaldehyd, Wasser, Methylenglykol und Polyoxymethylenglykolen und eine organische Phase e2 enthaltend Tri- und Tetraoxymethylenglykoldimethylether (POMDME_{n=3,4}); f) Einspeisung der organischen Phase e2 in eine dritte Destillationskolonne und Auftrennung in eine Leichtsiederfraktion f1 aus Formaldehyd, Wasser, Methylenglykol und Polyoxymethylenglykolen und eine Schwersiederfraktion f2 aus Tri- und Tetraoxymethylenglykoldimethylether (POMDME_{n=3,4}).

WO 2006/134088 A1



KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, 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.