

Verfahren zur energieeffizienten Herstellung von Natrium- und Kaliumalkoholaten

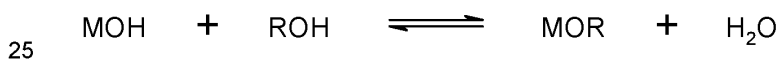
Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallalkoholaten im Gegenstrom durch Reaktivrektifikation, wobei das Alkalimetall aus Natrium und Kalium ausgewählt ist. Dabei wird der Alkohol in einem ersten Schritt im Gegenstrom mit dem betreffenden Alkalimetallhydroxid umgesetzt. Die erhaltene Mischung aus Alkohol und Wasser wird in einem zweiten Schritt in einer Rektifikationskolonne aufgetrennt und der anfallende alkoholische Brüden verdichtet, wodurch sich dessen Temperatur erhöht. Die Energie, die beim Kühlen des verdichteten Brüden abgeführt wird, wird im Unterschied zu den herkömmlichen Verfahren dadurch genutzt, dass sie im ersten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt wird. Dies ermöglicht eine energieeffiziente Herstellung der betreffenden Alkalimetallalkoholate.

1. Hintergrund der Erfindung

Die Herstellung von Alkalimetallalkoholaten ist ein wichtiger industrieller Prozess.

Alkalimetallalkoholate werden als starke Basen in der Synthese zahlreicher Chemikalien, z.B. bei der Herstellung von Pharma- oder Agrowirkstoffen, eingesetzt. Weiterhin finden Alkalimetallalkoholate Anwendung als Katalysatoren in Umesterungs- und Amidierungsreaktionen.

Alkalimetallalkoholate (MOR) werden mittels Reaktivdestillation in einer Gegenstromdestillationskolonne aus Alkalimetallhydroxiden (MOH) und Alkoholen (ROH) hergestellt, wobei das gemäß folgender Reaktion <1> entstehende Reaktionswasser mit dem Destillat entfernt wird.



Ein solches Verfahrensprinzip ist beispielsweise in der US 2,877,274 A beschrieben, wobei wässrige Alkalimetallhydroxid-Lösung und gasförmiges Methanol im Gegenstrom in einer Rektifikationskolonne gefahren werden. In prinzipiell nicht veränderter Form wird dieses Verfahren in der WO 01/42178 A1 erneut beschrieben.

Ähnliche Verfahren, bei denen jedoch zusätzlich noch ein Schleppmittel, wie beispielsweise Benzol, eingesetzt wird, sind in der GB 377,631 A und der US 1,910,331 A beschrieben. Das Schleppmittel dient hierbei zur Trennung von Wasser und dem wasserlöslichen Alkohol. Bei beiden Patentschriften wird das Kondensat einer Phasentrennung unterzogen, um das Reaktionswasser abzutrennen.

Entsprechend beschreibt die DE 96 89 03 C ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Alkalimetallalkoholaten in einer Reaktionskolonne, wobei das am Kopf entnommene Wasser-Alkohol-Gemisch kondensiert und anschließend einer Phasentrennung unterworfen wird. Die

wässrige Phase wird hierbei verworfen und die alkoholische Phase wird zusammen mit dem frischen Alkohol der Kolonne am Kopf zurückgegeben. Ein ähnliches Verfahren beschreibt die EP 0 299 577 A2, wobei die Wasserabtrennung im Kondensat mit Hilfe einer Membran erfolgt. Die industriell wichtigsten Alkalimetallalkoholate sind jene des Natriums und Kaliums, und hierbei insbesondere die Methylate und Ethylate. Deren Synthese ist vielfach im Stand der Technik beschrieben, zum Beispiel in der EP 1 997 794 A1.

Bei den im Stand der Technik beschriebenen Synthesen der Alkalimetallalkoholate durch Reaktivrektifikation werden üblicherweise Brüden erhalten, welche den eingesetzten Alkohol und Wasser umfassen. Es ist aus wirtschaftlichen Gründen sinnvoll, den von den Brüden umfassten Alkohol wieder in der Reaktivdestillation als Edukt einzusetzen. Deshalb werden die Brüden üblicherweise einer Rektifikationskolonne zugeführt und der darin enthaltene Alkohol abgetrennt (beschrieben beispielsweise in der GB 737 453 A und der US 4,566,947 A). Der so zurückgewonnene Alkohol wird dann beispielsweise als Edukt der Reaktivdestillation zugeführt. Alternativ oder zusätzlich kann ein Teil des Alkoholbrüden zur Beheizung der Rektifikationskolonne genutzt werden (beschrieben in WO 2010/097318 A1). Dazu muss der Brüden allerdings verdichtet werden, um das zur Beheizung der Rektifikationskolonne nötige Temperaturniveau zu erreichen. Insbesondere eine mehrstufige Verdichtung des Brüden ist thermodynamisch vorteilhaft. Hierbei wird der Brüden zwischen den Verdichtungsstufen gekühlt. Darüber hinaus trägt die Zwischenkühlung dazu bei, die maximal zulässige Temperatur des Verdichters nicht zu überschreiten. Der Nachteil dieser in den herkömmlichen Verfahren durchgeführten Kühlung ist, dass die dabei entzogene Energie ungenutzt dissipiert.

Es besteht demnach der Bedarf nach verbesserten Verfahren zur Herstellung von Alkoholaten des Natriums und Kaliums durch Reaktivdestillation. Diese sollen die vorgenannten Nachteile vermeiden und insbesondere eine energieeffiziente Nutzung der bei der Verdichtung und Abkühlung der Brüden anfallenden Wärme ermöglichen.

2. Kurzzusammenfassung der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft demnach ein Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR , wobei R ein C_1 bis C_6 -Kohlenwasserstoffrest, bevorzugt Methyl, ist, und wobei M_A ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, bevorzugt Natrium ist, wobei:

(a1) ein Eduktstrom S_{AE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{AE2} umfassend M_AOH im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_A zu einem Rohprodukt RP_A umfassend M_AOR , Wasser, ROH, M_AOH umgesetzt wird,

wobei am unteren Ende von RR_A ein Sumpfproduktstrom S_{AP} umfassend ROH und M_AOR entnommen wird und am oberen Ende von RR_A ein Brüdenstrom S_{AB} umfassend Wasser und ROH entnommen wird,

5 (a2) und gegebenenfalls, gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt (a1), ein Eduktstrom S_{BE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{BE2} umfassend M_BOH im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_B zu einem Rohprodukt RP_B umfassend M_BOR , Wasser, ROH, M_BOH umgesetzt wird, wobei M_B ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, bevorzugt Kalium, ist,

10 wobei am unteren Ende von RR_B ein Sumpfproduktstrom S_{BP} umfassend ROH und M_BOR entnommen wird und am oberen Ende von RR_B ein Brüdenstrom S_{BB} umfassend Wasser und ROH entnommen wird,

(b) der Brüdenstrom S_{AB} , und, wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, der Brüdenstrom S_{BB} , vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} , bevorzugt vermischt mit S_{AB} , in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet wird, und in RD_A in einen ROH umfassenden Brüdenstrom S_{B2} mit einem Druck p_{B2} und einer Temperatur T_{B2} am Kopf von RD_A und einen Wasserstrom S_W am Sumpf von RD_A aufgetrennt wird,

20 (c) mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{B2} verdichtet wird, wodurch ein gegenüber S_{B2} verdichteter Brüdenstrom S_{B3} mit einem Druck $p_{B3} > p_{B2}$ und einer Temperatur $T_{B3} > T_{B2}$ erhalten wird,

(d) Energie von S_{B3} auf mindestens einen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} übertragen wird, und, wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich, bevorzugt zusätzlich, auf mindestens einen von RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} übertragen wird,

wodurch ein Brüdenstrom S_{B4} mit einem geringeren Energiegehalt als S_{B3} erhalten wird.

30 In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einem Schritt (e) der Brüdenstrom S_{B4} zur Beheizung der Rektifikationskolonne RD_A eingesetzt und/oder, bevorzugt und, in diese zurückgeführt.

35

3. Abbildungen

Abbildung 1 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, in welcher NaOH S_{AE2} <102> in einer Reaktionskolonne RR_A <100> mit Methanol S_{AE1} <103> zu Natriummethanolat <104> umgesetzt wird. Am Sumpf der Reaktionskolonne wird ein Methanol-Methanolat-Gemisch

40

S_{AP^*} <104> entnommen. Der erhaltene Brüden S_{AB} <107> wird einer Wasser/Methanol-Kolonne RD_A <300> zugeführt, in welcher Methanol als Brüden S_{B2} <302> destillativ rückgewonnen wird. Der Brüden S_{B2} <302> wird mittels Verdichter VD_{AB2} <303> vorverdichtet und im Verdichter VD_1 <401> zum Brüden S_{B3} <403> verdichtet. Die nach der Verdichtung des Brüden S_{B3} <403> im

5 Zwischenkühler WT_x <402> abgeführte Energie wird dem Verdampfer V_{SA} <105> am Sumpf der Reaktionskolonne RR_A <100> zugeführt. Nach Abführung der Energie wird der erhaltene Brüden S_{B4} <404> optional erneut mittels Verdichter VD_x <405> verdichtet und der dann erhaltene Brüden S_{B5} <409> dem Verdampfer V_{SRD} <406> am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A <300> zur Beheizung zugeführt.

10

Abbildung 2 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, in welcher NaOH S_{AE2} <102A> und KOH S_{BE2} <102B> jeweils in zwei getrennten Reaktionskolonnen RR_A <100A>, RR_B <100B> mit Methanol S_{AE2} <103A> bzw. S_{BE2} <103B> zum jeweiligen Methanolat umgesetzt werden. Am Sumpf der Reaktionskolonnen wird jeweils das Methanol-Methanolat-Gemisch S_{AP^*} <104A> bzw. S_{BP^*} <104B> entnommen. Die erhaltenen Brüden werden als Mischung <107C> einer

15 Wasser/Methanol-Kolonne RD_A <300> zugeführt, in welcher Methanol als Brüden S_{B2} <302> destillativ rückgewonnen wird. Dieses wird mittels Verdichter VD_{AB2} <303> vorverdichtet und mittels Verdichter VD_1 <401> zum verdichteten Brüden S_{B3} <403> verdichtet. Die aus dem verdichteten Brüden S_{B3} <403> im Zwischenkühler WT_x <402> abgeführte Energie wird dem

20 Verdampfer V_{SA} <105A> am Sumpf der Reaktionskolonne RR_A <100A> und dem Verdampfer V_{SB} <105B> am Sumpf der Reaktionskolonne RR_B <100B> zugeführt. Nach dem Zwischenkühler WT_x <402> passiert der erhaltene Brüden S_{B4} <404> optional einen weiteren Verdichter VD_x <405> und wird als Brüden S_{B5} <409> zur Beheizung dem Verdampfer V_{SRD} <406> am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A <300> zugeführt.

25

4. Detaillierte Beschreibung der Erfindung

4.1 Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens

30

Im Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein Eduktstrom S_{AE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{AE2} umfassend M_AOH im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_A zu einem Rohprodukt RP_A umfassend M_AOR , Wasser, ROH, M_AOH umgesetzt.

35 Als „Reaktivrektifikationskolonne“ wird erfindungsgemäß eine Rektifikationskolonne definiert, in der zumindest in einigen Teilen die Umsetzung nach Schritt (a1) oder Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens ablaufen. Sie kann auch als „Reaktionskolonne“ abgekürzt werden.

In Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende von RR_A ein Sumpfproduktstrom S_{AP} umfassend ROH und M_{AOR} entnommen. Am oberen Ende von RR_A wird ein Brüdenstrom S_{AB} umfassend Wasser und ROH entnommen.

- 5 R ist im erfindungsgemäßen Verfahren ein C_1 bis C_6 -Kohlenwasserstoffrest, bevorzugt ausgewählt aus der Guppe bestehend aus Methyl, Ethyl, *n*-Propyl, *iso*-Propyl, *n*-Butyl, *sec*-Butyl, *iso*-Butyl, *tert*-Butyl, Isomeren des Pentyls, wie beispielsweise *n*-Pentyl, bevorzugter ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Methyl, Ethyl, *n*-Propyl, *iso*-Propyl, noch bevorzugter ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Methyl, Ethyl. Besonders bevorzugt ist R Methyl und ROH demnach
- 10 Methanol.

M_A ist ausgewählt aus Natrium, Kalium, und bevorzugt Natrium.

- Der Eduktstrom S_{AE1} umfasst ROH. In einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Massenanteil von ROH in S_{AE1} bei ≥ 95 Gew.-%, noch bevorzugter bei ≥ 99 Gew.-%, wobei S_{AE1} ansonsten insbesondere Wasser aufweist.
- 15

- Der in Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens als Eduktstrom S_{AE1} eingesetzte Alkohol ROH kann auch handelsüblicher Alkohol mit einem Alkoholmassenanteil von mehr als
- 20 99.8 Gew.-% und einem Massenanteil an Wasser von bis zu 0.2 Gew.-% sein.

Der Eduktstrom S_{AE1} wird bevorzugt dampfförmig zugegeben.

- Der Eduktstrom S_{AE2} umfasst M_{AOH} . In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst S_{AE2} neben
- 25 M_{AOH} mindestens eine weitere Verbindung ausgewählt aus Wasser, ROH. Noch bevorzugter umfasst S_{AE2} neben M_{AOH} Wasser, dann handelt es sich bei S_{AE2} um eine wässrige Lösung von M_{AOH} .

- Wenn der Eduktstrom S_{AE2} M_{AOH} und Wasser umfasst, liegt der Massenanteil von M_{AOH} , bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Lösung, welche S_{AE2} bildet, insbesondere im Bereich von
- 30 10 bis 55 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-% und besonders bevorzugt von 45 bis 52 Gew.-%. Am bevorzugtesten liegt der Anteil von M_{AOH} in der wässrigen Lösung dann bei 50 Gew.-%.

- 35 Wenn der Eduktstrom S_{AE2} M_{AOH} und ROH umfasst, liegt der Massenanteil von M_{AOH} in ROH, bezogen auf das Gesamtgewicht der Lösung, welche S_{AE2} bildet, insbesondere im Bereich von 10 bis 55 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und besonders bevorzugt von 45 bis 52 Gew.-%.

- In dem besonderen Fall, in dem der Eduktstrom S_{AE2} neben $MAOH$ sowohl Wasser als auch ROH umfasst, ist es besonders bevorzugt, dass der Massenanteil von $MAOH$ in ROH und Wasser, bezogen auf das Gesamtgewicht der Lösung, welche S_{AE2} bildet, insbesondere im Bereich von 10 bis 55 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und
- 5 besonders bevorzugt von 45 bis 52 Gew.-% liegt.

Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Reaktivrektifikationskolonne (oder „Reaktionskolonne“) RR_A durchgeführt.

- 10 Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Reaktivrektifikationskolonne (oder „Reaktionskolonne“) RR_B durchgeführt.

- Bevorzugt enthält die Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B Einbauten. Geeignete Einbauten sind zum Beispiel Böden, strukturierte Packungen oder unstrukturierte Packungen. Wenn die
- 15 Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B Böden enthält, so sind Glockenböden, Ventilböden, Tunnelböden, Thormann-Böden, Kreuzschlitzglockenböden oder Siebböden geeignet. Wenn die Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B Böden enthält, so werden vorzugsweise solche Böden gewählt, bei denen maximal 5 Gew.-%, bevorzugt weniger als 1 Gew.-% der Flüssigkeit durch die jeweiligen Böden durchregnen. Die zur Minimierung des Durchregnens der Flüssigkeit erforderlichen
- 20 konstruktiven Maßnahmen sind dem Fachmann geläufig. Bei Ventilböden werden zum Beispiel besonders dicht schließende Ventilbauarten gewählt. Durch Verringerung der Zahl der Ventile lässt sich zudem die Dampfgeschwindigkeit in den Bodenöffnungen auf das Doppelte des Wertes, der üblicherweise eingestellt wird, erhöhen. Bei Einsatz von Siebböden ist es besonders günstig, die Durchmesser der Bodenöffnungen zu verringern und die Zahl der Öffnungen beizubehalten oder
- 25 noch zu vergrößern.

- Bei Einsatz von strukturierten oder unstrukturierten Packungen sind strukturierte Packungen im Hinblick auf die gleichmäßige Verteilung der Flüssigkeit bevorzugt. Bei dieser Ausführungsform darf zudem in allen Teilen des Kolonnenquerschnitts, die mehr als 2 % des gesamten
- 30 Kolonnenquerschnitts entsprechen, das gemittelte Verhältnis von Flüssigkeits- zu Dampfstrom hinsichtlich der Flüssigkeit um nicht mehr als 15 %, bevorzugt um nicht mehr als 3 % überschritten werden. Diese niedrig gehaltene Flüssigkeitsmenge macht es möglich, dass der Kapillareffekt an den Drahtgeweben lokale Spitzenwerte der Flüssigkeitsberieselungsdichte ausschließt.
- 35 Bei Kolonnen mit unstrukturierten Packungen, insbesondere mit Füllkörpern, und bei Kolonnen mit strukturierten Packungen kann die gewünschte Charakteristik der Flüssigkeitsverteilung dadurch erzielt werden, dass in dem dem Kolonnenmantel benachbarten Randbereich des Kolonnenquerschnitts, der etwa 2 bis 5 % des gesamten Kolonnenquerschnitts entspricht, die Flüssigkeitsberieselungsdichte gegenüber den übrigen Querschnittsbereichen um bis zu 100 %,

bevorzugt um 5 bis 15 %, verringert wird. Dies lässt sich zum Beispiel durch die gezielte Verteilung der Abtropfstellen der Flüssigkeitsverteiler oder deren Bohrungen mit einfachen Mitteln erreichen.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich erfolgen.

5 Bevorzugt erfolgt es kontinuierlich.

„Umsetzung eines Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{AE2} umfassend M_{AOH} im Gegenstrom “ wird erfindungsgemäß insbesondere dadurch gewährleistet, dass der Zugabepunkt mindestens eines Teils des Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH in Schritt (a1) an der Reaktionskolonne RR_A unterhalb des Zugabepunktes des Eduktstroms S_{AE2} umfassend M_{AOH} liegt.

10

Die Reaktionskolonne RR_A umfasst vorzugsweise mindestens 2, insbesondere 15 bis 40 theoretische Böden zwischen dem Zugabepunkt des Eduktstroms S_{AE1} und dem Zugabepunkt des Eduktstroms S_{AE2} .

15

Die Reaktionskolonne RR_A wird bevorzugt als reine Abtriebskolonne betrieben. Insbesondere wird demnach im unteren Bereich der Reaktionskolonne RR_A dampfförmig der Eduktstrom S_{AE1} umfassend ROH zugeführt. Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens umfasst auch den Fall, dass ein Teil des Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH zwar unterhalb des Zugabepunktes des Eduktstroms S_{AE2} umfassend Alkalilauge M_{AOH} , aber dennoch am oberen Ende oder im Bereich des oberen Endes der Reaktionskolonne RR_A dampfförmig zugegeben wird. Dadurch können die Abmessungen im unteren Bereich der Reaktionskolonne RR_A verringert werden. Wenn ein Teil des Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH, insbesondere Methanol, am oberen Ende oder im Bereich des oberen Endes der Reaktionskolonne RR_A insbesondere dampfförmig zugegeben wird, so wird nur eine Teilmenge von 10 bis 70 Gew.-%, bevorzugt von 30 bis 50 Gew.-% (jeweils bezogen auf die Gesamtmenge des in Schritt (a1) eingesetzten Alkohols ROH) am unteren Ende der Reaktionskolonne RR_A eingespeist und die restliche Teilmenge in einem Einzelstrom oder auf mehrere Teilströme verteilt, bevorzugt 1 bis 10 theoretische Böden, besonders bevorzugt 1 bis 3 theoretische Böden unterhalb des Zugabepunktes des Eduktstroms S_{AE2} umfassend M_{AOH} dampfförmig zugegeben.

20

25

30

In der Reaktionskolonne RR_A setzt sich dann der Eduktstrom S_{AE1} umfassend ROH mit dem Eduktstrom S_{AE2} umfassend M_{AOH} gemäß der vorstehend beschriebenen Reaktion <1> zu M_{AOR} und H_2O um, wobei, da es sich um eine Gleichgewichtsreaktion handelt, diese Produkte in Mischung mit den Edukten ROH und M_{AOH} vorliegen. Demnach wird in Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens in der Reaktionskolonne RR_A ein Rohprodukt RP_A erhalten, welches neben den Produkten M_{AOR} und Wasser auch noch ROH und M_{AOH} umfasst.

35

Am unteren Ende von **RR_A** erhält und entnimmt man dann den Sumpfproduktstrom **S_{AP}** umfassend ROH und M_{AOR}.

- 5 Am oberen Ende von **RR_A**, bevorzugt am Kolonnenkopf von **RR_A**, entnimmt man noch Wasser enthaltenden Alkoholstrom, vorstehend als „Brüdenstrom **S_{AB}** umfassend Wasser und ROH“ bezeichnet.

- 10 Dieser Brüdenstrom **S_{AB}** umfassend Wasser und ROH wird dem Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens zugeführt. Ein Teil des bei der Destillation in Schritt (b) gewonnenen Alkohols kann als Teil mindestens eines der Ströme **S_{B2}**, **S_{B3}**, **S_{B4}** der Reaktionskolonne **RR_A** als Eduktstrom **S_{AE1}** zugeführt werden.

- 15 Die Menge des vom Eduktstrom **S_{AE1}** umfassten Alkohols ROH wird vorzugsweise so gewählt, dass dieser gleichzeitig als Lösungsmittel für das im Sumpfproduktstrom **S_{AP}** erhaltene Alkalialkoholat M_{AOR} dient. Vorzugsweise wird die Menge des Alkohols ROH im Eduktstrom **S_{AE1}** so gewählt, dass im Sumpf der Reaktionskolonne die gewünschte Konzentration der Alkalialkoholat-Lösung vorliegt, die als Sumpfproduktstrom **S_{AP}** umfassend ROH und M_{AOR} entnommen wird.

- 20 In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, und insbesondere in den Fällen, in denen **S_{AE2}** neben M_{AOH} auch Wasser umfasst, beträgt das Verhältnis des Gesamtgewichts (Massen; Einheit: kg) an in Schritt (a1) als Eduktstrom **S_{AE1}** eingesetztem Alkohol ROH zum Gesamtgewicht (Massen; Einheit: kg) an in Schritt (a1) als Eduktstrom **S_{AE2}** eingesetzten M_{AOH} 4 : 1 bis 50 : 1, bevorzugter 9 : 1 bis 48 : 1, noch bevorzugter 13 : 1 bis 35 : 1, noch mehr
25 bevorzugter 22 : 1 bis 30 : 1.

Die Reaktionskolonne **RR_A** wird mit oder ohne, vorzugsweise ohne Rücklauf betrieben.

- 30 „Ohne Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende von **RR_A** entnommene Brüdenstrom **S_{AB}** umfassend Wasser und ROH der Rektifikationskolonne **RD_A** gemäß Schritt (b) vollständig zugeführt wird. Der Brüdenstrom **S_{AB}** umfassend Wasser und ROH wird der Rektifikationskolonne **RD_A** dabei vorzugsweise dampfförmig zugeführt.

- 35 „Mit Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a1) der Reaktionskolonne **RR_A**, entnommene Brüdenstrom **S_{AB}** umfassend Wasser und ROH nicht vollständig abgeführt wird, in Schritt (b) also nicht vollständig der Rektifikationskolonne **RD_A** zugeführt wird, sondern mindestens teilweise, bevorzugt teilweise, wieder als Rücklauf der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a1) der Reaktionskolonne **RR_A**, zugeführt wird. In den Fällen, in denen ein solcher Rücklauf eingestellt wird, beträgt das Rücklaufverhältnis dabei bevorzugt 0.05
40 bis 0.99, bevorzugter 0.1 bis 0.9, noch bevorzugter 0.11 bis 0.34, besonderes bevorzugt 0.14 bis

- 0.27 und ganz besonders bevorzugt 0.17 bis 0.24. Ein Rücklauf kann dadurch eingestellt werden, dass am Kopf der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a1) der Reaktionskolonne **RR_A**, ein Kondensator **K_{RR_A}** angebracht wird, in welchem der Brüdenstrom **S_{AB}** mindestens teilweise kondensiert wird und der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a1) der Reaktionskolonne **RR_A**, wieder zugeführt wird. Unter
- 5 einem Rücklaufverhältnis wird allgemein und im Sinne dieser Erfindung das Verhältnis des Massenstroms (kg/h) verstanden, der der jeweiligen Kolonne in flüssiger Form zurückgeführt wird (Rücklauf) und des Massenstroms (kg/h), der in flüssiger Form (Destillat) oder gasförmiger Form (Brüden) von der jeweiligen Kolonne abgeführt wird.
- 10 In der Ausführungsform, in der an der Reaktionskolonne **RR_A** ein Rücklauf eingestellt wird, kann der in Schritt (a1) als Eduktstrom **S_{AE2}** eingesetzte **M_AOH** auch mindestens teilweise mit dem Rücklaufstrom vermischt werden und die resultierende Mischung so dem Schritt (a1) zugeführt werden.
- 15 Der Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird insbesondere bei einer Temperatur im Bereich von 45 °C bis 150 °C, bevorzugt 47 °C bis 120 °C, bevorzugter 60 °C bis 110 °C, und bei einem Druck von 0.5 bar bis 40 bar, bevorzugt im Bereich von 0.75 bar bis 5 bar, bevorzugter im Bereich von 1 bar bis 2 bar, bevorzugter im Bereich von 1 bar bis 1.5 bar, noch bevorzugter bei Umgebungsdruck (1 bar), durchgeführt.
- 20 Die Reaktionskolonne **RR_A** umfasst in einer bevorzugten Ausführungsform mindestens einen Verdampfer, der insbesondere aus Zwischenverdampfern **V_{ZA}** und Sumpfverdampfern **V_{SA}** ausgewählt ist. Die Reaktionskolonne **RR_A** umfasst besonders bevorzugt mindestens einen Sumpfverdampfer **V_{SA}**.
- 25 Als „Zwischenverdampfer“ **V_{ZA}** und **V_{ZB}** werden erfindungsgemäß Verdampfer bezeichnet, die sich oberhalb des Sumpfs der jeweiligen Kolonne, insbesondere oberhalb des Sumpfs der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B**, befinden. In ihnen wird insbesondere Rohprodukt **RP_A** bzw. **RP_B** verdampft.
- 30 Als „Sumpfverdampfer“ **V_{SA}** und **V_{SB}** werden erfindungsgemäß Verdampfer bezeichnet, die den Sumpf der jeweiligen Kolonne, insbesondere den Sumpf der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B**, beheizen. In ihnen wird Sumpfproduktstrom **S_{AP}** bzw. **S_{BP}** verdampft.
- 35 Ein Verdampfer ist üblicherweise außerhalb der jeweiligen Reaktionskolonne oder Rektifikationskolonne angeordnet. Über einen Abzug aus der Kolonne wird das im Verdampfer zu verdampfende Gemisch abgezogen und dem mindestens einen Verdampfer zugeführt. Im Falle der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** wird bei der Zwischenverdampfung des Rohprodukts **RP_A** bzw. **RP_B**, dieses abgezogen und dem mindestens einen Zwischenverdampfer **V_{ZA}** bzw. **V_{ZB}** zugeführt.
- 40 Über einen Zulauf wird das verdampfte Gemisch gegebenenfalls mit einem Restanteil Flüssigkeit

- wieder in die jeweilige Kolonne zurückgeführt. Wenn der Verdampfer ein Zwischenverdampfer ist, es sich also insbesondere um einen Zwischenverdampfer V_{ZA} bzw. V_{ZB} handelt, ist der Abzug, über den das jeweilige Gemisch abgezogen und dem Verdampfer zugeführt wird, ein Seitenabzug und der Zulauf, über den das verdampfte jeweilige Gemisch der Kolonne wieder zugeführt wird, ein
- 5 Seitenzulauf. Wenn der Verdampfer ein Sumpfverdampfer ist, also den Kolonnensumpf beheizt, es sich also insbesondere um einen Sumpfverdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} handelt, so wird zumindest ein Teil des Sumpfabzugsstroms, insbesondere S_{AP} bzw. S_{BP} , dem Sumpfverdampfer V_S zugeführt, verdampft und im Bereich des Sumpfs wieder in die jeweilige Kolonne zurückgeführt. Alternativ ist es jedoch auch möglich, zum Beispiel auf einem geeigneten Boden bei Einsatz eines
- 10 Zwischenverdampfers oder im Sumpf der jeweiligen Kolonne Rohre auszubilden, die von dem jeweiligen verdichteten Brüdenstrom S_{B3} bzw. einem Wärmedium W_1 durchströmt werden. In diesem Fall erfolgt die Verdampfung auf dem Boden bzw. im Sumpf der Kolonne. Bevorzugt ist es jedoch, den Verdampfer außerhalb der jeweiligen Kolonne anzuordnen.
- 15 Geeignete Verdampfer, die als Zwischenverdampfer und Sumpfverdampfer eingesetzt werden können, sind zum Beispiel Naturumlaufverdampfer, Zwangsumlaufverdampfer, Zwangsumlaufverdampfer mit Entspannung, Dampfkessel, Fallfilmverdampfer oder Dünnschichtverdampfer. Als Wärmeübertrager für den Verdampfer wird bei Naturumlaufverdampfern und Zwangsumlaufverdampfern üblicherweise ein Rohrbündel oder
- 20 Plattenapparat eingesetzt. Bei Einsatz eines Rohrbündelüberträgers kann der verdichtete Brüdenstrom S_{B3} bzw. das Wärmedium W_1 entweder durch die Rohre strömen und das zu verdampfende Gemisch die Rohre umströmen oder aber der verdichtete Brüdenstrom S_{B3} bzw. das Wärmedium W_1 umströmt die Rohre und das zu verdampfende Gemisch durchströmt die Rohre. Bei einem Fallfilmverdampfer wird das zu verdampfende Gemisch üblicherweise als dünner
- 25 Film auf der Innenseite eines Rohres zugegeben und das Rohr wird von außen beheizt. Im Unterschied zu einem Fallfilmverdampfer ist in einem Dünnschichtverdampfer zusätzlich ein Rotor mit Wischern vorgesehen, der die zu verdampfende Flüssigkeit auf der Innenwand des Rohres zu einem dünnen Film verteilt.
- 30 Neben den genannten kann aber auch jede beliebige andere, dem Fachmann bekannte Verdampferbauart, die sich zum Einsatz an einer Rektifikationskolonne eignet, eingesetzt werden.

- Wenn der Verdampfer, der mit dem verdichteten Brüdenstrom S_{B3} bzw. das Wärmedium W_1 als Heizdampf betrieben wird, ein Zwischenverdampfer ist, ist es bevorzugt, wenn der
- 35 Zwischenverdampfer im Abtriebsteil der Reaktionskolonne RR_A im Bereich der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{AE1} bzw. im Falle der Reaktionskolonne RR_B im Bereich der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{BE1} angeordnet ist. Dadurch kann ein überwiegender Teil der Heizenergie durch den Zwischenverdampfer eingebracht werden. So ist es zum Beispiel möglich, über 80% der Energie über den Zwischenverdampfer einzubringen. Erfindungsgemäß wird der Zwischenverdampfer

vorzugsweise so angeordnet und/oder gestaltet, dass mit diesem mehr als 50%, insbesondere mehr als 75% der für die Destillation benötigten Gesamtenergie eingebracht werden.

Bei Einsatz eines Zwischenverdampfers ist es insbesondere vorteilhaft, wenn der

- 5 Zwischenverdampfer so angeordnet ist, dass die Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** unterhalb des Zwischenverdampfers 1 bis 50 theoretische Böden aufweist und oberhalb des Zwischenverdampfers 1 bis 200 theoretische Böden. Insbesondere ist es bevorzugt, wenn die Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** unterhalb des Zwischenverdampfers 2 bis 10 theoretische Böden aufweist und oberhalb des Zwischenverdampfers 20 bis 50 theoretische Böden.

10

Der Seitenabzugsstrom, über den das Rohprodukt **RP_A** bzw. **RP_B** dem Zwischenverdampfer **V_{ZA}** bzw. **V_{ZB}** zugeführt wird, und der Seitenzulauf, über den das verdampfte Rohprodukt **RP_A** bzw. **RP_B** aus dem Zwischenverdampfer **V_{ZA}** bzw. **V_{ZB}** wieder der jeweiligen Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** zugeführt wird, können zwischen den gleichen Böden der Reaktionskolonne positioniert sein. Es ist jedoch auch möglich, dass Seitenabzug und Seitenzulauf auf unterschiedlicher Höhe liegen.

15

In einer bevorzugten Ausführungsform ist bei Einsatz eines Zwischenverdampfers **RR_A** bzw. **RR_B** der Durchmesser der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** oberhalb des Zwischenverdampfers **RR_A** bzw. **RR_B** größer als der Durchmesser der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** unterhalb des

- 20 Zwischenverdampfers **RR_A** bzw. **RR_B**. Dies hat den Vorteil, dass Investitionskosten gespart werden können.

In einem solchen Zwischenverdampfer **V_{ZA}** kann in der Reaktionskolonne **RR_A** befindliches, flüssiges Rohprodukt **RP_A** umfassend **M_AOR**, Wasser, **ROH**, **M_AOH** in den gasförmigen Zustand überführt werden, und so die Effizienz der Umsetzung gemäß Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens verbessert werden.

25

Durch die Anordnung von einem oder mehreren Zwischenverdampfern **V_{ZA}** im oberen Bereich der Reaktionskolonne **RR_A** können die Abmessungen im unteren Bereich der Reaktionskolonne **RR_A** verringert werden. Bei der Ausführungsform mit mindestens einem, bevorzugt mehreren Zwischenverdampfern **V_{ZA}** ist es auch möglich, Teilströme des **ROH** in flüssiger Form im oberen Bereich der Reaktionskolonne **RR_A** zuzuführen.

30

Sumpfordampfer sind erfindungsgemäß am Sumpf der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** angeordnet und werden dann als „**V_{SA}**“ bzw. „**V_{SB}**“ bezeichnet. In einem solchen Sumpfordampfer kann in der Reaktionskolonne **RR_A** bzw. **RR_B** befindlicher Sumpfproduktstrom **S_{AP}** bzw. **S_{BP}** geleitet und **ROH** mindestens teilweise daraus entfernt werden, wodurch ein Sumpfproduktstrom **S_{AP}*** mit einem gegenüber **S_{AP}** erhöhten Massenanteil an **M_AOR** erhalten wird bzw. wodurch ein Sumpfproduktstrom **S_{BP}*** mit einem gegenüber **S_{BP}** erhöhten Massenanteil an **M_BOR** erhalten wird.

40

In Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende der Reaktionskolonne **RR_A** ein Sumpfproduktstrom **S_{AP}** umfassend ROH und M_AOR entnommen.

- Es ist bevorzugt, dass die Reaktionskolonne **RR_A** mindestens einen Sumpfverdampfer **V_{SA}** aufweist, über den Sumpfproduktstrom **S_{AP}** dann mindestens teilweise geleitet wird und ROH aus diesem mindestens teilweise entfernt wird, wodurch ein Sumpfproduktstrom **S_{AP}*** mit einem gegenüber **S_{AP}** erhöhten Massenanteil an M_AOR erhalten wird. In dieser weiteren bevorzugten Ausführungsform ist es noch vorteilhafter, wenn in Schritt (d) **S_{B3}** oder **W₁** mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer **V_{SA}** geleitet wird und die Energie von **S_{B3}** bzw. **W₁** auf den Sumpfproduktstrom **S_{AP}** übertragen wird, insbesondere in dem **S_{B3}** bzw. **W₁** zur Beheizung des Verdampfers **V_{A1}** genutzt wird. **W₁** ist ein von **RP_A**, **S_{AE1}**, **S_{AE2}**, **S_{AP}**, **S_{AB}**, **RP_B**, **S_{BE1}**, **S_{BE2}**, **S_{BP}** oder **S_{BB}** verschiedener Wärmeträger, der **S_{B3}** kontaktiert hat, so dass Energie von **S_{B3}** auf den mindestens einen Wärmeträger **W₁** übergeht (siehe Abschnitt 4.5).
- Der Massenanteil an M_AOR des Sumpfproduktstroms **S_{AP}*** ist dabei insbesondere gegenüber dem Massenanteil an M_AOR des Sumpfproduktstroms **S_{AP}** um mindestens 1 % erhöht, bevorzugt um $\geq 2\%$, bevorzugter um $\geq 5\%$, noch bevorzugter um $\geq 10\%$, noch mehr bevorzugter um $\geq 20\%$, noch mehr bevorzugter um $\geq 30\%$, noch mehr bevorzugter um $\geq 40\%$, noch mehr bevorzugter um $\geq 50\%$, noch mehr bevorzugter um $\geq 100\%$, noch mehr bevorzugter um $\geq 150\%$.
- Bevorzugt weist **S_{AP}** oder, falls mindestens einen Sumpfverdampfer **V_{SA}** eingesetzt wird, über den der Sumpfproduktstrom **S_{AP}** mindestens teilweise geleitet wird und ROH aus diesem mindestens teilweise entfernt wird, **S_{AP}***, einen Massenanteil von M_AOR in ROH im Bereich 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 32 Gew.-%, bevorzugter 15 bis 32 Gew.-%, am bevorzugtesten 30 bis 32 Gew.-% auf, jeweils bezogen auf die Gesamtmasse von **S_{AP}**.
- Der Massenanteil an Restwasser in **S_{AP}** bzw. **S_{AP}*** liegt dabei bevorzugt bei < 1 Gew.-%, bevorzugt < 0.1 Gew.-%, bevorzugter < 0.01 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von **S_{AP}**.
- Der Massenanteil an Edukt M_AOH in **S_{AP}** bzw. **S_{AP}*** liegt dabei bevorzugt bei < 1 Gew.-%, bevorzugt < 0.1 Gew.-%, bevorzugter < 0.01 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von **S_{AP}**.

4.2 Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens (optional)

- Schritt (a2) wird erfindungsgemäß optional durchgeführt. Im optionalen Schritt (a2), der gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt (a1) des erfindungsgemäßen Verfahrens abläuft, wird ein Eduktstrom **S_{BE1}** umfassend ROH mit einem Eduktstrom **S_{BE2}** umfassend M_BOH im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne **RR_B** zu einem Rohprodukt **RP_B** umfassend M_BOR, Wasser, ROH, M_BOH umgesetzt.

In Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende von RR_B ein Sumpfpunktstrom S_{BP} umfassend ROH und M_BOR entnommen. Am oberen Ende von RR_B wird ein Brüdenstrom S_{BB} umfassend Wasser und ROH entnommen.

- 5 M_B ist ausgewählt aus Natrium, Kalium, und bevorzugt Kalium.

Der Eduktstrom S_{BE1} umfasst ROH. In einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Massenanteil von ROH in S_{BE1} bei ≥ 95 Gew.-%, noch bevorzugter bei ≥ 99 Gew.-%, wobei S_{BE1} ansonsten insbesondere Wasser aufweist.

10

Der in Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens als Eduktstrom S_{BE1} eingesetzte Alkohol ROH kann auch handelsüblicher Alkohol mit einem Alkoholmassenanteil von mehr als 99.8 Gew.-% und einem Massenanteil an Wasser von bis zu 0.2 Gew.-% sein.

- 15 Der Eduktstrom S_{BE1} wird bevorzugt dampfförmig zugegeben.

Der Eduktstrom S_{BE2} umfasst M_BOH . In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst S_{BE2} neben M_BOH mindestens eine weitere Verbindung ausgewählt aus Wasser, ROH. Noch bevorzugter umfasst S_{BE2} neben M_BOH Wasser, dann handelt es sich bei S_{BE2} um eine wässrige Lösung von

20 M_BOH .

Wenn der Eduktstrom S_{BE2} M_BOH und Wasser umfasst, liegt der Massenanteil von M_BOH , bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Lösung, welche S_{BE2} bildet, insbesondere im Bereich von 10 bis 55 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-% und
25 besonders bevorzugt von 45 bis 52 Gew.-%. Am bevorzugtesten liegt der Anteil von M_BOH in der wässrigen Lösung dann bei 50 Gew.-%.

Wenn der Eduktstrom S_{BE2} M_BOH und ROH umfasst, liegt der Massenanteil von M_BOH in ROH, bezogen auf das Gesamtgewicht der Lösung, welche S_{BE2} bildet, insbesondere im Bereich von
30 10 bis 55 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und besonders bevorzugt von 45 bis 52 Gew.-%.

In dem besonderen Fall, in dem der Eduktstrom S_{BE2} neben M_BOH sowohl Wasser als auch ROH umfasst, ist es besonders bevorzugt, dass der Massenanteil von M_BOH in ROH und Wasser, bezogen auf das Gesamtgewicht der Lösung, welche S_{BE2} bildet, insbesondere im Bereich von
35 10 bis 55 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und besonders bevorzugt von 45 bis 52 Gew.-% liegt.

Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Reaktivrektifikationskolonne (oder „Reaktionskolonne“) **RR_B** durchgeführt. Bevorzugte Ausführungsformen der Reaktionskolonne **RR_B** sind im Abschnitt 4.1 beschrieben.

- 5 „Umsetzung eines Eduktstroms **S_{BE1}** umfassend ROH mit einem Eduktstrom **S_{BE2}** umfassend M_BOH im Gegenstrom “ wird erfindungsgemäß insbesondere dadurch gewährleistet, dass der Zugabepunkt mindestens eines Teils des Eduktstroms **S_{BE1}** umfassend ROH in Schritt (a2) an der Reaktionskolonne **RR_B** unterhalb des Zugabepunktes des Eduktstroms **S_{BE2}** umfassend M_BOH liegt.

10

Die Reaktionskolonne **RR_B** umfasst vorzugsweise mindestens 2, insbesondere 15 bis 40 theoretische Böden zwischen dem Zugabepunkt des Eduktstroms **S_{BE1}** und dem Zugabepunkt des Eduktstroms **S_{BE2}**.

- 15 Die Reaktionskolonne **RR_B** wird bevorzugt als reine Abtriebskolonne betrieben. Insbesondere wird demnach im unteren Bereich der Reaktionskolonne **RR_B** dampfförmig der Eduktstrom **S_{BE1}** umfassend ROH zugeführt. Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens umfasst auch den Fall, dass ein Teil des Eduktstroms **S_{BE1}** umfassend ROH zwar unterhalb des Zugabepunktes des Eduktstroms **S_{BE2}** umfassend Alkalilauge M_BOH, aber dennoch am oberen Ende oder im Bereich
- 20 des oberen Endes der Reaktionskolonne **RR_B** dampfförmig zugegeben wird. Dadurch können die Abmessungen im unteren Bereich der Reaktionskolonne **RR_B** verringert werden. Wenn ein Teil des Eduktstroms **S_{BE1}** umfassend ROH, insbesondere Methanol, am oberen Ende oder im Bereich des oberen Endes der Reaktionskolonne **RR_B** insbesondere dampfförmig zugegeben wird, so wird nur eine Teilmenge von 10 bis 70 Gew.-%, bevorzugt von 30 bis 50 Gew.-% (jeweils bezogen auf die
- 25 Gesamtmenge des in Schritt (a2) eingesetzten Alkohols ROH) am unteren Ende der Reaktionskolonne **RR_B** eingespeist und die restliche Teilmenge in einem Einzelstrom oder auf mehrere Teilströme verteilt, bevorzugt 1 bis 10 theoretische Böden, besonders bevorzugt 1 bis 3 theoretische Böden unterhalb des Zugabepunktes des Eduktstroms **S_{BE2}** umfassend M_BOH dampfförmig zugegeben.

30

- In der Reaktionskolonne **RR_B** setzt sich dann der Eduktstrom **S_{BE1}** umfassend ROH mit dem Eduktstrom **S_{BE2}** umfassend M_BOH gemäß der vorstehend beschriebenen Reaktion <1> zu M_BOR und H₂O um, wobei, da es sich um eine Gleichgewichtsreaktion handelt, diese Produkte in Mischung mit den Edukten ROH und M_BOH vorliegen. Demnach wird in Schritt (a2) des
- 35 erfindungsgemäßen Verfahrens in der Reaktionskolonne **RR_B** ein Rohprodukt **RP_B** erhalten, welches neben den Produkten M_BOR und Wasser auch noch ROH und M_BOH umfasst.

Am unteren Ende von **RR_B** erhält und entnimmt man dann den Sumpfproduktstrom **S_{BP}** umfassend ROH und M_BOR.

40

Am oberen Ende von **RR_B**, bevorzugt am Kolonnenkopf von **RR_B**, entnimmt man noch Wasser enthaltenden Alkoholstrom, vorstehend als „Brüdenstrom **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH“ bezeichnet.

- 5 Dieser Brüdenstrom **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH wird dem Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens zugeführt. Dabei wird er, bevor er dem Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens zugeführt wird, mit **S_{AB}** vermischt oder nicht, also getrennt von **S_{AB}** dem Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens zugeführt. Bevorzugt wird Brüdenstrom **S_{BB}** mit **S_{AB}** vermischt und dann die Mischung dem Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens
- 10 zugeführt. Ein Teil des bei der Destillation in Schritt (b) gewonnenen Alkohols kann als Teil mindestens eines der Ströme **S_{B2}**, **S_{B3}**, **S_{B4}** der Reaktionskolonne **RR_B** als Eduktstrom **S_{BE1}** zugeführt werden.

- Die Menge des vom Eduktstrom **S_{BE1}** umfassten Alkohols ROH wird vorzugsweise so gewählt,
- 15 dass dieser gleichzeitig als Lösungsmittel für das im Sumpfproduktstrom **S_{BP}** erhaltene Alkalialkoholat **M_BOR** dient. Vorzugsweise wird die Menge des Alkohols ROH im Eduktstrom **S_{BE1}** so gewählt, dass im Sumpf der Reaktionskolonne die gewünschte Konzentration der Alkalialkoholat-Lösung vorliegt, die als Sumpfproduktstrom **S_{BP}** umfassend ROH und **M_BOR** entnommen wird.

- 20 In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, und insbesondere in den Fällen, in denen **S_{BE2}** neben **M_BOH** auch Wasser umfasst, beträgt das Verhältnis des Gesamtgewichts (Massen; Einheit: kg) an in Schritt (a2) als Eduktstrom **S_{BE1}** eingesetztem Alkohol ROH zum Gesamtgewicht (Massen; Einheit: kg) an in Schritt (a2) als Eduktstrom **S_{BE2}** eingesetzten
- 25 **M_BOH** 4 : 1 bis 50 : 1, bevorzugter 9 : 1 bis 48 : 1, noch bevorzugter 13 : 1 bis 35 : 1, noch mehr bevorzugter 22 : 1 bis 30 : 1.

Die Reaktionskolonne **RR_B** wird mit oder ohne, vorzugsweise ohne Rücklauf betrieben.

- 30 „Ohne Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende von **RR_B** entnommene Brüdenstrom **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH der Rektifikationskolonne **RD_A** gemäß Schritt (b) vollständig zugeführt wird. Der Brüdenstrom **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH wird der Rektifikationskolonne **RD_A** dabei vorzugsweise dampfförmig zugeführt.
- 35 „Mit Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a2) der Reaktionskolonne **RR_B**, entnommene Brüdenstrom **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH nicht vollständig abgeführt wird, in Schritt (b) also nicht vollständig der Rektifikationskolonne **RD_A** zugeführt wird, sondern mindestens teilweise, bevorzugt teilweise, wieder als Rücklauf der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a2) der Reaktionskolonne **RR_B**, zugeführt wird. In den Fällen, in
- 40 denen ein solcher Rücklauf eingestellt wird, beträgt das Rücklaufverhältnis dabei bevorzugt 0.05

bis 0.99, bevorzugter 0.1 bis 0.9, noch bevorzugter 0.11 bis 0.34, besonderes bevorzugt 0.14 bis 0.27 und ganz besonders bevorzugt 0.17 bis 0.24. Ein Rücklauf kann dadurch eingestellt werden, dass am Kopf der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a2) der Reaktionskolonne **RR_B**, ein Kondensator **K_{RRB}** angebracht wird, in welchem der Brüdenstrom **S_{BB}** mindestens teilweise kondensiert wird und

5 der jeweiligen Kolonne, in Schritt (a2) der Reaktionskolonne **RR_B**, wieder zugeführt wird.

In der Ausführungsform, in der an der Reaktionskolonne **RR_B** ein Rücklauf eingestellt wird, kann der in Schritt (a2) als Eduktstrom **S_{BE2}** eingesetzte **M_BOH** auch mindestens teilweise mit dem Rücklaufstrom vermischt werden und die resultierende Mischung so dem Schritt (a2) zugeführt

10 werden.

Der Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird insbesondere bei einer Temperatur im Bereich von 45 °C bis 150 °C, bevorzugt 47 °C bis 120 °C, bevorzugter 60 °C bis 110 °C, und bei einem Druck von 0.5 bar bis 40 bar, bevorzugt im Bereich von 0.75 bar bis 5 bar, bevorzugter im

15 Bereich von 1 bar bis 2 bar, bevorzugter im Bereich von 1 bar bis 1.5 bar, noch bevorzugter bei Umgebungsdruck (1 bar), durchgeführt.

Die Reaktionskolonne **RR_B** umfasst in einer bevorzugten Ausführungsform mindestens einen Verdampfer, der insbesondere aus Zwischenverdampfern **V_{ZB}** und Sumpfverdampfern **V_{SB}**

20 ausgewählt ist. Die Reaktionskolonne **RR_B** umfasst besonders bevorzugt mindestens einen Sumpfverdampfer **V_{SB}**.

In einem solchen Zwischenverdampfer **V_{ZB}** kann in der Reaktionskolonne **RR_B** befindliches, flüssiges Rohprodukt **RP_B** umfassend **M_BOR**, Wasser, **ROH**, **M_BOH** in den gasförmigen Zustand

25 überführt werden, und so die Effizienz der Umsetzung gemäß Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens verbessert werden.

Durch die Anordnung von einem oder mehreren Zwischenverdampfern **V_{ZB}** im oberen Bereich der Reaktionskolonne **RR_B** können die Abmessungen im unteren Bereich der Reaktionskolonne **RR_B**

30 verringert werden. Bei der Ausführungsform mit mindestens einem, bevorzugt mehreren Zwischenverdampfern **V_{ZB}** ist es auch möglich, Teilströme des **ROH** in flüssiger Form im oberen Bereich der Reaktionskolonne **RR_B** zuzuführen.

In Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende der Reaktionskolonne

35 **RR_B** ein Sumpfproduktstrom **S_{BP}** umfassend **ROH** und **M_BOR** entnommen.

Es ist bevorzugt, dass die Reaktionskolonne **RR_B** mindestens einen Sumpfverdampfer **V_{SB}** aufweist, über den Sumpfproduktstrom **S_{BP}** dann mindestens teilweise geleitet wird und **ROH** aus diesem mindestens teilweise entfernt wird, wodurch ein Sumpfproduktstrom **S_{BP}** mit einem

40 gegenüber **S_{BP}** erhöhten Massenanteil an **M_BOR** erhalten wird. In dieser weiteren bevorzugten

Ausführungsform ist es noch vorteilhafter, wenn in Schritt (d) S_{B3} oder W_1 mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SB} geleitet wird und die Energie von S_{B3} bzw. W_1 auf den Sumpfproduktstrom S_{BP} übertragen wird, insbesondere in dem S_{B3} bzw. W_1 zur Beheizung des Verdampfers V_{B1} genutzt wird.

5

Der Massenanteil an M_{BOR} des Sumpfproduktstroms S_{BP} ist dabei insbesondere gegenüber dem Massenanteil an M_{BOR} des Sumpfproduktstroms S_{BP} um mindestens 1 % erhöht, bevorzugt um ≥ 2 %, bevorzugter um ≥ 5 %, noch bevorzugter um ≥ 10 %, noch mehr bevorzugter um ≥ 20 %, noch mehr bevorzugter um ≥ 30 %, noch mehr bevorzugter um ≥ 40 %, noch mehr bevorzugter um ≥ 50 %, noch mehr bevorzugter um ≥ 100 %, noch mehr bevorzugter um ≥ 150 %.

Bevorzugt weist S_{BP} oder, falls mindestens einen Sumpfverdampfer V_{SB} eingesetzt wird, über den der Sumpfproduktstrom S_{BP} mindestens teilweise geleitet wird und ROH aus diesem mindestens teilweise entfernt wird, S_{BP} , einen Massenanteil von M_{BOR} in ROH im Bereich 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 32 Gew.-%, bevorzugter 15 bis 32 Gew.-%, am bevorzugtesten 30 bis 32 Gew.-% auf, jeweils bezogen auf die Gesamtmasse von S_{BP} .

Der Massenanteil an Restwasser in S_{BP} bzw. S_{BP} liegt dabei bevorzugt bei < 1 Gew.-%, bevorzugt < 0.1 Gew.-%, bevorzugter < 0.01 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von S_{BP} .

20

Der Massenanteil an Edukt M_{BOH} in S_{BP} bzw. S_{BP} liegt dabei bevorzugt bei < 1 Gew.-%, bevorzugt < 0.1 Gew.-%, bevorzugter < 0.01 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von S_{BP} .

In den Ausführungsformen des vorliegenden Verfahrens, in denen auch Schritt (a2) ausgeführt wird, wird bevorzugt der Sumpfproduktstrom S_{AP} mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SA} geleitet und ROH aus S_{AP} mindestens teilweise entfernt, wodurch ein Sumpfproduktstrom S_{AP} mit einem gegenüber S_{AP} erhöhten Massenanteil an M_{AOR} erhalten wird und/oder, bevorzugt und, der Sumpfproduktstrom S_{BP} mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SB} geleitet und ROH aus S_{BP} mindestens teilweise entfernt, wodurch ein Sumpfproduktstrom S_{BP} mit einem gegenüber S_{BP} erhöhten Massenanteil an M_{BOR} erhalten wird. In dieser weiteren bevorzugten Ausführungsform ist es noch vorteilhafter, wenn in Schritt (d) die Energie von S_{B3} auf den Sumpfproduktstrom S_{AP} und/oder, bevorzugt und, den Sumpfproduktstrom S_{BP} übertragen wird, insbesondere in dem S_{B3} zur Beheizung des Sumpfverdampfers V_{SA} und/oder, bevorzugt und, des Sumpfverdampfers V_{SB} genutzt wird. Diese Nutzung der Energie von S_{B3} kann direkt oder indirekt erfolgen.

Der Schritt (a2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in den Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, in denen er durchgeführt wird, gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt (a1) durchgeführt. Die räumliche Trennung wird durch die Durchführung der Schritte (a1) und (a2) in den beiden Reaktionskolonnen RR_A und RR_B gewährleistet.

40

In einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung sind die Reaktionskolonnen RR_A und RR_B in einem Kolonnenmantel untergebracht, wobei die Kolonne mindestens teilweise durch mindestens eine Trennwand unterteilt ist. Eine solche mindestens eine Trennwand aufweisende Kolonne wird

5 erfindungsgemäß als „TRD“ bezeichnet. Solche Trennwandkolonnen sind dem Fachmann bekannt und beispielsweise beschrieben in US 2,295,256, EP 0 122 367 A2, EP 0 126 288 A2, WO 2010/097318 A1 sowie von I. Dejanović, Lj. Matijašević, Ž. Olujić, *Chemical Engineering and Processing* **2010**, 49, 559-580. In den für das erfindungsgemäße Verfahren in Frage kommenden Trennwandkolonnen sind die Trennwände bevorzugt bis zum Boden durchgezogen und

10 durchspannen insbesondere bevorzugt mindestens ein Viertel, bevorzugter mindestens ein Drittel, noch bevorzugter mindestens die Hälfte, noch bevorzugter mindestens zwei Drittel, noch mehr bevorzugter mindestens drei Viertel der Kolonne der Länge nach. Sie teilen die Kolonne in mindestens zwei Reaktionsräume, in denen räumlich getrennte Reaktionen stattfinden können. Die durch die mindestens eine Trennwand geschaffenen Reaktionsräume können gleich oder

15 unterschiedlich groß sein.

In dem jeweils von der Trennwand getrennten Bereichen können in dieser Ausführungsform die Sumpfproduktströme S_{AP} und S_{BP} getrennt entnommen werden und bevorzugt über den für jeden durch die mindestens eine Reaktionswand gebildeten Reaktionsraum angebrachten

20 Sumpfverdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} geleitet werden, in dem ROH aus S_{AP} bzw. S_{BP} mindestens teilweise entfernt wird, wodurch S_{AP^*} bzw. S_{BP^*} erhalten werden.

4.3 Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens

25 In Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Brüdenstrom S_{AB} in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet, und in RD_A in einen ROH umfassenden Brüdenstrom S_{B2} mit einem Druck p_{B2} und einer Temperatur T_{B2} am Kopf von RD_A und einen Wasserstrom S_W am Sumpf von RD_A aufgetrennt.

30 In der optionalen Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, in der Schritt (a2) durchgeführt wird, wird der Brüdenstrom S_{BB} ebenfalls in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet, und in RD_A in einen ROH umfassenden Brüdenstrom S_{B2} mit einem Druck p_{B2} und einer Temperatur T_{B2} am Kopf von RD_A und einen Wasserstrom S_W am Sumpf von RD_A aufgetrennt. Der Brüdenstrom S_{BB} wird dabei vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet. Der

35 Brüdenstrom S_{BB} wird dabei bevorzugt vermischt mit S_{AB} und dann in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet.

Die Brüdenströme S_{AB} und gegebenenfalls S_{BB} können in einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung verdichtet werden, bevor sie in die Rektifikationskolonne RD_A geleitet werden. Dies kann

40 über einen optionalen Verdichter VD_{AB1} geschehen.

Es versteht sich von selbst, dass auch in den Ausführungsformen, in denen S_{BB} getrennt von S_{AB} in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet wird, sich S_{AB} und S_{BB} in der Rektifikationskolonne RD_A vermischen, so dass in jedem Fall nach Durchführung von Schritt (b) eine Auftrennung in einen ROH umfassenden Brüdenstrom S_{B2} am Kopf von RD_A und einen Wasserstrom S_W am Sumpf von RD_A erfolgt.

Der Druck, den der Brüdenstrom S_{B2} aufweist, wird mit „ p_{B2} “, seine Temperatur mit „ T_{B2} “ bezeichnet. Dies bezieht sich insbesondere auf Druck und Temperatur von S_{B2} , bevor S_{B2} dem Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens unterworfen wird.

Bevorzugt wird in Schritt (b) auch der Wasserstrom S_W am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A entnommen.

Als Rektifikationskolonne RD_A in Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens kann jede beliebige, dem Fachmann bekannte Rektifikationskolonne eingesetzt werden. Bevorzugt enthält die Reaktionskolonne RD_A Einbauten. Geeignete Einbauten sind zum Beispiel Böden, unstrukturierte Packungen oder strukturierte Packungen. Als Böden werden üblicherweise Glockenböden, Siebböden, Ventilböden, Tunnelböden oder Schlitzböden eingesetzt.

Unstrukturierte Packungen sind im Allgemeinen Füllkörperschüttungen. Als Füllkörper werden üblicherweise Raschigringe, Pallringe, Berl-Sättel oder Intalox®-Sättel verwendet. Strukturierte Packungen werden zum Beispiel unter dem Handelsnamen Mellapack® der Firma Sulzer vertrieben. Neben den genannten Einbauten weitere geeignete Einbauten sind dem Fachmann bekannt und können ebenfalls verwendet werden.

Bevorzugte Einbauten weisen einen geringen spezifischen Druckverlust pro theoretischer Trennstufe auf. Strukturierte Packungen und Füllkörper haben zum Beispiel einen deutlich kleineren Druckverlust pro theoretischer Trennstufe als Böden. Dies hat den Vorteil, dass der Druckverlust in der Rektifikationskolonne möglichst gering bleibt und somit die mechanische Leistung des Verdichters und die Temperatur des zu verdampfenden Alkohol/Wasser-Gemischs gering bleibt.

Wenn in der Rektifikationskolonne RD_A strukturierte Packungen oder unstrukturierte Packungen enthalten sind, so können diese geteilt sein oder es kann eine durchgehende Packung vorliegen. Üblicherweise sind jedoch mindestens zwei Packungen vorgesehen, eine Packung oberhalb der Zulaufstelle des Brüdenstroms S_{AB} bzw. der Zulaufstellen der beiden Brüdenströme S_{AB} und S_{BB} und eine Packung unterhalb der Zulaufstelle des Brüdenstroms S_{AB} bzw. der Zulaufstellen der beiden Brüdenströme S_{AB} und S_{BB} . Wenn eine unstrukturierte Packung eingesetzt wird, beispielsweise eine Füllkörperpackung, so liegen die Füllkörper üblicherweise auf einem geeigneten Siebboden oder Gitterboden auf.

- Im Verbund aus Reaktionskolonne **RR_A** (bzw. in den Ausführungsformen, in denen Schritt (a2) durchgeführt wird, Reaktionskolonne **RR_A** und Reaktionskolonne **RR_B**) mit Rektifikationskolonne **RD_A** im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Rektifikationskolonne **RD_A** vorzugsweise bei einem
- 5 Druck betrieben, der so gewählt wird, dass das Druckgefälle zwischen den Kolonnen im Falle der Brüdenverdichtung gemäß Schritt (c) mit geringem Aufwand möglich ist.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird der Alkohol ROH verbraucht, und insbesondere bei kontinuierlicher Verfahrensführung muss dieser deshalb mit frischem Alkohol ROH ersetzt werden.

10

Die Zuführung des frischen Alkohols ROH erfolgt dabei insbesondere direkt als Eduktstrom **S_{AE1}** umfassend ROH in die Reaktionskolonne **RR_A** bzw. in den Ausführungsformen, in denen Schritt (a2) durchgeführt wird, in die Reaktionskolonnen **RR_A** und **RR_B**.

- 15 Im erfindungsgemäßen Verfahren ist es weiterhin bevorzugt, den ROH umfassende Brüdenstrom **S_{B2}** teilweise als Eduktstrom **S_{AE1}** in Schritt (a1) und gegebenenfalls als Eduktstrom **S_{BE1}** in Schritt (a2) einzusetzen. Alternativ oder zusätzlich kann der verdichtete Brüdenstrom **S_{B3}** teilweise als Eduktstrom **S_{AE1}** in Schritt (a1) und gegebenenfalls als Eduktstrom **S_{BE1}** in Schritt (a2) eingesetzt werden. In dieser bevorzugten Ausführungsform ist es noch bevorzugter, wenn der frische Alkohol
- 20 ROH der Rektifikationskolonne **RD_A** zugegeben wird.

- Wenn der frische Alkohol ROH der Rektifikationskolonne **RD_A** zugegeben wird, wird er bevorzugt entweder im Verstärkungsteil der Rektifikationskolonne **RD_A** oder direkt am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** zugeführt. Die optimale Zulaufstelle ist abhängig vom Wassergehalt des
- 25 eingesetzten frischen Alkohols und andererseits von dem gewünschten Restwassergehalt im Brüdenstrom **S_{B2}**. Je höher der Wasseranteil im eingesetzten Alkohol und je höher die Reinheitsanforderung im Brüdenstrom **S_{B2}** ist, um so günstiger ist ein Zulauf einige theoretische Böden unterhalb des Kopfes der Rektifikationskolonne **RD_A**. Bevorzugt sind bis zu 20 theoretische Böden unterhalb des Kopfes der Rektifikationskolonne **RD_A** und insbesondere 1 bis 5 theoretische
- 30 Böden.

- Wenn der frische Alkohol ROH der Rektifikationskolonne **RD_A** zugegeben wird, wird er bei Temperaturen bis hin zum Siedepunkt, bevorzugt bei Raumtemperatur, am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** zugegeben. Hierbei kann für den frischen Alkohol ein eigener Zulauf
- 35 vorgesehen sein oder aber bei Rückführung eines Teils des am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** entnommenen Alkohols nach der Kondensation mit diesem gemischt und gemeinsam in die Rektifikationskolonne **RD_A** zugeführt werden. In diesem Fall ist es besonders bevorzugt, wenn der frische Alkohol in einen Kondensatbehälter, in dem der aus dem Brüdenstrom **S_{B2}** kondensierte Alkohol gesammelt wird, zugegeben wird.

40

In einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung sind die Reaktionskolonne **RR_A** gemäß Schritt (a1), bzw. Reaktionskolonnen **RR_A** und **RR_B** in der vorbeschriebenen bevorzugten Ausführungsform, in der Schritt (a2) durchgeführt wird, und die Rektifikationskolonne **RD_A** gemäß Schritt (b) zur Auftrennung des Brüdenstroms **S_{B1}** in einem Kolonnenmantel untergebracht, wobei
5 die Kolonne mindestens teilweise durch mindestens eine Trennwand, bzw. in der vorbeschriebenen bevorzugten Ausführungsform, in der Schritt (a2) durchgeführt wird, durch mindestens zwei Trennwände, unterteilt ist, wobei die mindestens eine Trennwand bzw. die mindestens zwei Trennwände bis zum Boden der Kolonne durchgezogen sind. Wie unter Punkt 4.2 beschrieben, handelt es sich dann wieder um eine Trennwandkolonne.

10

In diesem Fall wird in einem Teil der TRD die Reaktion zum Rohprodukt **RP_A** gemäß Schritt (a1) bzw. den Rohprodukten **RP_A** und **RP_B** gemäß Schritten (a1) und (a2) durchgeführt, wobei der Eduktstrom **S_{AE2}** und gegebenenfalls der Eduktstrom **S_{BE2}** zwar unterhalb, aber in etwa auf der Höhe des oberen Endes der Trennwand zugegeben wird und der Eduktstrom **S_{AE1}** und
15 gegebenenfalls der Eduktstrom **S_{BE1}** dampfförmig am unteren Ende aufgegeben wird. Das oberhalb der Zugabestelle des Eduktstroms entstehende Alkohol/Wasser-Gemisch verteilt sich dann oberhalb der Trennwand über den gesamten Kolonnenbereich, der als Verstärkungsteil der Rektifikationskolonne **RD_A** dient. Der zweite, durch die Trennwand abgetrennte untere Teil der Kolonne ist der Abtriebsteil der Rektifikationskolonne **RD_A**. Die für die Destillation notwendige
20 Energie wird dann über einen Verdampfer am unteren Ende des zweiten durch die Trennwand abgetrennten Teils der Kolonne zugeführt, wobei dieser Verdampfer konventionell beheizt werden kann oder mit dem verdichteten Brüdenstrom **S_{B3}** beheizt werden kann. Wenn der Verdampfer konventionell beheizt wird, so kann zusätzlich ein Zwischenverdampfer vorgesehen werden, der mit dem verdichteten Brüdenstrom **S_{B3}** beheizt wird.

25

Im Anschluss an Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird dann der Brüdenstrom **S_{B2}** umfassend ROH am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** entnommen. Der bevorzugte Massenanteil von ROH in diesem Brüdenstrom **S_{B2}** ist ≥ 99 Gew.-%, bevorzugt ≥ 99.6 Gew.-%, bevorzugter ≥ 99.9 Gew.-%, wobei der Rest insbesondere Wasser ist.

30

Am Sumpf von **RD_A** wird ein Wasserstrom **S_w** erhalten, der < 1 Gew.-% Alkohol aufweisen kann.

Die Entnahme des ROH umfassenden Brüdenstroms **S_{B2}** am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** bedeutet im Rahmen der vorliegenden Erfindung, dass der Brüdenstrom **S_{B2}** als Kopfstrom oder
35 als Seitenabzug oberhalb der Einbauten in der Rektifikationskolonne **RD_A** entnommen wird. Die bevorzugte Entnahme des im Wesentlichen Wasser enthaltenden Stroms **S_w** am Sumpf der Rektifikationskolonne **RD_A** erfolgt üblicherweise am unteren Boden der Rektifikationskolonne **RD_A**, jedoch kann die Entnahme auch über einen Seitenabzug im Sumpf erfolgen.

40

4.4 Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens

Im Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird mindestens eines Teils der Brüdenstroms S_{B2} verdichtet. Dadurch wird ein gegenüber S_{B2} verdichteter Brüdenstrom S_{B3} erhalten. Der Druck, den der Brüdenstrom S_{B3} aufweist, wird mit „ p_{B3} “, seine Temperatur mit „ T_{B3} “ bezeichnet.

Der Druck p_{B3} von S_{B3} ist höher, bevorzugt 1 bis 10 bar höher, bevorzugter 3 bis 6 bar höher, noch bevorzugter 5 bar höher, als der Druck p_{B2} von S_{B2} und die Temperatur T_{B3} von S_{B3} ist höher, bevorzugt 10 bis 150 °C, bevorzugter 50 bis 100 °C, noch bevorzugter 95 °C, als die Temperatur T_{B2} von S_{B2} .

Das Verdichten des Brüdenstroms S_{B2} in Schritt (c) kann auf jede beliebige, dem Fachmann bekannte Art erfolgen. So kann die Verdichtung zum Beispiel einstufig oder mehrstufig, bevorzugt mehrstufig, durchgeführt werden. Bei einer mehrstufigen Verdichtung können mehrere Verdichter gleicher Bauart oder Verdichter unterschiedlicher Bauart eingesetzt werden. Der Einsatz einer einstufigen Verdichtung oder einer mehrstufigen Verdichtung ist davon abhängig, auf welchen Druck der Brüden S_{B2} verdichtet werden soll.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden 10 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 20 bis 80 Gew.-%, bevorzugter 30 bis 70 Gew.-%, noch bevorzugter 40 bis 60 Gew.-%, noch mehr bevorzugter 50 Gew.-% des Brüdenstromes S_{B2} als Eduktstrom S_{AE1} bzw. wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, als Eduktstrom S_{AE1} und/oder Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt.

Dazu ist es vorteilhaft, wenn zumindest der Teil, der als Eduktstrom S_{AE1} und/oder Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt wird, mit einem ersten Verdichter VD_{AB2} verdichtet („vorverdichtet“) wird. Alternativ oder zusätzlich kann in dieser bevorzugten Ausführungsform auch der Verdichter VD_{AB1} wie oben beschrieben eingesetzt werden, um diese Vorverdichtung zu gewährleisten.

Der übrige, also nicht als Eduktstrom S_{AE1} und/oder Eduktstrom S_{BE1} eingesetzte Teil des Brüdenstromes S_{B2} wird in dieser bevorzugten Ausführungsform dann weiter verdichtet und im erfindungsgemäßen Schritt (d) eingesetzt. Diese zusätzliche Verdichtung wird insbesondere mit mindestens einem gegenüber VD_{AB1} und VD_{AB2} zusätzlichen Verdichter VD_1 durchgeführt.

Die Temperatur T_{B3} und der Druck p_{B3} , auf den S_{B3} in Schritt (c) verdichtet wird, wird dabei eingestellt in Abhängigkeit davon, auf welchen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} in Schritt (a1), bzw., wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, auf welchen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} die Energie übertragen werden soll. Es versteht sich von selbst, dass, wenn mit S_{B3} beispielsweise eine dieser Komponenten beheizt werden soll, dass dann am Ende des Schrittes (c) die Temperatur T_{B3} von S_{B3} höher als die Temperatur der in Schritt (d) zu beheizenden Komponente sein muss. Dies kann vom Fachmann gemäß seinem Fachwissen eingestellt werden.

Das Entsprechende gilt für den Druck p_3 , auf welchen S_{B3} eingestellt werden soll. Auch dieser kann in Abhängigkeit der Anforderungen in Schritt (d) vom Fachmann eingestellt werden.

- 5 Wenn Energie des verdichteten Brüdenstrom S_{B3} beispielsweise auf das Rohprodukt RP_A übertragen werden soll und insbesondere das Rohprodukt RP_A über einen Zwischenverdampfer V_{ZA} beheizt werden soll, der an der Reaktionskolonne RR_A angebracht ist, muss zum Beheizen des Zwischenverdampfers V_{ZA} eine kleinere Druckdifferenz überwunden werden, als wenn Energie des Brüdenstroms S_{B3} zum Beheizen eines Verdampfers V_{SA} am Sumpf der Reaktionskolonne RR_A ,
 10 mit dem dann S_{AP} erhitzt wird, in Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt wird.

Die größere zu überwindende Druckdifferenz kann durch zusätzliche Verdichterstufen oder durch einen stärkeren Verdichter überwunden werden. Üblicherweise werden jedoch zusätzliche Verdichterstufen eingesetzt.

- 15 Als Verdichter im erfindungsgemäßen Verfahren, insbesondere zum Verdichten des Brüdenstroms S_{B2} , eignet sich jeder beliebige, dem Fachmann bekannte Verdichter, mit dem sich Gasströme verdichten lassen. Geeignete Verdichter sind zum Beispiel ein- oder mehrstufige Turbinen, Kolbenverdichter, Schraubenverdichter, Zentrifugalverdichter oder Axialverdichter.

- 20 Bei einer mehrstufigen Verdichtung werden für die jeweils zu überwindenden Druckstufen geeignete Verdichter eingesetzt.

4.5 Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens

- 25 Im Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird Energie von S_{B3} auf mindestens einen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , bevorzugt mindestens einen von RP_A , S_{AP} , noch bevorzugter S_{AP} , übertragen. In der optionalen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, in der Schritt (a2) durchgeführt wird, wird alternativ oder zusätzlich, bevorzugt zusätzlich, Energie von S_{B3} auf
 30 mindestens einen von RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} , bevorzugt mindestens einen RP_B , S_{BP} , bevorzugter S_{BP} übertragen.

- Wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, wird demnach in Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens Energie von S_{B3} auf mindestens einen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} ,
 35 S_{BP} , S_{BB} , bevorzugt mindestens einen von RP_A , S_{AP} , RP_B , S_{BP} , bevorzugt auf sowohl S_{AP} als auch S_{BP} übertragen.

Dadurch wird ein Brüdenstrom S_{B4} mit einem geringeren Energiegehalt als S_{B3} erhalten. Dies bedeutet insbesondere, dass für den Druck p_{B4} von S_{B4} und die Temperatur T_{B4} von S_{B4} gilt:

$p_{B4} \leq p_{B3}$ und $T_{B4} < T_{B3}$. Noch bevorzugter gilt, dass $T_{B2} < T_{B4}$ und $p_{B2} < p_{B4}$, so dass dann $T_{B2} < T_{B4} < T_{B3}$ und $p_{B2} < p_{B4} \leq p_{B3}$.

Dies bedeutet insbesondere, dass mit S_{B3} mindestens eines von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} ,

5 bevorzugt mindestens einen von RP_A , S_{AP} , noch bevorzugter S_{AP} beheizt wird.

In der optionalen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, in der Schritt (a2) durchgeführt wird, bedeutet dies insbesondere, dass alternativ oder zusätzlich, bevorzugt zusätzlich, mit S_{B3} mindestens einer von RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} , bevorzugt mindestens einer von RP_B , S_{BP} , bevorzugt S_{BP} beheizt wird.

10

Wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, wird noch bevorzugter mit S_{B3} mindestens einer von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} , bevorzugt mindestens einer von RP_A , S_{AP} , RP_B , S_{BP} , bevorzugt sowohl S_{AP} als auch S_{BP} , beheizt.

15 Somit ist die Temperatur T_{B3} von S_{B3} nach Durchführung des Schrittes (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens bevorzugt höher als derjenigen Komponente ausgewählt aus RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} , die in Schritt (d) durch S_{B3} beheizt wird.

Die Übertragung von Energie auf, bevorzugt die Beheizung von, mindestens eines von RP_A , S_{AE1} ,

20 S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} durch S_{B3} erfolgt bevorzugt direkt oder indirekt.

„Direkt“ bedeutet, dass S_{B3} mit der mindestens einer Komponente ausgewählt aus RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} bzw. wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, ausgewählt aus RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} kontaktiert wird, so dass Wärme von S_{B3} auf die betreffende mindestens eine

25 Komponente übergeht.

Im Falle von S_{AP} , S_{BP} kann dies durchgeführt werden, in dem S_{B3} mindestens teilweise durch einen Sumpferdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} an der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B geleitet wird und dort S_{AP} bzw. S_{BP} beheizt.

30

Als Wärmetauscher können die dem Fachmann geläufigen Wärmetauscher eingesetzt werden.

„Indirekt“ bedeutet insbesondere, dass S_{B3} mit mindestens einem Wärmeträger W_1 , bevorzugt über mindestens einen Wärmetauscher WT_x , kontaktiert wird, wobei es sich bei dem Wärmeträger nicht um RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} oder S_{BB} handelt, er also von diesen verschieden ist, so dass Energie, bevorzugt Wärme, von S_{B3} auf den mindestens einen Wärmeträger W_1 übergeht, und die Wärme dann von W_1 auf die betreffende mindestens eine Komponente ausgewählt aus RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} übergeht, in dem W_1 die betreffende Komponente kontaktiert.

40

In einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann bei indirekter Beheizung von mindestens einem von RP_A , $SAE1$, $SAE2$, SAP , SAB , RP_B , $SBE1$, $SBE2$, SBP , SBB mit S_{B3} auch zunächst Wärme von S_{B3} auf W_1 , bevorzugt durch Kontaktierung über mindestens einen Wärmetauscher WT_x übertragen werden, und dann von W_1 auf einen weiteren, von RP_A , $SAE1$, $SAE2$, SAP , SAB , RP_B , $SBE1$, $SBE2$, SBP , SBB verschiedenes Wärmeträger W_2 , bevorzugt durch Kontaktierung über mindestens einen Wärmetauscher WT_y , übertragen werden. Im letzten Schritt erfolgt dann Übertragung der Wärme von W_2 auf mindestens einen von RP_A , $SAE1$, $SAE2$, SAP , SAB , RP_B , $SBE1$, $SBE2$, SBP , SBB . Es versteht sich von selbst, dass sich in weiteren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung dementsprechend noch weitere Wärmeträger W_3 , W_4 , W_5 etc. nutzen lassen.

Als Wärmeträger W_1 bzw. daneben weiter genutzte Wärmeträger W_2 , W_3 , W_4 , W_5 kann jeder dem Fachmann bekannte Wärmeträger genutzt werden, bevorzugt sind sie ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Wasser; Alkohol-Wasser-Lösungen; Salz-Wasser-Lösungen, wozu auch ionische Flüssigkeiten, wie zum Beispiel LiBr-Lösungen, Dialkylimidazoliumsalze wie insbesondere Dialkylimidazoliumdialkylphosphate, gehören; Mineralöle, wie zum Beispiel Dieselöle; Thermalöle wie zum Beispiel Silikonöle; biologische Öle wie zum Beispiel Limonen; aromatische Kohlenwasserstoffe wie zum Beispiel Dibenzyltoluol. Am bevorzugtesten ist als Wärmeträger W_1 Wasser.

Salz-Wasser-Lösungen, die verwendet werden können, sind beispielsweise auch in der DE 10 2005 028 451 A1 und der WO 2006/134015 A1 beschrieben.

Die Übertragung von Energie von S_{B3} auf das Rohprodukt RP_A , RP_B und/oder mindestens einen Strom ausgewählt aus $SAE1$, $SAE2$, SAP , SAB , $SBE1$, $SBE2$, SBP , SBB erfolgt nach dem Fachmann bekannten Verfahren, und bevorzugt nach einem der im Folgenden unter den Nummern 4.5.1, 4.5.2, 4.5.3 und 4.5.4 genannten Ausführungsformen, wobei die unter 4.5.4 genannte am bevorzugtesten ist.

4.5.1) In der Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in der in Schritt (d) Energie von S_{B3} auf mindestens eines von RP_A und/oder RP_B übertragen wird, erfolgt dies bevorzugt dergestalt, dass an der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B mindestens ein Zwischenverdampfer V_{ZA} bzw. V_{ZB} angebracht ist, mit Hilfe dessen flüssiges Rohprodukt RP_A bzw. RP_B innerhalb der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B verdampft wird. In dieser bevorzugten Ausführungsform wird insbesondere dieser Zwischenverdampfer V_{ZA} bzw. V_{ZB} mit S_{B3} beheizt, falls eine direkte Beheizung erfolgt, oder, falls eine indirekte Beheizung erfolgt, mit einem Wärmeträger W_1 , bei dem es sich nicht um S_{B3} handelt, beheizt, wobei der Wärmeträger W_1 davor Energie von S_{B3} aufgenommen hat.

- 4.5.2) In der Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in der in Schritt (d) Energie von S_{B3} auf den mindestens einen Eduktstrom ausgewählt aus S_{AE1} , S_{AE2} , S_{BE1} , S_{BE2} übertragen wird, erfolgt dies bevorzugt dergestalt, dass der jeweilige Eduktstrom, bevor er in die Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B geleitet wird, mindestens einen Wärmetauscher $WT1$ passiert. In $WT1$ erfolgt die
- 5 Übertragung von Energie, bevorzugt Wärme, von S_{B3} , falls eine direkte Beheizung erfolgt, oder, falls eine indirekte Beheizung erfolgt, von einem Wärmeträger W_1 , bei dem es sich nicht um S_{B3} handelt, wobei der Wärmeträger W_1 davor Energie von S_{B3} aufgenommen hat, auf mindestens einen Eduktstrom S_{AE1} , S_{AE2} , S_{BE1} , S_{BE2} .
- 10 4.5.3) In der Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in der in Schritt (d) Energie von S_{B3} auf mindestens einen Brüdenstrom ausgewählt aus S_{AB} , S_{BB} übertragen wird, erfolgt dies bevorzugt dergestalt, dass der jeweilige Brüdenstrom, bevor er in die Rektifikationskolonne RD_A geleitet wird, einen Wärmetauscher $WT2$ passiert. In $WT2$ erfolgt die Übertragung von Energie, bevorzugt
- 15 Wärme, von S_{B3} , falls eine direkte Beheizung erfolgt, oder, falls eine indirekte Beheizung erfolgt, von einem Wärmeträger W_1 , bei dem es sich nicht um S_{B3} handelt, wobei der Wärmeträger W_1 davor Energie von S_{B3} aufgenommen hat, auf den mindestens einen Brüdenstrom ausgewählt aus S_{AB} , S_{BB} .
- 4.5.4) In der Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in der in Schritt (d) Energie direkt von
- 20 S_{B3} auf mindestens einen Sumpfproduktstrom ausgewählt aus S_{AP} , S_{BP} übertragen wird, erfolgt dies vorteilhafterweise dergestalt, dass an der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B mindestens ein Sumpfverdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} angebracht ist, über den S_{B3} mindestens teilweise geleitet wird, und über den S_{AP} bzw. S_{BP} nach Verlassen der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B mindestens
- 25 teilweise geleitet werden, so dass Energie, bevorzugt Wärme, von S_{B3} auf S_{AP} bzw. S_{BP} übertragen wird, insbesondere so dass S_{AP} bzw. S_{BP} mindestens teilweise verdampft wird, insbesondere ROH aus S_{AP} bzw. S_{BP} mindestens teilweise verdampft wird, wodurch ein Sumpfproduktstrom S_{AP^*} bzw. S_{BP^*} erhalten wird.
- In der Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in der in Schritt (d) Energie indirekt von S_{B3}
- 30 auf mindestens einen Sumpfproduktstrom ausgewählt aus S_{AP} , S_{BP} übertragen wird, erfolgt dies vorteilhafterweise dergestalt, dass S_{B3} , bevorzugt über einen Wärmetauscher, einen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} oder S_{BB} verschiedenen Wärmeträger W_1 , bevorzugt Wasser, kontaktiert, so dass Energie, bevorzugt Wärme, von S_{B3} auf den mindestens einen Wärmeträger W_1 übergeht,
- 35 und an der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B mindestens ein Sumpfverdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} angebracht ist, über den W_1 mindestens teilweise geleitet wird, und über den S_{AP} bzw. S_{BP} nach Verlassen der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B mindestens teilweise geleitet werden, so dass Energie, bevorzugt Wärme, von W_1 auf S_{AP} bzw. S_{BP} übertragen wird, insbesondere so dass S_{AP}

bzw. S_{BP} mindestens teilweise verdampft wird, insbesondere ROH aus S_{AP} bzw. S_{BP} mindestens teilweise verdampft wird, wodurch ein Sumpfproduktstrom S_{AP^*} bzw. S_{BP^*} erhalten wird.

In der bevorzugten Ausführungsform gemäß 4.5.4, ist es noch bevorzugter, dass zusätzlich zu dem

5 Verdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} , mindestens ein weiterer, konventionell beheizter Verdampfer V_{KA} and der Reaktionskolonne RR_A bzw. V_{KB} and der Reaktionskolonne RR_B eingesetzt wird, der am Sumpf der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B angeordnet ist. Wenn der mit dem Brüdenstrom S_{B3} direkt oder indirekt beheizte Verdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} ebenfalls am Sumpf der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B angeordnet ist, kann der konventionell beheizte Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} zum

10 Beispiel dazu genutzt werden, während des Betriebes der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B zusätzlich Wärme zuzuführen. Im Allgemeinen wird der konventionell beheizte Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} jedoch dazu genutzt, die Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B anzufahren. Beim Anfahren der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B steht noch nicht ausreichend Brüden S_{B3} zur Verfügung, mit dem der Verdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} direkt oder indirekt beheizt werden kann, so dass zunächst von

15 außerhalb Wärme zugeführt werden muss. Nach dem Anfahren der Rektifikationskolonne RD_A nimmt die Brüdenmenge S_{B2} , die am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A entnommen werden kann, zu. Diese kann dann zu S_{B3} verdichtet werden, und der Betrieb kann auf den mit dem verdichteten Brüdenstrom S_{B3} beheizten Verdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} umgestellt werden. Hierbei ist es einerseits möglich, den Verdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} , der mit dem Brüdenstrom S_{B3} beheizt wird,

20 langsam in Betrieb zu nehmen und den konventionell beheizten Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} entsprechend weniger zu beheizen oder es wird gewartet, bis sich ein stationärer Betriebszustand in der Rektifikationskolonne RR_A bzw. RR_B eingestellt hat, und dann vom konventionell beheizten Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} auf den mit dem verdichteten Brüdenstrom S_{B3} beheizten Verdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} umgeschaltet.

25 Wenn, beispielsweise wie in der unter Punkt 4.5.1 beschriebenen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, mit dem verdichteten Brüdenstrom S_{B3} ein Zwischenverdampfer V_{ZA} bzw. V_{ZB} beheizt wird, wird der zusätzliche, konventionell beheizte Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} genutzt, um weitere Wärme am Sumpf der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B in die Reaktionskolonne RR_A

30 bzw. RR_B einzubringen. In diesem Fall wird der konventionell beheizte Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} über die gesamte Betriebsdauer der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B betrieben. Auch hier muss zum Anfahren der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B zunächst über den konventionell beheizten Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} eine größere Wärmemenge in die Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B eingebracht werden, bis der Zwischenverdampfer V_{ZA} bzw. V_{ZB} mit einem ausreichend großen

35 Brüdenstrom S_{B3} versorgt werden kann, um diesen zu beheizen. Dann kann die Wärmemenge, die mit dem konventionell beheizten Verdampfer V_{KA} bzw. V_{KB} in die Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B eingebracht wird, verringert werden. Alternativ ist es bei Einsatz eines Zwischenverdampfers V_{ZA} bzw. V_{ZB} auch möglich, zwei konventionell beheizte Verdampfer V_{KA1} und V_{KA2} bzw. V_{KB1} und V_{KB2} am Sumpf der jeweiligen Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B einzusetzen. Der zusätzliche

40 konventionell beheizte Verdampfer V_{KA2} bzw. V_{KB2} wird dann zum Anfahren der Kolonne genutzt

und der andere konventionell beheizte Verdampfer V_{KA1} bzw. V_{KB1} wird während des Betriebs der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B weiter betrieben.

Der Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens spiegelt den unerwarteten Effekt der

- 5 vorliegenden Erfindung wider. Mit dem erfinderischen Verfahren ist es möglich, die bei der Verdichtung des Brüdenstrom S_{B2} zum verdichteten Brüdenstrom S_{B3} erhaltene überschüssige Energie nicht ungenutzt dissipieren zu lassen, sondern sie zum Betreiben der Umsetzung in der Reaktivdestillation einzusetzen. Dies führt zu einer deutlichen Einsparung an Energie.

10 4.6 Bevorzugter Schritt (e) des erfindungsgemäßen Verfahrens

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einem Schritt (e) der Brüdenstrom S_{B4} zur Beheizung der Rektifikationskolonne RD_A eingesetzt. Dies kann insbesondere dadurch gewährleistet werden, dass an deren unterem Ende ein Sumpfverdampfer

- 15 V_{SRD} angebracht ist, der den Wasserstrom S_W am Sumpf von RD_A beheizt. Der Wasserstrom S_W kann so mindestens teilweise wieder in die Rektifikationskolonne RD_A rückgeführt werden. Alternativ oder zusätzlich, bevorzugt zusätzlich, kann der Brüdenstrom S_{B4} auch wieder, bevorzugt am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A , in diese zurückgeführt werden. Wenn der Brüdenstrom S_{B4} in die Rektifikationskolonne RD_A zurückgeführt wird, wird er bevorzugt kondensiert und bei
- 20 Temperaturen bis hin zum Siedepunkt, bevorzugt bei Raumtemperatur, bevorzugt am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A zugegeben. Hierbei kann für den Brüdenstrom S_{B4} ein eigener Zulauf vorgesehen sein oder aber bei Rückführung eines Teils des am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A entnommenen Alkohols nach der Kondensation mit diesem gemischt und gemeinsam in die Rektifikationskolonne RD_A zugeführt werden. In diesem Fall ist es besonders bevorzugt, wenn der
- 25 Brüdenstrom S_{B4} in einen Kondensatbehälter, in dem der aus dem Brüdenstrom S_{B2} kondensierte Alkohol gesammelt wird, zugegeben wird.

Wird der Brüdenstrom S_{B4} in Schritt (e) eingesetzt, ist es vorteilhaft, ihn in mindestens einem weiteren Verdichter VD_x zu verdichten, wodurch ein gegenüber S_{B4} verdichteter Brüdenstrom S_{B5}

30 erhalten wird.

5. Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung

In Abbildung 1 ist eine Ausführungsform <10> des erfindungsgemäßen Verfahrens gezeigt. Es umfasst eine Reaktionskolonne RR_A <100>, die optional Stufen oberhalb des Eduktstroms S_{AE2} <102> umfassen kann. Am Kopf der Reaktionskolonne RR_A <100> wird eine wässrige NaOH-Lösung als Eduktstrom S_{AE2} <102> zugegeben. Alternativ kann auch eine methanolische KOH-Lösung als Eduktstrom S_{AE2} <102> zugegeben werden, um dann das entsprechende Kaliummetholat herzustellen. Oberhalb des Sumpfes der Reaktionskolonne RR_A <100> wird

- 40 Methanol als Eduktstrom S_{AE1} <103> dampfförmig zugegeben. Am Sumpf der Reaktionskolonne

- RR_A <100> wird das Produkt Natriummethanolat gelöst in Methanol als Sumpfproduktstrom S_{AP} <104> erhalten. Mit dem Sumpfverdampfer V_{SA} <105> und dem optionalen Verdampfer V_{KA} <106> am Sumpf der Kolonne RR_A <100> wird die Konzentration der Natriummethylatlösung S_{AP} <104> auf den gewünschten Wert eingestellt. Der optionale Verdampfer V_{KA} <106> dient dabei
- 5 insbesondere auch zum Anfahren der Kolonne RR_A <100>.

- Am Kopf der Reaktionskolonne RR_A <100> wird ein Brüdenstrom S_{AB} <107> entnommen. Am Kopf der Reaktionskolonne RR_A <100> wird ein Teil des Brüdenstroms S_{AB} <107> im Kondensator K_{RRA} <108> kondensiert und flüssig als Rücklauf auf den Kopf der Reaktionskolonne RR_A <100>
- 10 aufgegeben. Kondensator K_{RRA} <108> und die Einstellung des Rücklaufs sind jedoch optional.

Der Brüdenstrom S_{AB} <107> wird über die Leitung <13> einer Rektifikationskolonne RD_A <300> zugeleitet.

- 15 Am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A <300> wird Methanolbrüden S_{B2} <302> abgeführt. Dieser wird dann über den Verdichter VD_{AB2} <303> geleitet und teilweise über Leitung <31> zur Reaktionskolonne RR_A <100> rezykliert, wo er als Eduktstrom S_{AE1} <103> eingesetzt wird. Alternativ oder zusätzlich zum Verdichter VD_{AB2} <303> kann auch der Verdichter VD_{AB1} <301> eingesetzt werden.

20

- Die Erfindung besteht darin, dass mindestens ein Teil des Methanolbrüden S_{B2} <302>, nachdem er den Verdichter VD_{AB2} <303> passiert hat und dort vorverdichtet wurde, dem Verdichter VD_1 <401> zugeleitet wird, wo er zum verdichteten Brüdenstrom S_{B3} <403> verdichtet wird. Der Brüdenstrom S_{B3} <403> beheizt den Sumpfverdampfer V_{SA} <105>. Dies erfolgt entweder durch direkte
- 25 Beheizung von Sumpfverdampfer V_{SA} <105> durch S_{B3} <403> (nicht in Abbildung 1 dargestellt). Alternativ erfolgt die Beheizung wie in Abbildung 1 dargestellt, indem durch den Wärmetauscher WT_x <402> Wärme an einen Wärmeträger (bevorzugt Wasser) W_1 <410> übertragen wird, mit dessen Hilfe wiederum der Sumpfverdampfer V_{SA} <105> beheizt wird. Der Wärmeträger (bevorzugt Wasser) W_1 <410> zirkuliert in den Leitungen <41> und <14>, welche daneben auch
- 30 optional Leitungen <141> und <411> zur Regelung aufweisen können. Nach Durchlaufen des Wärmetauschers WT_x <402> erhält man den Brüdenstrom S_{B4} <404> mit gegenüber S_{B3} <403> verringertem Energiegehalt. S_{B4} <404> durchläuft einen zusätzlichen Verdichter VD_x <405> und wird dann als gegenüber S_{B4} <404> verdichteter Brüdenstrom S_{B5} <409> zum Beheizen des Sumpfverdampfers V_{SRD} <406> genutzt, wonach er über eine optionale Drossel <407> geführt wird
- 35 und mit gegebenenfalls frischem Methanol <408> wieder der Rektifikationskolonne RD_A <300> als Rücklauf zugeführt wird. Am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A <300> wird ein Wasserstrom S_w <304> erhalten.

- In Abbildung 2 ist eine weitere bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gezeigt.
- 40 Diese entspricht Abbildung 1, nur dass zwei Reaktionskolonnen RR_A <100A> und RR_B <100B>

vorliegen, und die entsprechenden Bestandteile der Reaktionskolonnen RR_A <100A> und RR_B <100B> denen in Abbildung 1 für die Reaktionskolonne RR_A <100> angegebenen entsprechen, wobei jeder Bestandteil um den Zusatz „A“ bzw. „B“ erweitert ist, um die Zugehörigkeit zu RR_A bzw. RR_B zu kennzeichnen. In Reaktionskolonne RR_A <100A> wird ein Strom S_{AE2} <102A> umfassend NaOH zugegeben, in Reaktionskolonne RR_B <100B> wird ein Strom S_{BE2} <102B> umfassend KOH zugegeben. Beide Reaktionskolonnen RR_A <100A> und RR_B <100B> können oberhalb des Zulaufs der Alkalilauge zusätzliche Stufen aufweisen, dies ist jedoch optional und in Abbildung 2 nicht gezeigt. Im Unterschied zu Abbildung 1 weisen die Leitungen <14> und <41> Verzweigungen auf, die einen Wärmetausch des Brüden S_{B3} <403> mit beiden Verdampfern V_{SA} <105A> und V_{SB} <105B> ermöglichen. Dazu kann auch eine zusätzliche Drossel <412> zur Regelung optional eingefügt werden. Brüdenstrom S_{AB} <107A> und Brüdenstrom S_{BB} <107B> werden gemischt als Brüdenstrom <107C> der Rektifikationskolonne RD_A <300> zugeführt.

6. Beispiele

15

Beispiel 1 (nicht erfindungsgemäß):

Ein Strom wässriger NaOH (50 Gew.-%) von 2 kg/h wird mit 30 °C am Kopf einer Reaktionskolonne zugeführt. Im Gegenstrom wird ein dampfförmiger Methanolstrom von 21 kg/h über dem Sumpf der Reaktionskolonne zugeführt. Die Reaktionskolonne wird bei einem Druck von 1.2 bar betrieben. Am Sumpf der Kolonne wird ein nahezu wasserfreier Produktstrom von 4.5 kg/h entnommen (30 Gew.-% Natriummethanolat in Methanol). Am Verdampfer der Reaktionskolonne werden ca. 0.5 kW Heizleistung mit Hilfe von Niederdruckdampf eingespeist. Ein dampfförmiger Methanol-Wasser-Strom von 18.5 kg/h wird am Kopf der Reaktionskolonne entnommen und einer Rektifikationskolonne zugeführt. Die Rektifikationskolonne wird bei ca. 1.1 bar betrieben. Am Sumpf der Rektifikationskolonne wird ein flüssiger Wasserstrom von 1.5 kg/h abgeführt. Am Kopf der Rektifikationskolonne wird ein dampfförmiger Methanolstrom von 33.4 kg/h entnommen, in einem Wärmetauscher auf 75 °C vorgewärmt und dann einem ersten Verdichter zugeführt. In diesem Verdichter wird der Strom auf 1.7 bar verdichtet. Anschließend wird der Strom aufgeteilt, ein Strom von 21 kg/h wird zu der Reaktionskolonne zurückgeführt. Der Rest von 12.4 kg/h wird einer zweistufigen Verdichtung mit Zwischenkühlung zugeführt. Im Verdichter 2 wird auf 4.9 bar und 180 °C verdichtet. In der anschließenden Zwischenkühlung wird der Strom auf ca. 150 °C abgekühlt, wobei ca. 0.2 kW an Wärme über Kühlwasser abgeführt werden. Im Verdichter 3 wird der Strom schließlich auf 6.2 bar und 170 °C verdichtet. Im nachfolgenden Kondensator, der zugleich der Verdampfer der Rektifikationskolonne ist, werden die ca. 4 kW an Heizleistung für die Rektifikationskolonne zur Verfügung gestellt. Dem flüssigen Methanolstrom werden 3.9 kg/h Frischmethanol zugeführt und der gemischte Strom der Rektifikationskolonne am Kopf als Rücklauf aufgegeben.

40

Beispiel 2 (erfindungsgemäß), entspricht Abbildung 1:

Identisch zu Beispiel 1, jedoch weist die Reaktionskolonne <100> zwei Sumpfverdampfer <105> und <106> auf. Im ersten Sumpfverdampfer <105> wird mit Hilfe eines Wärmeträgermediums der
5 Wärmestrom von ca. 0.2 kW eingespeist, welcher in der Zwischenkühlung zwischen Verdichter 2 und 3 abgeführt und auf das Wärmeträgermedium (Wasser) übertragen wurde. Im zweiten Sumpfverdampfer wird der Rest der benötigten Energie über Niederdruckdampf bereitgestellt. Damit wird der Bedarf an Niederdruckdampf für die Reaktionskolonne <100> im Vergleich zu
10 Beispiel 1 um etwa 40 % reduziert.

Beispiel 3 (erfindungsgemäß), entspricht Abbildung 2:

Eine erste Reaktionskolonne wird identisch zu Beispiel 2 betrieben. Zusätzlich wird eine zweite Reaktionskolonne (im Folgenden „K2“) mit wässriger KOH (50 Gew.-%) betrieben. Beide
15 Reaktionskolonnen weisen wie in Beispiel 2 jeweils zwei Sumpfverdampfer auf. Ein Strom von 0.5 kg/h wird mit 30 °C am Kopf von K2 zugeführt. Im Gegenstrom wird ein dampfförmiger Methanolstrom von 7.5 kg/h über dem Sumpf von K2 zugeführt. K2 wird bei einem Druck von 1.2 bar betrieben. Am Sumpf von K2 wird ein nahezu wasserfreier Produktstrom von 1.5 kg/h entnommen (32 Gew.-% Kaliummethanolat in Methanol). In beiden Verdampfern von K2 werden
20 insgesamt ca. 0.2 kW Heizleistung eingespeist. Ein dampfförmiger Methanol-Wasser-Strom von 7 kg/h wird am Kopf von K2 entnommen. Dieser Methanol-Wasser-Strom wird mit dem Methanol-Wasser-Strom der ersten Reaktionskolonne vereint und der Rektifikationskolonne zugeführt. Die Rektifikationskolonne wird bei ca. 1.1 bar betrieben. Am Sumpf der Rektifikationskolonne wird ein flüssiger Wasserstrom von 1.8 kg/h abgeführt. Am Kopf der Rektifikationskolonne wird ein
25 dampfförmiger Methanolstrom von 46.2 kg/h entnommen, in einem Wärmetauscher auf 75 °C vorgewärmt und dann einem ersten Verdichter zugeführt. In diesem Verdichter wird der Strom auf 1.7 bar verdichtet. Anschließend wird der Strom aufgeteilt, ein Strom von 28.5 kg/h wird zu den Reaktionskolonnen zurückgeführt. Der Rest von 17.7 kg/h wird einer zweistufigen Verdichtung mit Zwischenkühlung zugeführt. Im Verdichter 2 wird auf 4.9 bar und 180 °C verdichtet. In der
30 anschließenden Zwischenkühlung wird der Strom auf ca. 140 °C abgekühlt, wobei ca. 0.36 kW an Wärme über Wasser als Wärmeträgermedium abgeführt werden. Im Verdichter 3 wird der Strom schließlich auf 6.2 bar und 160 °C verdichtet. Im nachfolgenden Kondensator, der zugleich der Verdampfer der Rektifikationskolonne <300> ist, werden die ca. 5 kW an Heizleistung für die Rektifikationskolonne zur Verfügung gestellt. Dem flüssigen Methanolstrom werden 4.7 kg/h
35 Frischmethanol zugeführt und der gemischte Strom der Rektifikationskolonne am Kopf als Rücklauf aufgegeben. Das in der Verdichterzwischenkühlung erwärmte Wärmeträgermedium wird genutzt, um Energie über die Verdampfer der beiden Reaktionskolonnen einzuspeisen. Auf diese Weise können ca. 51 % der benötigten Heizleistung über die Zwischenkühlung zur Verfügung gestellt werden. Nur die restlichen 49 % müssen mit Hilfe von Niederdruckdampf über die Verdampfer
40 bereitgestellt werden.

Ergebnis: Die vorliegende Erfindung ermöglicht eine effiziente Verwendung der bei der Zwischenkühlung der Verdichterstufen ansonsten ungenutzt dissipierenden Energie.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR , wobei R ein C_1 bis C_6 -Kohlenwasserstoffrest ist, und wobei M_A ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, ist, wobei:
- 5 (a1) ein Eduktstrom S_{AE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{AE2} umfassend M_AOH im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_A zu einem Rohprodukt RP_A umfassend M_AOR , Wasser, ROH, M_AOH umgesetzt wird,
- 10 wobei am unteren Ende von RR_A ein Sumpfproduktstrom S_{AP} umfassend ROH und M_AOR entnommen wird und am oberen Ende von RR_A ein Brüdenstrom S_{AB} umfassend Wasser und ROH entnommen wird,
- 15 (a2) und gegebenenfalls, gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt (a1), ein Eduktstrom S_{BE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{BE2} umfassend M_BOH im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_B zu einem Rohprodukt RP_B umfassend M_BOR , Wasser, ROH, M_BOH umgesetzt wird, wobei M_B ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium ist,
- 20 wobei am unteren Ende von RR_B ein Sumpfproduktstrom S_{BP} umfassend ROH und M_BOR entnommen wird und am oberen Ende von RR_B ein Brüdenstrom S_{BB} umfassend Wasser und ROH entnommen wird,
- (b) der Brüdenstrom S_{AB} , und, wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, der Brüdenstrom S_{BB} , vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} , in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet wird, und in RD_A in einen ROH umfassenden Brüdenstrom S_{B2} mit einem Druck p_{B2} und einer Temperatur T_{B2} am Kopf von RD_A und einen Wasserstrom S_W am Sumpf von RD_A aufgetrennt wird,
- 25 (c) mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{B2} verdichtet wird, wodurch ein gegenüber S_{B2} verdichteter Brüdenstrom S_{B3} mit einem Druck $p_{B3} > p_{B2}$ und einer Temperatur $T_{B3} > T_{B2}$ erhalten wird,
- 30 (d) Energie von S_{B3} auf mindestens einen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} übertragen wird, und, wenn Schritt (a2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf mindestens einen von RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} übertragen wird,
- 35 wodurch ein Brüdenstrom S_{B4} mit einem geringeren Energiegehalt als S_{B3} erhalten wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei R Methyl oder Ethyl ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei S_{AE2} neben $MAOH$ mindestens eine weitere Verbindung ausgewählt aus Wasser, ROH umfasst und wobei, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, S_{BE2} neben $MeOH$ mindestens eine weitere Verbindung ausgewählt aus Wasser, ROH umfasst.
- 5 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Rektifikationskolonne RD_A , die Reaktionskolonne RR_A und, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, die Reaktionskolonne RR_B in einem Kolonnenmantel untergebracht sind, wobei die Kolonne mindestens teilweise durch mindestens eine Trennwand und, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, durch mindestens zwei Trennwände, unterteilt ist, wobei die mindestens eine Trennwand bzw. die mindestens zwei
- 10 Trennwände bis zum Boden der Kolonne durchgezogen sind.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei 10 bis 90 Gew.-%, des Brüdenstromes S_{B2} als Eduktstrom S_{AE1} und, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich als Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt werden.
- 15 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei in Schritt (d) mit S_{B3} mindestens einer von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} beheizt wird, und, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich mit S_{B3} mindestens einer von RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} , S_{BB} beheizt wird.
- 20 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei RR_A mindestens einen Verdampfer aufweist und wobei, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, RR_B mindestens einen Verdampfer aufweist.
8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei RR_A mindestens einen Sumpfverdampfer V_{SA} aufweist und
- 25 wobei, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, RR_B mindestens einen Sumpfverdampfer V_{SB} aufweist.
9. Verfahren nach Anspruch 8, wobei S_{B3} mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SA} an der Reaktionskolonne RR_A geleitet wird und S_{AP} mindestens teilweise über V_{SA} geleitet wird, so dass Energie von S_{B3} auf S_{AP} übertragen wird und, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, alternativ
- 30 oder zusätzlich S_{B3} mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SB} an der Reaktionskolonne RR_B geleitet wird und S_{BP} mindestens teilweise über V_{SB} geleitet wird, so dass Energie von S_{B3} auf S_{BP} übertragen wird.
10. Verfahren nach Anspruch 8, wobei S_{B3} einen von RP_A , S_{AE1} , S_{AE2} , S_{AP} , S_{AB} , RP_B , S_{BE1} , S_{BE2} , S_{BP} oder S_{BB} verschiedenen Wärmeträger W_1 kontaktiert, so dass Energie von S_{B3} auf den
- 35 mindestens einen Wärmeträger W_1 übergeht, und W_1 dann mindestens teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SA} an der Reaktionskolonne RR_A geleitet wird und S_{AP} mindestens teilweise über V_{SA} geleitet wird, wobei Energie von W_1 auf S_{AP} übertragen wird und, falls Schritt (a2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich, bevorzugt zusätzlich, W_1 dann mindestens teilweise

über einen Sumpfverdampfer V_{SB} an der Reaktionskolonne RR_B geleitet wird und S_{BP} mindestens teilweise über V_{SB} geleitet wird, wobei Energie von W_1 auf S_{BP} übertragen wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, wobei W_1 Wasser ist.

5

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, wobei in einem Schritt (e) der Brüdenstrom S_{B4} zur Beheizung der Rektifikationskolonne RD_A eingesetzt und/oder in diese zurückgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, welches kontinuierlich durchgeführt wird.