

Kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von 2-Ethylhexylacrylat

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von 2-Ethylhexylacrylat (2-EHA) aus einem, unter einem Absolutdruck im Bereich von 0,5 bis 100 bar stehenden, flüssigen Gemisch (1), welches eine Temperatur im Bereich von 0 bis 300°C aufweist, umfassend 2-EHA, mindestens einen Schwersieder, mindestens einen homogenen Katalysator und mindestens einen Leichtsieder.

10

Die Herstellung von 2-EHA ist beispielsweise in DE 10246869 A1 (BASF AG) offenbart. Hier wird bei der Herstellung von (Meth)Acrylsäureestern auch das Nebenprodukt 2-EHA erzeugt. Bei dem Verfahren nach D1 erfolgt die säurekatalysierte Veresterung von Acrylsäure mit dem 2-Ethylhexanol in homogener flüssiger Phase, wobei man die Veresterung in einer Reaktionszone durchführt, die mit mindestens einer Destillationseinheit ausgerüstet ist, über welche man das bei der Veresterung gebildete Wasser zusammen mit 2-Ethylhexen, 2-Ethylhexanol und 2-EHA abtrennt, kondensiert und in eine wässrige und eine organische Phase auftrennt.

15

- DE 10246869 A1 (BASF AG) offenbart weiter, dass die Gewinnung von 2-EHA über eine thermische Behandlung eines Rückstands, welcher aus der Rückstandsdestillation entsteht, realisiert wird. Die thermische Behandlung erfolgt mittels eines diskontinuierlichen Verfahrens in einem Rührbehälter, welcher auch als „Batchprozess“ bezeichnet wird. Im Detail erfolgt die thermische Behandlung bevorzugt bei 140 bis 200 °C und einem Absolutdruck von 20 bis 300 mbar in einem Rührapparat. Diese thermische Behandlung führt zu Spaltreaktionen, die unerwünscht sind. Die bei den Spaltreaktionen entstehenden Spaltrückstände, hauptsächlich das Wertprodukt 2-EHA, 2-Ethylhexanol, Acrylsäure und ein Isomerengemisch aus 2-Ethylhexenen, werden kontinuierlich abgetrennt, kondensiert und wieder der Veresterung beim Herstellprozess von 2-EHA zugeführt. Die Spaltrückstände, die noch pumpfähig sind, werden entsorgt und hierbei beispielsweise verbrannt. Diese Spaltrückstände enthalten in der Regel 25 bis 35% Veresterungskatalysator, 20 bis 30% Wertprodukt 2-EHA, 10 bis 20% Oxyester, 2 bis 3% Inhibitoren und 25 bis 30% Schwersieder. Die Spaltrückstände können, falls gewünscht, nochmals teilweise zu 0 bis 80% in den Prozess zurückgeführt werden. Um die Pumpfähigkeit zu verbessern, können die Spaltrückstände typischerweise mit Lösungsmitteln, wie z.B. Oxoöl, vermischt und anschließend beispielsweise thermisch verwertet werden. Diese Vorgehensweise ist jedoch aufgrund der zusätzlich benötigten Mittel mit mehr Aufwand und höheren Kosten verbunden. Nachteilig an diesem Verfahren ist, dass trotz möglicher Optimierungen gegen Ende des Batchprozesses aufgrund der sehr hohen Konzentration an homogenen Katalysator bei der Spaltung der Schwersieder nicht mehr das Wertprodukt 2-EHA, sondern bevorzugt ein Isomerengemisch aus 2-Ethylhexenen entsteht. Diese Leichtsieder können nicht mehr im Prozess eingesetzt werden und müssen entsorgt werden. Außerdem führt die lange Verweilzeit in dem Batchprozess zur weiteren Bildung von nicht mehr spaltbaren Polymeren und dadurch zu einem starken Anstieg der Viskosität des Rückstandes. Das zur Verdünnung notwendige Lösungsmit-

20

25

30

35

40

tel führt zu Mehraufwand und höheren Kosten und zudem wird noch die Rückstandsmenge erhöht.

Effizientere Verfahren zur Gewinnung oder Abtrennung von 2-EHA sind nicht bekannt.

- 5 Zu einem anderen Verfahren zur Gewinnung eines anderen Wertproduktes, nämlich Cyclo-dodecatrien (CDT), existiert die Offenbarung EP 1907342 B1 (BASF SE), welche ein kontinuierliches Verfahren auf Basis einer Druckhaltevorrichtung und eines Wendelrohrverdampfers beschreibt. Aufgrund der geringen Verweilzeit der Lösung im Wendelrohrverdampfer werden hierbei unerwünschte Spaltrückstände in der Lösung umfassend CDT, Schwersieder und weitere
- 10 Polymere signifikant reduziert. Über einen nachgeschalteten Schwerkraftabscheider werden Flüssigkeit und Gas voneinander getrennt. Im Kondensat befindet sich dann im Wesentlichen das Wertprodukt CDT.

- 15 Wendelrohrverdampfer sind allgemein bekannt, so sind diese beispielsweise in der Patentanmeldung DE 19600630 A1 (Bayer AG), beschrieben. Hier wird ein Verdampfungsapparat offenbart, bei dem die mechanische Krafteinwirkung zum Freihalten der Wärmetauscherfläche nicht durch rotierende Einbauten, sondern durch Strömungskräfte bewirkt wird. Dieser Verdampfungsapparat besteht aus nur einem einzelnen, gewendelten Rohr, das von außen beheizt wird. Dieser Einrohrverdampfer wird nun so betrieben, dass die Lösung bzw. Suspension unter Abso-
- 20 lutdruck überhitzt in den Apparat eingespeist wird, so dass bereits am Anfang des Apparates ein Teil der flüchtigen Bestandteile der Lösung ausdampfen. Dieser Dampf übernimmt die Funktion des Transportes der zäher werdenden Lösung bzw. Suspension durch den Apparat und sorgt für das Freihalten der Wärmeübertragerfläche.

- 25 Es stellte sich die Aufgabe ein neues, effizienteres Verfahren zur Verdampfung des Wertproduktes 2-EHA aus einem Gemisch (1), welches beispielsweise als Reaktionsaustrag bei der Herstellung von (Meth)Acrylsäureestern durch eine säurekatalysierte Veresterung von Acrylsäure mit 2-Ethylhexanol entsteht, bereitzustellen. Die Herstellung von (Meth)Acrylsäureestern kann beispielsweise durch das Verfahren nach DE 10246869 A1 (BASF AG) ermöglicht werden. Zugleich sollte das neue, effizientere Verfahren auch die Investitionskosten sowie den
- 30 Aufwand für den Anlagen- bzw. Apparateaufbau möglichst geringhalten.

Solch ein Gemisch (1) umfasst 2-EHA, mindestens einen Schwersieder, mindestens einen homogenen Katalysator und mindestens einen Leichtsieder.

- 35 Im Folgenden werden bevorzugte und beispielhafte Ausgestaltungen für die Masseanteile der im Gemisch (1) enthaltenden Komponenten in Gewichtsprozent dargestellt, wobei die Summe aus 2-EHA, den Schwersiedern, dem homogenen Katalysator, den Leichtsiedern und zusätzlichen Komponenten 100 Gew.-% ergibt. Die zusätzlichen Komponenten beeinflussen das erfindungsgemäße Verfahren nur unwesentlich, so dass diese zusätzlichen Komponenten für das
- 40 erfindungsgemäße Verfahren nicht von relevanter technischer Bedeutung sind.

Eine bevorzugte Ausgestaltung für die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent ist wie folgt gegeben:

- 2-EHA: $\geq 10,0$ Gew.-%
 - Schwersieder: $\geq 0,3$ Gew.-%
 - Polymere: 0,1 - 10,0 Gew.-%
 - 3-(2-Ethylhexoxy)-
Propionsäure-2-Ethylhexylester: $\geq 0,1$ Gew.-%
 - 2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester: 0,1 - 12,0 Gew.-%
 - Homogener Katalysator: 0,1 - 15,0 Gew.-%
 - Leichtsieder: 0,1 - 20,0 Gew.-%
 - Wasser: 0 - 15,0 Gew.-%
 - Acrylsäure: 0 - 15,0 Gew.-%
 - 2-Ethylhexanol: 0 - 15,0 Gew.-%
 - 2-Ethylhexen-Isomere: 0 - 15,0 Gew.-%
 - Zusätzliche Komponenten: 0 - 10,0 Gew.-%
- 20 In einer besonders bevorzugten Ausgestaltung sind im Folgenden die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent aufgeführt:
- 2-EHA: 20,0 - 80,0 Gew.-%
 - Schwersieder: 0,3 - 60 Gew.-%
 - Polymere: 0,1 - 6,0 Gew.-%
 - 3-(2-Ethylhexoxy)-
Propionsäure-2-Ethylhexylester: 0,1 - 45,0 Gew.-%
 - 2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester: 0,1 - 10,0 Gew.-%
 - Homogener Katalysator: 0,1 - 15,0 Gew.-%
 - Leichtsieder: 0,1 - 15,0 Gew.-%
 - Wasser: 0 - 10,0 Gew.-%
 - Acrylsäure: 0 - 10,0 Gew.-%
 - 2-Ethylhexanol: 0 - 10,0 Gew.-%
 - 2-Ethylhexen-Isomere: 0 - 10,0 Gew.-%
 - Zusätzliche Komponenten: 0 - 6,0 Gew.-%

In einer beispielhaften Ausgestaltung sind im Folgenden die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent aufgeführt:

5	Wasser	0,2 Gew.-%
	2-Ethylhexen-Isomere	0,3 Gew.-%
	Acrylsäure	0,6 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	0,4 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat (2-EHA)	84,5 Gew.-%
10	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	4,0 Gew.-%
	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	4,4 Gew.-%
	Polymere	4,3 Gew.-%
	p-Toluolsulfonsäure als homogener Katalysator	1,1 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten	0,2 Gew.-%

15

In einer weiteren beispielhaften Ausgestaltung sind im Folgenden die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent aufgeführt:

20

	Wasser	4,0 Gew.-%
	2-Ethylhexen-Isomere	4,5 Gew.-%
	Acrylsäure	4,1 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	6,0 Gew.-%
25	2-Ethylhexylacrylat (2-EHA)	10,7 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	50,0 Gew.-%
	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	10,0 Gew.-%
	Polymere	10,0 Gew.-%
	p-Toluolsulfonsäure als homogener Katalysator	0,5 Gew.-%
30	Zusätzliche Komponenten	0,2 Gew.-%

35

In einer weiteren beispielhaften Ausgestaltung sind im Folgenden die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent aufgeführt:

	Wasser	0,7 Gew.-%
	2-Ethylhexen-Isomere	1,1 Gew.-%
	Acrylsäure	0,4 Gew.-%
40	2-Ethylhexanol	0,5 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat (2-EHA)	12,4 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	79,8 Gew.-%
	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	3,0 Gew.-%

- | | | |
|--|---|------------|
| | Polymere | 1,0 Gew.-% |
| | p-Toluolsulfonsäure als homogener Katalysator | 0,8 Gew.-% |
| | Zusätzliche Komponenten | 0,3 Gew.-% |
- 5 In einer weiteren beispielhaften Ausgestaltung sind im Folgenden die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent aufgeführt:
- | | | |
|----|--|-------------|
| | Wasser | 0,8 Gew.-% |
| 10 | 2-Ethylhexen-Isomere | 1,0 Gew.-% |
| | Acrylsäure | 0,5 Gew.-% |
| | 2-Ethylhexanol | 0,4 Gew.-% |
| | 2-Ethylhexylacrylat (2-EHA) | 60,3 Gew.-% |
| | 3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester | 11,0 Gew.-% |
| 15 | 2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester | 0,4 Gew.-% |
| | Polymere | 1,6 Gew.-% |
| | p-Toluolsulfonsäure als homogener Katalysator | 15,0 Gew.-% |
| | Zusätzliche Komponenten | 9,0 Gew.-% |
- 20 In einer weiteren beispielhaften Ausgestaltung sind im Folgenden die einzelnen Komponenten des Gemisches (1) und deren Masseanteile bezogen auf das Gemisch (1) in Gewichtsprozent aufgeführt:
- | | | |
|----|--|-------------|
| 25 | Wasser | 0,4 Gew.-% |
| | 2-Ethylhexen-Isomere | 0,1 Gew.-% |
| | Acrylsäure | 0,4 Gew.-% |
| | 2-Ethylhexanol | 0,9 Gew.-% |
| | 2-Ethylhexylacrylat (2-EHA) | 52,5 Gew.-% |
| 30 | 3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester | 28,8 Gew.-% |
| | 2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester | 5,8 Gew.-% |
| | Polymere | 3,0 Gew.-% |
| | p-Toluolsulfonsäure als homogener Katalysator | 4,1 Gew.-% |
| | Zusätzliche Komponenten | 4,0 Gew.-% |
- 35 Unter gleichem Druck, z.B. Normaldruck, besitzen hierbei die Leichtsieder eine niedrigere Siedetemperatur als 2-EHA und die Schwertsieder eine höhere Siedetemperatur als 2-EHA. Der Siedepunkt bei Normaldruck liegt beim 2-EHA bei 218°C. Unter Normaldruck befinden sich in der Regel die Leichtsieder in einem Bereich von 50 bis 215°C und die Schwertsieder in einem
- 40 Bereich von 220 bis 400°C.

Das neue Verfahren sollte die Bildung von Spaltrückständen und dabei auch die Bildung von Polymeren vermeiden oder zumindest deutlich reduzieren, da diese Phänomene zu einer zu hohen Viskosität des Rückstandes führen und das Verfahren somit sehr aufwendig wird.

- 5 Zusätzlich sollte dieses Verfahren einen ähnlichen Reaktionsaustrag an 2-EHA pro Kilogramm im Vergleich zu einem Batchprozess, wie beispielhaft nach DE 10246869 A1 (BASF AG), produzieren und eine gleiche oder verbesserte Qualität bezüglich Farbe, Farbstabilität, Geruch und/oder Reinheit liefern. Darüber hinaus sind die Verluste an Wertprodukt 2-EHA durch Restgehalte im Sumpfausgang und die Bildung von Leichtsiedern (z.B. 2-Ethylhexen-Isomere) und
10 Schwersiedern (z.B. Polymere) zu minimieren. Dadurch wird das Verfahren auch weniger energieaufwendig.

- Diese Aufgabe wurde erfindungsgemäß durch ein kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von 2-Ethylhexylacrylat (2-EHA) aus einem, unter einem Absolutdruck im Bereich von 0,5 bis
15 100 bar stehenden, flüssigen Gemisch (1), welches eine Temperatur im Bereich von 0 bis 300°C aufweist, umfassend 2-EHA, mindestens einen Schwersieder, mindestens einen homogenen Katalysator und mindestens einen Leichtsieder gelöst, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man das Gemisch (1) über eine Druckhaltevorrichtung (3) auf ein Absolutdruckniveau im Bereich von 0,1 bis 10 bar entspannt, das dadurch erhaltene, zweiphasige gas/flüssig Ge-
20 misch (16) einem Wendelrohrverdampfer (4) kontinuierlich zuführt und dort bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 300°C durch partielle Verdampfung die flüssige Phase des zweiphasigen gas/flüssig Gemisches in ihrem Gehalt an 2-EHA verringert und entsprechend die gasförmige Phase des zweiphasigen gas/flüssig Gemisches in ihrem Gehalt an 2-EHA erhöht und beide Phasen in Form eines resultierenden zweiphasigen gas/flüssig Ausgangsstroms (17) ab-
25 leitet.

Weiterhin betrifft die Erfindung bevorzugte Ausgestaltungen des Verfahrens gemäß den Ansprüchen 2 bis 18.

- 30 Es wurde herausgefunden, dass in einem kontinuierlichen Prozess mit kurzen Verweilzeiten, z.B. im Bereich von 0,3 bis 10 Minuten, die Bildung von Leichtsiedern aus Isomeren des 2-Ethylhexens und die Bildung von schwersiedenden Polymeren weitgehend verhindert werden kann. Folglich können somit die Spaltrückstände verhindert oder zumindest deutlich reduziert werden.

- 35 Weiterhin wurde herausgefunden, dass das erfindungsgemäße Verfahren nicht nur bei möglichst geringer Verweilzeit, sondern auch bei niedriger Temperatur und niedrigem Absolutdruck durchgeführt werden sollte.

- 40 Demgemäß könnte daher ein Dünnschichtverdampfer oder Kurzwegverdampfer - ggf. in Kombination mit einem vorgeschalteten Fallfilmverdampfer, Zwangsumlaufverdampfer oder Zwangsumlaufentspannungsverdampfer – eingesetzt werden. Dünnschichtverdampfer oder

Kurzwegverdampfer werden u.a. in der folgenden zitierten Dissertation auf den Seiten 44 bis 46 beschrieben:

- 5 M. Dippel, Entwicklung einer Methode zur Ermittlung produktschonender Betriebs- und Designparameter von Wärmeübertragerrohren für temperaturempfindliche Prozessströme, Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum, 2016.

Das Verfahren erweist sich jedoch aufgrund der hierbei eingesetzten Apparate als verfahrenstechnisch aufwendig. Nachteilig bei diesem Apparatekonzept sind ferner die vergleichsweisen hohen Investitionskosten für die Kombination Fallfilmverdampfer-Dünnschichtverdampfer und
10 die hohen variablen Kosten für den Betrieb des Dünnschichtverdampfers. Weiterhin ist der Einsatz von Verdampferbauarten wie Fallfilmverdampfern, Zwangsumlauf- und Zwangsumlaufentspannungsverdampfern mit erheblichen verfahrenstechnischen Risiken verbunden, da die in einem Zulaufstrom enthaltenen, hochsiedenden Komponenten sowie die evtl. bei der Eindampfung entstehenden Zersetzungsprodukte zur Belagsbildung an heißen Flächen neigen. Darüber
15 hinaus kann es auch in Dünnschichtverdampfern zur Bildung von Belägen - z. B. am innenliegenden Wischersystem - kommen, was zu Betriebsausfällen führen kann.

Es wurde herausgefunden, dass man erfindungsgemäß die Schwersiederabtrennung in einem vergleichsweise einfach aufgebauten Apparat - dem Wendelrohrverdampfer (4) - ohne externe
20 Durchmischung des Flüssigkeitsfilmes und unter Vermeidung von Belagsbildung an den beheizten Wänden durchführen kann. Das hätte der Fachmann nicht erwartet, da im Vergleich zum herkömmlichen Dünnschichtverdampfer deutlich größere Wärmestromdichten und daraus resultierend deutlich größere treibende Temperaturdifferenzen in einem Wendelrohrverdampfer vorliegen, was üblicherweise eine Zunahme der Polymerbildung und der Belagsbildung zur Folge
25 hat.

Obwohl kein oder nur sehr wenig weiteres Wertprodukt 2-EHA im erfindungsgemäßen Prozess erzeugt wird, zeigt die Gesamtbilanz nach dem Prozess, dass mit dem erfindungsgemäßen Prozess im Vergleich zu einem Batchprozess, wie z.B. dem Batchprozess nach DE 10246869
30 A1 (BASF AG), ein ähnlicher Ertrag an 2-EHA gewonnen wird. Aufgrund der Verhinderung der Bildung von Schwersiedern im erfindungsgemäßen Prozess ist der anfallende Rückstand (10) auch ohne Verdünnungsmittel noch pumpfähig.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird, bedingt durch die geringe Verweilzeit des zweiphasigen
35 gas/flüssig Gemisches (16) im Wendelrohrverdampfer (4), die Bildung von Polymeren infolge einer zu hohen thermischen Belastung wirksam verhindert oder zumindest deutlich reduziert im Vergleich zu einem Batchprozess wie oben erwähnt. Hierbei befinden sich die Temperaturen im Wendelrohrverdampfer (4) im Bereich von 50 bis 300°C, vorzugsweise im Bereich von 100 bis 200°C und besonders bevorzugt im Bereich von 140 bis 160°C.

40 Somit bleiben die Verluste an 2-EHA durch Polymerbildung im Verdampfersystem entgegen bisheriger Erfahrungen mit herkömmlichen Verdampferkonzepten sehr gering, im bevorzugten Fall kleiner als 1 Gew.-% bezogen auf das Gemisch (1).

Es wird somit eine neue und verfahrenstechnisch effiziente Lösung zur Gewinnung von 2-EHA bereitgestellt, welche neben einem geringen apparativen Aufwand hohe Standzeiten und geringe Betriebskosten ermöglicht.

- 5 In einer vorteilhaften Ausführungsform des Verfahrens erwärmt vor der Druckhaltevorrichtung (3) ein Vorwärmer (2) das flüssige Gemisch (1) auf eine Temperatur im Bereich von 100 bis 200°C, falls das Gemisch (1) nicht eine Temperatur von mindestens 100°C aufweist.

- 10 Hierdurch werden Effekte wie Verschmutzungen und/oder Anbackungen vermieden, da das Gemisch (1) gleich zu Beginn eine erhöhte Temperatur aufweist und somit eine niedrigere Viskosität besitzt.

- In einer bevorzugten Ausführungsform betreibt man den Wendelrohrverdampfer (4) bei einem Absolutdruck im Bereich von 1 bis 2000 mbar.

- 15 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird in einem einmaligen Durchgang durch den Wendelrohrverdampfer (4) der Anteil an 2-EHA in der flüssigen Phase auf einen Gehalt kleiner als 20 Gew.-% 2-EHA reduziert.

- 20 In einer besonders bevorzugten Ausgestaltung wird in einem einmaligen Durchgang durch den Wendelrohrverdampfer (4) der Anteil an 2-EHA in der flüssigen Phase auf einen Gehalt kleiner als 10 Gew.-% 2-EHA reduziert.

- 25 Dies wird über den erfindungsgemäßen Einsatz des Wendelrohrverdampfers (4) und die Prozessparameter wie beispielsweise die Ausgangstemperatur des Gemisches (1) nach dem Vorwärmer (2) ermöglicht. Somit ergibt sich ein effizientes Verfahren, indem 2-EHA weitestgehend nicht im Rückstand (10) verloren geht.

- 30 In einer bevorzugten Ausführungsform beträgt die Bildung von 2-Ethylhexen-Isomeren im Verfahren weniger als 2 Gew.-% bezogen auf das Gemisch (1). Dies wird u.a. über eine geringe Verweilzeit und/oder eine niedrige Temperatur im Wendelrohrverdampfer ermöglicht.

- 35 Es ist vorzugsweise auch möglich, einen Teil der aus dem Wendelrohrverdampfer (4) entnommenen flüssigen Phase des zweiphasigen gas/flüssig Ausgangsstroms (17) erneut dem Wendelrohrverdampfer (4) zur weiteren partiellen Verdampfung zuzuführen. Hierdurch kann die Aufreinigung des Destillats (9) weiter verbessert werden.

Je nach Aufwand und Gemischzusammensetzung kann auch eine nahezu vollständige Abtrennung von 2-EHA aus dem Gemisch (1) erreicht werden.

- 40 In einer weiteren Ausführungsform kann dem zweiphasigen gas/flüssig Gemisch (16) nach der Druckhaltevorrichtung (3) ein Strippgas (7), beispielsweise durch eine Zuführleitung, zugegeben werden, so dass man die partielle Verdampfung im Wendelrohrverdampfer (4) in Gegenwart eines Strippgas (7) durchführt. Das Strippgas (7) kann vorzugsweise Wasserdampf oder ein Inertgas, vorzugsweise Stickstoff, oder eine Mischung aus verschiedenen Gasen, darstellen,

welcher/welches den Partialdruck der verdampfbaren Komponenten im Gemisch (1) absenkt und die Gasgeschwindigkeit erhöht.

Bevorzugt kann die Zuführung von Strippgas (7) sein, um eine bevorzugte Strömungsform im Wendelrohrverdampfer (4) zu erreichen und/oder um die Verweilzeit des zweiphasigen

- 5 gas/flüssig Gemisches (16) im Wendelrohrverdampfer (4) einzustellen. Zudem können Leichtsiederreste durch das Strippen aus dem gas/flüssig Gemisch (16) entfernt werden. Die Strippgasmenge zum Wendelrohrverdampfer (4) liegt bezogen jeweils auf das Gemisch (1) bevorzugt im Bereich von größer 0 bis 50 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von größer 0 bis 20 Gew.-% und ganz besonders bevorzugt im Bereich von größer 0 bis 5 Gew.-%. Dieser so
- 10 bezeichnete Gesamtzulaufstrom umfasst das Gemisch (1) und das Strippgas (7).

Das Strippgas (7) kann sich auch vorzugsweise mit Leichtsieder beladen und dadurch kann die Abtrennung der Leichtsieder im Wendelrohrverdampfer besser erfolgen.

- 15 Generell kann die Verweilzeit durch die Strömungsgeschwindigkeit bzw. die Geometrie des Wendelrohrverdampfers (4), welcher ein Wendelrohr (5) besitzt, vorgegeben werden. Die Verweilzeit im Wendelrohrverdampfer (4) und dem zugehörigen Rohrleitungssystem wird bevorzugt im Bereich von 0,3 bis 10 Minuten, besonders bevorzugt im Bereich von 0,5 bis 2 Minuten, eingestellt. Besonders werden die thermische Zersetzung (Spaltreaktion) des Zielproduktes und die Polymerbildung hierbei vermindert oder sogar komplett vermieden.

20

Das Verfahren wird in der Regel kontinuierlich durchgeführt, prinzipiell ist es aber auch möglich, die Abtrennung absatzweise kontinuierlich durchzuführen.

- 25 Des Weiteren kann es sich unter besonderen Umständen empfehlen das Wendelrohr (5) im Wendelrohrverdampfer (4) innen und / oder außen zu berippen. Darunter versteht man die Anbringung von Rippen an der Innen- oder Außenseite des Wendelrohres (5). Diese Rippen bewirken, dass die Leistung des Wendelrohres (5) verbessert wird. Diese Verbesserung kommt sowohl durch Bereitstellung einer größeren Wärmeübertragungsfläche als auch durch die Erzeugung von zusätzlichen Turbulenzen zustande. Weiterhin kann man das Wendelrohr (5) in-
- 30 nen vollständig oder teilweise mit Drahtgestriken ausstatten. Hierunter versteht man das Einbringen von Drahtgestriken in das Wendelrohr (5), wodurch der Wärme- und Stoffübergang verbessert wird.

- 35 In einer weiteren Ausführungsform ist es möglich, dass man anstatt eines einzelnen Wendelrohrverdampfers (4) zwei oder mehrere Wendelrohrverdampfer (4) zu einer Verdampferkaskade hintereinander schaltet und das der Verdampferkaskade zufließende gas/flüssig Gemisch (16), durch partielle Verdampfung der flüssigen Phase, in seinem Gehalt an 2-EHA in seiner flüssigen Phase stufenweise verringert.

- 40 In dieser Variante kann es vorteilhaft sein, die einzelnen Wendelrohrverdampfer der Verdampferkaskade bei unterschiedlichen oder gleichen Drücken, vorzugsweise im Bereich von 1 bis 2000 mbar und besonders bevorzugt im Bereich von 5 bis 200 mbar, zu betreiben.

- In einer weiteren Ausführungsform ist es möglich, dass man anstatt eines einzelnen Wendelrohrverdampfers (4) zwei oder mehrere Wendelrohrverdampfer (4) zu einer Verdampferkaskade parallel schaltet und man das der Verdampferkaskade zufließende gas/flüssig Gemisch (16), durch partielle Verdampfung der flüssigen Phase, in seinem Gehalt an 2-EHA in seiner flüssigen Phase parallel-aufgeteilt verringert.
- 5 In dieser Variante kann es vorteilhaft sein, den einzelnen Wendelrohrverdampfer der Verdampferkaskade bei unterschiedlichen oder gleichen Drücken, vorzugsweise im Bereich von 1 bis 2000 mbar und besonders bevorzugt im Bereich von 5 bis 200 mbar, zu betreiben.
- 10 Gegebenenfalls kann in einer weiteren Ausführungsform eine Verdampferstufe (jede einzelne Stufe stellt jeweils einen einzelnen Wendelrohrverdampfer dar) der Verdampferkaskade auch zumindest teilweise wärmeintegriert betrieben werden.
- Bevorzugt kann eine Wärmeintegration von beispielsweise zwei Wendelrohrverdampfern (4) folgendermaßen gestaltet sein:
- 15 Ein erster Wendelrohrverdampfer (4) wird bei einem Absolutdruck auf der Produktseite von 200 mbar betrieben und mit 17 bar (abs.) Heizdampf (ca. 204 °C) beheizt. Das in dem ersten Wendelrohrverdampfer (4) anfallende Dampfkondensat mit einer Temperatur von beispielsweise 150°C wird für die Beheizung des zweiten Wendelrohrverdampfer (4), der mit 50 mbar be-
- 20 trieben wird, eingesetzt. Dadurch entsteht der Vorteil, dass ein geringerer Dampfverbrauch stattfindet.
- Durch die entsprechende Einstellung des Betriebspunktes des Wendelrohrverdampfers werden sehr hohe flächenspezifische Leistungen bei geringen Verweilzeiten erzielt.
- 25 Demgemäß konnte im Rahmen von Laborversuchen bis zu 5 kg/h einer 2-EHA enthaltenden Lösung problemlos durch ein gewendeltes Rohr mit einem Innendurchmesser von 6 mm durchströmt werden.
- In einer weiteren Ausführungsform wird der zweiphasige gas/flüssig Ausgangsstrom (17) aus dem Wendelrohrverdampfer (4) in einen nachgeschalteten Abscheider (6), der vorzugsweise ein Schwerkraftabscheider ist, zugeführt.
- 30 Hierbei wird der Schwerkraftabscheider bevorzugt bei einem Absolutdruck im Bereich von 1 bis 2000 mbar, vorzugsweise bei einem Absolutdruck im Bereich von 5 bis 200 mbar und besonders bevorzugt im Bereich von 15 bis 50 mbar betrieben.
- 35 Grundsätzlich könnte auch ein Zentrifugaltropfenabscheider oder ein Abscheider mit Demister anstatt eines Schwerkraftabscheiders eingesetzt werden. All diese Abscheider haben die Aufgabe, Flüssigkeit von Dampf bzw. Gas zu trennen.
- Unter einer Abdampfrate versteht man das Verhältnis aus Destillatmenge und Zulaufmenge.
- 40 Die Abdampfrate kann beispielsweise durch Versuche ermittelt werden.
- Die Abdampfrate des zweiphasigen gas/flüssig Gemisches (16) im Wendelrohrverdampfer (4) bestimmt auch die Konzentration des Wertproduktes 2-EHA im Sumpfprodukt, wobei das

Sumpfpfprodukt sich im Sumpfbereich eines nachgeschalteten Abscheiders (6) ansammelt. Der Abscheider (6) ist vorzugsweise ein Schwerkraftabscheider.

5 Durch die Einstellung der Beheizungstemperatur und des Druckes im Wendelrohrverdampfer (4) wird die Abdampftrate des zweiphasigen gas/flüssig Gemisches (16) festgelegt.

Der Absolutdruck nach der Druckhaltevorrichtung (3) kann während des Betriebes sehr stark variieren: er liegt im erfindungsgemäßen Verfahren im Bereich von 0,1 bis 10 bar. Der Absolutdruck stellt sich in Abhängigkeit von den Betriebsparametern selbst ein. Der Absolutdruck im
10 Abscheider (6) wird im Bereich von 1 bis 2000 mbar, vorzugsweise im Bereich von 5 bis 200 mbar und besonders bevorzugt im Bereich von 15 bis 50 mbar eingestellt.

Der Druck nach der Druckhaltevorrichtung (3) ist unter anderem von folgenden Parametern abhängig:

- 15
- Absolutdruck im Abscheider (6)
 - Länge und Durchmesser des Wendelrohres (5)
 - Stoffeigenschaften, wie z.B. die Dichte oder die Viskosität des flüssigen Gemisches (1)
 - Temperatur nach dem Vorwärmer (2)
 - Massen- und Volumenstrom durch das Wendelrohr (5) des Wendelrohrverdampfers (4)

20

In einer bevorzugten Ausführungsform beträgt die Bildung an Polymeren im Wendelrohrverdampfer (4) und im Abscheider (6) zusammen weniger als 5 Gew.-% bezogen auf das Gemisch (1). Dies wird u.a. über eine geringe Verweilzeit und/oder eine niedrige Temperatur im Wendelrohrverdampfer (4) ermöglicht.

25

Der gasförmige Anteil des in den Abscheider (6) zugeführten zweiphasigen gas/flüssig Ausgangsstroms (17) wird in einer bevorzugten Ausführungsform aus dem Abscheider (6) einem Kondensator (12) zugeführt und im Kondensator (12) zu einem Destillat (9) kondensiert. Dieser gasförmige Anteil wird auch als Brüdenstrom bezeichnet.

30

Ein Brüdenstrom kann in herkömmlichen Kondensatoren (12), wie z. B. Rohrbündelapparaten oder Quenchkondensatoren, zu einem Destillat (9) kondensieren.

Die anfallenden Kondensate, die im Wesentlichen das Wertprodukt 2-EHA enthalten, können in herkömmlichen Destillationseinrichtungen aufgearbeitet oder direkt weiter verwertet werden.

35 Üblicherweise liegt die Konzentration an 2-EHA im Destillat (9) zwischen 30 bis 90 Gew.-%.

Der Sumpfstrom aus dem Abscheider (6) enthält im Wesentlichen, die bei der Reaktion gebildeten Schwertsieder sowie Katalysatoranteile. Der Gehalt an Wertprodukt 2-EHA im Sumpfstrom liegt hier je nach Fahrweise bei weniger als 30 Gew.-%, bevorzugt weniger als 10 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 5 Gew.-%. In einer speziellen Ausführungsform können sogar
40 Restanteile an 2-EHA kleiner als 1 Gew.-% erreicht werden.

In einer weiteren Ausführungsform wird der Absolutdruck im Brüdenstrom auf 1 bis 10^4 mbar, bevorzugt 1 bis 10^3 mbar, besonders bevorzugt 1 bis 200 mbar eingestellt. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform befindet sich der Brüdenstrom bei einem Absolutdruck im Bereich von 1 bis 100 mbar.

5

Durch eine entsprechende Auslegung der Geometrie des Wendelrohrverdampfers (4) und insbesondere seines Wendelrohres (5) kann in einer bevorzugten Ausführungsform in Abhängigkeit des Gesamtmengestromes, des Gasanteiles, des notwendigen Absolutdruckes im Abscheider (6) usw. eine wellige Filmströmung, im Sinne von einer wirbelbehafteten Strömung, im Rohr eingestellt werden. Damit wird ein intensiver Wärme- und Stoffaustausch erreicht. Durch die hohen Durchsätze liegen hohe Wandschubspannungen vor, sodass der Aufbau von Anbackungen an den beheizten Wänden wirkungsvoll vermieden wird.

10

Die Beheizung des Wendelrohrverdampfers (4) kann z. B. durch kondensierenden Dampf oder mit Hilfe eines temperierten Ölkreislaufes erfolgen. Auch eine elektrische Beheizung ist möglich.

15

Eine bevorzugte Geometrie des Wendelrohrverdampfers (4) ist in Figur 1 dargestellt. Darin ist der Parameter d_i der Innendurchmesser des Rohres, D der Krümmungsdurchmesser des Wendelrohres (5) (wird auch als Durchmesser der Wendel bezeichnet) und h ist die Steigung des Wendelrohres (5).

20

Das dimensionslose Krümmungsverhältnis a ist das Verhältnis zwischen dem Innendurchmesser d_i und dem Krümmungsdurchmesser D und wird durch die Formel dargestellt:

$$a = d_i / D$$

Die dimensionslose Steigung b ist das Verhältnis zwischen der Steigung des Wendelrohres h und dem Krümmungsdurchmesser D und wird durch die Formel dargestellt:

25

$$b = h / D$$

Das dimensionslose Krümmungsverhältnis a liegt im Bereich von 0,01 bis 0,5, bevorzugt im Bereich von 0,01 bis 0,4, besonders bevorzugt im Bereich von 0,02 bis 0,2 und am meisten bevorzugt im Bereich von 0,02 bis 0,1.

30

Die dimensionslose Steigung b liegt im Bereich von 0,01 bis 1,0, bevorzugt im Bereich von 0,02 bis 0,8, besonders bevorzugt im Bereich von 0,05 bis 0,5 und am meisten bevorzugt im Bereich von 0,06 bis 0,18.

Hierbei ist die dimensionslose Steigung b unabhängig von dem dimensionslosen Krümmungsverhältnis a einzustellen.

35

Somit sollte ein Wendelrohr (5) im Wendelrohrverdampfer (4), oder jedes einzelne Wendelrohr eines Wendelrohrverdampfers im Fall einer Verdampferkaskade, unabhängig voneinander ein dimensionsloses Krümmungsverhältnis a im Bereich von 0,01 bis 0,5 und eine dimensionslose Steigung b im Bereich von 0,01 bis 1,0 aufweisen.

40

Bevorzugt sollte ein Wendelrohr (5) im Wendelrohrverdampfer (4), oder jedes einzelne Wendelrohr eines Wendelrohrverdampfers im Fall einer Verdampferkaskade, unabhängig voneinander ein dimensionsloses Krümmungsverhältnis a im Bereich von 0,01 bis 0,4 und eine dimensionslose Steigung b im Bereich von 0,02 bis 0,8 aufweisen.

Besonders bevorzugt sollte ein Wendelrohr (5) im Wendelrohrverdampfer (4), oder jedes einzelne Wendelrohr eines Wendelrohrverdampfers im Fall einer Verdampferkaskade, unabhängig

voneinander ein dimensionsloses Krümmungsverhältnis a im Bereich von 0,02 bis 0,1 und eine dimensionslose Steigung b im Bereich von 0,06 bis 0,18 aufweisen.

- Die Auslegung des Wendelrohres durch u.a. die Bestimmung des Krümmungsverhältnis a oder der dimensionslosen Steigung b gelten im Fall von Verdampferkaskaden für alle Wendelrohrverdampfer. Die Einstellung der Parameter für das einzelne Wendelrohr kann unabhängig für jeden einzelnen Wendelrohrverdampfer individuell erfolgen.

- Die Erfindung wird im Folgenden mit Verweis auf die Zeichnungen näher erläutert. Die Zeichnungen sind als Prinzipdarstellungen zu verstehen. Sie stellen keine Beschränkung der Erfindung dar, beispielsweise im Hinblick auf konkrete Abmessungen oder Ausgestaltungsvarianten. Es zeigen:

- Fig 1: Skizze der Geometrie eines Wendelrohres (5) bei einem Wendelrohrverdampfer (4). Es werden die Steighöhe h , der Innendurchmesser d_i und der (Krümmungs-)Durchmesser D des Wendelrohres (5) dargestellt.

- Fig 2: Abbildung zu einem erfindungsgemäßen kontinuierlichen Verfahren zur Gewinnung von 2-EHA, welches die Abtrennung von u.a. Schwersiedern in einer kontinuierlichen Wendelrohrverdampfer-Anlage durchführt.
- Ein flüssiges Gemisch (1) wird einem Vorwärmer (2) zugeführt, anschließend über eine Druckhaltevorrichtung (3) entspannt und als zweiphasiges gas/flüssig Gemisch (16) einem Wendelrohrverdampfer (4) zugeführt. Durch einen Abscheider (6) wird das über einen Kondensator (12) zu kondensierende Destillat (9) von einem Rückstand (10) getrennt. Optional kann das Destillat (9) dem Gemisch (1) vor dem Vorwärmer (2) zugeleitet werden, um das Zielprodukt 2-EHA aufkonzentrieren zu können.

- Fig 3: Abbildung zum diskontinuierlichen Verfahren nach dem Stand der Technik zur Gewinnung von 2-EHA. Ein Gemisch (1) wird einem diskontinuierlich betriebenen Rührbehälter (13) zugeführt. Die Abtrennung von u.a. Schwersiedern erfolgt in dem Rührbehälter (13) mit einer außenliegenden Beheizung, wobei die Beheizung durch einen Heizdampf (14) erfolgen kann und dessen resultierenden Kondensat (15) aus dem Rührbehälter (13) abgeführt wird. Ein Rückstand (10) wird aus dem Rührbehälter (13) abgeleitet. Ein Brüdenstrom wird aus dem Rührbehälter (13) in einen Kondensator (12) geleitet, in dem der Brüdenstrom kondensiert. Das Destillat (9) mit dem Zielprodukt 2-EHA kann optional wieder in den Prozess zurückgeführt werden.

Liste der verwendeten Bezugszeichen:

- | | |
|---|-----------------------|
| 1 | Gemisch |
| 2 | Vorwärmer |
| 3 | Druckhaltevorrichtung |
| 4 | Wendelrohrverdampfer |
| 5 | Wendelrohr |

- 6 Abscheider
- 7 Strippgas
- 8 Wärmeöl
- 9 Destillat
- 5 10 Rückstand
- 12 Kondensator
- 13 Rührbehälter
- 14 Heizdampf
- 15 Kondensat
- 10 16 Zweiphasiges gas/flüssig Gemisch
- 17 Ausgangsstrom

Beispiele

15

Beispiel 1:

Das Beispiel 1 offenbart eine erfindungsgemäße, kontinuierliche Verfahrensausgestaltung, welche in Figur 2 dargestellt wird. Hierbei erfolgt die Abtrennung der Schwersieder in einer kontinuierlichen Wendelrohrverdampfer-Anlage.

20

Das Wendelrohr (5) hatte in diesem Beispiel folgende Abmessungen:

- | | |
|--------------------------------------|----------------------|
| Innendurchmesser: | $d_i = 7 \text{ mm}$ |
| Krümmungsdurchmesser: | $D = 250 \text{ mm}$ |
| 25 Steigung: | $h = 40 \text{ mm}$ |
| Dimensionslose Steigung: | $b = 0,028$ |
| Dimensionsloses Krümmungsverhältnis: | $a = 0,16$ |

Die aufzuarbeitende Lösung mit einer Konzentration an 2-EHA von 52,5 Gew.-%, beinhaltend Schwersieder wie Polymere und Katalysator, wurde einem mit Marlotherm SH betriebenen Vorwärmer (2) zugeleitet und aufgeheizt. Die Vorerwärmung lag bei 130°C. Die erwärmte Lösung wurde über eine Leitung aus dem Vorwärmer abgeführt. Der Absolutdruck im Vorwärmer wurde durch eine nachgeschaltete Druckhaltevorrichtung (3), die als Absperrventil mit einem Innendurchmesser von 10 mm ausgeführt war, auf 1,5 bar eingestellt. Als Vorwärmer diente ein herkömmlicher Rohrbündelapparat von 0,1 m² Wärmeübertragerfläche. Die erwärmte Lösung wurde nach der Druckhaltevorrichtung (3) auf einen Absolutdruck von 0,5 bar entspannt und dem Wendelrohrverdampfer (5) bei einer Temperatur von 120°C zugeführt.

Der Absolutdruck im Abscheider (6) betrug 20 mbar. Die Zulaufmenge des Gemisches (1) lag bei 3 kg/h. Die Temperatur im Abscheider (6) betrug 150°C. Die während des Versuches erzielte Abdampftrate lag bei 68 %.

40

Die Zusammensetzung des zulaufenden, flüssigen Gemisches (1) in den Wendelrohrverdampfer (4) war wie in Vergleichsbeispiel 1:

	Wasser	0,4 Gew.-%
5	2-Ethylhexen-Isomere	0,1 Gew.-%
	Acrylsäure	0,4 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	0,9 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat	52,5 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	28,8 Gew.-%
10	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	5,8 Gew.-%
	p-Toluolsulfonsäure	4,1 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten und Polymere	7,0 Gew.-%

Das Destillat (9) von 2,04 kg/h hatte folgende Zusammensetzung:

15	Wasser	0,2 Gew.-%
	2-Ethylhexen-Isomere	2,6 Gew.-%
	Acrylsäure	0,2 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	2,0 Gew.-%
20	2-Ethylhexylacrylat	70,2 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	17,2 Gew.-%
	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	5,2 Gew.-%
	p-Toluolsulfonsäure	2,0 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten und Polymere	0,4 Gew.-%

25

Der Rückstand (10) von 0,96 kg/h hatte folgende Zusammensetzung:

	Wasser	0,1 Gew.-%
	2-Ethylhexen-Isomere	0,1 Gew.-%
30	Acrylsäure	0,3 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	0,9 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat	8,0 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	40,0 Gew.-%
	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	5,0 Gew.-%
35	p-Toluolsulfonsäure	25,0 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten und Polymere	20,6 Gew.-%

Gegenüber dem bestehenden Aufbereitungsverfahren aus dem Stand der Technik, welches im Beispiel 2 dargestellt wird, konnte durch das erfindungsgemäße Verfahren unter Einsatz des Wendelrohrverdampfers die Menge an Rückstand (10) von 0,42 kg/kg Zulauf auf 0,32 kg/kg Zulauf reduziert werden.

40

Außerdem entstand beim Beispiel 2 bedingt durch die auftretende Spaltung in dem bestehenden Aufbereitungsverfahren eine größere Menge an 2-Ethylhexen-Isomeren.

- Gegenüber dem bestehenden Aufbereitungsverfahren konnte durch das erfindungsgemäße Verfahren unter Einsatz des Wendelrohrverdampfers die Menge an 2-Ethylhexen-Isomeren von
- 5 0,12 kg/kg Zulauf auf 0,02 kg/kg Zulauf reduziert werden.

Eine irreversible Belegung der Heizflächen des Wendelrohrverdampfers konnte auch nach mehreren Tagen Betriebszeit nicht beobachtet werden.

10

Vergleichsbeispiel 1:

Das Vergleichsbeispiel 1 beschreibt eine diskontinuierliche Verfahrensausgestaltung nach dem Stand der Technik und wird im Folgenden anhand der Figur 3 näher erläutert.

15

- Die Abtrennung der Schwersieder, welche zum Beispiel Polymere sind, erfolgte in einem diskontinuierlich betriebenen Rührbehälter (13) mit einer außenliegenden Beheizung, wobei die Beheizung über einen Heizdampf (14) erfolgte. Der Rührbehälter hatte ein Volumen von 8 m³. Die Zulaufmenge des Gemisches (1) betrug 6 Tonnen bei einer Temperatur von 120°C. Der
- 20 Absolutdruck im Rührbehälter (12) wurde auf 40 mbar eingestellt. Die Temperatur im Sumpfbereich des Rührbehälters (12) betrug 145°C.

Die Beheizung des Rührbehälters wurde nach 10 Stunden abgestellt.

- 25 Der Brüdenstrom aus dem Rührbehälter wurde in dem Kondensator (12), der als herkömmlichen Rohrbündelwärmeübertrager mit einer Wärmeübertragerfläche von 100 m² ausgeführt war, kondensiert.
- Das Destillat (9) wurde wieder in den Prozess zurückgeführt. In dem Prozess wurden dann die unerwünschten Leichtsieder 2-Ethylhexen-Isomere ausgeschleust und verbrannt.

30

Die Zusammensetzung des zufließenden Gemisches (1) in den Rührbehälter war wie in Beispiel 1:

	Wasser	0,4 Gew.-%
35	2-Ethylhexen-Isomere	0,1 Gew.-%
	Acrylsäure	0,4 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	0,9 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat	52,5 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	28,8 Gew.-%
40	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	5,8 Gew.-%
	p-Toluolsulfonsäure	4,1 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten und Polymere	7,0 Gew.-%

Das Destillat (9) von 4400 kg hatte folgende Zusammensetzung:

	Wasser	0,7 Gew.-%
	2-Ethylhexen-Isomere	16,0 Gew.-%
5	Acrylsäure	1,3 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	14,0 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat	70,0 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	2,3 Gew.-%
	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	0,7 Gew.-%
10	p-Toluolsulfonsäure	0,1 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten und Polymere	0,9 Gew.-%

Bei der Spaltung entstanden 704 kg 2-Ethylhexen-Isomere pro Batchprozess.

Bezogen auf die Zulaufmenge betrug die entstandene Menge an 2-Ethylhexen-Isomere

15 0,12 kg/kg Zulauf.

Der Rückstand (10) von 1600 kg hatte folgende Zusammensetzung:

	Wasser	0,1 Gew.-%
20	2-Ethylhexen-Isomere	0,1 Gew.-%
	Acrylsäure	0,3 Gew.-%
	2-Ethylhexanol	0,9 Gew.-%
	2-Ethylhexylacrylat	21,0 Gew.-%
	3-(2-Ethylhexoxy)-Propionsäure-2-Ethylhexylester	20,0 Gew.-%
25	2-Diacrylsäure-2-Ethylhexylester	5,0 Gew.-%
	p-Toluolsulfonsäure	24,0 Gew.-%
	Zusätzliche Komponenten und Polymere	28,6 Gew.-%

Um die Pumpfähigkeit des Rückstandes (10) zu verbessern, wurde der Rückstand (10) mit

30 900 kg Oxoöl 9N vermischt und anschließend thermisch verwertet.

Die gesamte Rückstandsmenge betrug 2500 kg, bezogen auf den Zulauf betrug die Rückstandsmenge 0,42 kg/kg.

35 Nach wenigen Tagen Betriebszeit musste der Rührbehälter aufgrund von Verschmutzung gereinigt werden. Die sich bildenden Polymere verschmutzen die Innenwand der Rührbehälters, die auch als Wärmeübertragerfläche dient, und führten dazu, dass die notwendige Wärme zur Verdampfung nicht mehr übertragen werden konnte.

Patentansprüche

1. Kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von 2-Ethylhexylacrylat (2-EHA) aus einem, unter einem Absolutdruck im Bereich von 0,5 bis 100 bar stehenden, flüssigen Gemisch (1), welches eine Temperatur im Bereich von 0 bis 300°C aufweist, umfassend 2-EHA, mindestens einen Schwersieder, mindestens einen homogenen Katalysator und mindestens einen Leichtsieder, dadurch gekennzeichnet, dass man das Gemisch (1) über eine Druckhaltevorrichtung (3) auf ein Absolutdruckniveau im Bereich von 0,1 bis 10 bar entspannt, das dadurch erhaltene, zweiphasige gas/flüssig Gemisch (16) einem Wendelrohrverdampfer (4) kontinuierlich zuführt und dort bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 300°C durch partielle Verdampfung die flüssige Phase des zweiphasigen gas/flüssig Gemisches in ihrem Gehalt an 2-EHA verringert und entsprechend die gasförmige Phase des zweiphasigen gas/flüssig Gemisches in ihrem Gehalt an 2-EHA erhöht und beide Phasen in Form eines resultierenden zweiphasigen gas/flüssig Ausgangstroms (17) ableitet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass vor der Druckhaltevorrichtung (3) ein Vorwärmer (2) das flüssige Gemisch (1) auf eine Temperatur im Bereich von 100 bis 200°C aufwärmt, falls das Gemisch (1) nicht eine Temperatur von mindestens 100°C aufweist.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man den Wendelrohrverdampfer (4) bei einem Absolutdruck im Bereich von 1 bis 2000 mbar betreibt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in einem einmaligen Durchgang durch den Wendelrohrverdampfer (4) der Anteil an 2-EHA in der flüssigen Phase auf einen Gehalt kleiner als 20 Gew.-% 2-EHA reduziert wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass in einem einmaligen Durchgang durch den Wendelrohrverdampfer (4) der Anteil an 2-EHA in der flüssigen Phase auf einen Gehalt kleiner als 10 Gew.-% 2-EHA reduziert wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Bildung von 2-Ethylhexen-Isomeren im Verfahren weniger als 2 Gew.-% bezogen auf das Gemisch (1) beträgt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man einen Teil der aus dem Wendelrohrverdampfer (4) entnommenen flüssigen Phase des zweiphasigen gas/flüssig Ausgangstroms (17) erneut dem Wendelrohrverdampfer (4) zur weiteren partiellen Verdampfung zuführt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man dem zweiphasigen gas/flüssig Gemisch (16) nach der Druckhaltevorrichtung (3) ein Strippgas (7) zugibt, so dass man die partielle Verdampfung im Wendelrohrverdampfer (4) in Gegenwart eines Strippgas (7) durchführt.
- 5
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man anstatt eines einzelnen Wendelrohrverdampfers (4) zwei oder mehrere Wendelrohrverdampfer (4) zu einer Verdampferkaskade hintereinander schaltet und das der Verdampferkaskade zufließende gas/flüssig Gemisch (16), durch partielle Verdampfung der flüssigen Phase, in seinem Gehalt an 2-EHA in seiner flüssigen Phase stufenweise verringert.
- 10
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass man anstatt eines einzelnen Wendelrohrverdampfers zwei oder mehrere Wendelrohrverdampfer (4) zu einer Verdampferkaskade parallel schaltet und das der Verdampferkaskade zufließende gas/flüssig Gemisch (16), durch partielle Verdampfung der flüssigen Phase, in seinem Gehalt an 2-EHA in seiner flüssigen Phase parallel-aufgeteilt verringert.
- 15
11. Verfahren gemäß Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass man die einzelnen Wendelrohrverdampfer der Verdampferkaskade bei unterschiedlichen oder gleichen Absolutdrücken im Bereich von 1 bis 2000 mbar betreibt.
- 20
12. Verfahren gemäß Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass man die einzelnen Wendelrohrverdampfer der Verdampferkaskade zumindest teilweise wärmeintegriert betreibt.
- 25
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man den zweiphasigen gas/flüssig Ausgangstrom (17) aus dem Wendelrohrverdampfer (4) in einen nachgeschalteten Abscheider (6), der bei einem Absolutdruck im Bereich von 1 bis 2000 mbar betrieben wird, zuführt.
- 30
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass man den zweiphasigen gas/flüssig Ausgangstrom (17) aus dem Wendelrohrverdampfer (4) in einen nachgeschalteten Abscheider (6), der bei einem Absolutdruck im Bereich von 5 bis 200 mbar betrieben wird, zuführt.
- 35
15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass der nachgeschaltete Abscheider (6) ein Schwerkraftabscheider ist.
- 40
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Bildung an Polymeren im Wendelrohrverdampfer (4) und im Abscheider (6) zusammen weniger als 5 Gew.-% bezogen auf das Gemisch (1) beträgt.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass man den gasförmigen Anteil des in den Abscheider (6) zugeführten zweiphasigen gas/flüssig Ausgangstroms (17) aus dem Abscheider (6) einem Kondensator (12) zuführt und im Kondensator (12) zu einem Destillat (9) kondensieren lässt.
- 5
18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Wendelrohr (5) in dem Wendelrohrverdampfer (4), oder jedes einzelne Wendelrohr eines Wendelrohrverdampfers im Fall einer Verdampferkaskade unabhängig voneinander, ein dimensionsloses Krümmungsverhältnis a im Bereich von 0,01 bis 0,5 und eine dimensionslose Steigung b im Bereich von 0,01 bis 1,0 aufweist.
- 10