

Verfahren zur Aufarbeitung eines Methanol/Wasser-Gemisches bei der Herstellung von Alkalimetallmethanolen in einer Reaktionskolonne

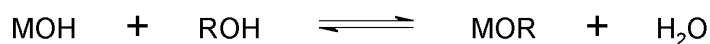
Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung eines Methanol/Wasser-
5 Gemischs, welches bei der Herstellung von Alkalimetallmethanolen in einer Reaktionskolonne eingesetzt wird. Dabei wird das Gemisch in einer Rektifikationskolonne destillativ getrennt. Die am oberen Ende der Rektifikationskolonne erhaltenen Brüden werden in mindestens zwei Stufen verdichtet und die Energie der jeweils verdichteten Brüden vorteilhaft auf Sumpf- und Seitenstrom der Rektifikationskolonne übertragen. Dies ermöglicht den besonders energieeffizienten Einsatz
10 der Energie der verdichteten Brüden im erfindungsgemäßen Verfahren.
Das Verfahren zur Aufarbeitung eines Methanol/Wasser-Gemischs wird bei der Herstellung von Alkalimetallmethanolen in einer Reaktionskolonne eingesetzt, wobei in einer Reaktionskolonne Methanol und Alkalilauge im Gegenstrom miteinander umgesetzt werden. Am unteren Ende wird dabei in Methanol gelöstes Alkalimetallmethanolat entnommen, und am oberen Ende wird ein
15 Methanol/Wasser-Gemisch entnommen, welches mit dem erfindungsgemäßen Aufbereitungsverfahren aufgearbeitet wird. Die Energie der verdichteten Brüden kann außerdem zum Betrieb der Reaktionskolonne eingesetzt werden oder zum Betrieb einer Reaktionskolonne, in welcher ein Verfahren zur Umalkoholisierung von Alkalimetallalkoholaten durchgeführt wird.

20 **1. Hintergrund der Erfindung**

Alkohol/Wasser-Gemische fallen zum Beispiel bei der Herstellung von Alkalimetallalkoholaten aus wässriger, gegebenenfalls mit Alkohol versetzter Alkalilauge und Alkohol an. In diesen Verfahren werden insbesondere Methanol und Ethanol als Alkohol eingesetzt.

25 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.

30 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.



35 Ein solches Verfahrensprinzip ist beispielsweise in der US 2,877,274 A beschrieben, wobei wässrige Alkalimetallhydroxid-Lösung und gasförmiges Methanol im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne 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

5 Patentschriften wird das Kondensat einer Phasentrennung unterzogen, um das Reaktionswasser abzutrennen. Ein weiteres ähnliches Verfahren ist die Umsetzung eines Alkalimetallalkoholats mit einem anderen Alkohol in einer Reaktionskolonne („Umalkoholisierung“) gemäß DE 27 26 491 A1.

Entsprechend beschreibt die DE 96 89 03 C ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von

10 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.

15 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

20 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

25 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.

30 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.

35 Es besteht demnach der Bedarf nach verbesserten Verfahren zur Aufarbeitung eines Alkohol/Wasser-Gemischs, was insbesondere im Kontext eines Verfahrens zur Herstellung von Alkalimetallalkoholaten eingesetzt werden kann. Dieses Verfahren soll sich durch eine besonders effiziente Nutzung der im verdichteten Brüden enthaltenen Energie zum Betrieb der

Rektifikationskolonne auszeichnen. Das Verfahren soll so eine energieeffiziente Nutzung der bei der Verdichtung und Abkühlung der Brüden anfallenden Wärme ermöglichen.

2. Kurzzusammenfassung der Erfindung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR , wobei R Methyl, ist, und wobei M_A ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, bevorzugt Natrium ist.

- Im erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats wird ein
10 Gemisch **G** umfassend Wasser und Methanol ROH erhalten, welches in einem Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** umfassend Wasser und Alkohol ROH, wobei R Methyl ist eingesetzt wird und mit dem Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** aufgearbeitet wird. Das Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** wird in einer Rektifikationskolonne durchgeführt und ist demnach ein destillatives Verfahren.

- 15 In einem weiteren, bevorzugten Aspekt betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Umalkoholisierung von Alkalimetallalkoholaten. In diesem Verfahren wird der Alkohol eines Alkalimetallalkoholats M_cOR' durch einen anderen Alkohol $R''OH$ ausgetauscht, in dem M_cOR' mit $R''OH$ in einer Reaktionskolonne zu M_cOR'' umgesetzt wird, wobei in dem Verfahren Energie von
20 bestimmten Brüdenströmen aus dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** zum Betrieb genutzt wird.

3. Abbildungen

3.1 Abbildung 1

- 25 Abbildung 1 zeigt eine nicht erfindungsgemäße Ausführungsform eines Verfahrens zur Herstellung von Alkalimetallmethanolaten, in dem die destillative Trennung des Methanol-Wasser-Gemisches wie im Stand der Technik (WO 2010/097318 A1, Abbildung 1) erfolgt.

- Dabei wird wässrige NaOH $S_{AE2} <102>$ in einer Reaktionskolonne $RR_A <100>$ mit Methanol S_{AE1}
30 $<103>$ zum entsprechenden Natriumalkoholat umgesetzt. Am Kopf der Reaktionskolonne $RR_A <100>$ wird eine wässrige NaOH-Lösung als Eduktstrom $S_{AE2} <102>$ zugegeben. Alternativ kann auch eine methanolische NaOH-Lösung als Eduktstrom $S_{AE2} <102>$ zugegeben werden. Zur Herstellung des entsprechenden Kaliummethanolats wird wässrige oder methanolische KOH-Lösung als Eduktstrom $S_{AE2} <102>$ zugegeben. Oberhalb des Sumpfes der Reaktionskolonne RR_A
35 $<100>$ wird Methanol als Eduktstrom $S_{AE1} <103>$ dampfförmig zugegeben.

Am Sumpf der Reaktionskolonne $RR_A <100>$ wird ein Gemisch des entsprechenden Methanolats im Methanol $S_{AP} <104>$ entnommen. Mit dem Sumpfverdampfer $V_{SA} <105>$ und dem optionalen

Verdampfer V_{SA} <106> am Sumpf der Kolonne RR_A <100> wird die Konzentration der Natriummethanolatlösung S_{AP} <104> auf den gewünschten Wert eingestellt.

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

- Der erhaltene Brüden S_{AB} <107> wird ganz oder teilweise einer Rektifikationskolonne, einer
- 10 Wasser/Methanol-Kolonne, RD_A <300> als Gemisch G zugeführt. Die Rektifikationskolonne RD_A <300> enthält Einbauten <310>. In ihr wird das Gemisch G destillativ aufgetrennt, und an ihrem Kopf das Methanol als Brüden S_{OA} <302> destillativ rückgewonnen.

- An der Rektifikationskolonne RD_A <300> kann ein Rücklauf eingestellt werden. In diesem Fall wird
- 15 ein Teil des Brüden S_{OA} <302> in einem Kondensator K_{RD} <407> kondensiert und dann wieder auf die Rektifikationskolonne RD_A <300> rückgeführt. Der übrige Teil von S_{OA} <302>, bzw. der komplette Brüdenstrom S_{OA} <302> in den Ausführungsformen, in denen kein Rücklauf eingestellt wird, wird mittels Verdichter VD_{AB2} <303> vorverdichtet. Ein Teil dieses vorverdichteten Brüdens wird zur Reaktionskolonne RR_A <100> rezykliert, wo er als Eduktstrom S_{AE1} <103> eingesetzt wird.
- 20 Der übrige Teil von S_{OA} <302> wird dem Verdichter VD_1 <401> zugeleitet, wo er weiter zum Brüdenstrom S_{OA1} <403> verdichtet wird, von dem im optionalen Zwischenkühler WT_x <402> Energie abgeführt werden kann.

- Der Brüdenstrom S_{OA1} <403> wird erneut mittels Verdichter VD_x <405> verdichtet und der dann
- 25 erhaltene Brüden S_{OA2} <404> dem Verdampfer V_{SRD} <406> am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A <300> zur Beheizung zugeführt, wonach ihm gegebenenfalls frisches Methanol <408> zugegeben wird und er wieder der Rektifikationskolonne RD_A <300> als Rücklauf zugeführt wird. Falls ein Rücklauf an der Rektifikationskolonne RD_A <300> eingestellt wird, kann der Strom S_{OA2} <404>, bevor er in RD_A <300> rückgeleitet wird, mit dem Rücklauf, also dem Kondensat aus K_{RD}
- 30 <407>, vermischt werden und mit diesem zusammen in RD_A <300> gespeist werden. Am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A <300> wird ein Wasserstrom S_{UA} <304> erhalten, der mindestens teilweise (Strom S_{UA1} <320>) wieder in die Rektifikationskolonne RD_A <300> rückgeführt werden kann, wobei er über den Verdampfer V_{SRD} <406> und/oder V_{SRD} <410> geführt werden kann.

3.2 Abbildung 2

35

Abbildung 2 zeigt eine weitere nicht erfindungsgemäßen Ausführungsform eines Verfahrens, welche der in Abbildung 2 der WO 2010/097318 A1 gezeigten Ausführungsform entspricht.

Diese Ausführungsform entspricht der in Abbildung 1 beschriebenen mit folgenden zusätzlichen bzw. unterschiedlichen Merkmalen: Neben den Verdampfern V_{SRD} <406> und V_{SRD} <410> am Sumpf weist die Rektifikationskolonne RD_A <300> einen Zwischenverdampfer V_{ZRD} <409> auf. Ein Seitenstrom S_{ZA} <305> wird der Rektifikationskolonne RD_A <300> entnommen und über V_{ZRD} <409> geführt, danach der Rektifikationskolonne RD_A <300> wieder zugeführt. Ein Teil des Brüdenstroms S_{OA} <302> wird mittels Verdichter VD_{AB2} <303> vorverdichtet und, nachdem ein Teil davon zur Reaktionskolonne RR_A <100> abgezweigt wurde, im Verdichter VD_1 <401> zum Brüdenstrom S_{OA1} <403> verdichtet, und dieser dem Zwischenverdampfer V_{ZRD} <409> zur Beheizung zugeführt. Eine Beheizung im Verdampfer V_{SRD} <406> oder im Verdampfer V_{SRD} <410> durch S_{OA1} <403> erfolgt nicht. Der zur Beheizung von V_{ZRD} <409> genutzte Brüdenstrom S_{OA} <302> wird danach mit dem Kondensat aus K_{RD} <407> und dem frischen Methanol <408> gemischt und als Rücklauf in die Rektifikationskolonne RD_A <300> zurückgeführt. Eine getrennte Rückführung des Rücklaufs von S_{OA} <302> in die Rektifikationskolonne RD_A <300> ist ebenfalls möglich.

15 3.3 Abbildung 3

Abbildung 3 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht den in Abbildungen 1 und 2 beschriebenen Ausführungsformen. Die Rektifikationskolonne RD_A <300> weist einen Zwischenverdampfer V_{ZRD} <409> und einen Sumpfverdampfer V_{SRD} <406> sowie optional den Sumpfverdampfer V_{SRD} <410> auf.

Die erfindungsgemäße Ausführungsform weist folgende Unterschiede zu den vorbeschriebenen Ausführungsformen auf:

1. Nach Verdichtung eines Teils des Brüdenstroms S_{OA} <302> im Verdichter VD_1 <401> wird der Brüdenstrom S_{OA1} <403> in zwei Teile S_{OA11} <4031> und S_{OA12} <4032> geteilt.
2. S_{OA11} <4031> wird dem Zwischenverdampfer V_{ZRD} <409> zur Beheizung des Stromes S_{ZA} <305> zugeführt.
3. S_{OA12} <4032> wird weiter im Verdichter VD_x <405> zum Strom S_{OA2} <404> verdichtet und S_{OA2} <404> dem Sumpfverdampfer V_{SRD} <406> zur Beheizung des Stromes S_{UA1} <320> zugeführt.
4. Nachdem S_{OA11} <4031> und S_{OA2} <404> den jeweiligen Verdampfer V_{ZRD} <409> bzw. V_{SRD} <406> verlassen haben, werden sie vereinigt und der vereinigte Strom mit dem Rücklauf (also dem Kondensat aus K_{RD} <407>) und dem frischen Methanol <408> gemischt und in die Rektifikationskolonne RD_A <300> zurückgeführt. Eine getrennte Rückführung dieser Ströme in die Rektifikationskolonne RD_A <300> ist ebenfalls möglich.

Aufgrund dieser Unterschiede kann die Energie des Brüdens S_{OA1} <403> im Vergleich zur Ausführungsform gemäß Abbildungen 1 und 2 zur Beheizung der Rektifikationskolonne RD_A <300> effizienter verwertet werden.

3.4 Abbildung 4

Abbildung 4 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 3 beschriebenen Ausführungsformen mit dem Unterschied, dass in einer zweiten

5 Reaktionskolonne $RR_B <200>$ eine wässrige KOH-Lösung $S_{BE2} <202>$, mit Methanol, das auch zur Umsetzung in $RR_A <100>$ eingesetzt wird, $S_{BE1} <203>$ zu dem entsprechenden Kaliummethanolat umgesetzt wird.

Am Kopf der Reaktionskolonne $RR_B <200>$ wird eine wässrige KOH-Lösung als Eduktstrom S_{BE2}

10 $<202>$ zugegeben. Alternativ kann auch eine methanolische KOH-Lösung als Eduktstrom $S_{BE2} <202>$ zugegeben werden. Oberhalb des Sumpfes der Reaktionskolonne $RR_B <200>$ wird Methanol als Eduktstrom $S_{BE1} <203>$ dampfförmig zugegeben.

Am Sumpf der Reaktionskolonne $RR_B <200>$ wird ein Gemisch des entsprechenden Methanolats in Methanol $S_{BP} <204>$ entnommen. Mit dem Sumpfverdampfer $V_{SB} <205>$ und dem optionalen

15 Verdampfer $V_{SB} <206>$ am Sumpf der Kolonne $RR_B <200>$ wird die Konzentration der Kaliummethanolatlösung $S_{BP} <204>$ auf den gewünschten Wert eingestellt.

Am Kopf der Reaktionskolonne $RR_B <200>$ wird ein Brüdenstrom $S_{BB} <207>$ entnommen. Im Kondensator $K_{RRB} <208>$ wird ein Teil des Brüdenstroms $S_{BB} <207>$ kondensiert und flüssig als

20 Rücklauf auf den Kopf der Reaktionskolonne $RR_B <200>$ aufgegeben. Kondensator $K_{RRB} <208>$ und die Einstellung des Rücklaufs sind jedoch optional.

Der erhaltene Brüden $S_{BB} <207>$ wird vermischt mit dem nicht im Kondensator $K_{RRA} <108>$ kondensierten Teil des Brüden $S_{AB} <107>$ der Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ zugeführt.

25 Ein weiterer Unterschied zur Ausführungsform gemäß Abbildung 3 ist, dass der vorverdichtete Teil des Brüden $S_{OA} <302>$ teilweise zur Reaktionskolonne $RR_A <100>$ und $RR_B <200>$ rezykliert wird, wo er als Eduktstrom $S_{AE1} <103>$ bzw. $S_{BE1} <203>$ eingesetzt wird.

3.5 Abbildung 5

30 Abbildung 5 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 4 beschriebenen Ausführungsformen mit dem Unterschied, dass ein Teil von $S_{OA2} <404>$ auch zur Beheizung des Verdampfers $V_{SA} <106>$ am Sumpf der Kolonne $RR_A <100>$ und des Verdampfers $V_{SB} <206>$ am Sumpf der Kolonne $RR_B <200>$ genutzt wird.

3.6 Abbildung 6

Abbildung 6 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 5 beschriebenen Ausführungsform mit dem Unterschied, dass die Reaktionskolonnen $RR_A <100>$ und $RR_B <200>$ jeweils einen Zwischenverdampfer $V_{ZA} <110>$ bzw. $V_{ZB} <210>$

aufweisen. Ein Seitenstrom S_{ZAA} <111> wird der Reaktionskolonne RR_A <100> entnommen und über V_{ZA} <110> geführt, danach der Reaktionskolonne RR_A <100> wieder zugeführt. Ein Seitenstrom S_{ZBA} <211> wird der Reaktionskolonne RR_B <200> entnommen und über V_{ZB} <210> geführt, danach der Reaktionskolonne RR_B <200> wieder zugeführt.

- 5 Im Unterschied zu Abbildung 5 wird ein Teil von S_{OA2} <404> nur zur Beheizung des Verdampfers V_{SA} <106> am Sumpf der Kolonne RR_A <100> genutzt. Dagegen wird ein Teil von S_{OA11} <4031> zur Beheizung des Verdampfers V_{ZB} <210> genutzt.

3.7 Abbildung 7

- 10 Abbildung 7 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 5 beschriebenen Ausführungsformen mit dem Unterschied, dass die Reaktionskolonne RR_A <100> einen Zwischenverdampfer V_{ZA} <110> aufweist. Ein Seitenstrom S_{ZAA} <111> wird der Reaktionskolonne RR_A <100> entnommen und über V_{ZA} <110> geführt, danach der Reaktionskolonne RR_A <100> wieder zugeführt. Im Unterschied zu Abbildung 5 wird
- 15 ein Teil von S_{OA2} <404> nur zur Beheizung des Verdampfers V_{SB} <206> am Sumpf der Kolonne RR_B <200> eingesetzt. Der Zwischenverdampfer V_{ZA} <110> wird über ein durch eine Pumpe <501> transportiertes Wärmeträgermedium W <502>, insbesondere Wasser, beheizt, welches Wärme im Zwischenkühler WT_X <402> von S_{OA12} <4032> aufnimmt und im Zwischenverdampfer V_{ZA} <110> abgibt.

3.8 Abbildung 8

- Abbildung 8 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 5 beschriebenen Ausführungsform mit dem Unterschied, dass die Reaktionskolonnen RR_A <100> und RR_B <200> jeweils einen Zwischenverdampfer V_{ZA} <110> bzw. V_{ZB} <210>
- 25 aufweisen. Ein Seitenstrom S_{ZAA} <111> wird der Reaktionskolonne RR_A <100> entnommen und über V_{ZA} <110> geführt, danach der Reaktionskolonne RR_A <100> wieder zugeführt. Ein Seitenstrom S_{ZBA} <211> wird der Reaktionskolonne RR_B <200> entnommen und über V_{ZB} <210> geführt, danach der Reaktionskolonne RR_B <200> wieder zugeführt.

- 30 Daneben zeigt Abbildung 8 eine weitere bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Es zeigt eine Reaktivrektifikationskolonne RR_C <600> zur Umalkoholisierung von Natriummethanolat zu Natriumethanolat, die mind. teilweise mit Energie aus dem Strom S_{OA12} <4032> betrieben wird. Die Kolonne RR_C <600> weist die Sumpfverdampfer V_{SC} <605> und V_{SC} <606> auf.

- 35 Dabei wird Natriummethanolatlösung S_{CE1} <602> in einer Reaktionskolonne RR_C <600> im Gegenstrom mit Ethanol S_{CE2} <603> zu Natriumethanolat umgesetzt und dieses als ethanolische Lösung entnommen.

Am Sumpf der Reaktionskolonne RR_C <600> wird ein Sumpfproduktstrom S_{CP} <604> umfassend Natriummethanolat entnommen.

- Am Kopf der Reaktionskolonne RR_C <600> wird ein Brüdenstrom S_{CB} <607> entnommen. Im Kondensator K_{RRC} <608> wird dabei mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{CB} <607> kondensiert und davon mindestens ein Teil flüssig als Rücklauf auf den Kopf der Reaktionskolonne RR_C <600> aufgegeben. Der Brüdenstroms S_{CB} <607> wird dabei entweder gasförmig vor dem Kondensator K_{RRC} <608> abgezogen (eingezeichnet durch gestrichelte Linie) und/oder als Strom <609> flüssig hinter dem Kondensator K_{RRC} <608>.

- Ein Seitenstrom S_{ZC} <610> wird der Reaktionskolonne RR_C <600> bevorzugt entnommen, wobei auf diesen über einen Zwischenverdampfer V_{ZC} <611> Energie übertragen wird und S_{ZC} <610> danach wieder in RR_C <600> zurückgeleitet werden kann.

- Als Natriummethanolatlösung S_{CE1} <602> wird bevorzugt mindestens ein Teil der in der Reaktionskolonne RR_A <100> und RR_B <200> gewonnenen Sumpfströme S_{AP} <104> bzw. S_{BP} <204> genutzt.

- Der Sumpfverdampfer V_{SC} <606> wird über ein durch eine Pumpe <501> transportiertes Wärmeträgermedium W_1 <502>, insbesondere Wasser, beheizt, welches Wärme im Zwischenkühler WT_X <402> von S_{OA12} <4032> aufnimmt und im Sumpfverdampfer V_{SC} <606> abgibt.
- Alternativ kann auch Energie entsprechend von einem anderen Strom ausgewählt aus S_{OA2} <404>, S_{OA11} <4031>, S_{OA1} <403> vor der Auftrennung in S_{OA11} und S_{OA12} , auf den Sumpfverdampfer V_{SC} <606> oder den anderen Sumpfverdampfer V_{SC} <605> übertragen werden. Von mindestens einem der Ströme S_{OA1} <403>, S_{OA11} <4031>, S_{OA12} <4032>, S_{OA2} <404> kann ebenso Energie auf den Ethanolstrom S_{CE1} <603>, die Natriummethanolatlösung S_{CE1} <602> oder den Seitenstrom S_{ZC} <610> übertragen werden.

3.9 Abbildung 9

- Abbildung 9 zeigt eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens. Diese entspricht der in Abbildung 8 beschriebenen Ausführungsform mit dem Unterschied, dass die Beheizung des Sumpfverdampfers V_{SC} <606> direkt mit einem Teil von S_{OA2} <404> erfolgt.

3.10 Abbildung 10

- Abbildung 10 illustriert die Energieersparnis im erfindungsgemäßen Verfahren nach Beispiel 3 gegenüber dem nicht erfindungsgemäßen Verfahren gemäß Beispiel 1 und 2. Die x-Achse bezeichnet das jeweilige Beispiel, die y-Achse die aufzubringende Leistung in kW (Heizdampf- und Verdichterleistung).

Der schraffierte Teil der Balken gibt die nötige Heizleistung durch Niederdruckdampf wieder, der weiße Teil der Balken die Summe der Verdichterleistungen.

4. Detaillierte Beschreibung der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR , wobei R Methyl ist, und wobei M_A ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, bevorzugt Natrium, ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst mit den Schritten (a) bis (f) ein Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** umfassend Wasser und Alkohol ROH, wobei R Methyl ist. ROH ist demnach Methanol.

10 4.1 Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G**

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** umfasst die Schritte (a) bis (f) des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR .

15 Das Gemisch **G** ist insbesondere gasförmig, dann wird es auch als „Brüden“ bezeichnet. Bei dem Gemisch **G** handelt es sich um den Kopfstrom einer Reaktionskolonne, in der der Alkohol ROH mit einem Alkalimetallhydroxid NaOH oder KOH zum entsprechenden Alkalimetallalkoholat NaOR bzw. KOR umgesetzt wurde.

20 Erfindungsgemäß wird als das in Schritt (a) eingesetzte Gemisch **G** mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{AB} , und, wenn Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, mindestens ein Teil des Brüdenstrom S_{BB} , eingesetzt.

Der Brüdenstroms S_{AB} wird in Schritt ($\alpha 1$) erhalten (beschrieben in Punkt 4.2.1).

25 Der Brüdenstrom S_{BB} wird im optionalen Schritt ($\alpha 2$) erhalten, wenn dieser Schritt durchgeführt wird (beschrieben in Punkt 4.2.2).

Der Brüdenstrom S_{BB} wird nur dann erhalten, wenn der optionale Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird.

30 Wenn der optionale Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, S_{BB} erhalten wird und mindestens ein Teil von S_{BB} als Gemisch **G** eingesetzt wird, wird der mindestens eine Teil von S_{BB} vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} als Gemisch **G** eingesetzt.

Im Schritt (β) des Verfahrens wird mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{AB} , und, wenn Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, mindestens ein Teil des Brüdenstrom S_{BB} , vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} , als Gemisch **G** in Schritt (a) eines Verfahrens zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** umfassend Wasser und Alkohol ROH eingesetzt.

40 Das Gemisch **G** umfassend Wasser und Alkohol ROH wird erfindungsgemäß mit dem Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** aufgearbeitet.

4.1.1 Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens

- In Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Gemisch **G** in eine Rektifikationskolonne **RD_A** geleitet und in **RD_A** in mindestens einen Brüdenstrom **S_{OA}** umfassend ROH, der am oberen Ende von **RD_A** entnommen wird, und mindestens einen Strom **S_{UA}** umfassend Wasser, der am unteren Ende von **RD_A** entnommen wird, aufgetrennt.

- „Mindestens ein Brüdenstrom **S_{OA}** umfassend ROH, der am oberen Ende von **RD_A** entnommen wird“ bedeutet, dass der Brüden, der am oberen Ende von **RD_A** erhalten wird, dort als ein oder mehrere Brüdenströme entnommen werden kann. Falls er dort in mehr als einem Brüdenstrom entnommen wird, werden die *m* Brüdenströme als „Brüdenstrom **S_{OAI}**“, „Brüdenstrom **S_{OAII}**“, [...], „Brüdenstrom **S_{OAm}**“ bezeichnet, wobei „*m*“ die Anzahl der am oberen Ende von **RD_A** entnommenen Brüdenströme (in römischen Zahlen) angibt.
- „Mindestens einen Strom **S_{UA}** umfassend Wasser, der am unteren Ende von **RD_A** entnommen wird“ bedeutet, dass Wasser, das am unteren Ende von **RD_A** erhalten wird, dort als ein oder mehrere Ströme entnommen werden kann. Falls es dort in mehr als einem Strom entnommen wird, werden die *n* Ströme als „Strom **S_{UAI}**“, „Strom **S_{UAII}**“, [...], „Strom **S_{UAN}**“ bezeichnet, wobei „*n*“ die Anzahl der am unteren Ende von **RD_A** entnommenen Ströme (in römischen Zahlen) angibt.

- Das Gemisch **G** kann dabei über eine oder mehrere Zulaufstellen in die Rektifikationskolonne **RD_A** geleitet werden. Über mehrere Zulaufstellen wird es beispielsweise in den Ausführungsformen geleitet, in denen im Verfahren gemäß dem bevorzugten Aspekt der Erfindung Schritt (α2) durchgeführt wird und in Schritt (β) mindestens ein Teil des Brüdenstroms **S_{BB}** getrennt von **S_{AB}**, als Gemisch **G** in Schritt (a) des Verfahrens eingesetzt wird. In dieser Ausführungsform wird demnach das Gemisch **G** als zwei voneinander getrennte Ströme in die Rektifikationskolonne **RD_A** geleitet.

- In den Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, in denen das Gemisch **G** als zwei oder mehrere voneinander getrennte Ströme in die Rektifikationskolonne **RD_A** geleitet wird, ist es vorteilhaft, wenn die Zulaufstellen der einzelnen Ströme im Wesentlichen auf der gleichen Höhe an der Rektifikationskolonne **RD_A** liegen.

- In einer bevorzugten Ausführungsform des Schritts (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das Gemisch **G** in einer Rektifikationskolonne **RD_A** in einen Brüdenstrom **S_{OA}** umfassend ROH, der am oberen Ende von **RD_A** entnommen wird, und einen Strom **S_{UA}** umfassend Wasser, der am unteren Ende von **RD_A** entnommen wird, aufgetrennt.

- Eine andere Bezeichnung für „oberes Ende einer Rektifikationskolonne“ ist „Kopf“.
- Eine andere Bezeichnung für „unteres Ende einer Rektifikationskolonne“ ist „Sumpf“ oder „Fuß“.

Der Druck, den der mindestens eine Brüdenstrom S_{OA} aufweist, wird mit „ p_{OA} “, seine Temperatur mit „ T_{OA} “ bezeichnet. Dies bezieht sich insbesondere auf Druck und Temperatur des mindestens einen Brüdenstroms S_{OA} , wenn er in Schritt (a) der Rektifikationskolonne RD_A entnommen wird.

5

Der Druck p_{OA} liegt insbesondere im Bereich von 0.5 bar abs. bis 8 bar abs., bevorzugter im Bereich von 0.6 bar abs. bis 7 bar abs., bevorzugter im Bereich von 0.7 bar abs. bis 6 bar abs., noch bevorzugter im Bereich von 1 bar abs. bis 5 bar abs., und ist am bevorzugtesten 1 bar abs. bis 4 bar abs.

10

Die Temperatur T_{OA} liegt insbesondere im Bereich von 45 °C bis 150 °C, bevorzugter im Bereich von 48 °C bis 140 °C, bevorzugter im Bereich von 50 °C bis 130 °C, noch bevorzugter im Bereich von 60 °C bis 120 °C, und ist am bevorzugtesten im Bereich von 60 °C bis 110 °C.

- 15 Als Rektifikationskolonne RD_A in Schritt (a) des Verfahrens kann jede beliebige, dem Fachmann bekannte Rektifikationskolonne eingesetzt werden. Bevorzugt enthält die Rektifikationskolonne 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
- 20 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.
- 25 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 RD_A möglichst gering bleibt und somit die mechanische Leistung des Verdichters und die Temperatur des zu verdampfenden Alkohol/Wasser-Gemischs
- 30 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

35 Zulaufstelle des Gemischs G und eine Packung unterhalb der Zulaufstelle des Gemischs G . Es kann auch eine Packung oberhalb der Zulaufstelle des Gemischs G und mehrere Böden unterhalb der Zulaufstelle des Gemischs G vorgesehen sein. Wenn eine unstrukturierte Packung eingesetzt wird, beispielsweise eine Füllkörperpackung, so liegen die Füllkörper üblicherweise auf einem geeigneten Tragrost (z.B. Siebboden oder Gitterboden) auf.

40

Im Schritt (a) des Verfahrens gemäß der Erfindung wird dann der mindestens eine Brüdenstrom S_{OA} umfassend ROH am oberen Ende der Rektifikationskolonne RD_A entnommen. Der bevorzugte Massenanteil von ROH in diesem Brüdenstrom S_{OA} ist ≥ 99 Gew.-%, bevorzugter ≥ 99.6 Gew.-%, noch bevorzugter ≥ 99.9 Gew.-%, wobei der Rest insbesondere Wasser ist.

5

Am unteren Ende von RD_A wird mindestens ein Strom S_{UA} umfassend Wasser entnommen, der bevorzugt < 1 Gew.-%, bevorzugter ≤ 5000 Gew.-ppm, noch bevorzugter ≤ 2000 Gew.-ppm Alkohol aufweisen kann.

10 Die Entnahme des mindestens einen Brüdenstroms S_{OA} umfassend ROH am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A bedeutet im Rahmen der vorliegenden Erfindung insbesondere, dass der mindestens eine Brüdenstrom S_{OA} als Kopfstrom oder als Seitenabzug oberhalb der Einbauten in der Rektifikationskolonne RD_A entnommen wird.

15 Die Entnahme des mindestens einen Stroms S_{UA} umfassend Wasser am Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A bedeutet im Rahmen der vorliegenden Erfindung insbesondere, dass der mindestens ein Strom S_{UA} als Sumpfstrom oder am unteren Boden der Rektifikationskolonne RD_A entnommen wird.

20 Die Rektifikationskolonne RD_A wird mit oder ohne, vorzugsweise mit Rücklauf betrieben.

„Mit Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende der Rektifikationskolonne RD_A entnommene Brüdenstrom S_{OA} nicht vollständig abgeführt wird, sondern teilweise kondensiert und wieder der jeweiligen Rektifikationskolonne RD_A zugeführt wird. In den Fällen, in denen ein solcher Rücklauf
25 eingestellt wird, beträgt das Rücklaufverhältnis dabei bevorzugt 0.0001 bis 1, bevorzugter 0.0005 bis 0.9, noch bevorzugter 0.001 bis 0.8.

Ein Rücklauf kann dadurch eingestellt werden, dass am Kopf der Rektifikationskolonne RD_A ein Kondensator K_{RD} angebracht wird. In dem Kondensator K_{RD} wird der jeweilige Brüdenstrom S_{OA}
30 teilweise kondensiert und der Rektifikationskolonne RD_A wieder zugeführt. Unter einem Rücklaufverhältnis wird allgemein und im Sinne dieser Erfindung das Verhältnis aus dem Anteil des aus der Kolonne entnommenen Massenstroms (kg/h), der wieder auf die Kolonne in flüssiger Form zurückgeführt wird (Rücklauf) zu dem Anteil dieses Massenstroms (kg/h), der in flüssiger Form oder gasförmiger Form von der jeweiligen Kolonne abgeführt wird, verstanden.

35 4.1.2 Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens

In Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird mindestens ein Seitenstrom S_{ZA} aus RD_A entnommen und wieder in RD_A rückgeführt.

In einer bevorzugten Ausführungsform des Schritts (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein Seitenstrom S_{ZA} aus RD_A entnommen und wieder in RD_A rückgeführt.

- „Seitenstrom S_{ZA} aus RD_A “ bedeutet erfindungsgemäß, dass der Strom an einer Entnahmestelle E_{ZA} unterhalb des Kopfes und oberhalb des Sumpfes von RD_A entnommen wird und insbesondere zusätzlich an einer Zulaufstelle Z_{ZA} (das ist die Stelle, an der der jeweilige Seitenstrom S_{ZA} wieder in die Rektifikationskolonne RD_A rückgeführt wird) unterhalb des Kopfes und oberhalb des Sumpfes von RD_A wieder in RD_A rückgeführt wird.
- 5 Dies bedeutet insbesondere, dass die Entnahmestelle E_{ZA} , und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des jeweiligen Seitenstroms S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A unterhalb der Entnahmestellen E_{OA} aller aus RD_A entnommenen Brüdenströme S_{OA} liegt, bevorzugt mindestens 1, noch bevorzugter mindestens 5, noch bevorzugter mindestens 10 theoretische Stufen unterhalb der Entnahmestelle E_{OA} jenes aus RD_A entnommenen Brüdenstroms S_{OA} , dessen Entnahmestelle E_{OA}
- 15 am weitesten unten an der Rektifikationskolonne RD_A liegt, liegt.

- Dies bedeutet insbesondere außerdem, dass die Entnahmestelle E_{ZA} , und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des jeweiligen Seitenstroms S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A oberhalb der Entnahmestellen E_{UA} aller aus RD_A entnommenen Ströme S_{UA} liegt, bevorzugt mindestens 1, noch
- 20 bevorzugter mindestens 2, noch bevorzugter mindestens 4 theoretische Stufen oberhalb der Entnahmestelle E_{UA} des Stroms S_{UA} , dessen Entnahmestelle E_{UA} am weitesten oben an der Rektifikationskolonne RD_A liegt, liegt.

- In den Fällen, in denen mindestens ein Brüdenstrom S_{OA} mindestens teilweise wieder in die Rektifikationskolonne RD_A rückgeführt wird (was der Fall ist, wenn beispielsweise ein Rücklauf an der Rektifikationskolonne RD_A eingestellt wird), liegt insbesondere außerdem die Zulaufstelle Z_{OA} (das ist die Stelle, an der der mindestens eine Brüdenstrom S_{OA} mindestens teilweise wieder in die Rektifikationskolonne RD_A rückgeführt wird) des mindestens einen Brüdenstroms S_{OA} oberhalb der Entnahmestellen E_{ZA} und insbesondere auch oberhalb der Zulaufstellen Z_{ZA} aller aus RD_A
- 25 entnommenen Seitenströme S_{ZA} , bevorzugt mindestens 1, noch bevorzugter mindestens 5, noch bevorzugter mindestens 10 theoretische Stufen oberhalb der höchsten Stelle aller Entnahme- und Zulaufstellen aller aus RD_A entnommenen Seitenströme S_{ZA} .

- In den Fällen, in denen mindestens ein Strom S_{UA} mindestens teilweise wieder in die Rektifikationskolonne RD_A rückgeführt wird, liegt insbesondere außerdem die Zulaufstelle Z_{UA} (das ist die Stelle, an der der mindestens eine Strom S_{UA} mindestens teilweise wieder in die Rektifikationskolonne RD_A rückgeführt wird) des mindestens einen Stroms S_{UA} unterhalb der Entnahmestellen E_{ZA} und insbesondere auch unterhalb der Zulaufstellen Z_{ZA} aller aus RD_A
- 35 entnommenen Seitenströme S_{ZA} , bevorzugt mindestens 1, noch bevorzugter mindestens 2, noch

bevorzugter mindestens 4 theoretische Stufen unterhalb der niedrigsten Stelle aller Entnahme- und Zulaufstellen aller aus RD_A entnommenen Seitenströme S_{ZA} .

- Die Entnahmestelle E_{ZA} des Seitenstrom S_{ZA} und die Zulaufstelle Z_{ZA} des Seitenstroms S_{ZA} an der
- 5 Rektifikationskolonne RD_A können zwischen den gleichen Böden von RD_A positioniert sein. Es ist jedoch auch möglich, dass sie auf unterschiedlicher Höhe liegen.

- In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung liegt die Entnahmestelle E_{ZA} und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des mindestens einen Seitenstroms
- 10 S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A unterhalb der Zulaufstelle Z_G , an der das Gemisch G in die Rektifikationskolonne RD_A geleitet wird, und oberhalb des Sumpfes von RD_A . Noch bevorzugter liegen die Entnahmestelle E_{ZA} und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des mindestens einen Seitenstroms S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A auch unterhalb des Verstärkerteils von RD_A .

- 15 In einer besonders bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung liegt die Entnahmestelle E_{ZA} und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des mindestens einen Seitenstroms S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A im oberen 4/5, bevorzugt oberen 3/4, bevorzugt oberen 7/10, bevorzugt oberen 2/3, bevorzugt oberen 1/2 des Bereichs an der Rektifikationskolonne RD_A , der unterhalb der Zulaufstelle Z_G , an der das Gemisch G in die Rektifikationskolonne RD_A geleitet
- 20 wird, liegt, und oberhalb der obersten aller Entnahme- und Zulaufstellen aller aus RD_A entnommenen Ströme S_{UA} liegt.

Noch bevorzugter liegen die Entnahmestelle E_{ZA} und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des mindestens einen Seitenstroms S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A dann auch unterhalb des Verstärkerteils von RD_A .

- 25 In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung enthält die Rektifikationskolonne RD_A einen Verstärkerteil, und es liegt die Entnahmestelle E_{ZA} und bevorzugt auch die Zulaufstelle Z_{ZA} des mindestens einen Seitenstroms S_{ZA} an der Rektifikationskolonne RD_A im oberen 4/5, bevorzugt oberen 3/4, bevorzugt oberen 7/10, bevorzugt oberen 2/3, bevorzugt oberen 1/2 des Bereichs an der Rektifikationskolonne RD_A , der unterhalb des Verstärkerteils und oberhalb der obersten aller Entnahme- und Zulaufstellen aller aus RD_A entnommenen Ströme S_{UA} liegt.
- 30

4.1.3 Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens

- 35 Im Schritt (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird mindestens ein Teil des mindestens einen Brüdenstroms S_{OA} („mindestens ein Teil des mindestens einen Brüdenstroms S_{OA} “ = „mindestens ein Teil von S_{OA} “) verdichtet. Dadurch wird ein gegenüber S_{OA} verdichteter Brüdenstrom S_{OA1} erhalten.

Der Druck, den der Brüdenstrom S_{OA1} aufweist, wird mit „ p_{OA1} “, seine Temperatur mit „ T_{OA1} “ bezeichnet.

- 5 Der Druck p_{OA1} ist höher als p_{OA} . Der genaue Wert von p_{OA1} kann in Abhängigkeit der Anforderungen in Schritt (d) vom Fachmann eingestellt werden, solange die Bedingung $p_{OA1} > p_{OA}$ erfüllt ist. Der Quotient aus p_{OA1}/p_{OA} (Drücke jeweils in bar abs.) liegt bevorzugt im Bereich von 1.1 bis 10, bevorzugter 1.2 bis 8, bevorzugter 1.25 bis 7, am bevorzugtesten 1.3 bis 6.
- 10 Die Temperatur T_{OA1} ist insbesondere höher als die Temperatur T_{OA} , und der Quotient aus T_{OA1}/T_{OA} (Temperatur jeweils in °C) liegt bevorzugt im Bereich von 1.03 bis 10, bevorzugter 1.04 bis 9, bevorzugter 1.05 bis 8, bevorzugter 1.06 bis 7, bevorzugter 1.07 bis 6, am bevorzugtesten 1.08 bis 5.
- 15 Die bevorzugten Werte von p_{OA1} und T_{OA1} gelten auch bevorzugt für S_{OA11} und S_{OA12} .

Das Verdichten des mindestens einen Teils des Brüdenstroms S_{OA} in Schritt (c) kann auf jede beliebige, dem Fachmann bekannte Art erfolgen. So kann die Verdichtung zum Beispiel mechanisch und einstufig oder mehrstufig, bevorzugt mehrstufig, durchgeführt werden. Bei einer

- 20 mehrstufigen Verdichtung können mehrere Verdichter gleicher Bauart oder Verdichter unterschiedlicher Bauart eingesetzt werden. Eine mehrstufige Verdichtung kann mit einer oder mehreren Verdichtermaschinen erfolgen. Der Einsatz einer einstufigen Verdichtung oder einer mehrstufigen Verdichtung ist abhängig vom Verdichtungsverhältnis und somit davon, auf welchen Druck der Brüden S_{OA} verdichtet werden soll.

25

Als Verdichter im erfindungsgemäßen Verfahren, insbesondere zum Verdichten der Brüdenströme S_{OA} zu S_{OA1} oder S_{OA12} zu S_{OA2} , eignet sich jeder beliebige, dem Fachmann bekannte Verdichter, bevorzugt mechanische Verdichter, mit dem sich Gasströme verdichten lassen. Geeignete Verdichter sind zum Beispiel ein- oder mehrstufige Turbinen, Kolbenverdichter,

- 30 Schraubenverdichter, Zentrifugalverdichter oder Axialverdichter.

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

4.1.4 Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens

35

Im Schritt (d) des Verfahrens gemäß der Erfindung wird Energie von einem ersten Teil S_{OA11} des verdichteten Brüdenstroms S_{OA1} auf S_{ZA} übertragen, bevor S_{ZA} in RD_A rückgeführt wird.

S_{OA1} wird insbesondere in Schritt (d) zunächst in mindestens zwei Teile S_{OA11} und S_{OA12} aufgeteilt. Das Verhältnis der Massenströme (in kg/h) von S_{OA11} zu S_{OA12} liegt bevorzugt im Bereich von 1 : 99 bis 99 : 1, bevorzugter im Bereich von 1 : 50 bis 50 : 1, noch bevorzugter im Bereich von 1 : 20 bis 30 : 1, noch bevorzugter im Bereich von 5 : 20 bis 15 : 1.

5

Im Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird Energie vom ersten Teil S_{OA11} auf S_{ZA} übertragen. Durch den Schritt (d) sinkt die Energie von S_{OA11} , so dass insbesondere der Strom S_{OA11} mindestens teilweise kondensiert.

- 10 „Übertragung von Energie“ bedeutet erfindungsgemäß insbesondere „Beheizung“, also Übertragung von Energie in Form von Wärme.

- „Übertragung von Energie von einem ersten Teil S_{OA11} des verdichteten Brüdenstroms S_{OA1} auf S_{ZA} “ umfasst auch die Fälle, in denen ein Teil von S_{OA11} abgetrennt wird und nur von diesem Teil Energie auf S_{ZA} übertragen wird. Dies ist beispielsweise in jenen Ausführungsformen der Erfindung der Fall, in denen zusätzlich Energie von S_{OA11} auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt (α2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B übertragen wird (beschrieben in Abschnitt 4.2).

- 20 Die Übertragung von Energie von S_{OA11} auf S_{ZA} , bevorzugt die Beheizung von S_{ZA} durch S_{OA11} erfolgt bevorzugt direkt oder indirekt.

„Direkt“ bedeutet, dass S_{OA11} mit S_{ZA} kontaktiert wird, ohne dass die beiden Ströme sich mischen, so dass Energie, insbesondere Wärme, von S_{OA11} auf S_{ZA} übergeht.

25

Dies kann durchgeführt werden, in dem S_{OA11} und S_{ZA} durch einen Zwischenverdampfer V_{ZRD} an der Rektifikationskolonne RD_A geleitet werden und S_{OA11} den S_{ZA} beheizt.

- 30 Als Wärmeüberträger (anderer Begriff für „Wärmeüberträger“ = „Wärmetauscher“), insbesondere als die nachfolgend genannten Wärmeüberträger WT_X , WT_Y , WT_Z , können die dem Fachmann geläufigen Wärmeüberträger, insbesondere Verdampfer, eingesetzt werden. In Schritt (d) des Verfahrens gemäß der Erfindung erfolgt insbesondere die Übertragung der Energie, bevorzugter Wärme, von S_{OA11} auf S_{ZA} in einem Zwischenverdampfer V_{ZRD} .

- 35 „Indirekt“ bedeutet insbesondere, dass S_{OA11} mit einem Wärmeträger W_1 , bevorzugt über mindestens einen Wärmeüberträger WT_X , kontaktiert wird, wobei es sich bei dem Wärmeträger nicht um S_{ZA} handelt, W_1 also von S_{ZA} verschieden ist, so dass Energie, bevorzugt Wärme, von S_{OA11} auf W_1 übergeht, ohne dass die beiden Ströme sich mischen, und die Wärme dann von W_1 auf S_{ZA} übergeht, in dem W_1 S_{ZA} kontaktiert, wobei sich S_{ZA} und W_1 mischen oder nicht mischen,

bevorzugt aber nicht mischen. Wenn sich W_1 und S_{ZA} dabei nicht mischen, erfolgt die Übertragung der Energie, bevorzugt Wärme, insbesondere in einem weiteren Wärmeüberträger WT_Y .

- In einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann bei indirekter
- 5 Energieübertragung von S_{OA11} auf S_{ZA} , insbesondere Beheizung von S_{ZA} durch S_{OA11} , auch zunächst Energie, bevorzugt Wärme von S_{OA11} auf W_1 , bevorzugt durch Kontaktierung über mindestens einen Wärmetauscher WT_X übertragen werden, und dann von W_1 auf einen weiteren, von S_{ZA} verschiedenen Wärmeträger W_2 , bevorzugt durch Kontaktierung über mindestens einen Wärmetauscher WT_Y , übertragen werden. Im letzten Schritt erfolgt dann Übertragung der Wärme
- 10 von W_2 auf S_{ZA} , wobei sich S_{ZA} und W_2 mischen oder nicht mischen, bevorzugt aber nicht mischen. Wenn sich W_2 und S_{ZA} dabei nicht mischen, erfolgt die Übertragung der Energie, bevorzugt Wärme, insbesondere in einem weiteren Wärmeüberträger WT_Z .

- Es versteht sich von selbst, dass sich in weiteren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung
- 15 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
- 20 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.

- 25 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.

- Im Anschluss an Schritt (d) kann S_{OA11} dann wieder der Rektifikationskolonne RD_A , gegebenenfalls
- 30 zusammen mit Frischalkohol und/oder mit dem Rücklauf der Rektifikationskolonne RD_A , eingespeist werden. In einer bevorzugten Ausführungsform wird von S_{OA11} , insbesondere nach der Übertragung der Energie auf S_{ZA} , weitere Energie übertragen.

- In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung, wird Energie, bevorzugt Wärme, von S_{OA11} , nachdem S_{OA11} Energie auf S_{ZA} gemäß Schritt (d) übertragen hat,
- 35 auf S_{OA} übertragen, insbesondere auf den Teil von S_{OA} übertragen, der einer Verdichtung, bevorzugt der Verdichtung in Schritt (c), zugeführt wird, wobei es sich um eine Vorverdichtung von S_{OA} oder die Verdichtung von S_{OA} zu S_{OA1} handeln kann. Bevorzugt handelt es sich dabei um die erste Verdichtung, der der Strom S_{OA} , nachdem der die Kolonne RD_A verlassen hat, unterworfen wird. Dies ermöglicht es, einen Teil der noch von S_{OA11} gespeicherten Restenergie bzw.
- 40 Restwärme im Prozess einzusetzen, in diesem Fall zur Erwärmung von zu verdichtendem S_{OA} .

Dadurch werden eventuell in S_{OA} vorhandene Tröpfchen verdampft und so Tropfeneintrag in den Verdichter verhindert.

- Andere, bevorzugte zusätzliche Senken für die Energie, bevorzugt Wärme in S_{OA11} , sind weiter
5 unten beschrieben (siehe Absatz 4.3).

- Der Schritt (d) des erfindungsgemäßen Verfahrens spiegelt einen Aspekt des unerwarteten Effekts der vorliegenden Erfindung wider. Dabei dissipiert die bei der Verdichtung des Brüdenstrom S_{OA} zum verdichteten Brüdenstrom S_{OA1} erhaltene überschüssige Energie nicht ungenutzt, sondern
10 wird in der Rektifikation eingesetzt. Dies erfolgt dergestalt, dass zuerst die Verdichtung von S_{OA} zu S_{OA1} erfolgt, womit eine Einstellung auf den Wert, der für eine Energieübertragung von S_{OA11} auf S_{ZA} optimal ist, ermöglicht wird, und dann ein von S_{OA11} verschiedener Teil S_{OA12} weiter auf S_{OA2} verdichtet werden kann. Die Kondensationswärme, die bei der weiteren Verdichtung von S_{OA12} weiter auf S_{OA2} erhalten wird, wird in die Kolonne im Sumpfverdampfer eingespeist. Die
15 erforderliche zusätzliche Verdichterleistung ist geringer als die dadurch eingesparte Heizdampfleistung. Das erfindungsgemäße Verfahren benötigt weniger Energie als jene des Standes der Technik, wie sie in Beispielen 1 und 2 gezeigt sind. Mit der Verdichtung auf S_{OA2} können Druck- und Temperatur von S_{OA2} so eingestellt werden, dass eine optimale Energieübertragung von S_{OA2} auf S_{UA1} bzw. S_{UA} erfolgen kann.

20 4.1.5 Schritt (e) des erfindungsgemäßen Verfahrens

- In Schritt (e) des Verfahrens der Erfindung wird ein von S_{OA11} verschiedener Teil des verdichteten Brüdenstroms S_{OA1} , S_{OA12} , weiter verdichtet wird, wodurch ein gegenüber S_{OA11} verdichteter Brüdenstrom S_{OA2} erhalten wird.

- 25 Es versteht sich von selbst, dass S_{OA2} nach Durchführung des Schrittes (e) auch gegenüber S_{OA12} und S_{OA1} verdichtet ist.

- Der Druck, den der Brüdenstrom S_{OA2} aufweist, wird mit „ p_{OA2} “, seine Temperatur mit „ T_{OA2} “
30 bezeichnet.

- Der Druck p_{OA2} ist höher als p_{OA1} , und der Quotient aus p_{OA2}/p_{OA1} (Drücke jeweils in bar abs.) liegt bevorzugt im Bereich von 1.1 bis 10, bevorzugter 1.2 bis 8, bevorzugter 1.25 bis 7, am bevorzugtesten 1.3 bis 6.
- 35 Die Temperatur T_{OA2} ist insbesondere höher als die Temperatur T_{OA1} und der Quotient aus T_{OA2}/T_{OA1} (Temperatur jeweils in °C) liegt bevorzugt im Bereich von 1.03 bis 10, bevorzugter 1.04 bis 9, bevorzugter 1.05 bis 8, bevorzugter 1.06 bis 7, bevorzugter 1.07 bis 6, am bevorzugtesten 1.08 bis 5.

- Das Verdichten von S_{OA12} in Schritt (e) kann nach dem Fachmann geläufigen Verfahren durchgeführt werden. So kann die Verdichtung zum Beispiel mechanisch einstufig oder mehrstufig, bevorzugt mehrstufig, durchgeführt werden. Bei einer mehrstufigen Verdichtung können mehrere Verdichter gleicher Bauart oder Verdichter unterschiedlicher Bauart eingesetzt werden. Der Einsatz
- 5 einer einstufigen Verdichtung oder einer mehrstufigen Verdichtung ist davon abhängig, auf welchen Druck der Brüden S_{OA12} verdichtet werden soll. Eine im Kontext des Schrittes (c) für S_{OA} beschriebene Vorverdichtung kann auch für die Verdichtung von S_{OA12} zu S_{OA2} durchgeführt werden, insbesondere genügt im Schritt (e) aber die Verdichtung in einer Stufe, d.h. unter Verwendung eines Verdichters VD_x .

10 4.1.6 Schritt (f) des erfindungsgemäßen Verfahrens

- Im Schritt (f) des Verfahrens gemäß der Erfindung wird Energie von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} übertragen, bevor S_{UA1} in RD_A rückgeführt wird.

- 15 Bevorzugt wird im Schritt (f) des Verfahrens gemäß der Energie von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} übertragen, bevor S_{UA1} in RD_A rückgeführt wird.

- 20 Durch den Schritt (f) sinkt die Energie von S_{OA2} , so dass insbesondere der Strom S_{OA2} mindestens teilweise kondensiert

- Schritt (f) des erfindungsgemäßen Verfahrens umfasst folgende bevorzugte Ausführungsformen (f1), (f2), (f3):

- 25 (f1) Energie wird von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} übertragen, und S_{UA1} dann in RD_A rückgeführt;

- (f2) Energie wird von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf einen Teil $S_{UA1'}$ des mindestens einen Stromes S_{UA} übertragen, und von $S_{UA1'}$ wird dann ein Teil S_{UA1} in RD_A rückgeführt;

- 30 (f3) Energie wird von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf den gesamten Strom S_{UA} übertragen und dann wird der gesamte Strom S_{UA} oder nur ein Teil S_{UA1} des Stromes S_{UA} , bevorzugt nur ein Teil S_{UA1} des Stromes S_{UA} , in RD_A rückgeführt.

- 35 Die Übertragung von Energie von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} , bevorzugt die Beheizung des mindestens einen Teils S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} durch mindestens einen Teil von S_{OA2} , erfolgt bevorzugt direkt oder indirekt.

„Direkt“ bedeutet, dass mindestens ein Teil von S_{OA2} mit dem mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} kontaktiert wird, ohne dass die beiden Ströme sich mischen, so dass Energie, insbesondere Wärme, von mindestens einem Teil S_{OA2} auf den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} übergeht.

5

Dies kann dies durchgeführt werden, in dem der mindestens eine Teil von S_{OA2} und der mindestens eine Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} durch einen Sumpfverdampfer V_{SRD} an der Rektifikationskolonne RD_A geleitet werden und S_{OA11} den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} beheizt.

10

Als Wärmeüberträger, insbesondere als die nachfolgend genannten Wärmeüberträger WT_X , WT_Y , WT_Z , können die dem Fachmann geläufigen Wärmetauscher, insbesondere Verdampfer, eingesetzt werden. In Schritt (f) des Verfahrens gemäß der Erfindung erfolgt insbesondere die Übertragung der Energie, bevorzugter Wärme, vom mindestens einen Teil von S_{OA2} auf den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} in einem Sumpfverdampfer V_{SRD} .

15

„Indirekt“ bedeutet insbesondere, dass der mindestens eine Teil von S_{OA2} mit mindestens einem Wärmeträger W_1 , bevorzugt über mindestens einen Wärmetauscher WT_X , kontaktiert wird, wobei es sich bei dem Wärmeträger nicht um den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} handelt, W_1 also davon verschieden ist, so dass Energie, bevorzugt Wärme, vom mindestens einen Teil von S_{OA2} auf den mindestens einen Wärmeträger W_1 übergeht, ohne dass die beiden Ströme sich mischen, und die Wärme dann von W_1 auf den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} übergeht, in dem W_1 die betreffende Komponente kontaktiert, wobei sich der mindestens eine Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} und W_1 mischen oder nicht mischen, bevorzugt aber nicht mischen.

25

In einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann bei indirekter Energieübertragung vom mindestens einen Teil von S_{OA2} auf den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} , insbesondere Beheizung des mindestens einen Teils S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} durch den mindestens einen Teil von S_{OA2} , auch zunächst Energie, bevorzugt Wärme von S_{OA2} auf W_1 , bevorzugt durch Kontaktierung über mindestens einen Wärmetauscher WT_X übertragen werden, und dann von W_1 auf einen weiteren, von dem mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} verschiedenen 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 den mindestens einen Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} , wobei sich der mindestens eine Teil S_{UA1} des mindestens einen Stromes S_{UA} und W_2 mischen oder nicht mischen, bevorzugt aber nicht mischen. 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.

40

- 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
- 5 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.
- 10 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.

- Im Anschluss an Schritt (f) kann der mindestens eine Teil von S_{OA2} dann wieder der Rektifikationskolonne RD_A , gegebenenfalls zusammen mit Frischalkohol und/oder mit dem
- 15 Rücklauf der Rektifikationskolonne RD_A und/oder mit dem nach Durchführung des Schritts (d) erhaltenen Strom S_{OA11} eingespeist werden. In einer bevorzugten Ausführungsform wird von mindestens einen Teil von S_{OA2} , insbesondere nach der Übertragung der Energie auf den mindestens einen Teil S_{UA1} von S_{UA} , weiter Energie übertragen.
- In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung, wird Energie,
- 20 bevorzugter Wärme, vom mindestens einen Teil von S_{OA2} , nachdem von diesem Energie auf den mindestens einen Teil S_{UA1} von S_{UA} gemäß Schritt (f) übertragen wurde, auf S_{OA} übertragen, insbesondere auf den Teil von S_{OA} übertragen, der einer Verdichtung, bevorzugt der Verdichtung in Schritt (c), zugeführt wird, wobei es sich um eine Vorverdichtung von S_{OA} oder die Verdichtung von S_{OA} zu S_{OA1} handeln kann. Bevorzugt handelt es sich dabei um die erste Verdichtung, der der
- 25 Strom S_{OA} , nachdem der die Kolonne RD_A verlassen hat, unterworfen wird. Dies ermöglicht es, einen Teil der noch von dem mindestens einen Teil S_{OA2} gespeicherte Restenergie bzw. Restwärme im Prozess einzusetzen, in diesem Fall zur Erwärmung von zu verdichtendem S_{OA} .
- Andere, bevorzugte zusätzliche Senken für die Energie, bevorzugt Wärme, in dem mindestens
- 30 einen Teil von S_{OA2} , sind weiter unten beschrieben (siehe Absatz 4.3).

4.2 Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats

- Das im Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches G gemäß der Erfindung eingesetzte Gemisch G ist ein einer Reaktionskolonne zur Herstellung von Alkalimetallalkoholaten entnommenes
- 35 Wasser/Methanol-Gemisch.

Die vorliegende Erfindung betrifft somit ein Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR , wobei R Methyl ist, und wobei M_A ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, bevorzugt Natrium ist.

ROH ist demnach Methanol.

4.2.1 Schritt ($\alpha 1$)

- 5 Im Schritt ($\alpha 1$) des Verfahrens gemäß der Erfindung 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.

- 10 Als „Reaktivrektifikationskolonne“ wird erfindungsgemäß eine Rektifikationskolonne definiert, in der zumindest in einigen Teilen die Umsetzung nach Schritt ($\alpha 1$) oder Schritt ($\alpha 2$) des erfindungsgemäßen Verfahrens ablaufen. Sie kann auch als „Reaktionskolonne“ abgekürzt werden.

- 15 In Schritt ($\alpha 1$) 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.

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

- 20 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.

- 25 Der in Schritt ($\alpha 1$) als Eduktstrom S_{AE1} 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.

Der Eduktstrom S_{AE1} wird bevorzugt dampfförmig zugegeben.

- 30 Der Eduktstrom S_{AE2} umfasst M_{AOH} . In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst S_{AE2} neben 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} .

- 35 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 10 bis 75 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-% und besonders bevorzugt von 40 bis 52 Gew.-%.

Wenn der Eduktstrom S_{AE2} $MAOH$ und ROH umfasst, liegt der Massenanteil von $MAOH$ in ROH , bezogen auf das Gesamtgewicht der Lösung, welche S_{AE2} bildet, insbesondere im Bereich von 10 bis 75 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und besonders bevorzugt von 40 bis 52 Gew.-%.

5

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 575 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und

10 besonders bevorzugt von 40 bis 52 Gew.-% liegt.

Schritt ($\alpha 1$) wird in einer Reaktivrektifikationskolonne (oder „Reaktionskolonne“) RR_A durchgeführt.

Schritt ($\alpha 2$), der unten weiter erklärt wird, wird in einer Reaktivrektifikationskolonne (oder

15 „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 Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B Böden enthält, so sind Glockenböden, Ventilböden,

20 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 konstruktiven Maßnahmen sind dem Fachmann geläufig. Bei Ventilböden werden zum Beispiel

25 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 noch zu vergrößern.

30

Bei Einsatz von strukturierten oder unstrukturierten Packungen sind strukturierte Packungen im Hinblick auf die gleichmäßige Verteilung der Flüssigkeit bevorzugt.

Bei Kolonnen mit unstrukturierten Packungen, insbesondere mit Füllkörpern, und bei Kolonnen mit

35 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

40 der Abtropfstellen der Flüssigkeitsverteiler oder deren Bohrungen mit einfachen Mitteln erreichen.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich durchgeführt werden. Bevorzugt wird es kontinuierlich durchgeführt.

- 5 „Umsetzung eines Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{AE2} umfassend M_{AOH} im Gegenstrom“ wird erfindungsgemäß insbesondere dadurch gewährleistet, dass die Zulaufstelle mindestens eines Teils des Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH in Schritt ($\alpha 1$) an der Reaktionskolonne RR_A unterhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{AE2} umfassend M_{AOH} liegt.

- 10 Die Reaktionskolonne RR_A umfasst vorzugsweise mindestens 2, insbesondere 15 bis 40 theoretische Stufen zwischen der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{AE1} und der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{AE2} .

- Die Reaktionskolonne RR_A kann als reine Abtriebskolonne betrieben werden. Dann wird im unteren Bereich der Reaktionskolonne RR_A dampfförmig der Eduktstrom S_{AE1} umfassend ROH zugeführt.
- 15

- Schritt ($\alpha 1$) umfasst auch den Fall, dass ein Teil des Eduktstroms S_{AE1} umfassend ROH zwar unterhalb der Zulaufstelle 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 ($\alpha 1$) 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 Stufen, besonders bevorzugt 1 bis 3 theoretische Stufen unterhalb der Zulaufstelle 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 $\langle 1 \rangle$ 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 ($\alpha 1$) ein Rohprodukt RP_A in der Reaktionskolonne RR_A erhalten, welches neben den Produkten M_{AOR} und Wasser
- 35 auch noch ROH und M_{AOH} umfasst.

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

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.

- 5 Dieser Brüdenstrom S_{AB} umfassend Wasser und ROH wird im Schritt (β) mindestens teilweise als Gemisch G in Schritt (a) des Verfahrens gemäß der Erfindung eingesetzt. Ein Teil des bei der Destillation in Schritt (a) im Strom S_{OA} gewonnenen Alkohols kann der Reaktionskolonne RR_A als Eduktstrom S_{AE1} zugeführt werden.
- 10 In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein Teil von S_{OA} in Schritt ($\alpha 1$) als Eduktstrom S_{AE1} und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich in Schritt ($\alpha 2$) als Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt.

- In einer bevorzugteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden 5 bis 95 Gew.-%, bevorzugt 10 bis 90 Gew.-%, bevorzugter 20 bis 80 Gew.-%, noch bevorzugter 30 bis 70 Gew.-% des Brüdenstromes S_{OA} als Eduktstrom S_{AE1} bzw. falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich in Schritt ($\alpha 2$) als Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt.
- 15

- In dieser bevorzugten Ausführungsform ist es vorteilhaft, den Teil des Stromes S_{OA} , der als Eduktstrom S_{AE1} bzw. als Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt wird, zu verdichten.
- 20

- 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.
- 25

- 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 ($\alpha 1$) als Eduktstrom S_{AE1} eingesetztem Alkohol ROH zum Gesamtgewicht (Massen; Einheit: kg) an in Schritt ($\alpha 1$) als Eduktstrom S_{AE2} eingesetzten M_{AOH} 4 : 1 bis 50 : 1, bevorzugter 8 : 1 bis 48 : 1, noch bevorzugter 10 : 1 bis 45 : 1, noch mehr bevorzugter 20 : 1 bis 40 : 1.
- 30

35

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

- „Mit Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende der jeweiligen Kolonne, in Schritt ($\alpha 1$) der Reaktionskolonne RR_A , in Schritt ($\alpha 2$) der Reaktionskolonne RR_B , entnommene Brüdenstrom S_{AB} bzw. S_{BB} umfassend Wasser und ROH nicht vollständig abgeführt wird. Im Schritt (β) wird dann der
- 40

- betreffende Brüdenstrom S_{AB} bzw. S_{BB} also nicht vollständig als Gemisch G eingesetzt, sondern mindestens teilweise, bevorzugt teilweise, wieder als Rücklauf der jeweiligen Kolonne, in Schritt ($\alpha 1$) der Reaktionskolonne RR_A , in Schritt ($\alpha 2$) der Reaktionskolonne RR_B , zugeführt. In den Fällen, in denen ein solcher Rücklauf eingestellt wird, beträgt das Rücklaufverhältnis dabei
- 5 bevorzugt 0.01 bis 1, bevorzugter 0.02 bis 0.9, noch bevorzugter 0.03 bis 0.34, besonderes bevorzugt 0.04 bis 0.27 und ganz besonders bevorzugt 0.05 bis 0.24.

- Ein Rücklauf kann dadurch eingestellt werden, dass am Kopf der jeweiligen Kolonne ein Kondensator angebracht wird. In Schritt ($\alpha 1$) wird dazu insbesondere an der Reaktionskolonne
- 10 RR_A ein Kondensator K_{RRA} angebracht. In Schritt ($\alpha 2$) wird dazu insbesondere an der Reaktionskolonne RR_B ein Kondensator K_{RRB} angebracht. In dem jeweiligen Kondensator wird der jeweilige Brüdenstrom S_{AB} bzw. S_{BB} mindestens teilweise kondensiert und der jeweiligen Kolonne, in Schritt ($\alpha 1$) der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B wieder zugeführt wird.

- 15 In der Ausführungsform, in der an der Reaktionskolonne RR_A ein Rücklauf eingestellt wird, kann der in Schritt ($\alpha 1$) als Eduktstrom S_{AE2} eingesetzte $MAOH$ auch mindestens teilweise mit dem Rücklaufstrom vermischt werden und die resultierende Mischung so dem Schritt ($\alpha 1$) zugeführt werden.

- 20 Der Schritt ($\alpha 1$) wird insbesondere bei einer Temperatur im Bereich von $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, bevorzugt $47\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $120\text{ }^{\circ}\text{C}$, bevorzugter $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $110\text{ }^{\circ}\text{C}$, und bei einem Druck von 0.5 bar abs. bis 40 bar abs., bevorzugt im Bereich von 0.7 bar abs. bis 5 bar abs., bevorzugter im Bereich von 0.8 bar abs. bis 4 bar abs., bevorzugter im Bereich von 0.9 bar abs. bis 3.5 bar abs., noch bevorzugter bei 1.0 bar abs. bis 3 bar abs. durchgeführt.

- 25 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} .

- 30 Als „Zwischenverdampfer“ V_Z werden erfindungsgemäß Verdampfer bezeichnet, die sich oberhalb des Sumpfs der jeweiligen Kolonne, insbesondere oberhalb des Sumpfs der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B (dann als „ V_{ZA} “ bzw. „ V_{ZB} “ bezeichnet) oder oberhalb des Sumpfes der Rektifikationskolonne RD_A (dann als „ V_{ZRD} “ bezeichnet) befinden. Im Falle von RR_A bzw. RR_B wird
- 35 in ihnen insbesondere Rohprodukt RP_A bzw. RP_B verdampft, das der Kolonne als Seitenstrom S_{ZAA} bzw. S_{ZBA} entnommen wird.

- Als „Sumpfverdampfer“ V_S werden erfindungsgemäß Verdampfer bezeichnet, die den Sumpf der jeweiligen Kolonne, insbesondere den Sumpf der Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B bzw. der in der
- 40 bevorzugten Ausführungsform verwendeten und weiter unten näher beschriebenen RR_C (dann als

- „ V_{SA} “ oder „ $V_{SA'}$ “ bzw. „ V_{SB} “ oder „ $V_{SB'}$ “ bzw. „ V_{SC} “ oder „ $V_{SC'}$ “ bezeichnet) oder den Sumpf der Rektifikationskolonne RD_A (dann als „ V_{SRD} “ oder „ $V_{SRD'}$ “ bezeichnet) beheizen. Im Falle von RR_A bzw. RR_B wird in ihnen insbesondere mindestens ein Teil des Sumpfproduktstroms S_{AP} bzw. S_{BP} verdampft. Im Falle von RR_C wird in ihnen insbesondere Sumpfproduktstrom S_{CP} verdampft. Im
- 5 Falle von RD_A wird in ihnen insbesondere Sumpfproduktstrom S_{UA} oder ein Teil von S_{UA} , S_{UA1} , verdampft.

- Ein Verdampfer ist üblicherweise außerhalb der jeweiligen Reaktionskolonne oder Rektifikationskolonne angeordnet. Da in Verdampfern Energie, insbesondere Wärme, von einem
- 10 Strom auf einen anderen übertragen wird, sind sie Wärmeüberträger WT . Über einen Abzug aus der Kolonne wird das 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.

- 15 Im Falle der Rektifikationskolonne RD_A wird bei der Zwischenverdampfung mindestens ein Seitenstrom S_{ZA} aus RD_A entnommen („abgezogen“) und dem mindestens einen Zwischenverdampfer V_{ZRD} zugeführt.

- 20 Im Falle der Rektifikationskolonne RD_A wird bei der Sumpfverdampfung mindestens ein Strom S_{UA} aus RD_A entnommen („abgezogen“) und mindestens ein Teil, bevorzugt ein Teil, dem mindestens einen Sumpfverdampfer V_{SRD} zugeführt.

- Über mindestens einen Zulauf wird das verdampfte Gemisch gegebenenfalls mit einem Restanteil
- 25 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} bzw. V_{ZRD} handelt, ist der Abzug, über den das jeweilige Gemisch abgezogen und dem Verdampfer zugeführt wird, ein Seitenabzug und der Zulauf, über den das verdampfte Gemisch der jeweiligen Kolonne wieder zugeführt wird, ein Seitenzulauf. Wenn der Verdampfer ein Sumpfverdampfer ist,
- 30 also den Kolonnensumpf beheizt, es sich also insbesondere um einen Sumpfverdampfer V_{SA} bzw. V_{SB} bzw. V_{SRD} handelt, so wird zumindest ein Teil des Sumpfzugsstroms, insbesondere S_{AP} bzw. S_{BP} , dem Sumpfverdampfer 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 Zwischenverdampfers oder im Sumpf der jeweiligen Kolonne
- 35 Rohre auszubilden, die von dem Wärmeträger, z.B. dem jeweiligen verdichteten Brüdenstrom S_{OA11} bzw. S_{OA2} (wenn V_S bzw. V_Z sich an der Rektifikationskolonne RD_A befinden) bzw. einem Wärmemedium 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.

- Geeignete Verdampfer, die als Zwischenverdampfer und Sumpfverdampfer eingesetzt werden können, sind zum Beispiel Naturumlaufverdampfer, Zwangsumlaufverdampfer, Zwangsumlaufverdampfer mit Entspannung, Kesselverdampfer, Fallfilmverdampfer oder Dünnschichtverdampfer. Als Wärmeübertrager für den Verdampfer wird bei
- 5 Naturumlaufverdampfern und Zwangsumlaufverdampfern üblicherweise ein Rohrbündel oder Plattenapparat eingesetzt. Bei Einsatz eines Rohrbündelüberträgers kann der Wärmeträger, z.B. der verdichtete Brüdenstrom S_{OA11} bzw. S_{OA2} in V_{SRD} bzw. V_{ZRD} an der Rektifikationskolonne RD_A bzw. das Wärmedium W_1 entweder durch die Rohre strömen und das zu verdampfende Gemisch die Rohre umströmen oder aber der Wärmeträger, z.B. der verdichtete Brüdenstrom
- 10 S_{OA11} bzw. S_{OA2} in V_{SRD} bzw. V_{ZRD} an der Rektifikationskolonne RD_A 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 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
- 15 vorgesehen, der die zu verdampfende Flüssigkeit auf der Innenwand des Rohres zu einem dünnen Film verteilt.

- Neben den genannten kann aber auch jede beliebige andere, dem Fachmann bekannte Verdampferbauart, die sich zum Einsatz an einer Rektifikationskolonne eignet, eingesetzt werden.
- 20 Wenn der Verdampfer, der z.B. mit dem verdichteten Brüdenstrom S_{OA11} bzw. das Wärmedium W_1 als Heizdampf betrieben wird, ein Zwischenverdampfer ist, ist es bevorzugt, wenn der Zwischenverdampfer im Abtriebsteil der Rektifikationskolonne RD_A im Bereich zwischen der Zulaufstelle des Gemischs G und oberhalb des Kolonnensumpfes bzw. im Falle der
- 25 Reaktionskolonnen RR_A bzw. RR_B unterhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{AE2} bzw. S_{BE2} 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 10%, insbesondere
- 30 mehr als 20% der für die Destillation benötigten Gesamtenergie eingebracht werden.

- Bei Einsatz eines Zwischenverdampfers ist es insbesondere vorteilhaft, wenn der Zwischenverdampfer so angeordnet ist, dass die jeweilige Rektifikationskolonne bzw. Reaktionskolonne unterhalb des Zwischenverdampfers 1 bis 50 theoretische Stufen aufweist und
- 35 oberhalb des Zwischenverdampfers 1 bis 200 theoretische Stufen. Insbesondere ist es bevorzugt, wenn die Rektifikationskolonne bzw. Reaktionskolonne unterhalb des Zwischenverdampfers 2 bis 10 theoretische Stufen aufweist und oberhalb des Zwischenverdampfers 20 bis 80 theoretische Stufen.

Der Seitenabzugsstrom, über den das Gemisch aus der Rektifikationskolonne bzw. Reaktionskolonne dem Zwischenverdampfer V_Z zugeführt wird, und der Seitenzulauf, über den das verdampfte Gemisch aus dem Zwischenverdampfer V_Z wieder der jeweiligen Rektifikationskolonne bzw. Reaktionskolonne zugeführt wird, können zwischen den gleichen Böden der Kolonne
 5 positioniert sein. Es ist jedoch auch möglich, dass Seitenabzug und Seitenzulauf auf unterschiedlicher Höhe liegen.

In einem solchen Zwischenverdampfer V_{ZA} kann in der Reaktionskolonne RR_A befindliches,
 10 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 ($\alpha 1$) des erfindungsgemäßen Verfahrens verbessert werden.

In einem solchen Zwischenverdampfer V_{ZB} kann in der Reaktionskolonne RR_B befindliches,
 15 flüssiges Rohprodukt RP_B umfassend M_BOR , Wasser, ROH, M_BOH in den gasförmigen Zustand überführt werden, und so die Effizienz der Umsetzung gemäß Schritt ($\alpha 2$) des erfindungsgemäßen Verfahrens verbessert werden.

Durch die Anordnung von einem oder mehreren Zwischenverdampfern V_{ZA} bzw. V_{ZB} im oberen
 20 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} bzw. V_{ZB} ist es auch möglich, Teilströme des ROH in flüssiger Form im oberen Bereich der Reaktionskolonne RR_A zuzuführen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} , insbesondere ausgewählt aus S_{OA11} , S_{OA12} ,
 25 S_{OA2} , bevorzugt ausgewählt aus S_{OA11} , S_{OA2} , auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B übertragen.

„Übertragung von Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil von S_{OA1} auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B “ umfasst auch die Übertragung von Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Strom ausgewählt aus S_{OA11} , S_{OA12} , oder vom Strom S_{OA1} vor dessen Auftrennung in S_{OA11} ,
 30 S_{OA12} , auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B . Es umfasst auch die Übertragung von Energie von einem Teil von S_{OA11} ,
 35 S_{OA12} auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B .

Dazu wird insbesondere ein Teil des betreffenden Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} oder ein
 40 Wärmeträger W_1 , auf den vorher Energie von dem betreffenden Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2}

- übertragen wurde, mindestens teilweise über einen Zwischenverdampfer V_{ZA} bzw. V_{ZB} geleitet und die Energie von dem betreffenden Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} bzw. W_1 auf den per Seitenabzug auf RR_A bzw. RR_B abgezogenen Rohproduktstrom übertragen wird, insbesondere in dem der betreffende Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} bzw. W_1 zur Beheizung des Verdampfers
- 5 V_{ZA} bzw. V_{ZB} genutzt wird.

- Sumpfordampfer sind erfindungsgemäß am Sumpf der jeweiligen Rektifikationskolonne RD_A bzw. Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B bzw. RR_C angeordnet und werden dann als „ V_{SRD} “ oder „ V_{SRD} “ bzw. „ V_{SA} “ oder „ V_{SA} “ bzw. „ V_{SB} “ oder „ V_{SB} “ bzw. „ V_{SC} “ oder „ V_{SC} “ bezeichnet. In einem solchen
- 10 Sumpfordampfer kann ein in der jeweiligen Kolonne (insbesondere Reaktionskolonne RR_A bzw. RR_B) befindlicher Sumpfproduktstrom (insbesondere S_{AP} bzw. S_{BP}) geleitet und zum Beispiel ROH mindestens teilweise daraus entfernt werden. Im Falle von S_{AP} bzw. S_{BP} kann dadurch ein Sumpfproduktstrom S_{AP^*} mit einem gegenüber S_{AP} erhöhten Massenanteil an M_{AOR} bzw. ein Sumpfproduktstrom S_{BP^*} mit einem gegenüber S_{BP} erhöhten Massenanteil an M_{BOR} erhalten
- 15 werden.

In Schritt ($\alpha 1$) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende der Reaktionskolonne RR_A ein Sumpfproduktstrom S_{AP} umfassend ROH und M_{AOR} entnommen.

- 20 Es ist bevorzugt, dass die Reaktionskolonne RR_A mindestens einen Sumpfordampfer V_{SA} aufweist, über den Sumpfproduktstrom S_{AP} dann teilweise geleitet wird und ROH aus diesem teilweise entfernt wird, wodurch ein Sumpfproduktstrom S_{AP^*} mit einem gegenüber S_{AP} erhöhten Massenanteil an M_{AOR} erhalten wird.
- 25 In einer anderen bevorzugten Ausführungsform wird deshalb zur Übertragung von Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} , insbesondere ausgewählt aus S_{OA11} , S_{OA2} , auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B , wie folgt vorgegangen:
- 30 Es wird dann insbesondere ein Teil des betreffenden Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} oder ein Wärmeträger W_1 , auf den vorher Energie von dem betreffenden Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} übertragen wurde, mindestens teilweise über einen Sumpfordampfer V_{SA} bzw. V_{SB} geleitet und die Energie von dem betreffenden Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} bzw. W_1 auf den Sumpfproduktstrom S_{AP} bzw. S_{BP} übertragen, insbesondere in dem der betreffende Stroms
- 35 ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} bzw. W_1 zur Beheizung des Verdampfers V_{SA} bzw. V_{SB} genutzt wird.

Der Massenanteil an M_{AOR} des Sumpfproduktstroms S_{AP^*} ist dabei insbesondere gegenüber dem Massenanteil an M_{AOR} des Sumpfproduktstroms S_{AP} um mindestens 0.5 % erhöht, bevorzugt um ≥ 1 %, bevorzugter um ≥ 2 %, noch bevorzugter um ≥ 5 %,

- 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 von 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 35 Gew.-%, bevorzugter 15 bis 35 Gew.-%, am bevorzugtesten 20 bis 35 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 < 0.8 Gew.-%, bevorzugter < 0.5 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 < 0.8 Gew.-%, bevorzugter < 0.5 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von S_{AP} .

4.2.2 Schritt ($\alpha 2$) (optional)

- Schritt ($\alpha 2$) ist eine optionale Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung. Dies bedeutet, dass im Rahmen der bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens gemäß der Erfindung der Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird oder nicht. Im optionalen Schritt ($\alpha 2$) wird, gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt ($\alpha 1$), ein Eduktstrom S_{BE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{BE2} umfassend $M_B OH$ im Gegenstrom in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_B zu einem Rohprodukt RP_B umfassend $M_B OR$, Wasser, ROH, $M_B OH$ umgesetzt.

- In Schritt ($\alpha 2$) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende von RR_B ein Sumpfproduktstrom S_{BP} umfassend ROH und $M_B OR$ entnommen. Am oberen Ende von RR_B wird ein Brüdenstrom S_{BB} umfassend Wasser und ROH entnommen.

- 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.

- Der in Schritt ($\alpha 2$) 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.

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

Der Eduktstrom S_{BE2} umfasst $M_B OH$. In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst S_{BE2} neben $M_B OH$ 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 M_BOH .

- 5 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 75 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-% und besonders bevorzugt von 40 bis 52 Gew.-%.

- 10 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 10 bis 75 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und besonders bevorzugt von 40 bis 52 Gew.-%.

- 15 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 10 bis 75 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 54 Gew.-%, bevorzugter von 30 bis 53 Gew.-%, und besonders bevorzugt von 40 bis 52 Gew.-% liegt.

- 20 Schritt ($\alpha 2$) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in einer Reaktivrektifikationskolonne (oder „Reaktionskolonne“) RR_B durchgeführt. Bevorzugte Ausführungsformen der Reaktionskolonne RR_B sind im Abschnitt 4.2.1 beschrieben.

- 25 „Umsetzung eines Eduktstroms S_{BE1} umfassend ROH mit einem Eduktstrom S_{BE2} umfassend M_BOH im Gegenstrom “ wird erfindungsgemäß insbesondere dadurch gewährleistet, dass die Zulaufstelle mindestens eines Teils des Eduktstroms S_{BE1} umfassend ROH in Schritt ($\alpha 2$) an der Reaktionskolonne RR_B unterhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{BE2} umfassend M_BOH liegt.

- 30 Die Reaktionskolonne RR_B umfasst vorzugsweise mindestens 2, insbesondere 15 bis 40 theoretische Stufen zwischen der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{BE1} und der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{BE2} .

- 35 Die Reaktionskolonne RR_B kann als reine Abtriebskolonne betrieben werden. Dann wird im unteren Bereich der Reaktionskolonne RR_B dampfförmig der Eduktstrom S_{BE1} umfassend ROH zugeführt. Schritt ($\alpha 2$) des erfindungsgemäßen Verfahrens umfasst auch den Fall, dass ein Teil des Eduktstroms S_{BE1} umfassend ROH zwar unterhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{BE2} umfassend Alkalilauge M_BOH , aber dennoch am oberen Ende oder im Bereich 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
- 40

- 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 Gesamtmenge des in Schritt (α2) eingesetzten Alkohols ROH) am unteren Ende der Reaktionskolonne **RR_B** eingespeist und die restliche Teilmenge in einem Einzelstrom oder auf mehrere Teilströme verteilt,
- 5 bevorzugt 1 bis 10 theoretische Stufen, besonders bevorzugt 1 bis 3 theoretische Stufen unterhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms **S_{BE2}** umfassend M_BOH dampfförmig zugegeben.

- 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
- 10 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 (α2) des 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.
- 15 Am unteren Ende von **RR_B** erhält und entnimmt man dann den Sumpfproduktstrom **S_{BP}** umfassend ROH und M_BOR.

- 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“
- 20 bezeichnet.

- In Schritt (β) des Verfahrens gemäß der Erfindung wird mindestens ein Teil dieses Brüdenstroms **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH insbesondere als Gemisch **G** im Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt. Dabei wird er, mit **S_{AB}** vermischt oder nicht, also
- 25 getrennt von **S_{AB}** als Gemisch **G** der Rektifikationskolonne **RD_A** zugeführt. Bevorzugt werden die Brüdenströme **S_{BB}** und **S_{AB}** vermischt und dann die Mischung als Gemisch **G** im Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzt.

- Die Menge des vom Eduktstrom **S_{BE1}** umfassten Alkohols ROH wird vorzugsweise so gewählt, 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
- 30 entnommen wird.

- 35 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 (α2) als Eduktstrom **S_{BE1}** eingesetztem Alkohol ROH zum Gesamtgewicht (Massen; Einheit: kg) an in Schritt (α2) als Eduktstrom **S_{BE2}** eingesetzten

M_BOH 4 : 1 bis 50 : 1, bevorzugter 8 : 1 bis 48 : 1, noch bevorzugter 10 : 1 bis 45 : 1, noch mehr bevorzugter 20 : 1 bis 40 : 1.

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

5

„Mit Rücklauf“ bedeutet, dass der am oberen Ende der jeweiligen Kolonne, in Schritt (α2) der Reaktionskolonne **RR_B**, entnommene Brüdenstrom **S_{BB}** umfassend Wasser und ROH nicht vollständig abgeführt wird, im Schritt (β) des erfindungsgemäßen Verfahrens also nicht vollständig als Gemisch **G** in Schritt (a) eingesetzt wird, also der Rektifikationskolonne **RD_A** zugeführt wird, sondern mindestens teilweise, bevorzugt teilweise, wieder als Rücklauf der jeweiligen Kolonne, in Schritt (α2) der Reaktionskolonne **RR_B**, zugeführt wird. In den Fällen, in denen ein solcher Rücklauf eingestellt wird, beträgt das Rücklaufverhältnis dabei bevorzugt 0.01 bis 0.99, bevorzugter 0.02 bis 0.9, noch bevorzugter 0.03 bis 0.34, besonderes bevorzugt 0.04 bis 0.27 und ganz besonders bevorzugt 0.05 bis 0.24.

15

In der Ausführungsform, in der an der Reaktionskolonne **RR_B** ein Rücklauf eingestellt wird, kann der in Schritt (α2) als Eduktstrom **S_{BE2}** eingesetzte M_BOH auch mindestens teilweise mit dem Rücklaufstrom vermischt werden und die resultierende Mischung so dem Schritt (α2) zugeführt werden.

20

Der optionale Schritt (α2) 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 abs. bis 40 bar abs., bevorzugt im Bereich von 0.7 bar abs. bis 5 bar abs., bevorzugter im Bereich von 0.8 bar abs. bis 4 bar abs., bevorzugter im Bereich von 0.9 bar abs. bis 3.5 bar abs., noch bevorzugter bei 1.0 bar abs. bis 3 bar abs. durchgeführt.

25

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

30

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 überführt werden, und so die Effizienz der Umsetzung gemäß Schritt (α2) des erfindungsgemäßen Verfahrens verbessert werden.

35

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** verringert werden. Bei der Ausführungsform mit mindestens einem, bevorzugt mehreren

40

Zwischenverdampfern V_{ZB} ist es auch möglich, Teilströme des ROH in flüssiger Form im oberen Bereich der Reaktionskolonne RR_B zuzuführen.

- In Schritt (α2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird am unteren Ende der Reaktionskolonne
- 5 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
- 10 gegenüber S_{BP} erhöhten Massenanteil an M_BOR erhalten wird.

- Der Massenanteil an M_BOR des Sumpfproduktstroms S_{BP^*} ist dabei insbesondere gegenüber dem Massenanteil an M_BOR des Sumpfproduktstroms S_{BP} um mindestens 0.5 % erhöht, bevorzugt um ≥ 1 %, bevorzugter um ≥ 2 %, noch bevorzugter um ≥ 5 %.
- 15

- 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 35 Gew.-%, bevorzugter 15 bis 35 Gew.-%, am bevorzugtesten 20 bis 35 Gew.-%
- 20 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 < 0.8 Gew.-%, bevorzugter < 0.5 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von S_{BP} .

- 25 Der Massenanteil an Edukt M_BOH in S_{BP} bzw. S_{BP^*} liegt dabei bevorzugt bei < 1 Gew.-%, bevorzugt < 0.8 Gew.-%, bevorzugter < 0.5 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse von S_{BP} .

- In den Ausführungsformen des vorliegenden Verfahrens, in denen auch Schritt (α2) ausgeführt wird, wird bevorzugt der Sumpfproduktstrom S_{AP} mindestens teilweise über einen
- 30 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.

- 35 Der Schritt (α2) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird in den Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, in denen er durchgeführt wird, gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt (α1) durchgeführt. Die räumliche Trennung wird durch die Durchführung der Schritte (α1) und (α2) in den beiden Reaktionskolonnen RR_A und RR_B gewährleistet.

- 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 als „TRD“ bezeichnet. Solche Trennwandkolonnen sind dem Fachmann bekannt und
- 5 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. CN 105218315 A beschreibt ebenfalls Trennwandkolonnen, die bei der Rektifikation von Methanol eingesetzt werden.
- 10 In den für das erfindungsgemäße Verfahren in Frage kommenden Trennwandkolonnen sind die Trennwände bevorzugt bis zum Boden durchgezogen und 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
- 15 räumlich getrennte Reaktionen stattfinden können. Die durch die mindestens eine Trennwand geschaffenen Reaktionsräume können gleich oder 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
- 20 durch die mindestens eine Reaktionswand gebildeten Reaktionsraum angebrachten 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.
- In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sind demnach
- 25 mindestens zwei, noch bevorzugter genau zwei, der Kolonnen ausgewählt aus Rektifikationskolonne RD_A , Reaktionskolonne RR_A und, falls Schritt (α2) durchgeführt wird, die Reaktionskolonne RR_B in einem Kolonnenmantel untergebracht, wobei die Kolonnen mindestens teilweise durch eine bis zum Boden der Kolonne durchgezogene Trennwand voneinander getrennt sind.
- 30 Im Verbund aus Reaktionskolonne RR_A (bzw. in den Ausführungsformen, in denen Schritt (α2) durchgeführt wird, Reaktionskolonne RR_A und Reaktionskolonne RR_B) mit Rektifikationskolonne RD_A im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Rektifikationskolonne RD_A vorzugsweise bei einem Druck betrieben, der so gewählt wird, dass das Druckgefälle zwischen den Kolonnen gering ist.
- 35 Im erfindungsgemäßen Verfahren wird der Alkohol ROH verbraucht, und insbesondere bei kontinuierlicher Verfahrensführung muss dieser deshalb mit frischem Alkohol ROH ersetzt werden.

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 ($\alpha 2$) durchgeführt wird, in die Reaktionskolonnen RR_A und RR_B .

- 5 Im erfindungsgemäßen Verfahren ist es weiterhin bevorzugt, den ROH umfassende Brüdenstrom S_{OA} teilweise als Eduktstrom S_{AE1} in Schritt ($\alpha 1$) und gegebenenfalls als Eduktstrom S_{BE1} in Schritt ($\alpha 2$) einzusetzen. Alternativ oder zusätzlich kann der verdichtete Brüdenstrom S_{OA1} teilweise als Eduktstrom S_{AE1} in Schritt ($\alpha 1$) und gegebenenfalls als Eduktstrom S_{BE1} in Schritt ($\alpha 2$) eingesetzt werden. In dieser bevorzugten Ausführungsform ist es noch bevorzugter, wenn der frische Alkohol
10 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
15 eingesetzten frischen Alkohols und andererseits von dem gewünschten Restwassergehalt im Brüdenstrom S_{OA} . Je höher der Wasseranteil im eingesetzten Alkohol und je höher die Reinheitsanforderung im Brüdenstrom S_{OA} ist, um so günstiger ist ein Zulauf einige theoretische Stufen unterhalb des Kopfes der Rektifikationskolonne RD_A . Bevorzugt sind bis zu 20 theoretische Stufen unterhalb des Kopfes der Rektifikationskolonne RD_A und insbesondere 1 bis 5 theoretische
20 Stufen.

- 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
25 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_{OA} kondensierte Alkohol gesammelt wird, zugegeben wird.

- 30 Wie oben beschrieben sind in einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung mindestens zwei der Kolonnen ausgewählt aus Rektifikationskolonne RD_A , Reaktionskolonne RR_A und, falls Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, die Reaktionskolonne RR_B in einem Kolonnenmantel untergebracht, wobei die Kolonnen mindestens teilweise jeweils durch eine bis zum Boden der Kolonne durchgezogene
35 Trennwand voneinander getrennt sind. In der vorbeschriebenen bevorzugten Ausführungsform, in der Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, werden diese demnach durch zwei Trennwände voneinander getrennt, wobei die zwei Trennwände bis zum Boden der Kolonne durchgezogen sind.

- In dieser bevorzugten Ausführungsform wird insbesondere in einem Teil der TRD die Reaktion zum
40 Rohprodukt RP_A gemäß Schritt ($\alpha 1$) bzw. den Rohprodukten RP_A und RP_B gemäß Schritten ($\alpha 1$)

- und ($\alpha 2$) 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 gegebenenfalls der Eduktstrom S_{BE1} dampfförmig am unteren Ende aufgegeben wird. Das oberhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms entstehende Alkohol/Wasser-
- 5 Gemisch verteilt sich dann oberhalb der Trennwand über den gesamten Kolonnenbereich, der als Verstärkungsteil der Rektifikationskolonne RD_A dient. Der zweite bzw. dritte, durch die Trennwand abgetrennte untere Teil der Kolonne ist der Abtriebsteil der Rektifikationskolonne RD_A . Die für die Destillation notwendige Energie wird dann über einen Verdampfer am unteren Ende des zweiten durch die Trennwand abgetrennten Teils der Kolonne zugeführt, wobei dieser Verdampfer
- 10 konventionell beheizt werden kann oder mit einem Teil des verdichteten Brüdenstroms S_{OA2} beheizt werden kann. Wenn der Verdampfer konventionell beheizt wird, so kann zusätzlich ein Zwischenverdampfer vorgesehen werden, der mit einem Teil des verdichteten Brüdenstroms S_{OA11} beheizt wird.
- 15 In den Ausführungsformen, in denen ein Teil von S_{OA} als Eduktstrom S_{AE1} und/oder Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt wird, wird S_{OA} insbesondere mit einem ersten Verdichter VD_{AB2} verdichtet („vorverdichtet“) wird, womit der Unterschied der Drücke innerhalb der Reaktionskolonnen RR_A und RR_B gegenüber dem Druck in RD_A berücksichtigt werden kann.
- 20 Alternativ oder zusätzlich kann in dieser bevorzugten Ausführungsform auch, anstatt des Verdichters VD_{AB2} , der der Rektifikationskolonne RD_A nachgeschaltet ist und in dem S_{OA} vorverdichtet wird, ein der Rektifikationskolonne RD_A vorgeschalteter Verdichter VD_{AB1} eingesetzt werden, über den das Gemisch G , bevor es in RD_A geleitet wird, geleitet wird.
- 25 Der übrige, also insbesondere nicht als Eduktstrom S_{AE1} und/oder Eduktstrom S_{BE1} eingesetzte Teil des mindestens einen Brüdenstromes S_{OA} wird, soweit er nicht als Rücklauf auf RD_A rückgeführt wird, in dieser bevorzugten Ausführungsform dann weiter zu S_{OA1} verdichtet. Erfindungsgemäß wird aus S_{OA} erst in jener Verdichterstufe S_{OA1} , nach welcher die Aufteilung von S_{OA1} in S_{OA11} und S_{OA12} erfolgt, die im erfindungsgemäßen Schritt (d) eingesetzt werden. Diese Verdichtung, welche
- 30 S_{OA} in S_{OA1} verdichtet, wird in den Abbildungen und Beispielen mit dem Verdichter VD_1 (in den Abbildungen mit <401> bezeichnet) durchgeführt.

4.2.3 Schritt (β)

- 35 Im Schritt (β) des Verfahrens gemäß der Erfindung wird mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{AB} , und, wenn Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{BB} , vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} , als Gemisch G in Schritt (a) des Verfahrens gemäß der Erfindung eingesetzt. Wenn Schritt ($\alpha 2$) durchgeführt wird, ist es bevorzugt, wenn der mindestens eine Teil des Brüdenstroms S_{AB} , und der mindestens eine Teil des Brüdenstroms S_{BB} gemischt

werden und dann als Gemisch **G** in Schritt (a) des Verfahrens gemäß der Erfindung eingesetzt werden.

- 5 „Als Gemisch **G** in Schritt (a) des Verfahrens gemäß der Erfindung eingesetzt werden“ bedeutet insbesondere, dass die beiden Ströme **S_{AB}** und **S_{BB}** in die Rektifikationskolonne **RD_A** geleitet werden, wobei sie bevorzugt vorher vermischt werden.

Sie können alternativ aber auch an zwei verschiedenen Zulaufstellen in die Rektifikationskolonne **RD_A** geleitet werden.

10 4.3 Bevorzugter Aspekt: Verfahren zur Umalkoholisierung eines Alkalimetallalkoholats

- In einer vorteilhaften Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird die Energie, die in mindestens einem der Ströme **S_{OA1}**, **S_{OA2}**, **S_{OA11}**, **S_{OA12}** umfasst ist, für den Betrieb anderer industrieller Verfahren verwendet. Dies ist insbesondere in Verbundstandorten (Chemieparks, 15 Technologieparks) vorteilhaft, in denen stets Bedarf für Heizwärme besteht. Gerade bei Verbunden mit mehreren Anlagen zur Alkalimetallalkoholatherstellung kann diese Energie vorteilhaft genutzt werden. Solch Verbunde umfassen typischerweise auch Verfahren zur Umalkoholisierung, wie sie in DE 27 26 491 A1 beschrieben ist. US 3,418,383 A beschreibt Verfahren zur Umalkoholatisierung aus Methanolaten zu Propylaten.

- 20 In einem bevorzugten Aspekt der vorliegenden Erfindung wird im Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung in einer Reaktivrektifikationskolonne **RR_C** ein Eduktstrom **S_{CE1}** umfassend **M_COR'** und gegebenenfalls **R'OH** mit einem Eduktstrom **S_{CE2}** umfassend **R''OH** im Gegenstrom zu einem Rohprodukt **RP_C** umfassend **M_COR''** und **R'OH** umgesetzt,

- 25 wobei am unteren Ende von **RR_C** ein Sumpfproduktstrom **S_{CP}** umfassend **M_COR''** entnommen wird und am oberen Ende von **RR_C** ein Brüdenstrom **S_{CB}** umfassend **R'OH** entnommen wird,

- 30 und wobei **R'** und **R''** zwei voneinander verschiedene **C₁** bis **C₆**-Kohlenwasserstoffreste sind, und **M_C** ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, bevorzugt Natrium, ist,

und wobei Energie von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus **S_{OA1}**, **S_{OA2}** auf das Rohprodukt **RP_C** übertragen wird.

- 35 Das erfindungsgemäße Verfahren gemäß dem bevorzugten Aspekt der Erfindung ist eines zur Umalkoholisierung eines gegebenen Alkalimetallalkoholats **M_COR'** zu einem anderen Alkalimetallalkoholat **M_COR''**, wie es beispielsweise in der DE 27 26 491 A1 beschrieben ist.

R' und R'' sind dabei zwei voneinander verschiedene C₁ bis C₆-Kohlenwasserstoffreste, bevorzugt zwei voneinander verschiedene C₁ bis C₄-Kohlenwasserstoffreste.

Noch bevorzugter ist R' Methyl und R'' ein C₂ bis C₄-Kohlenwasserstoffrest, noch bevorzugter ist R' = Methyl und R'' = Ethyl.

5

Das Verfahren gemäß dem bevorzugten Aspekt der Erfindung (im Folgenden auch als „Umalkoholisierung“ bezeichnet) wird in einer Reaktivrektifikationskolonne **RR_C** durchgeführt. Als Reaktivrektifikationskolonnen eignen sich Kolonnen, wie sie unter Punkt 4.2.1 im Kontext des Schrittes (α1) für **RR_A** beschrieben sind.

10

Die Reaktionskolonne **RR_C** wird mit oder ohne, vorzugsweise mit Rücklauf betrieben. Wird ein Rücklauf eingestellt, wird insbesondere der Brüden **S_{CB}** teilweise oder vollständig über einen Kondensator **K_{RRC}** geleitet, und der kondensierte Brüden kann dann wieder der Reaktionskolonne **RR_C** zugeführt werden oder als Eduktstrom **S_{AE1}** oder **S_{BE1}** eingesetzt werden. Er kann auch als Frisch-Alkohol Strom in **RD_A** eingesetzt werden.

15

Bei der Umalkoholisierung wird am unteren Ende von **RR_C** ein Sumpfproduktstrom **S_{CP}** umfassend McOR'' entnommen. Am oberen Ende von **RR_C** wird ein Brüdenstrom **S_{CB}** umfassend R'OH entnommen.

20

Als Eduktstrom **S_{CE1}** umfassend McOR' und gegebenenfalls R'OH wird bevorzugt in den Ausführungsformen der Umalkoholisierung, in denen auch das Verfahren zu Herstellung eines Alkalimetallalkoholats gemäß der Erfindung durchgeführt wird, bevorzugt mindestens ein Teil von **S_{AP}** eingesetzt, insbesondere da R = Methyl ist, wodurch dann auch R' = Methyl ist. Besonders bevorzugt ist dann R'' = Ethyl. Es findet demnach eine Umalkoholisierung von Alkalimetallmethanolat zum entsprechenden Alkalimetallethanolat statt.

25

Als Eduktstrom **S_{CE1}** umfassend McOR' und gegebenenfalls R'OH wird in einer bevorzugten Alternative in den Ausführungsformen der Umalkoholisierung, in denen auch das Verfahren zu Herstellung eines Alkalimetallalkoholats inklusive Schritt (α2) gemäß der Erfindung durchgeführt wird, bevorzugt mindestens ein Teil von **S_{BP}** eingesetzt, insbesondere da R = Methyl ist, wodurch dann auch R' = Methyl ist. Besonders bevorzugt ist dann R'' = Ethyl. Es findet demnach eine Umalkoholisierung von Alkalimetallmethanolat zum entsprechenden Alkalimetallethanolat statt.

30

Wenn **S_{BP}** und **S_{AP}** das gleiche Alkalimetallalkoholat und den gleichen Alkohol ROH umfassen, können diese beiden Ströme auch getrennt oder gemischt als **S_{CE1}** eingesetzt werden, das heißt insbesondere erst vermischt und dann der Kolonne **RR_C** als Eduktstrom **S_{CE1}** zugeleitet werden oder getrennt der Kolonne **RR_C** als zwei Eduktströme **S_{CE1}** zugeleitet werden.

35

Der Eduktstrom S_{CE2} umfasst $R''OH$. In einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Massenanteil von $R''OH$ in S_{CE2} bei ≥ 85 Gew.-%, noch bevorzugter bei ≥ 90 Gew.-%, wobei S_{CE2} ansonsten insbesondere M_cOR'' oder ein anderes Vergällungsmittel aufweist. Der als Eduktstrom S_{CE2} eingesetzte Alkohol $R''OH$ kann auch handelsüblicher Alkohol mit einem Alkoholmassenanteil von

5 mehr als 99.8 Gew.-% und einem Massenanteil an Wasser von bis zu 0.2 Gew.-% sein.

„Umsetzung eines Eduktstrom S_{CE1} umfassend M_cOR' und gegebenenfalls $R'OH$ mit einem Eduktstrom S_{CE2} umfassend $R''OH$ im Gegenstrom“ wird erfindungsgemäß insbesondere dadurch gewährleistet, dass die Zulaufstelle mindestens eines Teils des Eduktstroms S_{CE1} umfassend

10 M_cOR' an der Reaktionskolonne RR_C oberhalb der Zulaufstelle des Eduktstroms S_{CE2} umfassend $R''OH$ liegt.

Die Reaktionskolonne RR_C wird mit oder ohne, vorzugsweise mit Rücklauf betrieben.

15 Die Reaktionskolonne RR_C umfasst in einer bevorzugten Ausführungsform mindestens einen Verdampfer, der insbesondere aus Zwischenverdampfern V_{ZC} und Sumpfordampfern V_{SC} ausgewählt ist. Die Reaktionskolonne RR_C umfasst besonders bevorzugt mindestens einen Sumpfordampfer V_{SC} .

20 Im Falle der Reaktionskolonne RR_C wird bei der Zwischenverdampfung mindestens ein Seitenstrom S_{ZC} aus RR_C entnommen („abgezogen“) und dem mindestens einen Zwischenverdampfer V_{ZC} zugeführt.

Im Falle der Reaktionskolonne RR_C wird bei der Sumpfordampfung mindestens ein Strom, beispielsweise S_{CP} aus RR_C entnommen („abgezogen“) und mindestens ein Teil, im Falle von S_{CP} bevorzugt ein Teil, dem mindestens einen Sumpfordampfer V_{SC} zugeführt.

25

Geeignete Verdampfer, die als Zwischenverdampfer und Sumpfordampfer eingesetzt werden können, sind im Abschnitt 4.2.1 beschrieben.

30 Bei der Umalkoholisierung wird Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} auf das Rohprodukt RP_C übertragen. Dies geschieht bevorzugt dadurch, dass Energie von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} auf S_{CE1} oder S_{CE2} bevor sie in RR_C geleitet werden, übertragen wird, und dann von S_{CE1} bzw. S_{CE2} auf das in RR_C befindliche Rohprodukt RP_C , mit dem sie sich mischen, übertragen wird.

35

Demnach wird Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} , insbesondere von mindestens einem Strom ausgewählt aus S_{OA11} , S_{OA12} , S_{OA2} , bevorzugt von mindestens einem Strom ausgewählt aus S_{OA11} , einem Teil von S_{OA2} auf das

40 Rohprodukt RP_C übertragen.

„Übertragung von Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil von S_{OA1} auf das Rohprodukt RP_C “ umfasst auch die Übertragung von Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Strom ausgewählt aus S_{OA11} , S_{OA12} , Strom S_{OA1} vor dessen Auftrennung in S_{OA11} , S_{OA12} , auf das Rohprodukt RP_C .

Daneben kann auch Rohprodukt RP_C über einen Zwischenverdampfer V_{ZC} oder einen Sumpfverdampfer V_{SC} geleitet werden und in V_{ZC} bzw. V_{SC} Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} auf das Rohprodukt RP_C übertragen werden.

Daneben kann auch der Sumpfproduktstrom S_{CP} teilweise über einen Sumpfverdampfer V_{SC} geleitet und dann teilweise wieder in RR_C rückgeführt werden, wobei in V_{SC} Energie, bevorzugt Wärme, von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} auf den rückgeführten Teil von S_{CP} übertragen wird und dann, in der Kolonne RR_C , von S_{CP} auf in der Kolonne befindliches Rohprodukt RP_C übertragen wird.

Die Übertragung der Energie von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} auf die genannten Ströme erfolgt dabei direkt oder indirekt, das heißt ohne bzw. mit Wärmeträger W_1 , entsprechend wie in Abschnitt 4.1.4 beschrieben.

Die bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ermöglicht es, die Energie aus S_{OA1} , S_{OA2} , insbesondere aus S_{OA2} , S_{OA11} , S_{OA12} effizient einzusetzen. Dadurch sinkt der Gesamtenergiebedarf.

5. Beispiele

5.1 Beispiel 1 (nicht erfindungsgemäß), entspricht Abbildung 1:

- Ein Strom wässriger NaOH (50 Gew.-%) $S_{AE2} <102>$ von 100 kg/h wird mit 30 °C am Kopf einer
- 5 Reaktionskolonne $RR_A <100>$ zugeführt. Im Gegenstrom wird ein dampfförmiger Methanolstrom $S_{AE1} <103>$ von 1034.9 kg/h am Sumpf der Reaktionskolonne $RR_A <100>$ zugeführt. Die Reaktionskolonne $RR_A <100>$ wird bei einem Kopfdruck von 2.15 bar abs. betrieben. Am Sumpf der Kolonne $RR_A <100>$ wird ein nahezu wasserfreier Produktstrom $S_{AP} <104>$ von 219.7 kg/h entnommen (30 Gew.-% Natriummethanolat in Methanol). Am Verdampfer $V_{SA} <105>$ der
- 10 Reaktionskolonne $RR_A <100>$ werden ca. 24 kW Heizleistung mit Hilfe von Niederdruckdampf eingespeist. Ein dampfförmiger Methanol-Wasser-Strom $S_{AB} <107>$ wird am Kopf der Reaktionskolonne $RR_A <100>$ entnommen, davon werden 80 kg/h im Kondensator $K_{RRA} <108>$ kondensiert und als Rücklauf auf die Reaktionskolonne $RR_A <100>$ zurückgefahren, der verbleibende Strom von 915.2 kg/h wird einer Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ zugeführt. Die
- 15 Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ wird bei einem Kopfdruck von 2.0 bar abs. betrieben. Am Sumpf der Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ wird ein flüssiger Wasserstrom $S_{UA} <304>$ von 72.2 kg/h abgeführt (500 Gew.-ppm Methanol). Am Kopf der Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ wird ein dampfförmiger Methanolstrom $S_{OA} <302>$ (2 bar, 83 °C; 200 Gew.-ppm Wasser) von 1903.6 kg/h entnommen, davon werden 63.9 kg/h in einem Kondensator $K_{RD} <407>$ kondensiert, der
- 20 verbleibende Strom wird einem ersten Verdichter $VD_{AB2} <303>$ zugeführt und dort auf 2.6 bar abs. verdichtet. Anschließend wird der Strom aufgeteilt, ein Strom von 1034.9 kg/h wird zu der Reaktionskolonne $RR_A <100>$ zurückgeführt. Der Rest von 804.8 kg/h wird einer mehrstufigen Verdichtung mit Zwischenkühlung zugeführt. Im Verdichter $VD_1 <401>$ wird der Strom auf $p_{OA1} = 4.8$ bar abs. und $T_{OA1} = 156$ °C verdichtet, man erhält Strom $<403>$. In der anschließenden
- 25 Zwischenkühlung im Zwischenkühler $WT_x <402>$ wird der Strom auf 145 °C abgekühlt, wobei rund 4.4 kW an Wärme über Kühlwasser abgeführt werden. Im Verdichter $VD_x <405>$ wird der Strom schließlich weiter auf 9.0 bar und 200 °C verdichtet, man erhält Strom $<404>$. Im nachfolgenden Kondensator, der zugleich der Sumpfverdampfer $V_{SRD} <406>$ der Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ ist, werden die ca. 238 kW an Heizleistung für die Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ zur Verfügung
- 30 gestellt. Der dabei kondensierende Methanolstrom $<404>$ wird zusammen mit 191.9 kg/h Frischmethanol (1000 Gew.-ppm Wasser) $<408>$ und den 63.9 kg/h zuvor kondensierten Brüden gemischt und zurück auf den Kopf der Rektifikationskolonne $RD_A <300>$ aufgegeben.

Die Verdichterleistung beträgt in Summe rund 55 kW.

35

Zusammen mit den 24 kW für den Heizdampf ergibt sich ein Leistungsbedarf von rund 79 kW für Verdichter und Heizdampf.

5.2 Beispiel 2 (nicht erfindungsgemäß), entspricht Abbildung 2:

Die Anordnung im nicht erfindungsgemäßen Beispiel 2 entspricht jenem gemäß Beispiel 1 mit
5 folgenden Unterschieden:

Die Rektifikationskolonne **RD_A** <300> weist einen Zwischenverdampfer **V_{ZRD}** <409> auf. Dabei wird
der Rektifikationskolonne **RD_A** <300> ein Flüssigkeitsstrom **S_{ZA}** <305> mit 94 °C entnommen und
auf diesen in dem Zwischenverdampfer **V_{ZRD}** <409> rund 230 kW Wärme übertragen, wobei der
10 Strom teilweise verdampft und anschließend wieder der Rektifikationskolonne **RD_A** <300>
zugeführt wird.

Am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** <300> wird ein dampfförmiger Methanolstrom **S_{OA}** <302>
(200 Gew.-ppm Wasser) von 1887.1 kg/h entnommen, davon werden 89.4 kg/h in einem
Kondensator **K_{RD}** <407> kondensiert. Der verbleibende Strom wird wie im Beispiel 1 in einem
15 ersten Verdichter **VD_{AB2}** <303> auf 2.6 bar abs. verdichtet. Anschließend wird ein Teilstrom von
1034.9 kg/h zur Reaktionskolonne **RR_A** <100> zurückgeführt. Der Rest von 762.8 kg/h wird auf
5.6 bar abs. und 168 °C verdichtet, man erhält Strom <403>. Im nachfolgenden Kondensator, der
zugleich der Zwischenverdampfer **V_{ZRD}** <409> der Rektifikationskolonne **RD_A** <300> ist, werden die
ca. 230 kW an Heizleistung für die Rektifikationskolonne **RD_A** <300> zur Verfügung gestellt. Der
20 dabei kondensierende Methanolstrom <403> wird zusammen mit 191.9 kg/h Frischmethanol <408>
und den 89.4 kg/h zuvor kondensierten Brüden gemischt und zurück auf den Kopf der
Rektifikationskolonne **RD_A** <300> aufgegeben. Am Sumpfverdampfer **V_{SRD}** <406> der
Rektifikationskolonne **RD_A** <300> werden ca. 20 kW Heizleistung mit Hilfe von Niederdruckdampf
eingetragen. Gegenüber Beispiel 1 muss der Brüdenstrom nicht auf 9 bar abs., sondern nur auf
25 5.6 bar abs. verdichtet werden, um die Wärme an den Verdampfer **V_{ZRD}** <409> abgeben zu
können, da die Siedetemperatur im Zwischenverdampfer **V_{ZRD}** <409> geringer als im
Sumpfverdampfer **V_{SRD}** <406> ist.

Die Verdichterleistung beträgt in Summe somit nur rund 38 kW (statt 55 kW), dafür erhöht sich der
Heizdampfbedarf gegenüber Beispiel 1 auf rund 44 kW, da im Sumpfverdampfer **V_{SRD}** <406> eine
30 Heizleistung von 20 kW erforderlich ist und diese mit Wärme mithilfe von Niederdruckdruck
eingetragen wird.

Der Leistungsbedarf für Verdichter und Heizdampf beträgt in Summe somit rund 82 kW.

5.3 Beispiel 3 (erfindungsgemäß), entspricht Abbildung 3:

Die Anordnung im erfindungsgemäßen Beispiel 3 entspricht jener gemäß den Beispielen 1 und 2
35 mit folgenden Unterschieden:

Am Kopf der Rektifikationskolonne **RD_A** <300> wird ein dampfförmiger Methanolstrom **S_{OA}** <302>
(200 Gew.-ppm Wasser) von 1898.9 kg/h entnommen, davon werden 33.9 kg/h in einem
Kondensator **K_{RD}** <407> kondensiert. Der verbleibende Strom wird wie im Beispiel 2 in einem

- ersten Verdichter VD_{AB2} <303> auf 2.6 bar abs. verdichtet und anschließend ein Teilstrom von 1034.9 kg/h zur Reaktionskolonne RR_A <100> zurückgeführt. Der Rest von 830.1 kg/h wird zunächst auf 5.6 bar abs. und 169 °C verdichtet, wodurch man Strom S_{OA1} <403> erhält. Von diesem Strom wird ein Teil S_{OA11} <4031> (761.7 kg/h) in einen nachfolgenden Kondensator
- 5 geleitet, der zugleich der Zwischenverdampfer V_{ZRD} <409> der Rektifikationskolonne RD_A <300> ist, und ca. 230 kW an Heizleistung für die Rektifikationskolonne RD_A <300> zur Verfügung gestellt. Der andere Teil S_{OA12} <4032> (68.4 kg/h) wird anschließenden in einer Zwischenkühlung im Zwischenkühler WT_x <402> auf ca. 154°C abgekühlt, wobei ca. 0.5 kW an Wärme über Kühlwasser abgeführt werden. Anschließend wird der Strom S_{OA12} <4032> in einem weiteren
- 10 Verdichter VD_x <405> verdichtet, man erhält Strom S_{OA2} <404> mit $p_{OA2} = 9.0$ bar und $T_{OA2} = 196$ °C. Im nachfolgenden Kondensator, der zugleich der Sumpfverdampfer V_{SRD} <406> der Rektifikationskolonne RD_A <300> ist, werden ca. 20 kW an Heizleistung für die Rektifikationskolonne RD_A <300> zur Verfügung gestellt. Die im Zwischen- und Sumpfverdampfer V_{ZRD} <409> und V_{SRD} <406> kondensierten Methanolströme S_{OA11} <4031> und S_{OA2} <404> werden
- 15 zusammen mit 191.9 kg/h Frischmethanol <408> und den 33.9 kg/h zuvor kondensierten Brüden gemischt und zurück auf den Kopf der Rektifikationskolonne RD_A <300> aufgegeben.

- Der Verdichterleistung beträgt in Summe rund 42 kW (statt 55 kW in Beispiel 1). Da kein Niederdruckdampf für den Sumpfverdampfer V_{SRD} <406> erforderlich ist, müssen wie in Beispiel 1
- 20 nur rund 24 kW mittels Heizdampf zur Verfügung gestellt werden. Der Leistungsbedarf für Verdichter und Heizdampf sinkt in Summe somit auf rund 66 kW.

- Gegenüber Beispiel 1 muss nur ein geringerer Brüdenstrom auf 9 bar abs. verdichtet werden, ein Großteil des Brüdenstroms muss wie in Beispiel 2 nur auf 5.6 bar abs. verdichtet werden, so dass
- 25 die Gesamt-Verdichterleistung sinkt. Gegenüber Beispiel 2 ist im stationären Betrieb jedoch kein Niederdruckdampf im Sumpfverdampfer V_{SRD} <406> erforderlich, sodass der Heizdampfbedarf gegenüber Beispiel 2 sinkt.

- Die aufzuwendende Gesamtenergie wird durch das Verfahren gemäß Beispiel 3 minimiert.

30

Der jeweils nötige Anteil an Heizleistung durch Niederdruckdampf und Verdichterleistung ist in Abbildung 9 gezeigt.

- Ergebnis:** Durch die erfindungsgemäße Vorgehensweise, den Brüdenstrom stufenweise zu
- 35 verdichten und damit den Zwischenverdampfer und Sumpfverdampfer mit dem unterschiedlich verdichteten Brüden zu betreiben, kann überraschenderweise Energie eingespart werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung mindestens eines Alkalimetallalkoholats der Formel M_AOR , wobei R Methyl ist, und wobei M_A ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium, ist, wobei:
- 5 (α1) 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,
- (α2) und gegebenenfalls, gleichzeitig mit und räumlich getrennt von Schritt (α1), ein Eduktstrom
- 15 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,
- wobei am unteren Ende von RR_B ein Sumpfproduktstrom S_{BP} umfassend ROH und M_BOR
- 20 entnommen wird und am oberen Ende von RR_B ein Brüdenstrom S_{BB} umfassend Wasser und ROH entnommen wird,
- (β) mindestens ein Teil des Brüdenstroms S_{AB} , und, wenn Schritt (α2) durchgeführt wird, mindestens ein Teil des Brüdenstrom S_{BB} , vermischt mit S_{AB} oder getrennt von S_{AB} , als Gemisch **G**
- 25 in Schritt (a) eines Verfahrens zur Aufarbeitung eines Gemisches **G** umfassend Wasser und Alkohol ROH eingesetzt wird,
- wobei in dem Verfahren zur Aufarbeitung eines Gemisches **G**
- 30 (a) das Gemisch **G** in eine Rektifikationskolonne RD_A geleitet wird und in RD_A in mindestens einen Brüdenstrom S_{OA} umfassend ROH, der am oberen Ende von RD_A entnommen wird, und mindestens einen Strom S_{UA} umfassend Wasser, der am unteren Ende von RD_A entnommen wird, aufgetrennt wird,
- 35 (b) mindestens ein Seitenstrom S_{ZA} aus RD_A entnommen wird und wieder in RD_A rückgeführt wird,
- (c) mindestens ein Teil von S_{OA} verdichtet wird, wodurch ein gegenüber S_{OA} verdichteter Brüdenstrom S_{OA1} erhalten wird,

- (d) Energie von einem ersten Teil S_{OA11} des verdichteten Brüdenstroms S_{OA1} auf S_{ZA} übertragen wird, bevor S_{ZA} in RD_A rückgeführt wird,
- (e) ein von S_{OA11} verschiedener Teil des verdichteten Brüdenstroms S_{OA1} , S_{OA12} , weiter verdichtet wird, wodurch ein gegenüber S_{OA11} verdichteter Brüdenstrom S_{OA2} erhalten wird,
- (f) Energie von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf mindestens einen Teil S_{UA1} von S_{UA} übertragen wird, bevor S_{UA1} in RD_A rückgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei in Schritt (d) Energie von S_{OA11} auf S_{ZA} in einem Zwischenverdampfer V_{ZRD} übertragen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei in Schritt (f) Energie von mindestens einem Teil von S_{OA2} auf den mindestens einen Teil S_{UA1} von S_{UA} in einem Sumpfverdampfer V_{SRD} übertragen wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei Energie von S_{OA11} , nachdem Energie von S_{OA11} auf S_{ZA} gemäß Schritt (d) übertragen wurde, auf S_{OA} übertragen wird, und/oder Energie von mindestens einen Teil von S_{OA2} , nachdem Energie von diesem auf den mindestens einen Teil S_{UA1} von S_{UA} gemäß Schritt (f) übertragen wurde, auf S_{OA} übertragen wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei mindestens zwei der Kolonnen ausgewählt aus Rektifikationskolonne RD_A , Reaktionskolonne RR_A und, falls Schritt (α2) durchgeführt wird, Reaktionskolonne RR_B in einem Kolonnenmantel untergebracht sind, wobei die Kolonnen mindestens teilweise durch eine bis zum Boden der Kolonne durchgezogene Trennwand voneinander getrennt sind.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei ein Teil von S_{OA} in Schritt (α1) als Eduktstrom S_{AE1} und, falls Schritt (α2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich in Schritt (α2) als Eduktstrom S_{BE1} eingesetzt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei Energie von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus S_{OA1} , S_{OA2} auf das Rohprodukt RP_A und, falls Schritt (α2) durchgeführt wird, alternativ oder zusätzlich auf das Rohprodukt RP_B übertragen wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei in einer Reaktivrektifikationskolonne RR_C ein Eduktstrom S_{CE1} umfassend M_cOR' mit einem Eduktstrom S_{CE2} umfassend $R''OH$ im Gegenstrom zu einem Rohprodukt RP_C umfassend M_cOR'' und $R'OH$ umgesetzt wird,
- wobei am unteren Ende von RR_C ein Sumpfproduktstrom S_{CP} umfassend M_cOR'' entnommen wird und am oberen Ende von RR_C ein Brüdenstrom S_{CB} umfassend $R'OH$ entnommen wird,

und wobei R' und R'' zwei voneinander verschiedene C₁ bis C₆-Kohlenwasserstoffreste sind, und M_C ein Metall ausgewählt aus Natrium, Kalium ist,

- 5 und wobei Energie von mindestens einem Teil eines Stroms ausgewählt aus **S_{OA1}**, **S_{OA2}** auf das Rohprodukt **RP_C** übertragen wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, wobei R' = Methyl ist.

- 10 10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei **S_{AP}** nach dem Verfahren nach Anspruch 1 bis 7 erhalten wird, wobei R = Methyl ist, und wobei mindestens ein Teil von **S_{AP}** als **S_{CE1}** eingesetzt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 9, wobei **S_{BP}** nach dem Verfahren nach Anspruch 1 bis 7 unter Durchführung des Schrittes (α2) erhalten wird, wobei R = Methyl ist, und wobei mindestens ein Teil

- 15 von **S_{BP}** als **S_{CE1}** eingesetzt wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, wobei R'' = Ethyl ist.