

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
12. Januar 2017 (12.01.2017)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2017/005565 A1

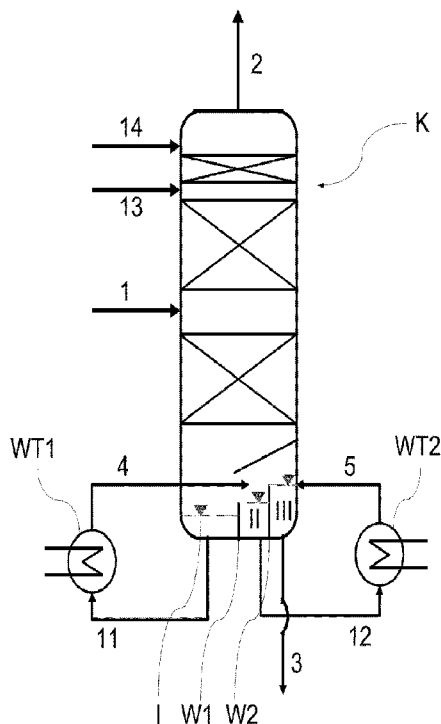
- (51) Internationale Patentklassifikation: **B01D 3/32** (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2016/065092
- (22) Internationales Anmeldedatum: 29. Juni 2016 (29.06.2016)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 15175275.5 3. Juli 2015 (03.07.2015) EP
- (71) Anmelder: **BASF SE** [DE/DE]; Carl-Bosch-Straße 38, 67056 Ludwigshafen am Rhein (DE).
- (72) Erfinder: **ASPRION, Norbert**; Klagenfurterstr. 10, 67063 Ludwigshafen (DE). **HEIDA, Bernd**; Speyerer Str. 26, 67158 Ellerstadt (DE). **WEIDERT, Jan-Oliver**; Hans-Thoma-Str. 17a, 67105 Schifferstadt (DE). **LANG, Ortmund**; Auf Dungen 17, 66909 Quirnbach (DE).
- (74) Anwalt: **REITSTÖTTER KINZEBACH**; Sternwartstraße 4, 81679 München (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: DISTILLATION DEVICE COMPRISING A COLUMN WHICH HAS THREE OR A PLURALITY OF CELLS IN SERIES THROUGH WHICH FLUID FLOWS AND METHOD FOR DISTILLING OR EXTRACTIVE DISTILLATION BY USE OF THE DISTILLATION DEVICE

(54) Bezeichnung : DESTILLATIONSEINRICHTUNG UMFASSEND EINE KOLONNE, MIT DREI ODER MEHREREN HINTEREINANDER FLÜSSIGKEITSDURCHSTRÖMTEN ZELLEN UND VERFAHREN ZUR DESTILLATION ODER EXTRAKTIVDESTILLATION UNTER VERWENDUNG DER DESTILLATIONSEINRICHTUNG

Fig. 1



(57) Abstract: The invention relates to a distillation device comprising a column (K) for separating a feed stream (1) into a head product stream (2), a bottom product stream (3) and optionally one or more side extraction streams, having three or more cells (I, II, III) in series through which fluid flows, wherein at least the first cell is integrated into the bottom of the column (K), for multi-stage heating and partial evaporation of the liquid flowing through the cells with the exception of the liquid from the last cell in an evaporation stage.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine Destillationseinrichtung umfassend eine Kolonne (K), zur Auftrennung eines Zulaufstromes (1) in einen Kopfproduktstrom (2), einen Sumpfproduktstrom (3) und gegebenenfalls einen oder mehrere Seitenabzugsströme, mit drei oder mehr hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen (I, II, III), wobei zumindest die erste Zelle in den Sumpf der Kolonne (K) integriert ist, zur mehrstufigen Aufheizung und Teilverdampfung der die Zellendurchströmenden Flüssigkeit mit Ausnahme der Flüssigkeit aus der letzten Zelle in jeweils einer Verdampferstufe.

WO 2017/005565 A1

IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO,
RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

— *vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls
Änderungen eingehen (Regel 48 Absatz 2 Buchstabe h)*

Veröffentlicht:

— *mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz
3)*

Destillationseinrichtung umfassend eine Kolonne, mit drei oder mehreren hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen und Verfahren zur Destillation oder Extraktivdestillation unter Verwendung der Destillationseinrichtung

5 Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Destillationseinrichtung umfassend eine Kolonne, mit drei oder mehreren hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen und ein Verfahren zur Destillation oder Extraktivdestillation unter Verwendung der Destillationseinrichtung.

10

Großtechnische Verfahren zur Auftrennung von Stoffgemischen durch Destillation und insbesondere durch Extraktivdestillation sind häufig sehr energieintensiv. Daher wird in bekannten Anlagen die Sumpfflüssigkeit häufig mehrstufig, insbesondere in hintereinander geschalteten Verdampfern, aufgeheizt. Dabei bildet sich jeweils ein zweiphasiges Flüssigkeits-/Dampf-Gemisch, das beim Übergang von einer auf die nächste Verdampferstufe gleichmäßig verteilt werden muss. Dies kann zwar in einfacher Weise dadurch erreicht werden, dass die einzelnen Verdampferstufen stehend übereinander angeordnet werden, jedoch mit dem Nachteil, dass dadurch die bereits ohne diese Maßnahme relativ hohen Kolonnen noch zusätzlich hochgesetzt werden müssen, mit entsprechenden konstruktiven Schwierigkeiten, insbesondere Stabilitätsproblemen und entsprechenden Kosten zur Lösung dieser Schwierigkeiten.

15

Das obige Problem könnte durch eine liegende Anordnung von horizontal hintereinander durchströmten Verdampferstufen vermieden werden, eine derartige Anordnung ist jedoch aufgrund der Verteilungsproblematik eines zweiphasigen Gemisches aus einer Verdampferstufe beim Eintritt in die nächstfolgende Verdampferstufe unvorteilhaft.

25

Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Destillationseinrichtung für insbesondere großtechnische Verfahren zur Verfügung zu stellen, die die obigen Probleme nicht aufweist, und die es darüber hinaus ermöglicht, vorhandene Energiequellen für die einzelnen Verdampferstufen möglichst adäquat, rekuperativ zu nutzen, und somit Investitions- und Energiekosten zu sparen.

30

Die Aufgabe wird gelöst durch eine Destillationseinrichtung umfassend eine Kolonne, zur Auftrennung eines Zulaufstromes in einen Kopfproduktstrom, einen Sumpfproduktstrom und gegebenenfalls einen oder mehrere Seitenabzugsströme mit jeweils vorgegebenen Spezifikationen,

35

2

mit drei oder mehreren hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen zur mehrstufigen Aufheizung und Teilverdampfung der die drei oder mehreren Zellen hintereinander durchströmenden Flüssigkeit in jeweils einer oder mehreren parallel angeordneten Verdampferstufen, mit Ausnahme der Flüssigkeit aus der letzten der
5 hintereinander angeordneten Zellen, bis auf die Temperatur in der letzten der hintereinander angeordneten Zellen, die erforderlich ist, damit hieraus der Sumpfproduktstrom mit der vorgegebenen Spezifikation abziehbar ist, wobei die Aufheizung und Teilverdampfung der die drei oder mehreren Zellen hintereinander durchströmenden Flüssigkeit in jeder der Verdampferstufen mit Ausnahme der
10 Flüssigkeit aus der letzten der hintereinander angeordneten Zellen mittels jeweils geeigneter Energiequellen erfolgt.

Destillationsverfahren sind die in der chemischen Industrie am häufigsten eingesetzten thermischen Trennverfahren.

15 Eine Stofftrennung durch Destillation beruht auf dem Prinzip, dass sich Mischungen unterschiedlich siedender Stoffe beim partiellen Verdampfen/Kondensieren in der Dampf- und der Flüssigkeitsphase unterschiedlich anreichern. Die mehrstufige Destillation in Destillationskolonnen erfolgt in der Regel durch partielle Verdampfung der Sumpfflüssigkeit und partielle Kondensation des Kopfaustrags. Der Dampf aus
20 dem Verdampfer sowie ein Teil des Kondensats werden in die Kolonne zurückgeführt. Trennwirksame Einbauten wie Füllkörper, strukturierte Packungen oder Böden ermöglichen einen guten Wärme- und Stoffaustausch zwischen der herablaufenden Flüssigkeit und dem aufsteigenden Dampf und damit in der Regel eine Trennleistung,
25 die mehreren hintereinandergeschalteten theoretischen Dampf-/Flüssigkeits-Gleichgewichtsstufen entspricht.

Bei schwer zu trennenden Stoffgemischen wegen eng beieinander liegender Siedepunkte oder aufgrund einer ungünstigen Siedereihenfolge kann durch Zugabe
30 eines flüssigen Lösungsmittels die Trennung aufgrund unterschiedlichen Lösungsverhaltens der Stoffe im flüssigen Lösungsmittel vereinfacht werden. Im Gegensatz zur Absorption, bei der üblicherweise kein Verdampfer oder Kondensator zum Einsatz kommt, spricht man bei der Verwendung eines Lösungsmittels in der Destillationskolonne von Extraktivdestillation. Zum Teil wird hierbei durch Auftreten
35 einer zweiten flüssigen Phase die Trennung noch verbessert.

Sowohl Destillationskolonnen als auch Extraktivdestillationskolonnen besitzen mindestens einen in den Kolonnensumpf integrierten oder an den Kolonnensumpf angeschlossenen externen Verdampfer, über den die gesamte oder Teile der für die

3

Auftrennung benötigten Energie eingebracht werden. Gegebenenfalls kann auch ein Teil der für die Auftrennung benötigten Energie durch Vorverdampfer und/oder Seitenverdampfer unterhalb des Zulaufstroms und oberhalb des Sumpfes eingebracht werden.

5

Hierfür müssen häufig, insbesondere in großtechnischen Anlagen, große Energiemengen eingebracht werden, sodass die Sumpfflüssigkeit in mehreren Stufen aufgeheizt werden muss.

- 10 Destillationskolonnen in großtechnischen Anlagen weisen häufig Durchmesser ab ca. 0,5 m bis ca. 6 oder auch 7 m, insbesondere zwischen etwa 2 und 5 m, auf. Typischer Weise sind Destillationskolonnen in großtechnischen Anlagen ca. 10-30 m hoch oder höher. Als Verdampferstufe eingesetzte außenliegende Rohrbündelwärmetauscher weisen häufig bei Verwendung als Naturumlaufverdampfer eine Länge in Richtung der
- 15 Rohre von ca. 2 bis 3 m auf.

Sie sind für hohe Durchsätze ausgelegt: die Sumpfproduktströme liegen häufig im Bereich von hunderten Tonnen pro Stunde.

- 20 Erfindungsgemäß wird eine Destillationseinrichtung insbesondere für großtechnische Trennverfahren vorgeschlagen, die eine mehrstufige Aufheizung und Teilverdampfung der Flüssigkeit gewährleistet, und die es durch die vorstehend angegebene und im Nachfolgenden im Detail erläuterte Ausgestaltung ermöglicht, in mehreren einphasig flüssigkeitsbeaufschlagten Stufen die Flüssigkeit stufenweise partiell zu verdampfen
- 25 und bis auf die Temperatur zu erhitzen, die erforderlich ist, damit der flüssige Sumpfproduktstrom mit der vorgegebenen Spezifikation abziehbar ist.

- Ausgegangen wird hierzu von einer Destillationseinrichtung, die, wie üblich, eine Kolonne zur Auftrennung eines mehrere Komponenten enthaltenden Zulaufstromes in
- 30 einen Kopfproduktstrom, einen Sumpfproduktstrom und gegebenenfalls einen oder mehrere Seitenabzugsströme mit jeweils vorgegebenen Spezifikationen umfasst.

- Die erfindungsgemäß vorgeschlagene Destillationseinrichtung ist mit drei oder mehreren, in Richtung des Flüssigkeitsstroms hintereinander angeordneten Zellen
- 35 ausgestattet. Mit der Flüssigkeit oder einem Teilstrom der Flüssigkeit aus diesen Zellen, mit Ausnahme der letzten der hintereinander angeordneten Zellen, aus der der Sumpfproduktstrom abgezogen wird, wird jeweils eine Verdampferstufe zur Aufheizung und Teilverdampfung einphasig flüssig beaufschlagt.

4

Die Zellen sind jeweils Behälter, die hintereinander von Flüssigkeit durchströmt werden, wobei die jeden Behälter durchströmende Flüssigkeit getrennt auf eine in Strömungsrichtung jeweils höhere Temperatur erhitzt und teilweise verdampft wird. In Strömungsrichtung nimmt somit die Temperatur in den einzelnen Zellen zu und parallel
5 hierzu nimmt, infolge der Teilverdampfung, die Konzentration an leichtsiedenden Komponenten ab.

Die Behälter können dabei unmittelbar nebeneinander oder auch mit größerem Abstand zueinander angeordnet sein. Dabei ist es jedoch wichtig, dass Flüssigkeit
10 nicht unmittelbar aus dem vorhergehenden in den jeweils nächstfolgenden Behälter laufen kann. Dagegen ist ein teilweiser Rücklauf der Flüssigkeit aus dem nächstfolgenden Behälter in den jeweils vorhergehenden in speziellen Ausführungsformen der Erfindung erlaubt.

15 Zwei, drei oder sämtliche der drei oder mehreren Zellen können in den Kolonnensumpf integriert sein.

In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst die Destillationseinrichtung eine Kolonne mit dreigeteiltem Sumpf, das heißt in den Kolonnensumpf sind drei
20 hintereinander von Flüssigkeit durchströmte Zellen integriert. Hierzu ist der untere Kolonnenbereich mittels vertikaler Trennwände, die vom unteren Boden der Kolonne bis auf eine gewisse Höhe in den unteren Kolonnenbereich hineinragen, in drei Teilbereiche aufgeteilt, wobei die Höhe der Trennwände zwischen den einzelnen Teilbereichen in Strömungsrichtung der Flüssigkeit zunimmt.

25 Die Trennwände können insbesondere als konzentrische Zylinder oder als ebene Trennbleche ausgebildet sein, die, im Kolonnenquerschnitt betrachtet, entlang von Kreissehnen oder Kreisradien angeordnet sind.

30 Von den auf die erste flüssigkeitsdurchströmte Zelle folgenden Zellen können eine, zwei oder sämtliche der Zellen außerhalb des Kolonnensumpfes angeordnet und insbesondere als der von Flüssigkeit durchströmte Teil eines Gas-/Flüssigkeitsabscheiders ausgebildet sein.

35 Erfindungsgemäß wird die Flüssigkeit, die jede der drei oder mehreren hintereinander angeordneten Zellen, mit Ausnahme der letzten der hintereinander angeordneten Zellen, aus der der Sumpfproduktstrom abgezogen wird, durchströmt, jeweils unabhängig voneinander in jeweils einer Verdampferstufe mittels einer jeweils geeigneten Energiequelle aufgeheizt und teilverdampft.

Durch die spezielle, erfindungsgemäße Ausgestaltung der Destillationseinrichtung ist es möglich, jeweils einen einphasigen flüssigen Strom mit der vom Energieinhalt am Besten passenden und zur Verfügung stehenden Energiequelle aufzuheizen. Dabei
5 können die geeigneten Energiequellen prozessinterne und/oder eine externe Energiequellen sein.

Bevorzugte Energiequellen sind Massenströme.

10 In einer weiteren Ausgestaltung kann als Energiequelle auch elektrische Energie eingesetzt werden.

Als Massenströme sind Wasserdampf oder heißes Kondensat bevorzugt.

15 Vorteilhaft kann als Energiequelle Wasserdampf oder heißes Kondensat eingesetzt werden, die prozessintern generiert worden sind.

In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Verdampferstufen, in die Flüssigkeit aus jeder der drei oder mehreren hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen mit
20 Ausnahme der zuletzt flüssigkeitsdurchströmten Zelle geleitet, darin erhitzt und unter Erhalt jeweils eines teilverdampften Stromes, der der jeweils in Strömungsrichtung nächstfolgenden Zelle vollständig oder teilweise zugeführt wird teilverdampft wird, als einzelne Wärmetauscher ausgebildet. Dabei können die Wärmetauscher jeweils als
25 einfache oder auch als mehrere parallel angeordnete Wärmetauscher angebracht sein.

Die Anordnung aus Wärmetauscher und in Strömungsrichtung nächstfolgender Zelle kann auch durch eine andere, thermodynamisch äquivalente Anordnung, insbesondere durch einen Fallfilmverdampfer oder einen Aufkocher (Kesselverdampfer) vom Kettle-
30 Typ ausgetauscht sein.

In Fallfilmverdampfern fließt die zu verdampfende Flüssigkeit als zusammenhängender Film an einer Rohrwand.

Kesselverdampfer oder Kettle-type-Verdampfer sind Verdampfer, die ein beheizbares
35 Rohrbündel umfassen, das in eine Flüssigkeit getaucht ist. Rohrbündel und Flüssigkeit befinden sich in einem Behälter, der als Abscheider dient. Solche Verdampfer werden oft zur Erzeugung von Heizdampf aus flüssigem Wasser verwendet.

6

- Das beheizbare Rohrbündel befindet sich, in der Regel liegend, in einem größeren Behälter, der als Abscheider dient. Die zu verdampfende Flüssigkeit wird dem Behälter in den Bereich des Rohrbündels zugeführt und durch ein Überlaufwehr angestaut, so dass das Rohrbündel getaucht ist. Die Flüssigkeit kocht durch die Beheizung, so dass
- 5 sich Blasen bilden, die durch das große Volumen des Abscheiders von der Flüssigkeit abgeschieden und aus dem oberen Bereich abgeführt werden. Die nicht verdampfte Flüssigkeit läuft an einem Wehr über und wird dann aus dem Verdampfer abgezogen (aus: Wikipedia).
- 10 In diesen Fällen entsprechen die Verdampferstufen jeweils dem Rohrbündel des Fallfilmverdampfers bzw. des Kesselverdampfers des Behälters. Die Zellen werden durch den Sumpf des Fallfilmverdampfers bzw. durch den Bereich des Kesselverdampfers gebildet, der neben dem Wehr angeordnet ist und in dem nicht der Rohrbündelwärmetauscher des Kesselverdampfers liegt.
- 15 Bevorzugt kann ein Flüssigkeitsrücklauf aus einer oder mehreren der drei oder mehreren hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen mit Ausnahme der zuerst flüssigkeitsdurchströmten Zelle in die jeweils unmittelbar vorhergehende Zelle vorgesehen sein, insbesondere als direkter Flüssigkeitsüberlauf über ein Wehr, als
- 20 getauchter Zulauf oder als Siphon.
- Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Durchführung einer Destillation oder Extraktivdestillation unter Verwendung der vorstehend beschriebenen Destillationseinheit.
- 25 Bei dem Verfahren handelt es sich beispielsweise um ein Verfahren zur Trennung eines die Stoffe A und B enthaltenden Zulaufstroms (1) durch Extraktivdestillation unter Verwendung eines Extraktionsmittels mit einer höheren Affinität zu B als zu A, wobei man
- 30
- a) den Zulaufstrom (1) dem Extraktionsmittel in der Kolonne (K) entgegenführt, wobei ein A enthaltender Kopfproduktstrom (2) sowie eine B und Extraktionsmittel enthaltende Flüssigkeit erhalten wird,
 - b) die B und Extraktionsmittel enthaltende Flüssigkeit in der Kolonne in die erste, in

35 den Sumpf der Kolonne (K) integrierte Zelle abfließen lässt,

 - c) Flüssigkeit aus jeder der drei oder mehr Zellen (I,II,III) mit Ausnahme der letzten Zelle durch jeweils eine Verdampferstufe leitet und darin aufheizt und teilverdampft unter Erhalt jeweils eines teilverdampften Stromes (4,5), der der

7

jeweils in Strömungsrichtung nächstfolgenden Zelle vollständig oder teilweise zugeführt wird, und

d) den Sumpfproduktstrom (3) aus der letzten Zelle abzieht.

- 5 In einer Ausführungsform des Verfahrens steht A für Butan und B für Buten. In einer anderen Ausführungsform des Verfahrens steht A für Buten und B für 1,3-Butadien.

In dem erfindungsgemäßen Verfahren hat das Extraktionsmittel eine höhere Affinität zu B als zu A. D.h., dass das Extraktionsmittel mit B stärkere Wechselwirkungen eingeht,
10 als mit A. Die Affinität des Extraktionsmittels zu A bzw. zu B kann der Fachmann z.B. dadurch bestimmen, dass er die Löslichkeit von A bzw. B im Extraktionsmittel bestimmt. Beispielsweise kann er je ein Aliquot Extraktionsmittel unter einer Atmosphäre von A und einer Atmosphäre von B rühren und ermitteln, wie viel von A bzw. B sich im Extraktionsmittel gelöst hat.

15

Wenn A für Butan und B für Buten steht und wenn A für Buten und B für 1,3-Butadien steht, kann man das Extraktionsmittel beispielsweise auswählen aus Dimethylformamid, N-Methylpyrrolidon, Acetonitril, Furfural und Dimethylsulfoxid. Wenn A für Buten und B für 1,3-Butadien steht, setzt man beispielsweise ein N-
20 Methylpyrrolidon enthaltendes Extraktionsmittel ein, welches vorzugsweise 85 bis 95 Gew.-% N-Methylpyrrolidon und 6 bis 12 % Gew.-% Wasser enthält.

Eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens betrifft ein Verfahren zur Trennung von Butan und Buten durch Extraktivdestillation. Der Zulaufstrom enthält
25 neben einem oder mehreren isomeren Butanen eines oder mehrere isomere Butene. Neben Butan(en) und Buten(en) kann der Strom insbesondere auch Butadien(e) enthalten, welche sich dann neben den Buten(en) im Sumpfproduktstrom anreicherern.

Eine andere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens betrifft ein
30 Verfahren zur Trennung von Buten und Butadien durch Extraktivdestillation. Der Zulaufstrom enthält neben einem oder mehreren isomeren Butenen auch Butadien(e). Neben Buten(en) und Butadien(en) kann der Strom insbesondere auch Butan(e) enthalten, wobei sich Butan(e) und Buten(e) im Kopfproduktstrom und Butadien(e) Sumpfproduktstrom Extraktionsmittel anreichern.

35

Das Verfahren kann besonders vorteilhaft eine Extraktivdestillation zur Auftrennung eines Reaktionsgemisches aus der Dehydrierung von Butanen zur Herstellung von Butenen oder aus einer Oxidehydrierung von Butanen zur Herstellung von Butadien

8

sein. Im Falle von Extraktivdestillationen bietet sich als besonders geeignete Energiequelle das heie regenerierte Lsungsmittel an.

Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung sowie eines
5 Ausfhrungsbeispiels nher erlutert.

In den Figuren bezeichnen gleiche Bezugszeichen jeweils gleiche oder entsprechende Merkmale.

10 Es zeigen im Einzelnen:

Figur 1 eine schematische Darstellung einer bevorzugten Ausfhrungsform einer erfindungsgemen Destillationseinrichtung mit dreigeteiltem Sumpf, mit Querschnittsdarstellungen fr bevorzugte Anordnungen der Trennwnde im
15 Kolonnensumpf in den Figuren 1A bis 1C;

Figur 2 die schematische Darstellung einer weiteren bevorzugten Ausfhrungsform einer erfindungsgemen Destillationseinrichtung mit zwei im Kolonnensumpf integrierten Zellen und einer dritten auerhalb der Kolonne und als Phasenscheider ausgebildeten Zelle III, mit weiteren Varianten fr die auerhalb der Kolonne K liegenden Zelle III mit Wrmetauscher WT2 (im Detail in Figur 2A dargestellt) in den Figuren 2B und 2C;

Figur 3 die schematische Darstellung einer weiteren Ausfhrungsform fr eine bevorzugte Destillationseinrichtung mit zwei auerhalb der Kolonne K angeordneten Zellen II und III;

Figur 4 eine weitere Variante fr eine bevorzugte Destillationseinrichtung mit zwei auerhalb der Kolonne K angeordneten Zellen II und III;

30 Figur 5 eine weitere Variante fr eine bevorzugte Destillationseinrichtung mit zwei auerhalb der Kolonne K angeordneten Zellen II und III;

Figur 6 die schematische Darstellung einer Destillationseinrichtung mit in der
35 Kolonne integrierten Zellen I und III und auerhalb der Kolonne angeordneter Zelle II;

9

- Figur 7 eine Destillationseinrichtung nach dem Stand der Technik mit zweistufiger Aufheizung der Flüssigkeit aus dem Kolonnensumpf in zwei vertikal übereinander angeordneten Wärmetauschern;
- 5 Figur 8 die schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform einer Destillationseinrichtung nach dem Stand der Technik mit zweistufiger Aufheizung der Flüssigkeit aus dem Kolonnensumpf in zwei horizontal hintereinander angeordneten Wärmetauschern;
- 10 Figur 9 eine schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform einer Destillationseinrichtung nach dem Stand der Technik mit zweigeteiltem Sumpf und
- 15 Figur 10 eine schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Destillationseinrichtung mit dreigeteiltem Sumpf.

Figur 1 zeigt die schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Destillationseinrichtung mit einer Kolonne K, zur Auftrennung eines Zulaufstromes 1 in einen Kopfproduktstrom 2 mit einem Sumpfproduktstrom 3, mit drei hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen I, II und III, wobei sämtliche flüssigkeitsdurchströmten Zellen I-III im Sumpf der Kolonne K integriert und gegeneinander durch Wehre W1, W2 getrennt sind. Der Sumpfstrom aus der in Strömungsrichtung ersten Zelle I wird abgezogen und damit der Wärmetauscher WT1 beaufschlagt, worin der Strom aufgeheizt und teilweise verdampft wird, unter Erhalt eines teilverdampften Stromes 4, der der zweiten Zelle II, zugeführt wird. Der Sumpfstrom aus der zweiten Zelle II wird ebenfalls flüssig abgezogen, und in einem außenliegenden Wärmetauscher WT2 aufgeheizt und teilweise verdampft, und als teilverdampfter Strom 5 in der dritten flüssigkeitsdurchströmten Zelle III zugeführt.

30 Die Querschnittsdarstellungen in den Figuren 1A-1C zeigen jeweils bevorzugte Anordnungen für die Trennwände zur Aufteilung des Kolonnensumpfes in die drei hintereinander angeordneten, flüssigkeitsdurchströmten Zellen I-III: eine konzentrische Anordnung der Trennwände in Figur 1A, eine Anordnung in Form von Kreissehnen in Figur 1B bzw. in Form von Kreisradien in Figur 1C.

35

Figur 2 zeigt die schematische Darstellung einer weiteren bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Destillationseinrichtung, mit zwei im Sumpf der Kolonne K angeordneten Zellen I und II und einer dritten, außerhalb der Kolonne K, als getrennter Apparat, und zwar als Phasenscheider ausgebildeter Zelle III. Aus

derselben wird ein Dampfstrom 6 erneut in den unteren Bereich der Kolonne K, oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in derselben und ein Teilstrom der Flüssigkeit in die im Sumpf der Kolonne K integrierte Zelle II zurückgeführt.

- 5 Figur 2A zeigt ein Detail der Anlage aus Figur 2, und zwar die Anordnung aus Zelle III und dem zugehörigen Wärmetauscher WT2.

Diese Anordnung kann durch die in den Figuren 2B bzw. 2C dargestellten Alternativen ausgetauscht werden: Figur 2B zeigt als Alternative einen Fallfilmverdampfer mit einem integrierten Rohrbündelwärmetauscher, der in diese Ausführungsform die
10 Verdampferstufe WT1 darstellt und einen flüssigkeitsdurchströmten Sumpfbereich, der die flüssigkeitsdurchströmte Zelle III darstellt. Die Flüssigkeit fließt in dieser Ausführungsform durch die beheizten Rohre des integrierten Wärmetauschers, verdampft teilweise und wird in einem Dampfstrom 6 und zwei Flüssigkeitsteilströme 7
15 und 3 aufgeteilt.

Die Ausführungsform in Figur 2C zeigt einen Kesselverdampfer, mit in einem Behälter liegenden Rohrbündel, der der Verdampferstufe WT1 entspricht. Die mit einem sekundären Wärmeträger beheizten Rohre erhitzen die Flüssigkeit und verdampfen
20 diese teilweise, unter Erhalt eines gasförmigen Stromes 6 sowie zweier flüssiger Ströme 7 und 3 in dem Bereich des Kesselverdampfers, der durch ein Wehr von dem Bereich getrennt ist, in dem der Rohrbündelwärmetauscher angeordnet ist.

Figur 3 zeigt die schematische Darstellung einer weiteren bevorzugten
25 Ausführungsform einer Destillationseinrichtung mit zwei außerhalb der Kolonne K angeordneten Zellen II und III, die jeweils als Phasenscheider ausgebildet sind. Aus der Zelle II wird der Dampfstrom 8 in den unteren Bereich der Kolonne K, oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in derselben, und ein Teilstrom der Flüssigkeit, Strom 9, unterhalb des Flüssigkeitsspiegels in die Kolonne K, in die Zelle I, zurückgeführt. Aus der Zelle III
30 wird der Dampfstrom 6 ebenfalls in den unteren Bereich der Kolonne K, oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in derselben, zurückgeführt, und ein Teilstrom der Flüssigkeit, Strom 7, in die Zelle II, unterhalb des Flüssigkeitsspiegels in derselben.

Figur 4 zeigt eine Variante der in Figur 3 dargestellten Ausführungsform, wobei die
35 beiden außerhalb der Kolonne K liegenden, jeweils aus einer Zelle und einem Verdampfer gebildeten Einheiten als Fallfilmverdampfer ausgestaltet sind. Dabei bildet der Rohrbündelwärmetauscher des Fallfilmverdampfers jeweils die Verdampferstufe (WT1, WT2) und der Sumpfbereich des Fallfilmverdampfers die flüssigkeitsdurchströmten Zellen II bzw. III. Abweichend von der Ausführungsform in

Figur 3 wird der Dampfstrom aus der Zelle III, als Strom 10, der Zelle II, oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in derselben, zugeführt, nicht jedoch der Kolonne K, wie in der Ausführungsform in Figur 3.

- 5 Figur 5 zeigt eine weitere bevorzugte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Destillationseinrichtung mit zwei außerhalb der Kolonne K angeordneten Zellen II und III mit gemeinsamem Umlauf. In dieser Ausführungsform wird der komplette Flüssigkeitsstrom aus der Zelle II dem zweiten Wärmetauscher WT2 zugeführt.
- 10 Die Figuren 7 und 8 zeigen Konfigurationen nach dem Stand der Technik:

Nach der in Figur 7 dargestellten Ausführungsform ist der Kolonnensumpf lediglich zweigeteilt, in zwei Zellen I und II, und die aus der Zelle I abgezogene Sumpfflüssigkeit wird zweistufig, in zwei übereinander angeordneten Rohrbündelwärmetauschern
15 aufgeheizt. Dadurch vergrößert sich die jeweils beträchtliche Höhe einer entsprechenden großtechnischen Destillationsanlage weiter, in Bereiche, die aus Stabilitätsgründen kritisch werden können.

Die in Figur 8 dargestellte Ausführungsform zeigt eine weitere Variante einer
20 Destillationseinrichtung nach dem Stand der Technik, mit ebenfalls zweigeteiltem Sumpf der Kolonne K. Die Sumpfflüssigkeit aus der ersten Zelle I wird zweistufig, zwei hintereinander liegenden Rohrbündelwärmetauschern zugeführt. Das zweiphasige, dampfförmige/flüssige Gemisch muss dem zweiten, liegenden Rohrbündelwärmetauscher von unten zugeführt werden und tritt somit über eine oder
25 mehrere punktförmige Stellen über den Zylindermantel in den Innenraum des Rohrbündelwärmeübertrages ein. Die angeströmte Fläche erweitert sich kontinuierlich, bis zur maximalen Breite, entsprechend dem Durchmesser des Apparates, und verengt sich anschließend wieder. Daher ist bei dieser Ausführungsform eine gleichmäßige Verteilung des zweiphasigen Dampf-/Flüssigkeitsgemisches nicht möglich.

30 Die in Figur 9 dargestellte Ausführungsform zeigt eine weitere Variante einer Destillationseinrichtung nach dem Stand der Technik, mit ebenfalls zweigeteiltem Sumpf der Kolonne K. Der Sumpfstrom aus der in Strömungsrichtung ersten Zelle I wird flüssig abgezogen. Mit dem Sumpfstrom wird über eine Förderpumpe der
35 Wärmetauscher WT1 beaufschlagt, worin der Sumpfstrom aufgeheizt wird. Der Sumpfstrom wird anschließend entspannt und dabei teilweise verdampft. Der hierbei erhaltene teilverdampfte Strom 4 wird der zweiten Zelle II zugeführt. Als Heizmedium wird dem Wärmetauscher WT1 regeneriertes Extraktionsmittel 15 zugeführt.

Figur 10 zeigt die schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Destillationseinrichtung mit einer Kolonne K, zur Auftrennung eines Zulaufstromes 1 in einen Kopfproduktstrom 2 mit einem Sumpfproduktstrom 3, mit drei hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen I, II und III, wobei sämtliche flüssigkeitsdurchströmten Zellen I-III im Sumpf der Kolonne K integriert und gegeneinander durch Wehre getrennt sind. Der Sumpfstrom aus der in Strömungsrichtung ersten Zelle I wird flüssig abgezogen. Mit dem Sumpfstrom wird über eine Förderpumpe der Wärmetauscher WT1 beaufschlagt, worin der Sumpfstrom aufgeheizt wird. Der Sumpfstrom wird anschließend entspannt und dabei teilweise verdampft. Der hierbei erhaltene teilverdampfte Strom 4 wird der zweiten Zelle II zugeführt. Der Sumpfstrom aus der zweiten Zelle II wird ebenfalls flüssig abgezogen. Mit dem aus der zweiten Zelle II abgezogenen Sumpfstrom wird über eine Förderpumpe der Wärmetauscher WT2 beaufschlagt, worin der Sumpfstrom aufgeheizt wird. Der Sumpfstrom wird anschließend entspannt und dabei teilweise verdampft. Der hierbei erhaltene teilverdampfte Strom 5 wird der dritten Zelle III zugeführt. Als Heizmedium wird dem Wärmetauscher WT1 regeneriertes Extraktionsmittel 15 und dem Wärmetauscher WT2 teilweise abgekühltes regeneriertes Extraktionsmittel 16 zugeführt.

20 **Ausführungsbeispiele**

Die folgenden Beispiele betreffen jeweils eine Extraktivdestillation zur Butane / Butene-Trennung mit Hilfe einer wässrigen N-Methylpyrrolidon (NMP)-Lösung in einer Kolonne, wie in WO 2012/117085 A1 beschrieben. Aufgrund eines vorherigen Absorptionsschritts sind die Butane/Butene bereits teilweise in einer NMP-Lösung gelöst; durch eine Entspannung dieser Lösung auf einen niedrigeren Druck ist der Zulauf (Strom 1) in die Extraktivdestillation zweiphasig, mit einer Gasphase überwiegend aus Butanen und Butenen und der NMP-Lösung mit einer gelösten Butan/Butene-Komponente.

30 Anforderung der Trennung in der Extraktivdestillationskolonne ist es, einen Kopfproduktstrom 2 zu erhalten, der 6 mol% an gelösten Butenen und Butadienen enthält. Gleichzeitig sollte ein Sumpfproduktstrom erhalten werden, bei dem der Anteil der gelösten Butene und Butadiene an der Gesamtmenge der nicht-Lösungsmittelkomponenten 82.9 mol% beträgt. Diese Trennung wird mit allen im
35 Folgenden beschriebenen Varianten erreicht.

Die Verschaltung wurde mit einem BASF eigenen Simulationsprogramm (ähnlich zu dem kommerziell verfügbaren Simulator ASPEN plus) auf Basis von Phasengleichgewichtsmodellen berechnet. Zur Simulation der Destillationskolonne

wurde das Gleichgewichtstufenmodell verwendet. Die Phasengleichgewichte wurden mit Hilfe des Non-Random-Two-Liquid Modells (Renon H., Prausnitz J. M.: *Local Compositions in Thermodynamic Excess Functions for Liquid Mixtures*, AIChE J., 14(1), S.135-144, 1968) beschrieben.

5

In den nachfolgenden Ergebnissen der Simulationsrechnung wird hierbei immer eine Destillationskolonne mit 32 theoretischen Stufen (d.h. Gleichgewichtsstufen) betrachtet. Die Nummerierung erfolgt von unten (1) nach oben (32) und beinhaltet nicht den Kolonnensumpf. Die Verdampfer sind als Gleichgewichtsstufen modelliert. Die Gasströme der Verdampfer, deren Ausgang direkt mit der Kolonne verbunden ist, werden direkt auf Stufe 1 der Kolonne zugegeben. Die Zellen sind Bestandteil von Gas-Flüssigkeitsabscheidern, die ebenfalls als Gleichgewichtsstufen abgebildet sind. In diese Gleichgewichtsstufen werden nur flüssige Ströme eingeleitet, dabei entstehendes Gas wird ebenfalls in die Kolonne auf Stufe 1 zugegeben.

15

Vergleichsbeispiel 1:

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Phasen, Konzentrationen, Temperaturen und Drücke der Ströme entsprechend Figur 7 nach dem Stand der Technik, (mit zwei hintereinander angeordneten Wärmetauschern) bei dem der Verdampfer am Sumpf der Kolonne in zwei Verdampfer WT1 und WT2 unterteilt ist, um Energie aus dem regenerierten Lösungsmittel im WT1 verwenden zu können, bevor es weiter abgekühlt, zum Teil als Lösungsmittel für den Absorptionsschritt und zum anderen Teil als Strom 13 der Extraktivdestillationskolonne zurückgeführt wird (s. WO 2012/117085 A1).

25

Am Kopf der Kolonne (auf der obersten Stufe) wird Rücklauf (Strom 14) aus den nachfolgenden Kondensatoren in die Kolonne eingespeist, der im Wesentlichen aus Butan besteht. Etwas unterhalb dieser Einspeisestelle (ca. 1-3 theoretische Trennstufen tiefer, hier: 2) wird als Extraktionsmittel die regenerierte, wässrige NMP-Lösung zugegeben (Strom 13). Der Anteil der Flüssigkeit des Zulaufstromes (Strom 1) wird auf Stufe 18 und der gasförmige Anteil auf Stufe 19 zugegeben.

30

Das aus der Kolonne ablaufende mit im wesentlichen Butanen und Butenen beladene Lösungsmittel 11 wird mit dem Überlauf aus Zelle II gemischt, dabei entstehendes Gas geht auf die unterste Stufe der Kolonne. Aus Zelle I wird der Verdampfer WT1 mit Flüssigkeit beaufschlagt. Der zweiphasige (gasförmige und flüssige) Strom 4 muss auf den Wärmetauscher WT2 gleichmäßig verteilt werden, um eine gleichmäßige und gute Wärmeübertragung zu gewährleisten. Im Verdampfer WT2 wird der Strom weiter erhitzt und partiell verdampft. Die entstandene Gasphase steigt zur ersten Stufe der

35

Kolonne auf und die Flüssigkeit wird in Zelle II geleitet. Dort wird das Sumpfprodukt 3 abgezogen und die überschüssige Flüssigkeit läuft über das Wehr in Zelle I. Die Flüssigkeitsumlauftrate (Massenstrom Strom 11) ist dabei häufig so groß, dass zwischen 2 und 20 % des Stroms, insbesondere 5-15% in den Verdampfern in die
5 Gasphase übergeht.

Beispiel 1 (erfindungsgemäß)

10

Die Ströme der erfindungsgemäßen Variante mit teilweiser Rückführung der Flüssigkeit aus den Zellen II und III in die jeweils vorherigen Zellen (I und II) sind in der nachfolgenden Tabelle 2 und in Figur 1 dargestellt.

15

Beispiel 2 (erfindungsgemäß)

Eine weitere erfindungsgemäße Variante, bei der nur Flüssigkeit aus Zelle III in Zelle I teilweise zurückgeführt wird, ist in der nachfolgenden Tabelle 3 und in Figur 6
20 dargestellt.

Beide Varianten ermöglichen die gleiche Trennung wie nach dem Vergleichsbeispiel 1, jedoch ohne den Nachteil zu besitzen, dass entweder der zweiphasige Strom verteilt werden muss oder aber durch eine Anordnung übereinander als vertikale Verdampfer, die Kolonne extrem hochgesetzt werden muss.
25

Die erfindungsgemäßen Varianten besitzen weiterhin noch den Vorteil, dass sowohl die Eintrittstemperatur als auch die Austrittstemperatur des Wärmetauschers WT1 niedriger als im Vergleichsbeispiel 1 sind, obwohl die gleiche Wärmemenge übertragen
30 wird. Diese Temperaturen sind in Tabelle 4 dargestellt. Die Abweichung beträgt sowohl am Eintritt als auch am Austritt über 10 Grad Kelvin bei Variante nach Figur 1 und ca. 4 Grad Kelvin bei der Variante nach Figur 6. Damit steht ein höheres treibendes Temperaturgefälle zur Verfügung, so dass zur Übertragung der gleichen Wärme eine kleinere Wärmeübertragerfläche benötigt wird. Alternativ könnte man in diesen
35 Varianten prinzipiell aber auch entweder mehr Wärme aus dem regenerierten Lösungsmittel, welches zur Beheizung verwendet wird, gewinnen, d.h. man könnte es weiter abkühlen oder aber man könnte auch Wärme aus einem anderen Prozessstrom auf ca. 10 Grad (bei Variante nach Figur 1) niedrigerem Temperaturniveau zurückgewinnen.

Beispiel 3 (erfindungsgemäß)

Es wurde ein Extraktivdestillationsverfahren zur Extraktion von 1,3-Butadien aus einem
5 C₄-Gemisch (Butane, Butene, Butadien, C₄-Acetylene + geringe Mengen an C₃, C₅+
Molekülen) für eine Destillationseinrichtung gemäß Figur 10 mit einem
Sumpfproduktstrom (Strom 3) von 380 t/h simuliert. Die Temperaturen einzelner
Ströme sind nachfolgend wiedergegeben:

10	Regeneriertes Extraktionsmittel 15:	150,4 °C
	Teilweise abgekühltes regeneriertes Extraktionsmittel 16:	138,6 °C
	Abgekühltes Extraktionsmittel 17:	90,2 °C

Die Sumpfstrome wurden in WT1 von 68 °C auf 108 °C und in WT2 von 95 °C auf
15 106 °C erhitzt (die beim Erhitzen erreichten Temperaturen beziehen sich auf den vom
jeweiligen Wärmetauscher abströmenden Sumpfstrom vor dessen Entspannung). Die
Temperatur des flüssigen Sumpfproduktstroms 3 betrug 104 °C. Durch die hohen
treibenden Temperaturgefälle ist für die Wärmeübertragung eine Gesamtfläche von nur
878 m² erforderlich.

20

Vergleichsbeispiel 2

Bei Durchführung derselben Simulation wie für Beispiel 3, jedoch mit einer
Destillationseinrichtung gemäß Figur 9 zeigte sich, dass unter denselben
25 Randbedingungen (gleiche Zusammensetzung, Menge und Temperatur der zu- und
ablaufenden Ströme) eine um 13,6 % größere Fläche zur Wärmeübertragung
erforderlich ist.

Mengenstrom		7429	304,4	9451	25,37	19460	18190	1270	18680	18091	589,8	622,4	16590
Massenstrom		524300	16890	681800	1456	1355000	1287000	67210	1323000	1296600	26470	35150	1189000
Konzentrationen		Einheit											
Leichtisieder		mol/mol	0,002171	0,000027	0,018012	0,000091	0,000065	0,000473	0,000064	0,000054	0,000369	0,058598	0,000054
C5+		mol/mol	0,000755	0,000761	0,00016	0,000795	0,000794	0,000813	0,000792	0,00077	0,001477	0,000151	0,00077
Butane		mol/mol	0,052575	0	0,91135	0,021143	0,007906	0,210724	0,0075	0,00387	0,118832	0,873326	0,00387
Butene (inkl. Butadiene)		mol/mol	0,043933	0,000042	0,062213	0,081794	0,040048	0,679686	0,038412	0,022767	0,518198	0,06	0,022767
H2O		mol/mol	0,300365	0,332384	0,008228	0,309476	0,323995	0,101526	0,324087	0,323806	0,332703	0,007893	0,323806
NMP		mol/mol	0,600201	0,666784	0,000035	0,5867	0,627191	0,006779	0,629145	0,648733	0,028421	0,000033	0,648733

Tabelle 3

Strom		1	1	13	14	11	12	8	5	5	2	3
Aggregat		Fluss	Gas	Fluss	Fluss	Fluss	Fluss	Gas	Fluss	Fluss	Gas	Fluss
von						Zelle I	B1, Zelle II	B1	WT2	WT2	Kolonne, Stufe 32	Zelle III
nach		Kolonne, Stufe 18	Kolonne, Stufe 19	Kolonne, Stufe 30	Kolonne, Stufe 32	WT1	WT2	Kolonne, Stufe 1	Kolonne, Stufe 1	Kolonne, Stufe 1	Kolonne, Stufe 1	
Temperatur	°C	55	55	35,308	40,185	78,65	117,38	117,38	148,342	148,342	49,375	148,342
Druck	bar	5,4	5,4	7	5,4	5,41	5,51	5,51	5,41	5,41	5,3	5,41
Mengenstrom	kmol/h	7429	304,4	9450	25,37	22110	21140	970,3	20540	603,1	622,4	16590
Massenstrom	kg/h	524300	16890	681800	1456	1550000	1500000	50430	1472200	27070	35150	1189000
Konzentrationen		Einheit										
Leichtisieder		mol/mol	0,002171	0,000027	0,018012	0,00008	0,000063	0,000456	0,000054	0,000369	0,058598	0,000054
C5+		mol/mol	0,000755	0,000761	0,00016	0,000795	0,00079	0,000911	0,00077	0,001477	0,000151	0,00077
Butane		mol/mol	0,052575	0,637443	0,91135	0,015456	0,00715	0,196414	0,003869	0,118833	0,873326	0,003869
Butene (inkl. Butadiene)		mol/mol	0,043933	0,284611	0,062215	0,06447	0,036904	0,66508	0,022768	0,518202	0,06	0,022768
H2O		mol/mol	0,300365	0,332384	0,008228	0,315461	0,32406	0,128118	0,323806	0,332698	0,007893	0,323806
NMP		mol/mol	0,600201	0,666784	0,000035	0,603737	0,631034	0,009021	0,648733	0,028421	0,000033	0,648733

Tabelle 4

Variante	WT1	WT2	Taus/°C	Tein/°C	Taus/°C
Fig. 7	Tein/°C 82,2	Tein/°C 121,0	121,0	121,0	148,3
Fig. 1	67,0	110,0	110,0	110,0	148,3
Fig. 6	78,7	117,4	117,4	117,4	148,3

Bezugszeichenliste

	1, 13, 14	Zulaufströme
5	2	Kopfproduktstrom
	3	Sumpfproduktstrom
	4, 5	teilverdampfte Ströme
	6, 8, 10	Dampfströme
	7, 9, 11, 12	Flüssigkeitsteilströme
10	15, 16, 17	Ströme regenerierten Extraktionsmittels
	K	Kolonne
	WT1, WT2	Wärmetauscher
	W1, W2	Wehre
15	I, II, III	flüssigkeitsdurchströmte Zellen

Patentansprüche:

1. Destillationseinrichtung umfassend eine Kolonne (K), zur Auftrennung eines Zulaufstromes (1) in einen Kopfproduktstrom (2), einen Sumpfproduktstrom (3) und gegebenenfalls einen oder mehrere Seitenabzugsströme, mit drei oder mehr hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen (I, II, III), wobei zumindest die erste Zelle in den Sumpf der Kolonne (K) integriert ist, zur mehrstufigen Aufheizung und Teilverdampfung der die Zellen durchströmenden Flüssigkeit mit Ausnahme der Flüssigkeit aus der letzten Zelle in jeweils einer Verdampferstufe.
2. Destillationseinrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Aufheizung und Teilverdampfung durch prozessinterne und/oder externe Energiequellen erfolgt.
3. Destillationseinrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Aufheizung und Teilverdampfung durch Massenströme erfolgt.
4. Destillationseinrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Massenströme Wasserdampf oder heißes Kondensat sind.
5. Destillationseinrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass
 - die Aufheizung und Teilverdampfung der die erste Zelle durchströmenden Flüssigkeit mittels prozessinterner Massenströme und
 - die Aufheizung und Teilverdampfung der die vorletzte Zelle durchströmenden Flüssigkeit mittels externer Energiequellen erfolgt.
6. Destillationseinrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sämtliche der drei oder mehr hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen (I, II, III) in den Sumpf der Kolonne (K) integriert sind.
7. Destillationseinrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass drei Zellen (I, II, III) in den Sumpf der Kolonne (K) integriert sind.
8. Destillationseinrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass Flüssigkeit aus jeder der drei oder mehreren hintereinander flüssigkeitsdurchströmten Zellen (I, II, III) mit Ausnahme der

letzten Zelle durch eine Verdampferstufe, insbesondere einen Wärmetauscher (WT1, WT2), geleitet und darin teilverdampft wird unter Erhalt jeweils eines teilverdampften Stromes (4,5), der der jeweils in Strömungsrichtung nächstfolgenden Zelle vollständig oder teilweise zugeführt wird.

5

9. Destillationseinrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass ein Flüssigkeitsrücklauf aus einer oder mehreren der drei oder mehr Zellen (I, II, III), mit Ausnahme der ersten Zelle in die jeweils unmittelbar vorhergehende Zelle vorgesehen ist, insbesondere als direkter Flüssigkeitsüberlauf über ein Wehr (W1, W2), als getauchter Zulauf oder als Siphon.
10. Verfahren zur Durchführung einer Destillation oder Extraktivdestillation unter Verwendung einer Destillationseinheit nach einem der Ansprüche 1 bis 9.
11. Verfahren nach Anspruch 10 zur Trennung eines Zulaufstromes in einen Butan(e) enthaltenden Kopfproduktstrom und einen Buten(e) und gegebenenfalls Butadien(e) enthaltenden Sumpfproduktstrom durch Extraktivdestillation.
12. Verfahren nach Anspruch 10 zur Trennung eines Zulaufstromes in einen Buten(e) und gegebenenfalls Butan(e) enthaltenden Kopfproduktstrom und einen Butadien(e) enthaltenden Sumpfproduktstrom durch Extraktivdestillation.
13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren eine Extraktivdestillation zur Auftrennung eines Reaktionsgemisches aus der Dehydrierung von Butanen zur Herstellung von Butenen oder aus einer Oxidehydrierung von Butanen zur Herstellung von Butadien, ist.

10

15

20

25

Fig. 1

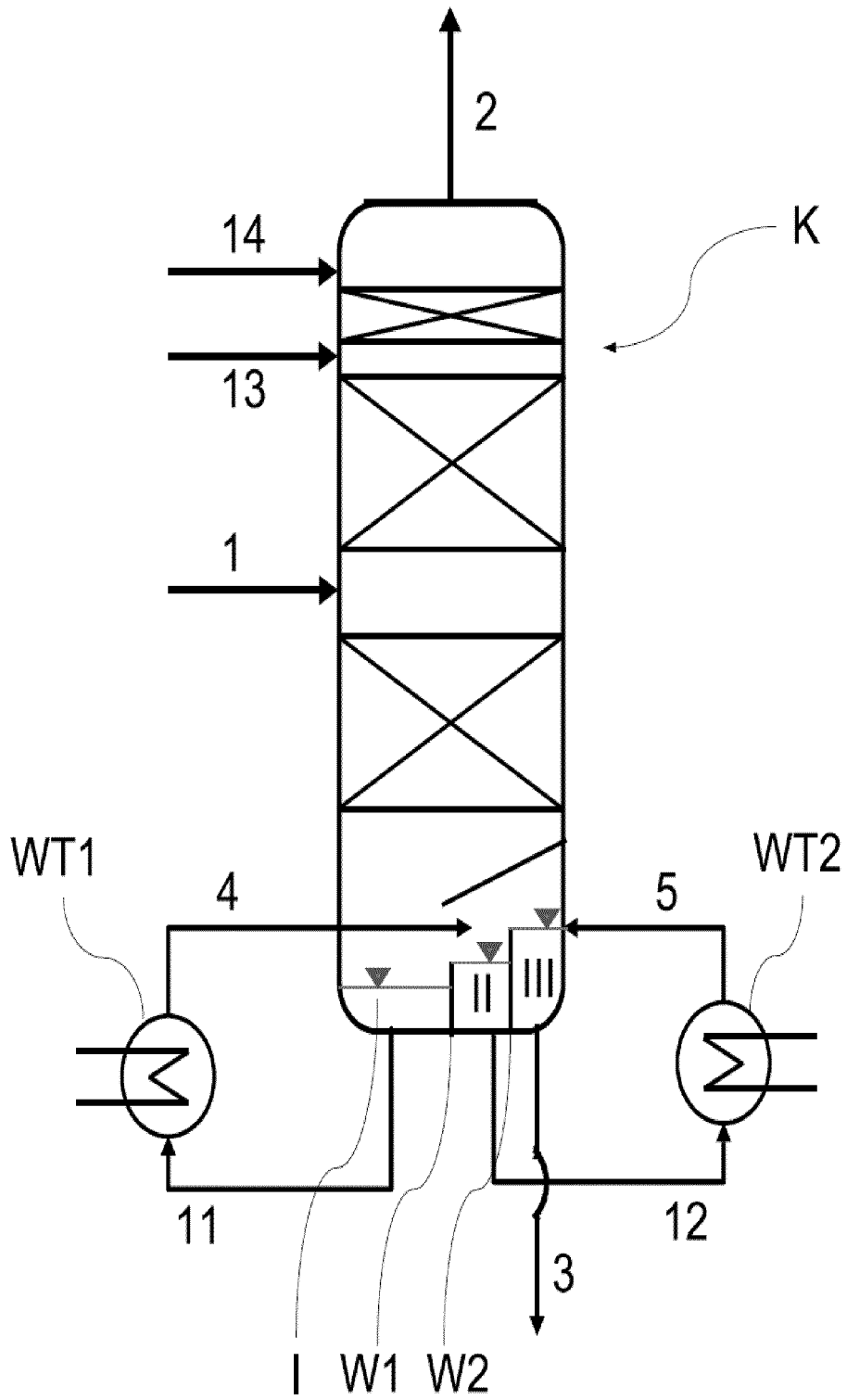


Fig. 1A

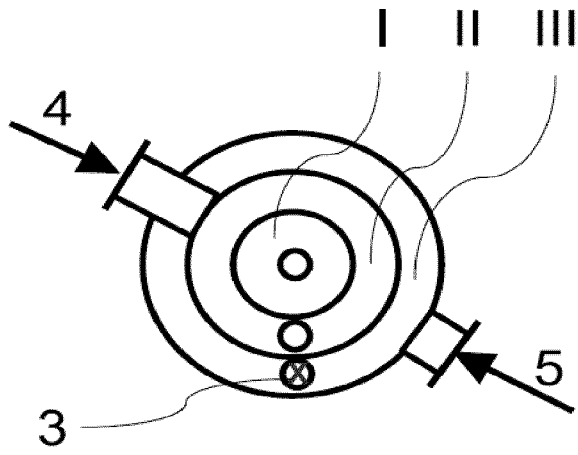


Fig. 1B

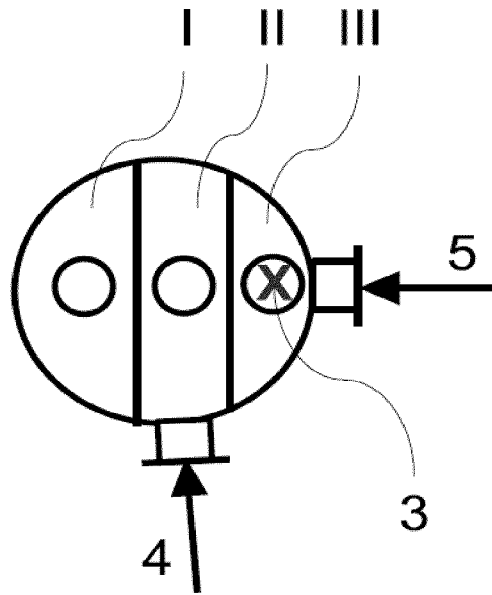
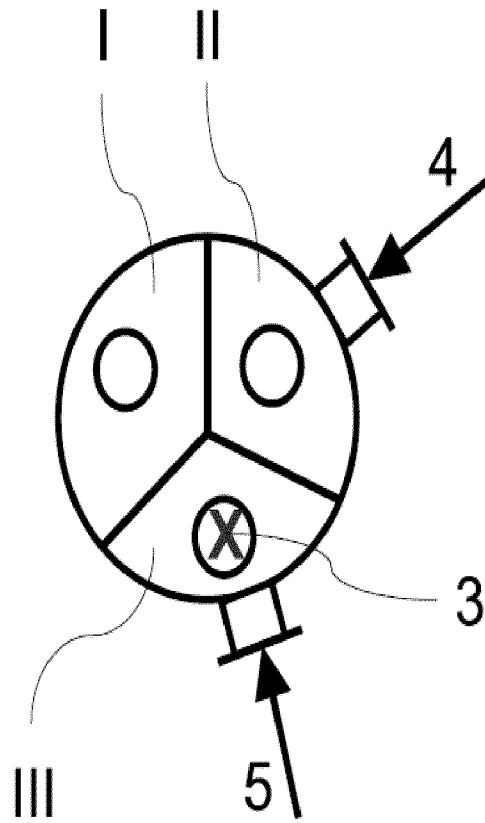


Fig. 1C



4/14

Fig. 2

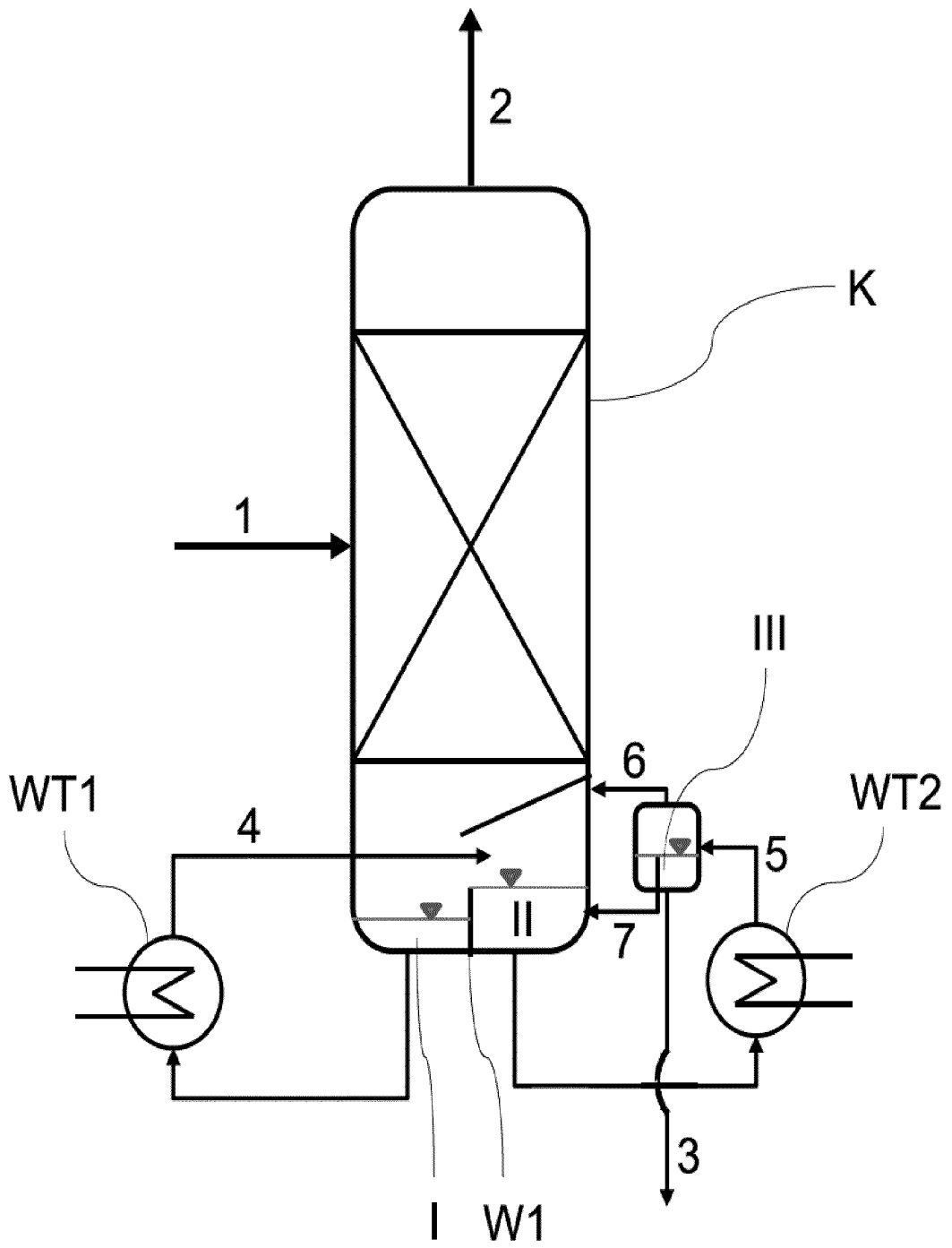


Fig. 2A

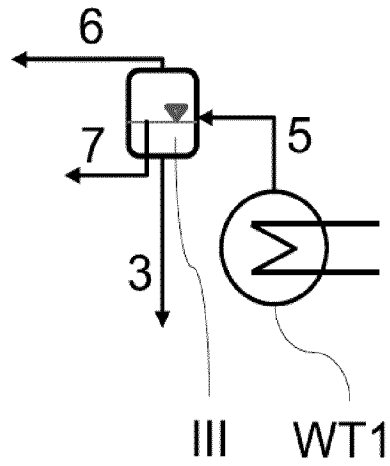


Fig. 2B

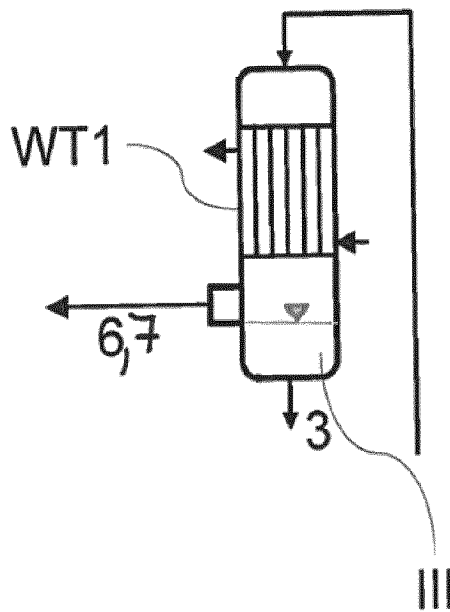


Fig. 2C

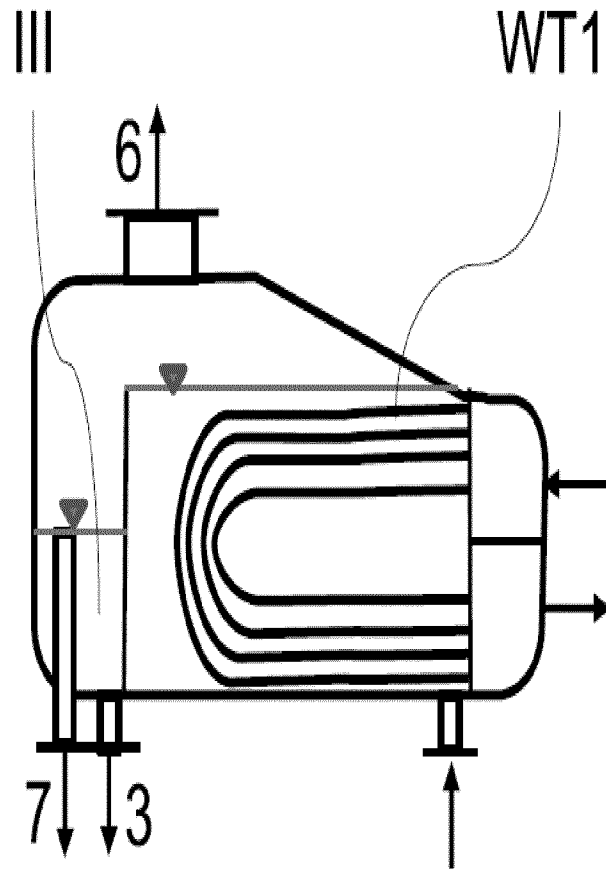


Fig. 3

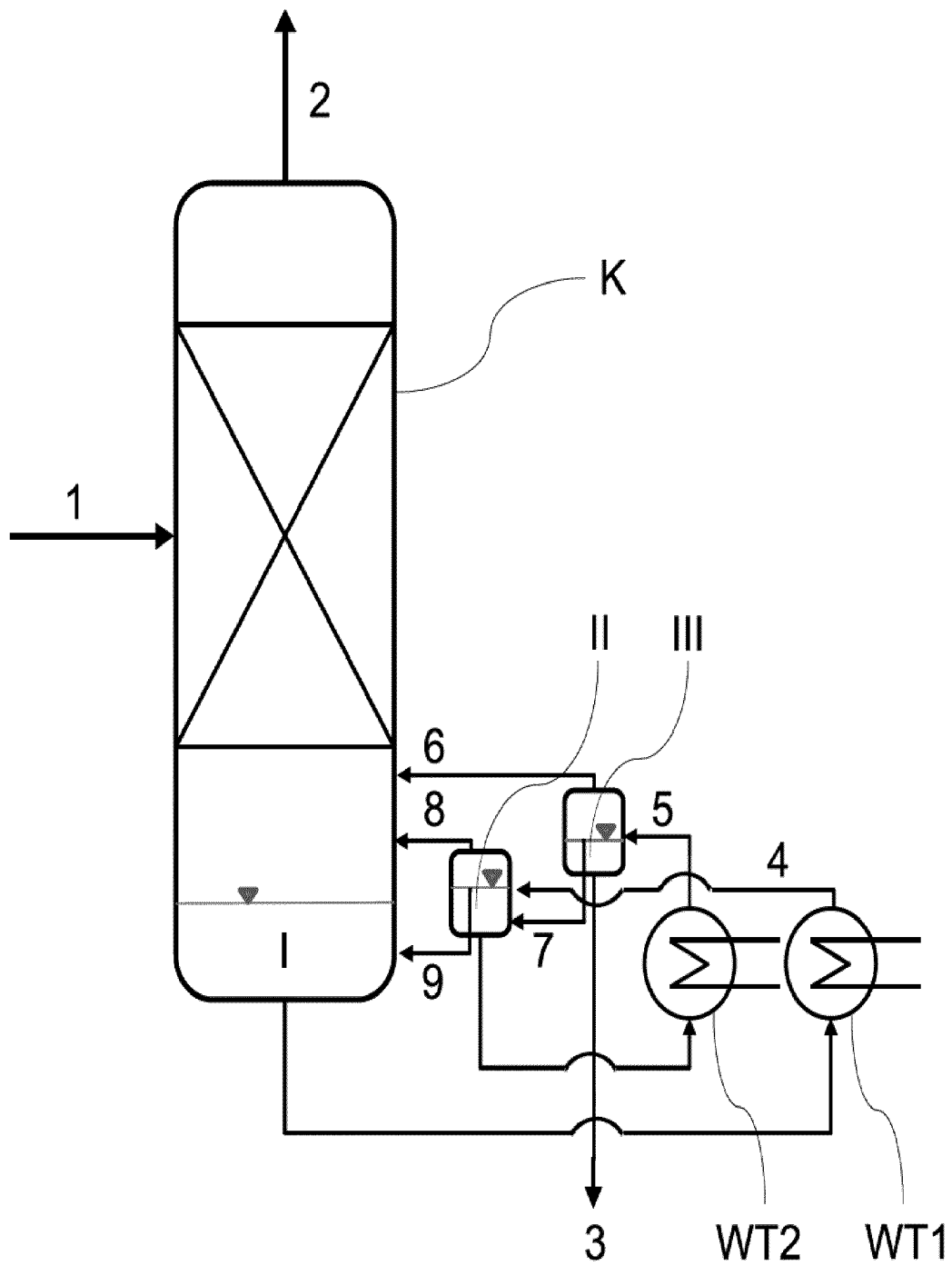


Fig. 4

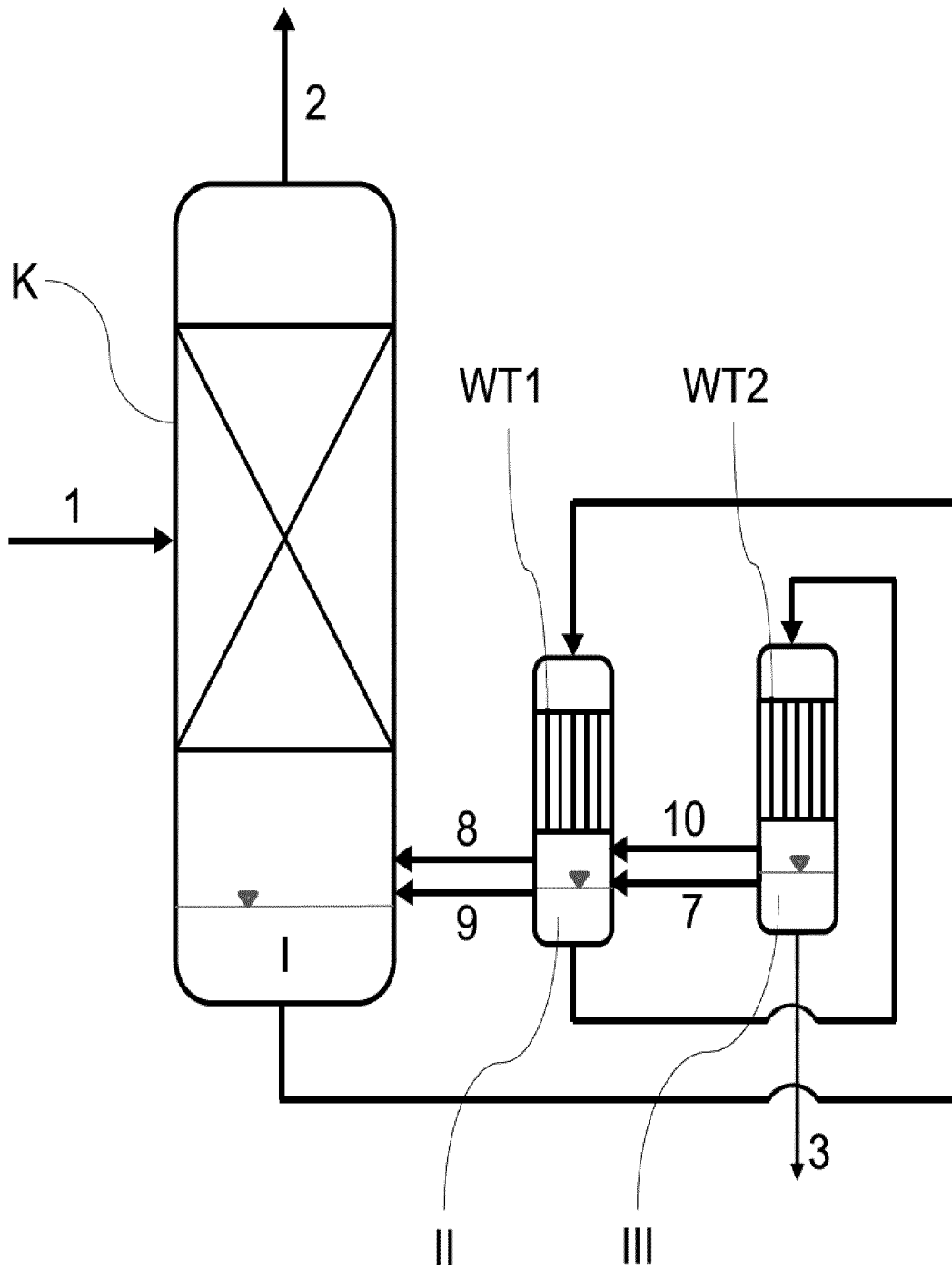


Fig. 5

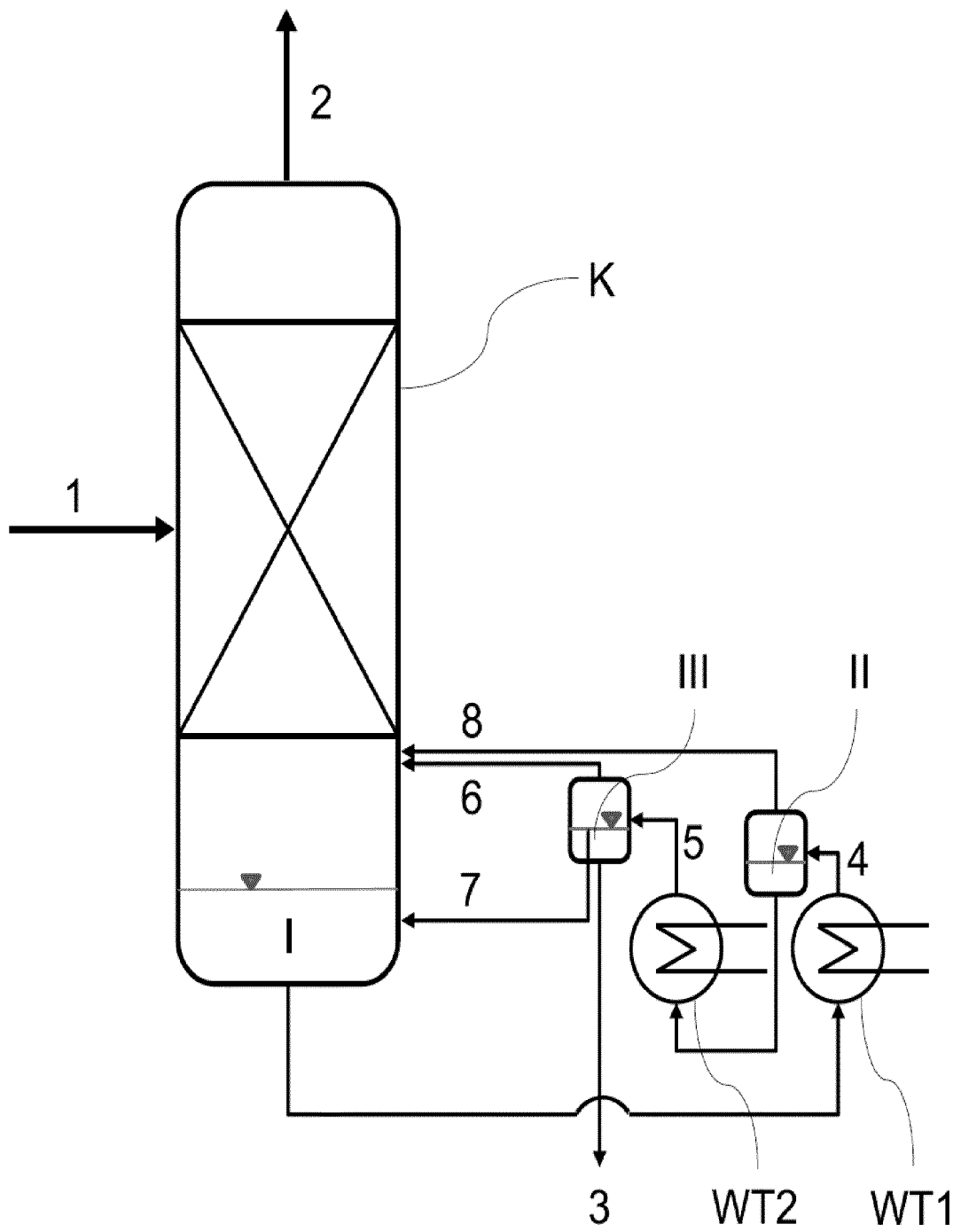


Fig. 7

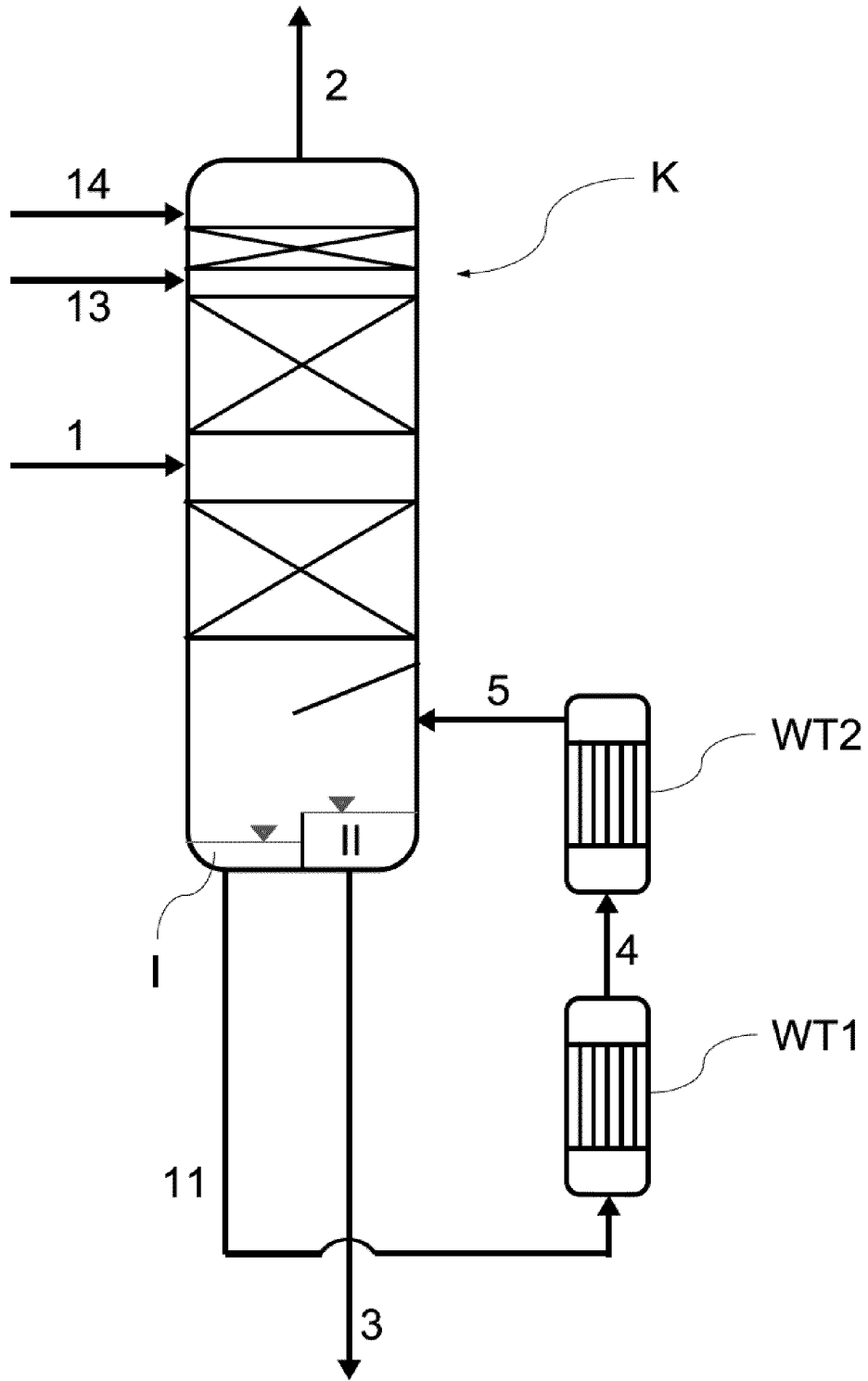


Fig. 8

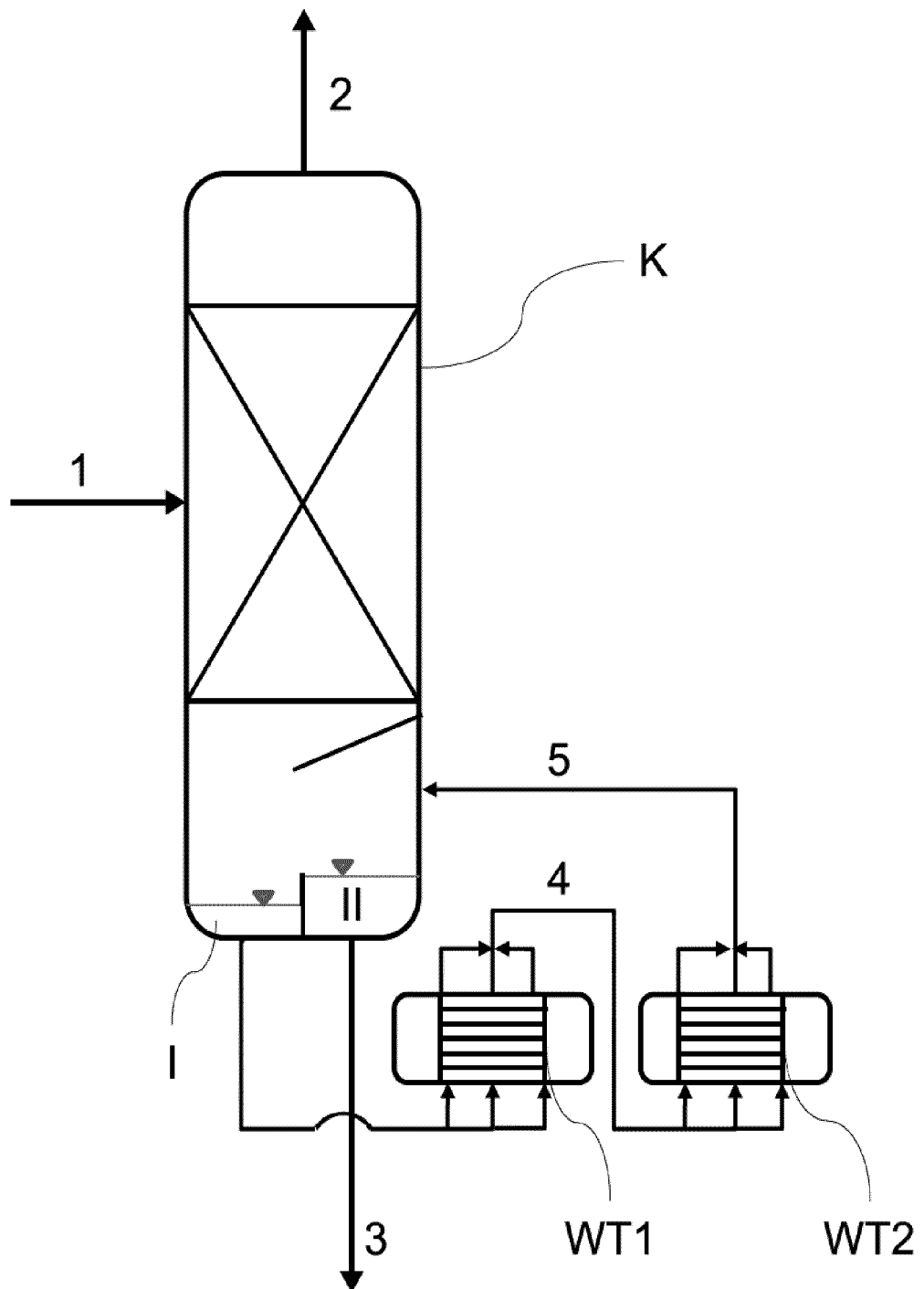


Fig. 9

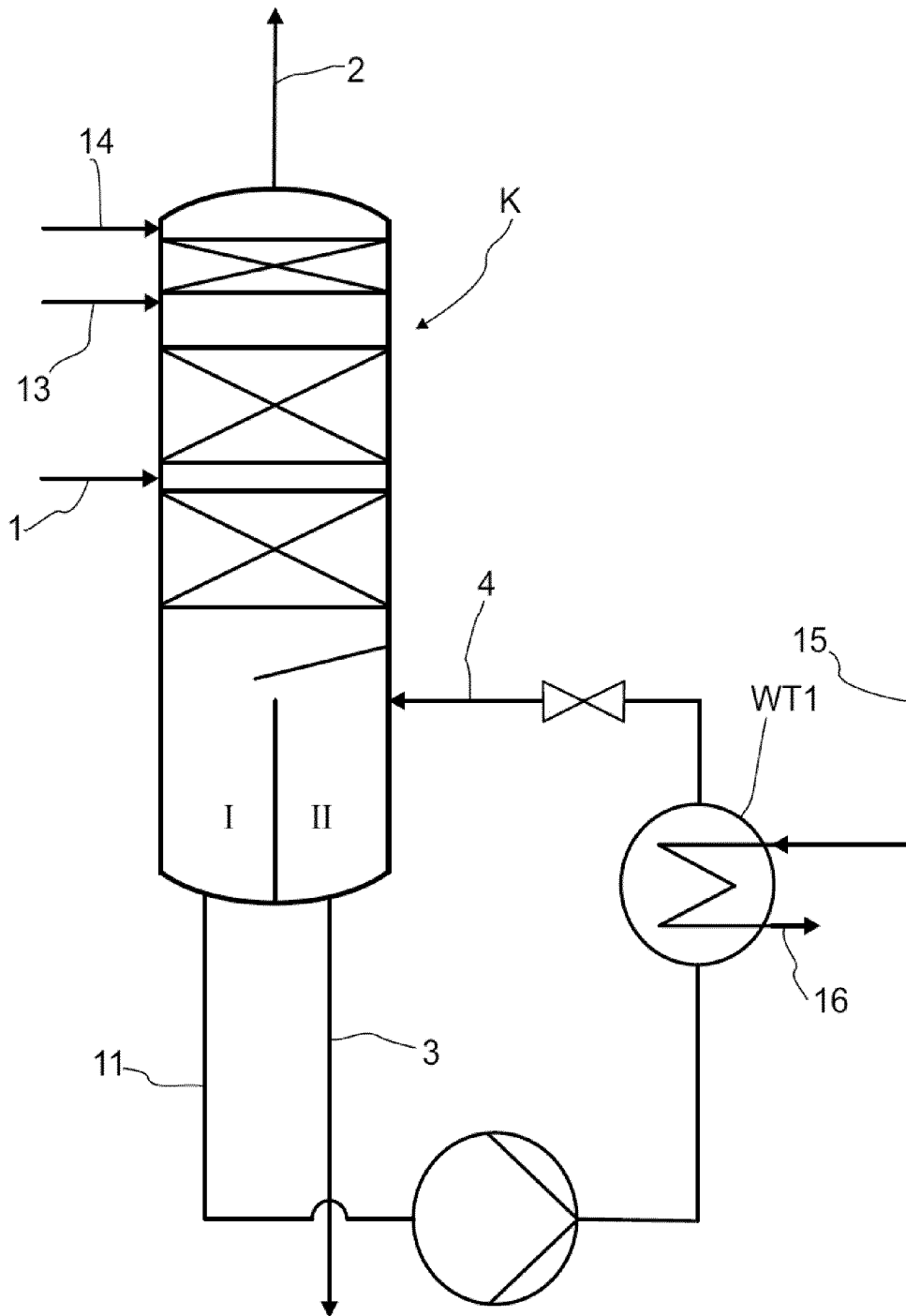
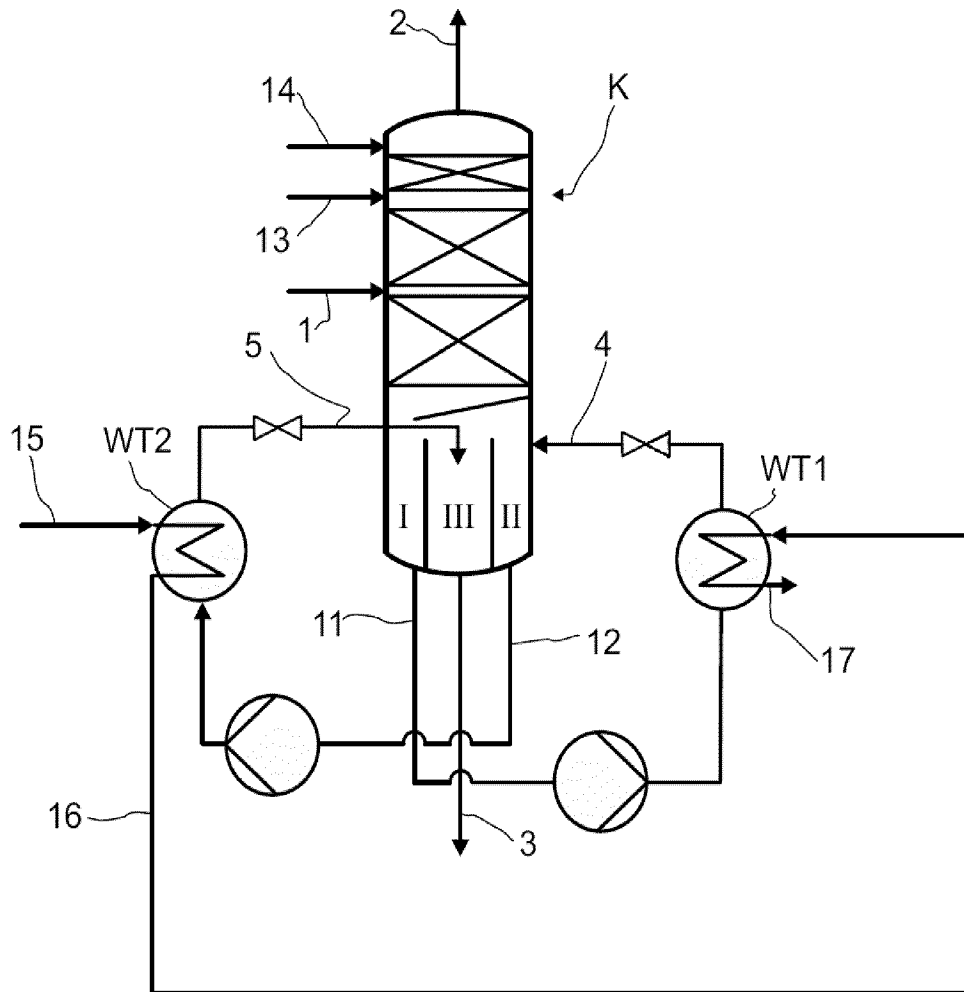


Fig. 10



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2016/065092

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B01D3/32
ADD.
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	ZA 9 704 354 A (LINDE AG) 24 August 1998 (1998-08-24)	1-9
Y	abstract; figures page 5 - page 6	10-13
X	EP 0 366 019 A1 (NIPPON KOKAN KK [JP]) 2 May 1990 (1990-05-02)	1-9
Y	abstract; figures column 1, line 21 - line 25 column 2, line 32 - column 3, line 25	10-13
Y	US 2008/161618 A1 (ZIMMERMANN JOSEPH E [US] ET AL) 3 July 2008 (2008-07-03) abstract; figures page 3, paragraph 38 - paragraph 44	10-13
	----- -/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 2 November 2016	Date of mailing of the international search report 09/11/2016
--	--

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Lapeyrère, Jean
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2016/065092

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 1 362 625 A1 (BAYER AG [DE]) 19 November 2003 (2003-11-19) abstract; figures column 6, line 36 - line 43 -----	1-13
A	US 4 601 788 A (BANNON ROBERT P [US]) 22 July 1986 (1986-07-22) abstract; figures column 3, line 38 - line 50 -----	1-13
A	EP 0 589 230 A1 (KELLOGG M W CO [US]) 30 March 1994 (1994-03-30) abstract; figures column 3, line 38 - line 50 -----	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/EP2016/065092

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
ZA 9704354	A	24-08-1998	DE 19631332 A1 27-11-1997 ZA 9704354 B 24-08-1998
EP 0366019	A1	02-05-1990	EP 0366019 A1 02-05-1990 JP H02115001 A 27-04-1990
US 2008161618	A1	03-07-2008	CN 101605873 A 16-12-2009 EP 2097497 A1 09-09-2009 US 2008161618 A1 03-07-2008 WO 2008082981 A1 10-07-2008
EP 1362625	A1	19-11-2003	CN 1457913 A 26-11-2003 DE 10221122 A1 04-12-2003 EP 1362625 A1 19-11-2003 JP 2004066222 A 04-03-2004 US 2004020757 A1 05-02-2004 US 2009032389 A1 05-02-2009
US 4601788	A	22-07-1986	NONE
EP 0589230	A1	30-03-1994	DE 69320127 D1 10-09-1998 DE 69320127 T2 10-12-1998 EP 0589230 A1 30-03-1994 US 5303769 A 19-04-1994

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. B01D3/32 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) B01D		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	ZA 9 704 354 A (LINDE AG) 24. August 1998 (1998-08-24)	1-9
Y	Zusammenfassung; Abbildungen Seite 5 - Seite 6	10-13

X	EP 0 366 019 A1 (NIPPON KOKAN KK [JP]) 2. Mai 1990 (1990-05-02)	1-9
Y	Zusammenfassung; Abbildungen Spalte 1, Zeile 21 - Zeile 25 Spalte 2, Zeile 32 - Spalte 3, Zeile 25	10-13

Y	US 2008/161618 A1 (ZIMMERMANN JOSEPH E [US] ET AL) 3. Juli 2008 (2008-07-03) Zusammenfassung; Abbildungen Seite 3, Absatz 38 - Absatz 44	10-13

	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
2. November 2016		09/11/2016
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Lapeyrère, Jean

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 1 362 625 A1 (BAYER AG [DE]) 19. November 2003 (2003-11-19) Zusammenfassung; Abbildungen Spalte 6, Zeile 36 - Zeile 43 -----	1-13
A	US 4 601 788 A (BANNON ROBERT P [US]) 22. Juli 1986 (1986-07-22) Zusammenfassung; Abbildungen Spalte 3, Zeile 38 - Zeile 50 -----	1-13
A	EP 0 589 230 A1 (KELLOGG M W CO [US]) 30. März 1994 (1994-03-30) Zusammenfassung; Abbildungen Spalte 3, Zeile 38 - Zeile 50 -----	1-13

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2016/065092

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
ZA 9704354	A	24-08-1998	DE 19631332 A1 27-11-1997 ZA 9704354 B 24-08-1998
EP 0366019	A1	02-05-1990	EP 0366019 A1 02-05-1990 JP H02115001 A 27-04-1990
US 2008161618	A1	03-07-2008	CN 101605873 A 16-12-2009 EP 2097497 A1 09-09-2009 US 2008161618 A1 03-07-2008 WO 2008082981 A1 10-07-2008
EP 1362625	A1	19-11-2003	CN 1457913 A 26-11-2003 DE 10221122 A1 04-12-2003 EP 1362625 A1 19-11-2003 JP 2004066222 A 04-03-2004 US 2004020757 A1 05-02-2004 US 2009032389 A1 05-02-2009
US 4601788	A	22-07-1986	KEINE
EP 0589230	A1	30-03-1994	DE 69320127 D1 10-09-1998 DE 69320127 T2 10-12-1998 EP 0589230 A1 30-03-1994 US 5303769 A 19-04-1994