



(10) **DE 10 2010 011 014 A1** 2011.09.15

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2010 011 014.0**

(22) Anmeldetag: **11.03.2010**

(43) Offenlegungstag: **15.09.2011**

(51) Int Cl.: **C07C 7/08 (2006.01)**

C07C 9/10 (2006.01)

C07C 11/08 (2006.01)

(71) Anmelder:

BASF SE, 67063, Ludwigshafen, DE

(72) Erfinder:

Heida, Bernd, 67158, Ellerstadt, DE; Randolf,

Hugo, 67246, Dirmstein, DE

(74) Vertreter:

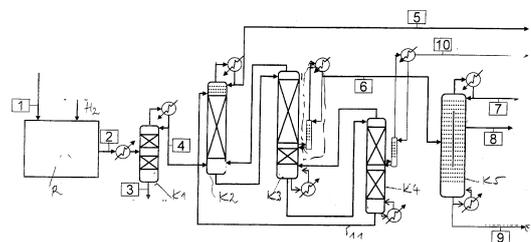
Ellwanger und Kollegen, 68165, Mannheim, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zur destillativen Gewinnung von Rein-1,3-Butadien aus Roh-1,3-Butadien**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Rein-1,3-Butadien durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel aus einem C₄-Schnitt (1), der neben 1,3-Butadien Butane, Butene und 0,5 bis 3 Gew.-% Acetylene, bezogen auf das Gesamtgewicht des C₄-Schnittes, enthält, das dadurch gekennzeichnet ist, dass

- in einem ersten Verfahrensschritt ein Anteil von 90 bis 99 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der im C₄-Schnitt enthaltenen Acetylene selektiv hydriert wird, unter Erhalt eines partiell hydrierten C₄-Schnittes, der
- anschließend in weiteren Verfahrensschritten durch Extraktivdestillation mit dem selektiven Lösungsmittel und
- Reindestillation zu Rein-1,3-Butadien aufgearbeitet wird, wobei die im partiell hydrierten C₄-Schnitt verbliebenen Acetylene in den Verfahrensschritten, die sich an die partielle Hydrierung anschließen, ausgeschleust werden.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Rein-1,3-Butadien durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel aus einem C₄-Schnitt.

[0002] 1,3-Butadien wird großtechnisch in der Regel aus so genannten C₄-Schnitten gewonnen, d. h. aus Gemischen von Kohlenwasserstoffen, worin die C₄-Kohlenwasserstoffe, insbesondere 1-Buten, i-Buten sowie 1,3-Butadien überwiegen. Neben geringen Mengen an C₃- und C₅-Kohlenwasserstoffen enthalten C₄-Schnitte in der Regel Acetylene, darunter Propin und Butine, insbesondere 1-Butin (Ethylacetylen) und Butenin (Vinylacetylen). Hierbei fällt zunächst ein sogenanntes 1,3-Roh-Butadien an, d. h. ein Gemisch, das etwa 89 bis 99,5 Gew.-% 1,3-Butadien, Rest Verunreinigungen, enthält. Dieses muss anschließend, um den Spezifikationsanforderungen zu entsprechen, zu so genanntem 1,3-Rein-Butadien weiter destillativ aufgereinigt werden. Die Spezifikationsanforderungen für 1,3-Rein-Butadien sehen häufig einen Mindestgehalt an 1,3-Butadien von 99,6 Gew.-%, und einen maximal zulässigen Gehalt an Acetylenen sowie an 1,2-Butadien von jeweils 20 ppm vor.

[0003] Die Gewinnung von 1,3-Roh-Butadien aus C₄-Schnitten ist wegen der geringen Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten der Komponenten ein kompliziertes destillationstechnisches Problem und wird daher in der Regel durch sogenannte Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel durchgeführt.

[0004] Da der Gehalt an Acetylenen in C₄-Schnitten, darunter insbesondere Propin, 1-Butin und Butenin C₄-Schnitt in der Regel zwischen 0,5 und 3 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des C₄-Schnittes, beträgt, müssen die Acetylene, um die Spezifikationsanforderungen für Rein-1,3-Butadien zu erfüllen, aus dem C₄-Schnitt abgetrennt werden. Diese Abtrennung der Acetylene kann durch eine der Extraktivdestillation vorgeschaltete, so genannte Front-end-Selektivhydrierung durchgeführt werden, die den Vorteil hat, dass der apparative Aufwand sowie das Sicherheitsrisiko in der nachgeschalteten Extraktivdestillation signifikant erniedrigt und die Ausbeute an Raffinat **1**, umfassend im Wesentlichen die Butane und die Butene sowie an 1,3-Butadien erhöht wird. Darüber hinaus werden bei der Front-end-Selektivhydrierung die acetylenischen C₄-Verunreinigungen, 1-Butin und Butenin in Wertprodukte übergeführt.

[0005] Die Front-end-Selektivhydrierung hat jedoch den Nachteil, dass der Anteil an Acetylenen im Feedstrom zur Selektivhydrierung, d. h. im C₄-Schnitt, niedrig ist, so dass für die Front-end-Selektivhydrierung hochselektive Katalysatoren und aufwändige Apparate erforderlich sind.

[0006] Ein Verfahren zur Frontend-Selektivhydrierung ist beispielsweise in US 4,277,311 beschrieben oder auch in der CN 101 172 929, wonach in einem ersten Verfahrensschritt der Anteil an Acetylenen durch Selektivhydrierung in C₄-Schnitt auf 5 bis 50 ppm reduziert wird, bei einem Butadienverlust von unter 1,5 Gew.-%.

[0007] Es war demgegenüber Aufgabe der Erfindung, ein verbessertes Verfahren zur Gewinnung von Rein-1,3-Butadien aus einem C₄-Schnitt mit Front-end-Selektivhydrierung der Acetylene zur Verfügung zu stellen, das gegenüber bekannten Verfahren mit weniger hochselektiven Katalysatoren, sowie in apparativ einfacher Weise, durchführbar ist.

[0008] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Gewinnung von Rein-1,3-Butadien durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel aus einem C₄-Schnitt, der neben 1,3-Butadien Butane, Butene und 0,5 bis 3 Gew.-% Acetylene, bezogen auf das Gesamtgewicht des C₄-Schnittes, enthält, das dadurch gekennzeichnet ist, dass

- in einem ersten Verfahrensschritt ein Anteil von 90 bis 99 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der im C₄-Schnitt enthaltenen Acetylene selektiv hydriert wird, unter Erhalt eines partiell hydrierten C₄-Schnittes, der
- anschließend in weiteren Verfahrensschritten durch Extraktivdestillation mit dem selektiven Lösungsmittel und
- Reindestillation zu Rein-1,3-Butadien aufgearbeitet wird, wobei die im partiell hydrierten C₄-Schnitt verbliebenen Acetylene in den Verfahrensschritten, die sich an die partielle Hydrierung anschließen, ausgeschleust werden.

[0009] Es wurde gefunden, dass es möglich ist eine lediglich partielle Front-end-Selektivhydrierung durchzuführen, wobei die nach der partiellen Selektivhydrierung verbliebenen Acetylene in Apparaten ausgeschleust werden können, die für die nachfolgenden Verfahrensschritte bereits für andere Tennaufgaben vorhanden waren.

[0010] Der Anteil an Acetylenen im C₄-Schnitt liegt insbesondere im Bereich von 0,5 bis 1,5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des C₄-Schnittes. Die Acetylene sind Propin sowie die C₄-Acetylene (Butine), d. h. 1-Butin (Ethylacetylen) und Butenin (Vinylacetylen).

[0011] Die partielle Front-end-Selektivhydrierung des C₄-Schnittes wird in der Regel in einem Reaktor durchgeführt, durch den der C₄-Schnitt und Wasserstoff über einen geeigneten heterogenen Katalysator geleitet werden. Hierzu eignet sich insbesondere auf Aluminiumoxid geträgertes Palladium.

[0012] Aus dem partiell hydrierten C₄-Schnitt wird anschließend Roh-1,3-Butadien durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel gewonnen, das anschließend zu Rein-1,3-Butadien destillativ aufgereinigt wird.

[0013] Für die Extraktivdestillation kann grundsätzlich jedes bekannte Verfahren eingesetzt werden.

[0014] Den Verfahren zur Extraktivdestillation von C₄-Schnitten unter Verwendung von selektiven Lösungsmitteln ist gemeinsam, dass sich durch Gegenstromführung des aufzutrennenden C₄-Schnittes in Dampfform mit dem flüssigen selektiven Lösungsmittel bei geeigneten thermodynamischen Bedingungen, in der Regel bei niedrigen Temperaturen, meist im Bereich von 20 bis 80°C und bei moderaten Drücken, häufig bei etwa 3 bis etwa 6 bar, das selektive Lösungsmittel mit den Komponenten aus dem C₄-Schnitt belädt, zu denen es eine höhere Affinität hat, wogegen die Komponenten, zu denen das selektive Lösungsmittel eine geringere Affinität hat, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden. Aus dem beladenen Lösungsmittelstrom werden anschließend unter geeigneten thermodynamischen Bedingungen, d. h. bei höherer Temperatur und/oder niedrigerem Druck gegenüber dem ersten Verfahrensschritt, in einem oder mehreren weiteren Verfahrensschritten die Komponenten fraktioniert aus dem selektiven Lösungsmittel freigesetzt.

[0015] Bevorzugt enthält das selektive Lösungsmittel für die Extraktivdestillation 85 bis 95 Gew.-% NMP und 6 bis 12 Gew.-% Wasser. Darüber hinaus kann das selektive Lösungsmittel insbesondere noch Hilfsstoffe, Antischaummittel, organische Nebenkomponenten als Verunreinigung enthalten.

[0016] Die Extraktivdestillation von C₄-Schnitten wird häufig in der Weise gefahren, dass die Komponenten des C₄-Schnittes, für die das selektive Lösungsmittel eine geringere Affinität als für 1,3-Butadien hat, insbesondere die Butane und die Butene, im Wesentlichen in der Gasphase verbleiben, wogegen 1,3-Butadien sowie Acetylene und weitere Kohlenwasserstoffe, für die das selektive Lösungsmittel eine höhere Affinität als für 1,3-Butadien hat, vom selektiven Lösungsmittel im Wesentlichen vollständig absorbiert werden. Die Gasphase wird als Kopfstrom abgezogen und häufig als Raffinat **1** bezeichnet. Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in der DE-A 198 188 10 beschrieben, wobei das Raffinat **1** der in den [Fig. 1](#) und [Fig. 2](#) mit Gbc bezeichnete Kopfstrom der Extraktivdestillationskolonne EI ist.

[0017] Die Aufarbeitung des mit 1,3-Butadien sowie mit weiteren Kohlenwasserstoffen, für die das selektive Lösungsmittel eine höhere Affinität als für 1,3-Butadien hat beladenen selektiven Lösungsmittels erfolgt in der Regel durch fraktionierte Desorption, wobei die im selektiven Lösungsmittel absorbierten Kohlenwasserstoffe in der umgekehrten Reihenfolge ihrer Affinität zum selektiven Lösungsmittel desorbiert werden.

[0018] Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in DE-A 198 188 10 beschrieben, wonach das selektive Lösungsmittel, das mit 1,3-Butadien und mit sonstigen C₄-Kohlenwasserstoffen beladen ist, und als sogenannte Extraktionslösung ad bezeichnet ist, in einer Verfahrensstufe **3** in eine Desorptionszone mit gegenüber der Extraktionszone vermindertem Druck und/oder erhöhter Temperatur überführt und dabei aus der Extraktionslösung ad 1,3-Butadien desorbiert wird, wobei der Hauptteil der sonstigen C₄-Kohlenwasserstoffe in der flüssigen Phase verbleibt. Dabei werden zwei getrennte Ströme abgezogen, und zwar 1,3-Butadien als Roh-1,3-Butadien-Strom und das mit sonstigen C₄-Kohlenwasserstoffen beladene selektive Lösungsmittel als Extraktionslösung d. Aus der Extraktionslösung d werden schließlich in einer zweiten Desorptionszone mit gegenüber der ersten Desorptionszone vermindertem Druck und/oder erhöhter Temperatur und mit einem Druck- und/oder Temperaturgradienten noch darin verbliebenes 1,3-Butadien und die sonstigen C₄-Kohlenwasserstoffe mindestens als zwei getrennte Fraktionen fraktioniert desorbiert.

[0019] Bevorzugt wird die Extraktivdestillation in einer Extraktivdestillationskolonne und im oberen Teil einer Extraktivdestillation- und Voraugaserkolonne in der Weise durchgeführt, dass die Komponenten des C₄-Schnittes, für die das selektive Lösungsmittel eine geringere Affinität als für 1,3-Butadien hat, insbesondere die Butane und die Butene, im Wesentlichen in der Gasphase verbleiben und als Kopfstrom aus der Extraktivdestillationskolonne abgezogen werden, wogegen 1,3-Butadien, sowie die weiteren Kohlenwasserstoffe, für

die das selektive Lösungsmittel eine höhere Affinität als für 1,3-Butadien hat, vom selektiven Lösungsmittel im Wesentlichen vollständig absorbiert werden, wobei

- vom unteren Ende des oberen Bereichs der Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne ein Roh-1,3-Butadienstrom abgezogen wird und im unteren Bereich der Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne sowie in der Ausgaserkolonne die im selektiven Lösungsmittel absorbierten Kohlenwasserstoffe in der umgekehrten Reihenfolge ihre Affinität zum selektiven Lösungsmittel desorbiert werden, unter Erhalt eines Stromes von gereinigtem selektiven Lösungsmittel, der in die Extraktivdestillationskolonne recycelt wird, und wobei
- der Roh-1,3-Butadienstrom einer Reindestillationskolonne zugeführt wird, in der Rein-1,3-Butadien gewonnen wird.

[0020] Bei der obigen Verfahrensweise werden die im partiell hydrierten C_4 -Schnitt verbliebenen C_4 -Acetylene zum Teil über eine Seitenkolonne, die der Ausgaserkolonne zugeordnet ist, aus der das gereinigte selektive Lösungsmittel abgezogen wird und im übrigen über den Sumpfstrom der Reindestillationskolonne ausgeschleust.

[0021] Propin wird als Leichtsieder über den Kopfstrom der Reindestillationskolonne abgezogen.

[0022] In einer weiteren bevorzugten Verfahrensvariante wird die Extraktivdestillation des partiell hydrierten C_4 -Schnittes zur Gewinnung von Roh-1,3-Butadiene in einer Trennwandkolonne durchgeführt, in der eine Trennwand in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines ersten Teilbereichs, eines zweiten Teilbereichs und eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereichs angeordnet und der eine Extraktivwaschkolonne vorgeschaltet ist, dadurch gekennzeichnet, dass man durch Regelung des Energieeintrags in die Trennwandkolonne über einen Sumpfvverdampfer und Auslegung der Zahl der theoretischen Trennstufen im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich die Fahrweise der Trennwandkolonne so einstellt, dass man aus der Trennwandkolonne einen Sumpfstrom erhält, der aus gereinigtem Lösungsmittel besteht. Diese Verfahrensvariante ist als so genannte kompressorlose Fahrweise bekannt und beispielsweise in EP-A 1 628 940 beschrieben.

[0023] Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Figur sowie eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

[0024] Die einzige [Fig. 1](#) zeigt die schematische Darstellung einer bevorzugten Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

[0025] Ein C_4 -Schnitt, Strom **1**, wird, zusammen mit Wasserstoff, H_2 , einem Reaktor R zur Durchführung einer partiellen Front-end-Selektivhydrierung zugeführt. Aus dem Reaktor R wird ein partiell hydrierter C_4 -Schnitt abgezogen, der einer Schwersiederkolonne K1 zugeführt wird, worin die Schwersieder über Sumpf, als Strom **3** abgezogen werden und ein von Schwersiedern abgereicherter Strom **4** der Extraktivdestillation in einer Kolonne K2 zugeführt wird, aus der über Kopf so genanntes Raffinat **1**, enthaltend die Butane und Butene wo, Strom **5**, abgezogen wird.

[0026] In einer besonderen Ausführungsform besteht der Verstärkungsteil der Kolonne K1 nur aus einem Spritzschutz oder aus einem Demister und wird mit geringem Rücklauf betrieben. In einer weiteren besonderen Ausführungsform kann die Kolonne K1 ohne Verstärkungsteil gebaut und ohne Rücklauf gefahren werden.

[0027] Der Sumpfstrom aus der Extraktivdestillationskolonne K2 wird in der in der Figur dargestellten bevorzugten Ausführungsvariante der Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne K3 zugeführt, aus der über einen Seitenabzug und eine kleine Kolonne mit Rückwaschböden, die das selektive Lösungsmittel zurückhalten, Roh-1,3-Butadien, Strom **6** entnommen wird, das einer Reindestillationskolonne K5, die in der in der Figur dargestellten bevorzugten Ausführungsform als Trennwandkolonne ausgebildet ist, in deren mittleren Bereich zugeführt wird. Der teilentgaste Sumpfstrom aus der Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne K3 wird in den oberen Bereich der Ausgaserkolonne K4 aufgegeben, in der über Sumpf gereinigtes selektives Lösungsmittel abgezogen wird, das erneut in die Extraktivdestillationskolonne K2 recycelt wird.

[0028] Aus der Ausgaserkolonne K4 werden gegenüber 1,3-Butadien schwerflüchtige Komponenten, insbesondere C_{5+} -Kohlenwasserstoffe, Carbonyle, etc. sowie C_4 -Acetylene über einen Seitenabzug abgezogen, einer kleinen zur Rückwäsche von Lösungsmittel dienenden Seitenkolonne zugeführt, und über Kopf derselben als Strom **10** ausgeschleust.

[0029] In der Reindestillationskolonne K5, die bevorzugt als Trennwandkolonne ausgebildet ist, wird über den Kopfstrom **7** Propin und weitere gegenüber 1,3-Butadien leichter siedende Komponenten aus dem C_4 -Schnitt

ausgeschleust, über Sumpfstrom **9** Schwersieder und C₄-Acetylene, und über einen Seitenabzug aus dem Entnahmebereich der Trennwandkolonne spezifikationsgerechtes Rein-1,3-Butadien.

Ausführungsbeispiel

[0030] Einer Anlage entsprechend der schematischen Darstellung in **Fig. 1** wurde ein C₄-Schnitt (Strom **1**) mit den in der nachfolgenden Tabelle 1 aufgeführten Gewichtsanteilen in Gewichtsprozenten und Massenströmen in kg/h zugeführt:

Die Extraktivdestillationskolonne K2, die Extraktivdestillation- und Voraugaserkolonne K3, sowie die Ausgaserkolonne K4, werden jeweils bei einem Kopfdruck von 4,8 bar absolut betrieben. Die Extraktivdestillationskolonne K2 umfasst 24 theoretische Trennstufen, die Extraktivdestillations- und Voraugabekolonne K3 26 theoretische Trennstufen und die Ausgaserkolonne K4 14 theoretische Trennstufen.

[0031] Die Reindestillationskolonne K5 wird bei einem Kopfdruck von 5,3 bar absolut betrieben und umfasst 80 theoretische Trennstufen.

Tabelle 1

	Gew.-%	kg/h
Propan	0,08	24,02
Propen	0,15	45,65
Propadien	0,07	21,01
Propin	0,22	65,19
n-Butan	7,04	2113,35
iso-Butan	2,63	789,50
n-Buten	12,90	3870,94
iso-Buten	25,87	7760,14
trans-2-Buten	4,81	1443,92
cis-2-Buten	3,57	1071,68
1,3-Butadien	41,07	12322,17
1,2-Butadien	0,21	63,04
1-Butin	0,29	88,02
Vinylacetylen	0,94	282,45
iso-Pentan	0,05	15,01
3-Methylbuten-1	0,04	12,01
2-Methylbuten-2	0,04	12,01
C8+		
H ₂ O		
NMP		

[0032] Durch partielle Selektivhydrierung im Reaktor R wird ein Strom **2** gewonnen, der noch 18,01 kg/h Propin, 41,44 kg/h 1-Butine und 23,79 kg/h Vinylacetylen enthält.

[0033] Diese Restgehalte an Acetylenen werden in den nachfolgenden Verfahrensstufen nahezu vollständig ausgeschleust: Propin wird praktisch vollständig über den Kopfstrom **7** der Reinkolonne K5 abgetrennt, 1-Butin über die der Ausgaserkolonne K4 zugeordnete Seitenkolonne als Strom **10** (14,79 kg/h) sowie über den Sumpfstrom **9** der Reinkolonne K5 (26,59 kg/h).

[0034] Vinylacetylen (Butenin) wird über Strom **10** aus der der Ausgaserkolonne K4 zugeordneten Seitenkolonne (20,85 kg/h) und über den Sumpfstrom **9** der Reinkolonne K5 (2,85 kg/h) ausgeschleust.

[0035] Der Seitenabzug **8** aus der Reinkolonne K5 enthält spezifikationsgerechtes 1,3-Butadien, mit 99,72 Gew.-% 1,3-Butadien und daneben noch 0,28 Gew.-% Butene (Isobuten, trans-2-Buten und cis-2-Buten). Die Anteile an Acetylenen (Propin, 1-Butin und Vinylacetylen) liegen unterhalb der Grenzen für die geforderte Produktspezifikation.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 4277311 [0006]
- CN 101172929 [0006]
- DE 19818810 A [0016, 0018]
- EP 1628940 A [0022]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von Rein-1,3-Butadien durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel aus einem C₄-Schnitt (**1**), der neben 1,3-Butadien Butane, Butene und 0,5 bis 3 Gew.-% Acetylene, bezogen auf das Gesamtgewicht des C₄-Schnittes, enthält, **dadurch gekennzeichnet**, dass
 - in einem ersten Verfahrensschritt ein Anteil von 90 bis 99 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der im C₄-Schnitt enthaltenen Acetylene selektiv hydriert wird, unter Erhalt eines partiell hydrierten C₄-Schnittes, der
 - anschließend in weiteren Verfahrensschritten durch Extraktivdestillation mit dem selektiven Lösungsmittel und
 - Reindestillation zu Rein-1,3-Butadien aufgearbeitet wird, wobei die im partiell hydrierten C₄-Schnitt verbliebenen Acetylene in den Verfahrensschritten, die sich an die partielle Hydrierung anschließen, ausgeschleust werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der C₄-Schnitt (**1**) einen Anteil von 0,5 bis 2,0 Gew.-% Acetylene, bezogen auf das Gesamtgewicht des C₄-Schnittes (**1**), enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Extraktivdestillation in einer Extraktivdestillationskolonne (K2) und im oberen Bereich einer Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne (K3) in der Weise durchgeführt wird, dass die Komponenten des C₄-Schnittes (**1**), für die das selektive Lösungsmittel eine geringere Affinität als für 1,3-Butadien hat, insbesondere die Butane und die Butene, im Wesentlichen in der Gasphase verbleiben und als Kopfstrom (**5**) aus der Extraktivdestillationskolonne (K2) abgezogen werden, wogegen 1,3-Butadien, sowie die weiteren Kohlenwasserstoffe, für die das selektive Lösungsmittel eine höhere Affinität als für 1,3-Butadien hat, vom selektiven Lösungsmittel im Wesentlichen vollständig absorbiert werden, wobei
 - vom unteren Ende des oberen Bereichs der Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne (K3) ein Roh-1,3-Butadienstrom (**6**) abgezogen wird und im unteren Bereich der Extraktivdestillations- und Voraugaserkolonne (K3) sowie in der Ausgaserkolonne (K4) die im selektiven Lösungsmittel absorbierten Kohlenwasserstoffe in der umgekehrten Reihenfolge ihre Affinität zum selektiven Lösungsmittel desorbiert werden, unter Erhalt eines Stromes von gereinigtem selektiven Lösungsmittel (**11**), der in die Extraktivdestillationskolonne (K2) recyclet wird, und wobei
 - der Roh-1,3-Butadienstrom (**6**) einer Reindestillationskolonne (K5) zugeführt wird, in der Rein-1,3-Butadien (**8**) gewonnen wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die im partiell hydrierten C₄-Schnitt (**2**) verbliebenen C₄-Acetylene zum Teil über eine Seitenkolonne, die der Ausgaserkolonne (K4) zugeordnet ist, aus der das gereinigte selektive Lösungsmittel (**11**) abgezogen wird (Strom **10**) und im übrigen über den Sumpfstrom (**9**) der Reindestillationskolonne (K5) ausgeschleust werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass Propin über den Kopfstrom (**7**) der Reindestillationskolonne (K5) abgezogen wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Extraktivdestillation des partiell hydrierten C₄-Schnittes (**2**) zur Gewinnung von Roh-1,3-Butadien (**6**) in einer Trennwandkolonne durchgeführt wird, in der eine Trennwand in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines ersten Teilbereichs, eines zweiten Teilbereichs und eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereichs angeordnet und der eine Extraktivwaschkolonne vorgeschaltet ist, dadurch gekennzeichnet, dass man durch Regelung des Energieeintrags in die Trennwandkolonne über einen Sumpfordampfer und Auslegung der Zahl der theoretischen Trennstufen im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich die Fahrweise der Trennwandkolonne so einstellt, dass man aus der Trennwandkolonne einen Sumpfstrom erhält, der aus gereinigtem Lösungsmittel besteht.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das selektive Lösungsmittel 85 bis 95 Gew.-% NMP und 6 bis 12 Gew.-% Wasser enthält.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG. 1

