



(11)

EP 2 452 071 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
08.01.2014 Patentblatt 2014/02

(51) Int Cl.:
F04B 15/04 ^(2006.01) **F04B 39/00** ^(2006.01)
F04B 43/02 ^(2006.01) **F04B 53/14** ^(2006.01)
F04F 1/02 ^(2006.01) **F04F 1/14** ^(2006.01)
F04F 1/18 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **10728254.3**

(22) Anmeldetag: **06.07.2010**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2010/059627

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2011/003899 (13.01.2011 Gazette 2011/02)

(54) VERFAHREN ZUR FÖRDERUNG VON FLÜSSIGKEITEN

METHOD FOR DELIVERING FLUIDS

PROCÉDÉ DE TRANSPORT DE LIQUIDES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO SE SI SK SM TR**

(30) Priorität: **09.07.2009 EP 09165074**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.05.2012 Patentblatt 2012/20

(73) Patentinhaber: **BASF SE
67056 Ludwigshafen (DE)**

(72) Erfinder:
• **PFEFFINGER, Joachim
67071 Ludwigshafen (DE)**
• **GILCHER, Willi
66871 Ehweiler (DE)**
• **MORELL, Jürgen
67346 Speyer (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
FR-A- 608 718 FR-A- 877 570
GB-A- 1 235 489 US-A- 4 961 688
US-A- 5 046 925

EP 2 452 071 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Förderung einer Flüssigkeit, die als Einsatzstoff in ein chemisches Verfahren eingesetzt wird. Die Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Hydrierung von aromatischen Verbindungen, insbesondere von aromatischen Aminen, sowie ein Verfahren zur Herstellung von Estern, wobei die Einsatzstoffe mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens zum kontinuierlichen Fördern von Flüssigkeiten dem Reaktor zugeführt werden. Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung eines durch Hydrierung entstandenen Produkts einer aromatischen Verbindung als Hilfsflüssigkeit zum Fördern einer aromatischen Verbindung sowie die Verwendung eines Alkohols oder eines Esters aus Alkohol und Carbonsäure als Hilfsflüssigkeit zum Fördern von Carbonsäuren oder Carbonsäurederivaten.

[0002] Zur kontinuierlichen Förderung heißer und insbesondere schmelzflüssiger Stoffe in ein Drucksystem werden in der Fachliteratur, wie beispielsweise in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, High-Pressure Technology (Electronic Release DOI: 10.1002/14356007.b04_587), verschiedene Möglichkeiten genannt.

Beim Einsatz von Zentrifugalpumpen und Kreiselpumpen müssen zur Erzielung des benötigten hohen Differenzdruckes entweder zahlreiche Pumpenstufen hintereinander geschaltet werden oder aber es muss eine sehr hohe Drehzahl verwendet werden. Um ein Festwerden des Produktes in der Pumpe zu verhindern, müssen sehr aufwändige und damit kostenintensive Konstruktionen zur vollständigen Beheizung aller produktberührten Bauteile eingesetzt werden. Deshalb wird diese Pumpenbauart in der Regel nur für Anwendungen eingesetzt, bei denen vor allem große Volumenströme zu fördern sind.

Zur Förderung kleinerer Volumenströme können beispielsweise beheizbare Zahnradpumpen verwendet werden. Ein Nachteil bei diesem Pumpentyp ist aber, dass zum Antrieb der Zahnräder eine nach außen geführte und abgedichtete Antriebswelle eingesetzt werden muss und es damit zur Verunreinigung des Fördermediums mit Dicht- und Schmiermitteln oder zum Austreten des Fördermediums nach außen kommen kann.

Mit einer Hochdruck-Membranpumpe wird dieser Nachteil behoben, da der Antrieb mittels einer hermetisch dichten Membran erfolgt und es somit weder zu einer Kontamination mit Dicht- und Schmiermitteln noch zum Austreten des Fördermediums nach außen kommen kann. Jedoch können Membranpumpen aufgrund der geringen Temperaturstabilität der Membranmaterialien (z.B. Polyethylen (PE) oder Polytetrafluor-ethylen (PTFE)) und der nicht vollständig zu realisierenden Beheizung nicht zur Förderung von heißen Flüssigkeiten bzw. Schmelzen eingesetzt werden. Hierfür müssen dann entweder metallische Membranen mit vollständig beheizbaren Pumpenköpfen oder sogenannte "Pendel-Pumpensysteme" verwendet werden.

[0003] Pendel-Pumpensysteme werden beispielsweise in der DE-A-1453576, DE-A-1528547, EP-A1-048535, DE-A1-3021851, DE-T5-19782185, DE-A-2553794, WO-A-80/01706, DE-A-4124 290 oder EP-B1-36945 offenbart.

[0004] DE-A-1453576 beschreibt eine Vorrichtung zum Pumpen einer korrosiv wirkenden Flüssigkeit, beispielsweise Ammoniumcarbamatlösung, mittels eines Pendel-Pumpenaggregates, das in zwei Elemente unterteilt ist. Das erste Element ("Hauptpumpe") versetzt eine nicht korrosive Hilfsflüssigkeit, beispielsweise Wasser, in eine Hubbewegung und treibt damit über eine Verbindungsleitung ("Pendelleitung") das zweite Pumpenelement mit zwei Rückschlagklappen zum Fördern der korrosiven Flüssigkeit an. Die Hilfsflüssigkeit wird über eine kleine Hilfspumpe ständig der Verbindungsleitung zugeführt.

[0005] DE-A-1528547 beschreibt ein nahezu identisches Pumpenkonzept mit ständiger Zudosierung von neutraler Hilfsflüssigkeit zur Pendelleitung.

[0006] EP-A1-048535 beschreibt ein Pendel-Pumpensystem zum Fördern einer heißen Kohlesuspension, wobei ein mit der Kohlesuspension mischbares Öl als Hilfsflüssigkeit eingesetzt wird.

[0007] In DE-A1-3021851 wird ein Pendel-Pumpensystem beschrieben, wobei die Hilfsflüssigkeit vorzugsweise nicht mit der zu fördernden Flüssigkeit mischbar ist und bei der die Pendelleitung räumlich sehr kompakt angeordnet ist.

[0008] In DE-T5-19782185 wird ein Pendel-Pumpensystem zur Verpumpung heißer Medien sowie von Fest/Flüssigmischungen ("Slurries") mit einer ähnlichen Pumpe wie in DE-A-1453576 beschrieben, wobei die Pendelleitung im waagerechten Teil gekühlt ist, um eine Überhitzung der Hauptpumpe zu verhindern. Auf die Zugabe einer Hilfsflüssigkeit wird hierbei verzichtet.

[0009] WO-A-80/01706 beschreibt ebenfalls ein Pendel-Pumpensystem zur Verpumpung heißer Flüssigkeiten, wobei die Verbindungsleitung aus einem waagerechten und einem senkrechten Teil besteht und ebenfalls gekühlt wird.

Ein ähnliches System wird in DE-A-4124 290 beschrieben.

[0010] DE-A-2553794 offenbart ein Pendel-Pumpensystem mit senkrecht angebrachter Pendelleitung, wobei durch Kühlung ein Temperaturgefälle zwischen heißer Flüssigkeit und Hauptpumpe aufrecht erhalten wird.

[0011] EP-B1-36945 beschreibt eine ähnliche Pumpenvorrichtung, wobei dabei ein beweglicher Kolben zwischen Förderflüssigkeit und Hilfsflüssigkeit deren Vermischung verhindern soll.

[0012] Bei der Förderung von heißen Flüssigkeiten weisen die im Stand der Technik beschriebenen Pumpensysteme Nachteile auf.

[0013] Bei Hochdruck-Membranpumpen ist die maximal zulässige Temperatur des Fördermediums im Allgemeinen

durch die Beständigkeit des Membranmaterials begrenzt, beispielsweise bei der Verwendung von Kunststoffmembranen, wie PE- oder PTFE-Membranen.

Die Verwendung von Metallmembranen würde aufgrund ihrer sehr geringen Flexibilität zu sehr großen und damit teuren Pumpenköpfen führen.

5 Weiterhin sind die Pumpenköpfe von Membranpumpen, speziell am Membranantrieb und an der Membran selbst, nicht vollständig beheizbar, so dass es bei der Verpumpung von Schmelzen zu Feststoffbildung (Kristallisation) und damit zur mechanischen Zerstörung der Membran kommen kann.

10 **[0014]** Bei der Verwendung von Kolben-Hochdruckpumpen wird in der Regel zur Schmierung des Kolbens ein Schmieröl oder eine ähnliche Flüssigkeit benötigt. Diese kann sich mit der zu fördernden Flüssigkeit vermischen und diese damit verunreinigen. Die Beheizung von Kolbenpumpen ist im Allgemeinen ebenfalls nicht vollständig möglich, so dass sich hier ebenfalls Ablagerungen an nicht beheizten Stellen der Pumpe bilden können.

[0015] Hochdruck-Membranpumpen mit Pendelleitung zu einem räumlich davon getrennten Pumpenkörper mit Saug- und Förderventil sind prinzipiell zur Förderung heißer Schmelzen geeignet. Jedoch ist für eine derartige Pumpenanordnung die Verwendung einer Hilfsflüssigkeit zur Übertragung der Pumpbewegung von der Membranpumpe auf die zu fördernde Schmelze notwendig. Ein Teil der Hilfsflüssigkeit kann sich mit der zu fördernden Schmelze vermischen. Dies führt zur Kontamination der zu fördernden Flüssigkeit mit der Hilfsflüssigkeit.

15 **[0016]** Eine Kühlung der Pendelleitung führt in der Regel nach kurzer Zeit dazu, dass Teile der Schmelze durch die Pendelleitung in Richtung Hauptpumpe diffundieren, dort erstarren und zum Blockieren der Pumpe führen. Ebenso würde die Verwendung von Hilfskolben in der Pendelleitung zur raschen Blockierung des Kolbens durch erstarrende Schmelze führen.

20 **[0017]** In US 4961688, das als nächstliegender Stand der Technik betrachtet wird, wird ebenfalls ein Verfahren zur kontinuierlichen Förderung von Flüssigkeiten mittels Verdrängerpumpe und räumlich getrennten Förderventilen und einer flüssigkeitsgefüllten Pendelleitung beschrieben, wobei auch hier die Pendelleitung eine Hilfsflüssigkeit enthält deren Schmelzpunkt unterhalb des Schmelzpunkts der zu fördernden Flüssigkeit liegt. US 4961688 offenbart jedoch nicht, dass die zu fördernde Flüssigkeit als Einsatzstoff in einer chemischen Reaktion eingesetzt wird und die Hilfsflüssigkeit ein Produkt oder ein Edukt der chemischen Reaktion ist. Dies offenbaren auch die Dokumente FR 608718 und FR 877570, deren Hilfsflüssigkeit ein Gas und keine Flüssigkeit ist, nicht.

25 **[0018]** Es lag deshalb die Aufgabe zugrunde, eine Flüssigkeit bei hoher Temperatur ohne Kontamination durch beispielsweise Lösungsmittel oder Dichtmittel in einen chemischen Hochdruckreaktor zu fördern. Insbesondere bestand die Aufgabe darin, die Bildung von Ablagerungen und Rückständen im Pumpensystem bei der Förderung von Flüssigkeiten, die zur Bildung von Ablagerung neigen, zu verringern. Flüssigkeiten, die Ablagerungen und Rückstände bilden können sind beispielsweise Flüssigkeiten, die selber oder deren Inhaltsstoffe beim Unterschreiten einer Mindesttemperatur erstarren, kristallisieren oder ausfallen können. Insbesondere bestand die Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin ein Verfahren zur Förderung von organischen Schmelzen und konzentrierten Lösungen von organischen Verbindungen, speziell von organischen Schmelzen, zu entwickeln, wobei auf kostenintensive Konstruktionen zur vollständigen Beheizung aller produktberührten Bauteile, insbesondere der Membran einer Membranpumpe, verzichtet werden sollte, um die Investitions- und Betriebskosten so gering wie möglich zu halten.

30 **[0019]** Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wurde durch ein Verfahren zur kontinuierlichen Förderung einer Flüssigkeit, die als Einsatzstoff in eine chemische Reaktion eingesetzt wird, mittels Verdrängerpumpe mit räumlich getrennten Förderventilen und einer flüssigkeitsgefüllten Pendelleitung zwischen Verdrängerpumpe und Förderventilen, dadurch gekennzeichnet, dass sich in der Pendelleitung eine Hilfsflüssigkeit befindet, die ein Produkt oder ein Edukt der chemischen Reaktion ist und einen Schmelzpunkt aufweist, der unterhalb des Schmelzpunkts bzw. unterhalb der Sättigungstemperatur der zu fördernden Flüssigkeit liegt, gelöst.

35 **[0020]** Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein Pumpensystem verwendet, das eine Verdrängerpumpe ("Hauptpumpe") mit räumlich getrennten Förder ventilen und eine Pendelleitung zwischen Verdrängerpumpe und Förderventilen umfasst.

Die Förderventile sind im Allgemeinen in einem Gehäuse untergebracht. Das Gehäuse zusammen mit den darin befindlichen Förderventilen wird nachfolgend als "Ventilkörper" bezeichnet.

40 Der Ventilkörper weist im Allgemeinen jeweils einen Einlass auf der Saugseite und einen Auslass auf der Druckseite auf. Der Einlass bzw. der Auslass sind üblicherweise mit einer Zuleitung auf der Saugseite bzw. einer Ableitung auf der Druckseite, durch die die zu fördernde Flüssigkeit gefördert wird, verbunden.

Die Förderventile sind üblicherweise am Einlass und am Auslass im Ventilkörper angebracht, so dass die zu fördernde Flüssigkeit durch die Ventile geleitet wird.

45 Die Ventile sind im Allgemeinen so konstruiert, dass die zu fördernde Flüssigkeit die Ventile nur von der Saugseite in Richtung der Druckseite passieren kann. Der Fluss in die Gegenrichtung (von der Druckseite zur Saugseite) wird im Allgemeinen blockiert. Beispielsweise können die Ventile als Rückschlagventile, vorzugsweise Kugelrückschlagsventile, ausgeführt werden.

Zwischen den Ventilen befindet sich im Ventilkörper üblicherweise ein Hohlraum, durch den die zu fördernde Flüssigkeit

hindurchströmt. Dieser Raum ist üblicherweise als Rohrleitung mit vorzugsweise zylinderförmiger Geometrie ausgestaltet, wobei die Geometrie auch von der zylindrischen Geometrie abweichen kann und beispielsweise auch kugelförmig ausgestaltet sein kann.

[0021] In einer bevorzugten Ausführungsform ist der Ventilkörper vertikal bzw. senkrecht angeordnet, d.h. die Achse, die durch die Förderventile und dem Raum zwischen den Förderventilen gelegt werden kann, verläuft senkrecht.

[0022] Die Förderventile sind durch eine Pendelleitung von der Verdrängerpumpe räumlich getrennt.

Die Pendelleitung weist bevorzugt eine "L"-förmige Geometrie auf, d.h. die Pendelleitung weist in dieser Geometrie einen Bereich auf, der waagerecht verläuft und einen Teil, der senkrecht verläuft. Abweichungen von dieser Geometrie sind möglich, beispielsweise um eine Verbindung zwischen Verdrängerpumpe und Ventilkörper zu ermöglichen, wenn die Anordnung von Verdrängerpumpe und Ventilkörper aufgrund von baulichen Gegebenheiten eine streng "L"-förmige Geometrie nicht zulässt.

Ist der Ventilkörper vertikal angeordnet, so mündet üblicherweise der waagerechte Teil der Pendelleitung in das Ventilgehäuse in den Hohlraum zwischen den beiden Förderventilen. Der sich an den waagerechten Teil der Pendelleitung anschließende senkrechte Bereich der Pendelleitung ist in der Regel direkt oder über ein weiteren Bereich der Pendelleitung, die nicht notwendigerweise senkrecht angeordnet sein muss, mit dem Pumpenraum der Verdrängerpumpe verbunden.

Ist der Ventilkörper horizontal angeordnet, so mündet üblicherweise der senkrechte Teil der Pendelleitung in den Hohlraum des Ventilkörpers zwischen den beiden Förderventilen. Der sich an den senkrechten Teil der Pendelleitung anschließende waagerechte Bereich der Pendelleitung ist in der Regel direkt oder über ein weiteren Bereich der Pendelleitung, die nicht notwendigerweise waagerecht angeordnet sein muss, mit dem Pumpenraum der Verdrängerpumpe verbunden.

[0023] In einer bevorzugten Ausführungsform werden der Teil der Pendelleitung, der mit dem Ventilkörper verbunden ist, und der Ventilkörper selber auf eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur bzw. oberhalb der Sättigungstemperatur der zu fördernden Flüssigkeit beheizt. Die Beheizung des beheizten Teils der Pendelleitung und des Ventilgehäuses kann üblicherweise mit Dampf oder Wärmeträgeröl erfolgen.

Der beheizte Teil der Pendelleitung ist bevorzugt so groß, dass zusammen mit dem Hohlraum im Ventilkörper zwischen den beiden Förderventilen mindestens ein Volumen umfasst wird, das in etwa dem 3 bis 20 fachen, bevorzugt dem 5 bis 15 fachen und besonders bevorzugt dem 7 bis 12 fachen des Hubvolumen der Verdrängerpumpe entspricht. Somit wird im Allgemeinen gewährleistet, dass die zur fördernde Flüssigkeit nur mit dem beheizten Teil der Pendelleitung in Kontakt kommt.

Die Pendelleitung ist mit der Druckseite einer Verdrängerpumpe ("Hauptpumpe") verbunden.

Vorzugsweise ist die Verdrängerpumpe ("Hauptpumpe") eine Kolbenpumpe oder eine Membranpumpe, wobei eine Membranpumpe besonders bevorzugt ist, da sie keine Dicht- und Schmierstoffe benötigt, die die zu fördernde Flüssigkeit kontaminieren könnten.

Als Membranmaterial eignen sich Elastomer-Materialien wie beispielsweise Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM), Silikon-Kautschuk (MVO, VMO), Fluor-Silikon-Kautschuk (MFO, FVMO), Fluor-Kautschuk (FPM, FKM), Perfluor-Kautschuk (FFKM, FFKM), Polychlorpren-Kautschuk (CR), Nitril-Butadien-Kautschuk (NBR), Polyester-Urethan-Kautschuk (AU, EU), Butyl-Kautschuk (IIR) und Naturkautschuk (NR). Es können auch Polymembranen aus Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyethylen (PE) und Polypropylen (PP) oder andere Kunststoffmembranen eingesetzt werden, die gegenüber der verwendeten Hilfsflüssigkeit chemisch beständig sind. Dabei ist es auch möglich, beschichtete Membranen wie beispielsweise PTFE-beschichtete Elastomermembranen oder mehrlagig ausgeführte Membranen aus verschiedenen Materialien einzusetzen.

Bevorzugte Membranmaterialien sind Polytetrafluorethylen (PTFE) und Polyethylen (PE), wobei die Verwendung von PTFE und PTFE-beschichteten Elastomermembranen als Membranmaterial zur Förderung von aromatischen Verbindungen und Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivaten besonders bevorzugt sind.

[0024] Die Hauptpumpe ist auf der Saugseite mit einer Rohrleitung ("Verbindungsleitung") verbunden, durch die Hilfsflüssigkeit zugeführt werden kann.

Die Zuführung der Hilfsflüssigkeit durch die Verbindungsleitung erfolgt bevorzugt durch eine weitere Verdrängerpumpe ("Hilfspumpe").

Die Hilfspumpe ist eine Verdrängerpumpe, welche vorzugsweise als Kolben- oder Membranpumpe, besonders bevorzugt als Membranpumpe, ausgestaltet ist. Als Membranmaterial eignen sich die voranstehend genannten Materialien, wie beispielsweise PTFE und PTFE-beschichtete Membranen, die gegenüber der jeweiligen Hilfsflüssigkeit beständig sind.

[0025] In der Verbindungsleitung ist vorzugsweise ein Rückschlagsventil angebracht, welches verhindert, dass Flüssigkeit von der Hauptpumpe in Richtung Hilfspumpe strömen kann.

Zwischen Rückschlagventil und Hauptpumpe befindet sich in der Regel ein Ventil zum Entlüften des Pumpenraums der Hauptpumpe. Dieses Ventil ist im Allgemeinen am höchsten Punkt des Pumpensystems angebracht, um ein vollständiges Entlüften zu ermöglichen.

Im Allgemeinen werden direkt am Pumpenkopf der Hilfspumpe Förderventile an der Saug- und Druckseite angebracht. Die Förderventile sind im Allgemeinen so konstruiert, dass die zu fördernde Flüssigkeit die Ventile nur von der Saugseite in Richtung der Druckseite passieren kann. Der Fluss in die Gegenrichtung (von der Druckseite zur Saugseite) wird im Allgemeinen blockiert. Beispielsweise können die Ventile als Rückschlagventile, vorzugsweise Kugelrückschlagventile, ausgeführt werden.

[0026] An der höchsten Stelle zwischen dem Förderventil auf der Druckseite und dem Rückschlagventil in der Verbindungsleitung ist in der Regel ein weiteres Ventil angebracht, das der Entlüftung dieses Teils der Rohrleitung dient. Die Saugseite der Hilfspumpe ist mit einem Reservoir verbunden, beispielsweise einem Behälter oder einem Tank, in dem sich die Hilfsflüssigkeit befindet.

Die Hilfsflüssigkeit kann vor Einleitung in den Pumpenraum der Hilfspumpe erwärmt werden, beispielsweise durch einen Wärmeaustauscher oder durch Beheizen des Vorlagebehälters, wobei die Temperatur nicht so hoch sein sollte, dass weder die Haupt- noch die Hilfspumpe, insbesondere das Membranmaterial einer Membranpumpe, geschädigt wird.

[0027] Die Pendelleitung ist in der Regel mit Flüssigkeit gefüllt.

Bevorzugt ist die Pendelleitung und der Raum innerhalb des Ventilkörpers, der sich zwischen den Förderventilen befindet, vor Beginn des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Förderung von Flüssigkeiten - d.h. vor Beginn des Pumpvorgangs - vollständig oder nahezu vollständig mit Hilfsflüssigkeit gefüllt. Es ist vorteilhaft, wenn zumindest der nicht beheizte Teil der Pendelleitung mit Hilfsflüssigkeit gefüllt ist, da die Hilfsflüssigkeit einen niedrigeren Schmelzpunkt als die zu fördernde Flüssigkeit aufweist und nicht bzw. nicht so stark erwärmt werden muss, um flüssig zu bleiben. Somit kann die Bildung von Ablagerungen von Feststoffen im Pumpensystem weiter verringert werden.

[0028] Zur Einleitung des Fördervorgangs wird in der Regel zunächst die Hilfsflüssigkeit in der Hauptpumpe und dem Ventilkörper durch eine Hubbewegung der Hauptpumpe (Förderhub) aus dem Pumpensystem herausgepumpt. Das Förderventil im Ventilkörper auf der Saugseite verhindert eine Rückströmung in Richtung des Vorlagetanks der zu fördernden Flüssigkeit und das Rückschlagventil in der Verbindungsleitung verhindert, dass aus der Hauptpumpe herausgepumpte Hilfsflüssigkeit zur Hilfspumpe zurückfließen kann.

[0029] Durch einen Saughub der Hauptpumpe wird die zu fördernde Flüssigkeit durch die Zuleitung auf der Saugseite in den Ventilkörper und zum Teil in die Pendelleitung gefördert.

Dabei gelangt die zu fördernde Flüssigkeit in der Regel nicht in den gesamten Teil der Pendelleitung, da die Hilfsflüssigkeit in der Regel näherungsweise eine Flüssigkeitssperre bildet, die die Ausbreitung der zu fördernden Flüssigkeit in der Pendelleitung behindert. So wird im Allgemeinen gewährleistet, dass die Verdrängerpumpe, insbesondere auch die Membran einer Membranpumpe, nicht mit der zu fördernden Flüssigkeit in Kontakt kommt, sondern im Allgemeinen von der Hilfsflüssigkeit umgeben ist.

[0030] In der Regel bildet die Hilfsflüssigkeit jedoch keine ideale Flüssigkeitssperre aus, so dass ein Teil der zu fördernden Flüssigkeit sich mit der Hilfsflüssigkeit vermischt und in Richtung der Hauptpumpe diffundiert, zum Beispiel wenn ein hoher Temperaturgradient zwischen dem beheizten Ventilkörper und dem Pumpenkopf der Hauptpumpe besteht. Durch die Diffusion der zu fördernden Flüssigkeit kann es zu Ablagerung im Bereich der Hauptpumpe und des unbeheizten Teils der Pendelleitung kommen.

[0031] Um das Ausbilden dieser Ablagerungen im Bereich der unbeheizten Teile des Pumpensystems zu verringern, wird erfindungsgemäß Hilfsflüssigkeit in die Pendelleitung eingeleitet. Die Einleitung der Hilfsflüssigkeit bewirkt eine Strömung in Richtung Ventilkörper der Hauptpumpe, die im Allgemeinen der Ausbreitung der zu fördernden Flüssigkeit durch Konvektion oder Diffusion entgegenwirkt.

Die Einleitung erfolgt bevorzugt kontinuierlich.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Hilfsflüssigkeit mittels einer Verdrängerpumpe ("Hilfspumpe") durch die Verbindungsleitung in den Pumpenraum der Hauptpumpe eingeleitet. Ein Rückschlagventil in der Verbindungsleitung bewirkt im Allgemeinen, dass die Flüssigkeit nur in Richtung der Hauptpumpe fließen kann.

Der Volumenstrom der Hilfsflüssigkeit zum Volumenstrom der zu fördernden Flüssigkeit liegt vorzugsweise im Bereich von 1:100 bis 1:10, besonders bevorzugt im Bereich von 1:80 bis 2:10, insbesondere bevorzugt 1:50 bis 5:10.

[0032] Durch oszillierende Bewegungen der Hauptpumpe werden die Förder- und Saughübe wiederholt ausgeführt, wobei die Pumpbewegung durch die Hilfsflüssigkeit auf die zu fördernde Flüssigkeit übertragen wird, so dass die zu fördernde Flüssigkeit kontinuierlich durch den Einlass des Ventilkörpers in Richtung Auslass gefördert werden kann.

[0033] In einer bevorzugten Ausführungsform sind das Hubgestänge der Hauptpumpe und der Hilfspumpe mechanisch miteinander gekoppelt. Die mechanische Koppelung ist dabei so ausgeführt, dass die Hilfspumpe sich genau dann im Förderhub befindet, wenn sich die Hauptpumpe im Saughub befindet und umgekehrt. Es ist jedoch auch möglich, die beiden Pumpen mittels separaten Antrieben anzutreiben und die Synchronisation der Hubbewegungen auf elektronischem Weg, wie beispielsweise mittels variablen Frequenzumrichtern, durchzuführen.

[0034] Da der Pumpenkopf der Hauptpumpe, insbesondere die Membran einer Membranpumpe, und der Grossteil der Pendelleitung zumeist nur mit der Hilfsflüssigkeit in Kontakt kommt, kann die Temperatur in diesem Bereich niedriger eingestellt werden, da es lediglich erforderlich ist, dass die Temperatur im Bereich des Pumpenkopfs und im nicht beheizten Teil der Pendelleitung so hoch ist, dass die Hilfsflüssigkeit in einem flüssigen Zustand verbleibt und die Bildung

von Ablagerungen weitestgehend vermieden wird. In einer bevorzugten Ausführungsform wird der Pumpenkopf der Hauptpumpe und der nicht beheizte Teil der Pendelleitung nicht zusätzlich beheizt und eine Hilfsflüssigkeit verwendet, die einen Schmelzpunkt unterhalb der Umgebungstemperatur aufweist. Diese Ausführungsform ermöglicht eine besonders ökonomische Ausgestaltung des Pumpensystems. Um den Temperaturunterschied zwischen Hilfsflüssigkeit und der zur fördernden Flüssigkeit zu verringern, um beispielsweise die Diffusion der zur fördernden Flüssigkeit in die Hilfsflüssigkeit zu vermindern, kann die Hilfsflüssigkeit aber vor Einleitung in den Pumpenraum der Hilfspumpe, wie voranstehend beschrieben, erwärmt werden.

[0035] Die geometrische Anordnung des Pumpensystems wird im Allgemeinen in Abhängigkeit von den zu fördernden Stoffen ausgeführt. Wenn die Dichte der zu fördernden Flüssigkeit höher ist als die Dichte der Hilfsflüssigkeit, jeweils bei den Betriebstemperaturen, wird der Ventilkörper üblicherweise tiefer als die Hauptpumpe angeordnet. Entsprechend wird der Ventilkörper in der Regel oberhalb der Hauptpumpe angeordnet, wenn die zu fördernde Flüssigkeit eine geringere Dichte als die Hilfsflüssigkeit aufweist.

[0036] Unter Bezugnahme auf die beiliegende schematische Zeichnung (Figur 1), jedoch nicht im Sinne einer Einschränkung hierauf, wird eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Förderung von Flüssigkeiten nachstehend beschrieben:

In Fig. 1 ist das erfindungsgemäße Pendel-Pumpensystem für Schmelzen schematisch dargestellt. Dabei ist (1) der Zulauf der Schmelze (Saugseite) und (2) stellt den Abzug der Schmelze (Druckseite) zum chemischen Verfahren dar. Der Ventilkörper (6) besitzt Ventile auf der Saugseite (10) und auf der Druckseite (11) der Schmelze, welche nur in Strömungsrichtung von (1) nach (2) Flüssigkeit passieren lassen, in Gegenrichtung jedoch blockieren.

Zwischen den Ventilen (10) und (11) ist eine Rohrleitung angebracht, die so genannte Pendelleitung (7), welche vollständig mit Flüssigkeit gefüllt ist. Der Ventilkörper (6) sowie der untere Teil der Pendelleitung (7) sind mit einem Heizmedium wie beispielsweise Dampf oder Wärmeträgeröl beheizt, um ein Festwerden der Schmelze im Ventilkörper oder in der Pendelleitung zu verhindern. Die Positionen (8) und (9) zeigen Zugang sowie Abgang des Heizmediums.

Die Pendelleitung (7) ist mit der Haupt-Membranpumpe (12) verbunden. Die Membran wird über einen Motor mit Getriebe (17) über ein Hubgestänge angetrieben. Die Membranpumpe (12) ist mit einer zweiten Rohrleitung (Verbindungsleitung) (5) zur Dosierung von Hilfsflüssigkeit verbunden. In dieser Zuführung für die Hilfsflüssigkeit ist ein Rückschlagventil (14) angebracht, mit welcher verhindert wird, dass Flüssigkeit von der Hauptpumpe (12) in Richtung Hilfspumpe (16) strömen kann. Zwischen Rückschlagventil (14) und Membranpumpe (12) befindet sich am höchsten Punkt ein Ventil (13) zum vollständigen Entlüften des Pumpenraumes (5), (12), (7).

Die Hilfsflüssigkeit wird mittels einer kleinen Membran-Dosierpumpe, der Hilfspumpe (16), der Hauptpumpe (12) zugeführt. Dabei ist (3) die Zuführung der Hilfsflüssigkeit (Saugseite) zur Hilfspumpe (16) und Anschluss (4) stellt die Druckseite der Hilfspumpe dar. Bei dieser Hilfspumpe (16) sind die Förderventile (18) und (19) direkt am Membranpumpenkopf an Saug- und Druckseite angebracht. An der höchsten Stelle der Verbindungsleitung zwischen Druckseite der Hilfsflüssigkeit und dem Rückschlagventil (14) befindet sich ein Ventil (15) zum vollständigen Entlüften dieser Rohrleitung. Die Hilfspumpe (16) wird mechanisch mittels Elektromotor und Getriebe (17) über ein Hubgestänge angetrieben. In dieser bevorzugten Ausführungsform sind das Hubgestänge der Hauptpumpe (12) und der Hilfspumpe (16) mechanisch miteinander gekoppelt. Die mechanische Koppelung ist dabei so ausgeführt, dass die Hilfspumpe (16) sich genau dann im Förderhub befindet, wenn sich die Hauptpumpe (12) im Saughub befindet und umgekehrt.

[0037] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können Flüssigkeiten, die als Einsatzstoffe in eine chemische Reaktion eingesetzt werden, gefördert werden.

[0038] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können beispielsweise Einsatzstoffe für Umsetzungen wie Hydrierungen, Oxidationen, Veresterungen und Polymerisationen in einen chemischen Reaktor gefördert werden.

[0039] Der Einsatzstoff kann dabei als Schmelze oder als konzentrierte Lösung des Einsatzstoffes eingesetzt werden. Besonders bevorzugt wird die zu fördernde Flüssigkeit als Schmelze, besonders bevorzugt als Schmelze des kommerziell erhältlichen Reinstoffes, eingesetzt.

Der Einsatz einer Schmelze hat im Allgemeinen den Vorteil, dass die zu fördernde Verbindung nicht in einem separaten Verfahrensschritt gelöst werden muss, um eine förderbare Flüssigkeit zu erhalten. Der Einsatzstoff wird zudem nicht durch ein Lösungsmittel verdünnt, so dass der Reaktor in der Regel mit einer höheren Menge Edukt beschickt werden kann und ein aufwendiges Abtrennen des Lösungsmittels nach Beendigung der Reaktion ist im Allgemeinen nicht erforderlich.

Der Einsatzstoff kann aber auch als Lösung des Einsatzstoffes eingesetzt werden.

Als Lösungsmittel für den Einsatzstoff wird im Allgemeinen das Lösungsmittel verwendet, was vorzugsweise in das entsprechende Verfahren bzw. in die jeweilige Reaktion eingesetzt wird. Diese Ausführungsform ist beispielsweise von Vorteil, wenn die Einsatzstoffe beim Aufschmelzen zur Verfärbung oder zu Nebenreaktionen neigen. Durch die Herstellung einer konzentrierten Lösung des Einsatzstoffes kann die Temperatur zum Überführen des Einsatzstoffes in den flüssigen Zustand gesenkt werden. Um eine möglichst hohe Reaktorauslastung zu erzielen wird im Allgemeinen eine

möglichst konzentrierte Lösung hergestellt. Mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die Förderung von konzentrierten Lösungen mit einer hohen Sättigungstemperatur möglich, da durch kontinuierliches Zuführen von Hilfsflüssigkeit weitestgehend verhindert werden kann, dass die konzentrierte Lösung in den Bereich des Pumpenkopfs der Hauptpumpe gelangen.

[0040] Aus diesem Grund ist es auch möglich, den Einsatzstoff als Slurry in der Hilfsflüssigkeit einzusetzen. Somit ist das erfindungsgemäße Verfahren auch zur Förderung von nichtschmelzbaren Einsatzstoffen, wie Terephthalsäure geeignet, beispielsweise zur Förderung eines Slurries des Einsatzstoffes Terephthalsäure in Ethylenglykol.

[0041] Besonders bevorzugt können mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens Schmelzen gefördert werden, die einen Schmelzpunkt von 20°C oder mehr, vorzugsweise 50°C oder mehr, besonders bevorzugt 75°C oder mehr und ganz besonders bevorzugt 100°C oder mehr, aufweisen.

Weiterhin können bevorzugt Lösungen eines Einsatzstoffes gefördert werden, wobei die Sättigungstemperatur der Lösung bei einer Temperatur von 20°C oder mehr, bevorzugt 50°C oder mehr, besonders bevorzugt bei 75°C oder mehr und ganz besonders bevorzugt 100°C oder mehr, beträgt.

Als Sättigungstemperatur wird die Temperatur verstanden, bei der eine Lösung eines Einsatzstoffes, mit einer bestimmten Konzentration, den Sättigungszustand erreicht und der Einsatzstoff aus der Lösung auszufallen beginnt.

[0042] Die Temperatur bei der die zu fördernde Flüssigkeit gefördert wird liegt oberhalb deren Schmelztemperatur bzw. oberhalb deren Sättigungstemperatur.

Vorzugsweise liegt die Fördertemperatur 1°C bis 100°C, vorzugsweise 5°C bis 80°C und besonders bevorzugt 10° bis 50°C oberhalb der Schmelztemperatur bzw. der Sättigungstemperatur der zur fördernden Flüssigkeit.

[0043] In der Regel sollte die Temperatur der zur fördernden Flüssigkeit nicht mehr als 300°C, bevorzugt nicht mehr als 250°C und besonders bevorzugt nicht mehr als 200°C betragen. Da die Temperatur der Hilfsflüssigkeit im Bereich des Pumpenkopfs in der Regel, wie nachfolgend beschrieben, durch die Temperaturbeständigkeit der Membran begrenzt ist, kann ein hoher Temperaturgradient zwischen Ventilkörper und Pumpenraum zu einer verstärkten Durchmischung zwischen der zur fördernden Flüssigkeit und der Hilfsflüssigkeit führen. In der Regel sollte das Verhältnis des Volumenstroms der Hilfsflüssigkeit zum Volumenstrom der zur fördernden Flüssigkeit umso höher gewählt werden, je höher der Temperaturgradient zwischen Ventilkörper und Pumpenraum ist.

[0044] Die Hilfsflüssigkeit ist erfindungsgemäß ein Produkt der chemischen Reaktion oder ein Edukt der chemischen Reaktion.

Wenn als Hilfsflüssigkeit ein Produkt der chemischen Reaktion eingesetzt wird, so wird vorzugsweise das Hauptprodukt als Hilfsflüssigkeit eingesetzt, das unter den Bedingungen der jeweiligen chemischen Reaktion bevorzugt entsteht.

Dadurch, dass als Hilfsflüssigkeit entweder ein Edukt oder ein Produkt der chemischen Reaktion verwendet wird, wird verhindert, dass die zu fördernde Flüssigkeit durch Fremdstoffe kontaminiert wird.

[0045] Der Schmelzpunkt der Hilfsflüssigkeit liegt erfindungsgemäß unterhalb der Schmelztemperatur bzw. unterhalb der Sättigungstemperatur der zur fördernden Flüssigkeit.

In einer besonderen Ausführungsform liegt der Schmelzpunkt der Hilfsflüssigkeit unterhalb der Temperatur, bei der die Membran einer Membranpumpe stabil ist, so dass die Membran nicht thermisch geschädigt wird.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform beträgt die Schmelztemperatur der Hilfsflüssigkeit 150°C oder weniger, besonders bevorzugt 100°C oder weniger, ganz besonders 50°C oder weniger und insbesondere bevorzugt 25°C oder weniger. Bei diesen Temperaturen ist in der Regel ein sicherer Betrieb von Membranpumpen möglich.

[0046] Die Temperatur bei der die Hilfsflüssigkeit in die Verbindungsleitung eingeleitet wird, liegt oberhalb deren Schmelztemperatur.

Vorzugsweise liegt die Temperatur bei der die Hilfsflüssigkeit in die Verbindungsleitung eingeleitet wird 1 °C bis 100°C, vorzugsweise 5°C bis 80°C und besonders bevorzugt 10° bis 50°C oberhalb der Schmelztemperatur der Hilfsflüssigkeit. Ganz besonders bevorzugt liegt die Temperatur bei der die Hilfsflüssigkeit in die Verbindungsleitung eingeleitet wird im Bereich von 0°C bis 150°C, vorzugsweise im Bereich von 10°C bis 100°C, besonders bevorzugt im Bereich von 20°C bis 80°C und insbesondere bevorzugt im Bereich von 20°C bis 50°C.

[0047] Die Siedetemperatur der Hilfsflüssigkeit sollte vorzugsweise über der Fördertemperatur der zur fördernden Flüssigkeit liegen, da es ansonsten an der Grenzfläche von Hilfsflüssigkeit und zur fördernden Flüssigkeit im Bereich der Pendelleitung zur unerwünschten Gasbildung kommen kann.

[0048] In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Hilfsflüssigkeit ein Produkt der chemischen Reaktion.

Diese besonders bevorzugte Ausführungsform eignet sich bevorzugt zur Förderung einer aromatischen Verbindung, die als Einsatzstoff für eine Hydrierung eingesetzt wird.

Bevorzugt eingesetzte Einsatzstoffe sind:

aromatische Amine, wie Anilin, Benzidin, die isomeren Toudine, die isomeren Xylidine, die isomeren Xylylendiamine, 1- bzw. 2-Aminonaphthalin, TDA-Isomere (2,4/2,6/2,3/3,4-Toluoldiamin) oder MDA-Isomere (4,4'-Methylendianilin, 2,4'-Methylendianilin, 2,2'-Methylendianilin, polymer-MDA) sowie von Mischungen derselben; substituierte MDA-Verbindungen, wie 3,3'-Dimethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan, 3,3',5,5'-Tetramethyl-4,4'-diami-

nodiphenylmethan und 2,2',3,3'-Tetramethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan;
aromatische Dinitrile, wie die isomeren Phthalodinitrile;
aromatische Hydroxyverbindungen, wie Bisphenol-A, Bisphenol-F oder substituierte Bisphenole;
aromatische Säureanhydride, wie Phthalsäureanhydrid; oder
aromatischen Säuren, wie Benzoesäure.

Besonders bevorzugt werden aromatische Amine als Einsatzstoffe in eine Hydrierung gefördert.

Zur Förderung von aromatischen Einsatzstoffen wird gemäß der hier beschriebenen Ausführungsform das Produkt der Hydrierung des aromatischen Einsatzstoffes als Hilfsflüssigkeit eingesetzt. Für den Fall, dass bei der Hydrierung der aromatischen Einsatzstoffe mehrere Hydrierungsprodukte entstehen können, wird bevorzugt das Hydrierungsprodukte eingesetzt, das bei den jeweiligen Reaktionsbedingungen das Hauptprodukt darstellt. Beispielsweise kann zur Förderung von 2,4-Toluoldiamin 2,4Diamino-1-methyl-cyclohexan als Hilfsflüssigkeit eingesetzt werden.

[0049] Die besonders bevorzugte Ausführungsform, in der als Hilfsflüssigkeit ein Produkt der chemischen Reaktion eingesetzt wird, ist auch für die Förderung von Carbonsäuren oder Carbonsäurederivaten bei der Herstellung von Estern bzw. Polyestern geeignet.

[0050] Bevorzugt eingesetzte Carbonsäuren sind:

aromatische Carbonsäuren, wie Benzoesäure, insbesondere aromatische Dicarbonsäuren, wie Phthalsäure, Iso-phthalsäure, Terephthalsäure oder die isomeren Naphthalindicarbonsäuren; oder
aliphatische Carbonsäuren, insbesondere aliphatische Dicarbonsäuren, wie Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutar-säure, Korksäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Decandicarbonsäure, Maleinsäure oder Fumarsäure

Die Carbonsäuren können dabei sowohl einzeln als auch im Gemisch untereinander verwendet werden.

[0051] In dieser bevorzugten Ausführungsform können auch die entsprechenden Carbonsäurederivate von Carbonsäuren, beispielsweise die entsprechenden Carbonsäureanhydride oder deren Ester, beispielsweise die C₁-C₄-Ester der oben genannten Carbonsäuren, als Einsatzstoffe eingesetzt werden. Vorzugsweise werden die entsprechenden Carbonsäureanhydride der obengenannten Carbonsäuren, insbesondere Phthalsäureanhydrid, Maleinsäureanhydrid oder Bernsteinsäureanhydrid, eingesetzt.

Bei der Veresterung von Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivaten mit Alkoholen, wird gemäß der hier beschriebenen Ausführungsform ein Ester aus Carbonsäure und Alkohol als Hilfsflüssigkeit zur Förderung der Carbonsäure bzw. des Carbonsäurederivats eingesetzt.

Beispielsweise kann Benzoesäuremethylester als Hilfsflüssigkeit zur Förderung von Benzoesäure bei der Herstellung von Benzoesäuremethylester aus Benzoesäure und Methanol eingesetzt werden.

[0052] Durch Verwendung des bei der chemischen Umsetzung des Einsatzstoffes gewonnenen Produktes als Hilfsflüssigkeit zur Förderung des Einsatzstoffes kommt es zu keiner unerwünschten Verunreinigung der zu fördernden Flüssigkeit mit Fremdstoffen. Des Weiteren fallen keine zusätzlichen Kosten zur Reinigung des Endproduktes von beispielsweise einem Lösungsmittel an.

[0053] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist die Hilfsflüssigkeit in dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Förderung einer Flüssigkeit ein Edukt der chemischen Reaktion.

Mittels dieser besonders bevorzugten Ausführungsform werden bevorzugt Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivate, die als Einsatzstoffe für eine Veresterung eingesetzt werden, gefördert.

[0054] Bevorzugt eingesetzte Carbonsäuren sind:

aromatische Carbonsäuren, wie Benzoesäure, insbesondere aromatische Dicarbonsäuren, wie Phthalsäure, Iso-phthalsäure, Terephthalsäure oder die isomeren Naphthalindicarbonsäuren; oder
aliphatische Carbonsäuren, insbesondere aliphatische Dicarbonsäuren, wie Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutar-säure, Korksäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Decandicarbonsäure, Maleinsäure oder Fumarsäure.

Die Carbonsäuren können dabei sowohl einzeln als auch im Gemisch untereinander verwendet werden.

[0055] In dieser Ausführungsform können auch die entsprechenden Carbonsäurederivate von Carbonsäuren, beispielsweise die entsprechenden Carbonsäureanhydride oder deren Ester, beispielsweise die C₁-C₄-Ester der oben genannten Carbonsäuren, als Einsatzstoffe eingesetzt werden. Vorzugsweise werden die entsprechenden Carbonsäureanhydride der obengenannten Carbonsäuren, insbesondere Phthalsäureanhydrid, Maleinsäureanhydrid oder Bernsteinsäureanhydrid, eingesetzt.

In dieser Ausführungsform wird als Hilfsflüssigkeit ein Edukt der chemischen Reaktion eingesetzt.

Bei der Förderung von Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivaten, die als Einsatzstoffe in eine Veresterung eingesetzt werden, ist die Hilfsflüssigkeit erfindungsgemäß ein Alkohol, mit dem die Carbonsäure bzw. das Carbonsäurederivat umgesetzt werden soll.

[0056] Als Alkohol können beispielsweise eingesetzt werden:

aliphatische Alkohole, wie C₁- bis C₂₀-Alkohole, bevorzugt C₁- bis C₄-Alkohole, wie Methanol, Ethanol, die isomeren Propanole oder die isomeren Butanole; 2-Ethylhexanol,
 5 aliphatische Diole, wie C₂- bis C₂₀-Diole, vorzugsweise 1,2-Ethandiol, 1,3-Propandiol, 1,2-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,5-Pentandiol, 1,6-Hexandiol, Cyclohexandiol oder Neopentylglykol;
 aliphatische Polyole, wie Trimethylolpropan, Trimethylolethan, Pentaerythrit, Glycerin und Poly-Tetrahydrofuran;
 cycloaliphatische Polyole wie Mono- und Di- und Oligosaccharide und deren wässrige Lösungen; oder
 10 Zuckeralkohole, wie Sorbitol, Glucitol oder Hexanhexol und deren wässrige Lösungen. Die Alkohole können dabei sowohl einzeln als auch im Gemisch untereinander verwendet werden, in Abhängigkeit davon welcher Ester bzw. Polyester hergestellt werden soll.

[0057] Wie voranstehend beschrieben, wird das erfindungsgemäße Verfahren bevorzugt zur Förderung von aromatischen Verbindungen eingesetzt werden, die in eine Hydrierung eingesetzt werden.

15 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Hydrierung von aromatischen Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass man eine aromatische Verbindung oder eine Lösung einer aromatischen Verbindung mittels einer Verdrängerpumpe mit räumlich getrennten Förderventilen und einer flüssigkeitsgefüllten Pendelleitung zwischen Verdrängerpumpe und Förderventilen dem Reaktor zuführt, wobei sich in der Pendelleitung eine Hilfsflüssigkeit befindet, die das Produkt der Hydrierung der aromatischen Verbindung ist und wobei die Hilfsflüssigkeit einen Schmelzpunkt
 20 aufweist, der unterhalb des Schmelzpunkts der aromatischen Verbindung bzw. unterhalb der Sättigungstemperatur der Lösung der aromatischen Verbindung liegt.

Die Hydrierung wird üblicherweise bei geeigneten Drücken und Temperaturen durchgeführt. Die Temperatur liegt im Allgemeinen im Bereich von 50 und 300°C, wobei der Temperaturbereich von 120 bis 280°C bevorzugt wird, und der Druck beträgt üblicherweise von 1 bis 500 bar, vorzugsweise von 50 bis 325 bar, besonders bevorzugt von 150 bis 250 bar.

25 Das Hydrierungsverfahren kann kontinuierlich oder in Art eines Batch-Verfahrens durchgeführt werden.

Bei kontinuierlicher Prozessführung beträgt die Menge der zur Hydrierung vorgesehenen Verbindung bzw. Verbindungen vorzugsweise ungefähr 0,01 bis ungefähr 3 kg pro Liter Katalysator pro Stunde, weiter bevorzugt ungefähr 0,05 bis ungefähr 1 kg pro Liter Katalysator pro Stunde.

Als Hydriergase können beliebige Gase verwendet werden, die Wasserstoff enthalten und keine schädlichen Mengen an Katalysatorgiften, wie beispielsweise CO, aufweisen. Beispielsweise können Reformierabgase verwendet werden. Vorzugsweise wird reiner Wasserstoff als Hydriergas verwendet.

Die Hydrierung erfolgt in der Regel in Gegenwart eines homogenen oder heterogenen Katalysators, der für Hydrierungen geeignet ist. Vorzugsweise wird die Hydrierung in Gegenwart eines heterogenen Katalysators durchgeführt.

Als homogene Katalysatoren kommen flüssige und/oder lösliche Hydrierkatalysatoren in Betracht, beispielsweise Wilkinson-Katalysatoren, Crabtree-Katalysatoren oder Lindlar-Katalysatoren.

35 Als heterogene Katalysatoren werden beispielsweise Edelmetalle wie Platin, Palladium, Ruthenium, Osmium, Iridium und Rhodium oder andere Übergangsmetalle wie Molybdän, Wolfram, Chrom, besonders aber Eisen, Cobalt und Nickel verwendet, entweder einzeln oder im Gemisch. Die Katalysatormetalle können dabei direkt in Form des Metalls oder einer anorganischen Metallverbindung eingesetzt werden oder die Katalysatormetalle werden auf einem inerten, anorganischen Trägermaterial wie beispielsweise Aluminiumoxid, SiO₂, TiO₂ und Aktivkohle aufgebracht.

Die Hydrierung kann ohne Lösungsmittel oder in Gegenwart eines Lösungsmittels durchgeführt werden. Als Lösungsmittel können Alkohole, wie Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol, Isobutanol oder t-Butanol, oder Ether, wie Diethylether, Glykoldimethylether, Dioxan oder Tetrahydrofuran, verwendet werden. Als Lösungsmittel kann aber auch das bei der Reaktion entstehende Endprodukt eingesetzt werden. Als Lösungsmittel kommen auch Mischungen der voranstehend genannten Lösungsmittel in Betracht.

45 In das erfindungsgemäße Verfahren zur Hydrierung von aromatischen Verbindungen werden bevorzugt die nachstehend genannten aromatischen Verbindungen eingesetzt.

[0058] Bevorzugt eingesetzte Einsatzstoffe sind:

50 aromatische Amine, wie Anilin, Benzidin, die isomeren Toudine, die isomeren Xylidine, die isomeren Xylylendiamine, 1- bzw. 2-Aminonaphthalin, TDA-Isomere (2,4/2,6/2,3/3,4-Toluoldiamin) oder MDA-Isomere (4,4'-Methylendianilin, 2,4'-Methylendianilin, 2,2'-Methylendianilin, polymer-MDA) sowie von Mischungen derselben;
 substituierte MDA-Verbindungen, wie 3,3'-Dimethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan, 3,3',5,5'-Tetramethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan und 2,2',3,3'-Tetramethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan;
 55 aromatische Dinitrile, wie die isomeren Phthalodinitrile;
 aromatische Hydroxyverbindungen, wie Bisphenol-A, Bisphenol-F oder substituierte Bisphenole;
 aromatische Säureanhydride, wie Phthalsäureanhydrid; oder
 aromatischen Säuren, wie Benzoesäure.

Besonders bevorzugt werden aromatische Amine als Einsatzstoffe in eine Hydrierung gefördert. Ein Verfahren zur Hydrierung von aromatischen Aminen ist beispielsweise in der DE-A1-2132547 offenbart.

Als Hilfsflüssigkeit wird erfindungsgemäß das Produkt der Hydrierung der aromatischen Verbindung eingesetzt. Vorzugsweise wird das Hauptprodukt als Hilfsflüssigkeit eingesetzt, das unter den Bedingungen der Hydrierung bevorzugt entsteht.

[0059] Das erfindungsgemäße Verfahren ist, wie voranstehend erläutert, auch bevorzugt zur Förderung von Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivaten geeignet, die in ein Verfahren zur Herstellung von Estern bzw. Polyestern eingesetzt werden, beispielsweise durch Veresterung oder Umesterung.

[0060] Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von Estern, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Carbonsäure oder ein Carbonsäurederivat oder eine Lösung einer Carbonsäure oder eines Carbonsäurederivats mittels einer Verdrängerpumpe mit räumlich getrennten Förderventilen und einer flüssigkeitsgefüllten Pendelleitung zwischen Verdrängerpumpe und Förderventilen dem Reaktor zuführt, wobei sich in der Pendelleitung eine Hilfsflüssigkeit befindet, die das Produkt der Esterherstellung oder ein als Edukt verwendeter Alkohol ist und wobei die Hilfsflüssigkeit einen Schmelzpunkt aufweist, der unterhalb des Schmelzpunkts der Carbonsäure bzw. des Carbonsäurederivats bzw. unterhalb der Sättigungstemperatur der Lösung der Carbonsäure bzw. des Carbonsäurederivats liegt. Zur Herstellung der Ester können, wie beispielsweise in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Polyesters (Electronic Release DOI: 10.1002/14356007.a21_227), die voranstehend genannten Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivate und die voranstehend genannten Alkohole katalysatorfrei oder vorzugsweise in Gegenwart von Veresterungskatalysatoren, zweckmäßigerweise in einer Atmosphäre aus Inertgasen, wie z. B. Stickstoff, Kohlenmonoxid, Helium, Argon u. a. in der Schmelze bei Temperaturen von 150 bis 250°C, vorzugsweise 180 bis 220°C gegebenenfalls unter vermindertem Druck bis zu der gewünschten Säurezahl, die vorteilhafterweise kleiner als 10, vorzugsweise kleiner als 2 ist, kondensiert werden.

Zur Herstellung von Polyesterpolyolen werden die organischen Polycarbonsäuren und/oder -derivate und mehrwertigen Alkohole vorteilhafterweise im Molverhältnis von 1 : 1 bis 1,8, vorzugsweise 1 : 1,05 bis 1,2 eingesetzt.

Als Katalysatoren können basische oder saure Katalysatoren, bevorzugt saure Katalysatoren, wie Toluolsulfonsäuren, vorzugsweise metallorganische Verbindungen, insbesondere solche auf Basis von Titan oder Zinn, wie Titanetetraäthylat oder Zinn-(II)-octoat, eingesetzt werden.

[0061] Bevorzugt eingesetzte Carbonsäuren sind:

aromatische Carbonsäuren, wie Benzoesäure, insbesondere aromatische Dicarbonsäuren, wie Phthalsäure, Isophthalsäure, Terephthalsäure oder die isomeren Naphthalindicarbonsäuren; oder aliphatische Carbonsäuren, insbesondere aliphatische Dicarbonsäuren, wie Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Korksäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Decandicarbonsäure, Maleinsäure oder Fumarsäure.

Die Carbonsäuren können dabei sowohl einzeln als auch im Gemisch untereinander verwendet werden.

In dieser Ausführungsform können auch die entsprechenden Carbonsäurederivate von Carbonsäuren, beispielsweise die entsprechenden Carbonsäureanhydride oder deren Ester, beispielsweise die C₁-C₄-Ester der oben genannten Carbonsäuren, als Einsatzstoffe eingesetzt werden. Vorzugsweise werden die entsprechenden Carbonsäureanhydride der obengenannten Carbonsäuren, insbesondere Phthalsäureanhydrid, Maleinsäureanhydrid oder Bernsteinsäureanhydrid, eingesetzt.

[0062] Als Hilfsflüssigkeit wird erfindungsgemäß das Produkt der Esterherstellung oder ein Alkohol eingesetzt, der als Edukt in der Herstellung des Esters verwendet wird.

[0063] Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders zur Förderung von Verbindung geeignet, die einen hohen Schmelzpunkt aufweisen, oder die in Form von konzentrierten Lösungen vorliegen und eine hohe Sättigungstemperatur aufweisen. Solche Substanzen können - bedingt durch den hohen Schmelzpunkt bzw. ihre hohe Sättigungstemperatur - Ablagerungen an nicht ausreichend beheizten Stellen der Förderpumpe bilden. Allerdings erweist sich die Beheizung von Förderpumpen als technisch aufwendig, da zum einen nicht alle herkömmlichen Materialien, die für den Bau von Pumpen verwendet werden, thermisch beständig sind, insbesondere Membranen und Dichtungen. Somit ist die Herstellung von Hochtemperaturpumpen vergleichsweise teuer, trotz Abstrichen in der Leistung im Vergleich zu konventionellen Pumpen, die bei Umgebungstemperatur betrieben werden können.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens können mit herkömmlichen Pumpen hoch schmelzende Verbindungen bzw. hochkonzentrierte Lösungen gefördert werden, wobei die Tendenz zur Bildung von Ablagerungen im Bereich des Pumpensystems verringert wird. Dies ermöglicht eine lange Betriebsdauer mit langen Abständen zwischen den Wartungsintervallen. Weiterhin wird der Verschleiß der Pumpen verringert, so dass die Lebensdauer erhöht wird.

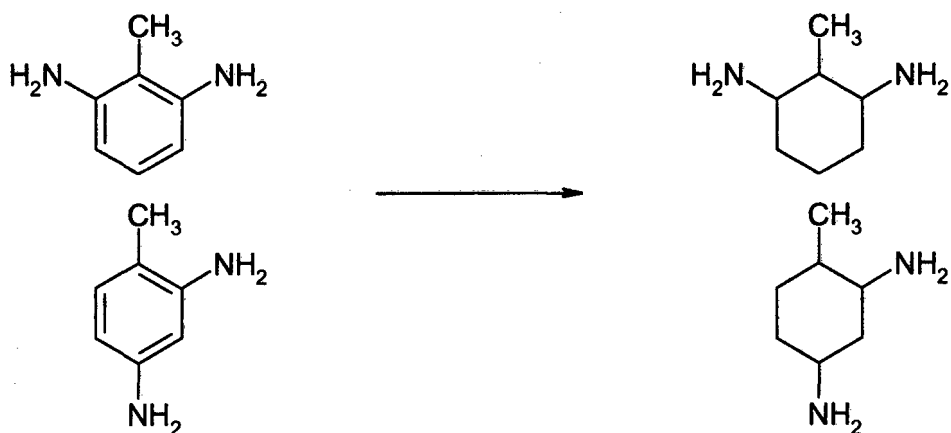
Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass die Reaktionsmischung nicht durch reaktionsfremde Stoffe verunreinigt wird, die ansonsten in aufwendigen Schritten von dem Wertprodukt abgetrennt werden müssten.

[0064] Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele näher erläutert.

Beispiele

Beispiel 1: Hydrierung von Toluoldiamin zu cycloaliphatischen Diaminen

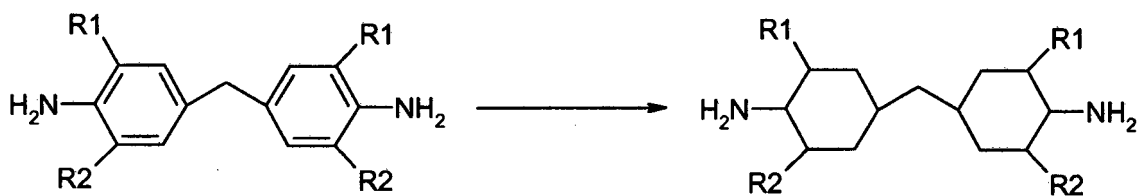
[0065]



Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
2,4-Toluoldiamin (TDA)	97	2,4-Diamino-1-methyl-cyclohexan	< 0
2,6-Toluoldiamin (TDA)	104	2,6-Diamino-1-methyl-cyclohexan	< 0

Beispiel 2: Hydrierung von ggf. substituiertem MDA zu cycloaliphatischen Aminen

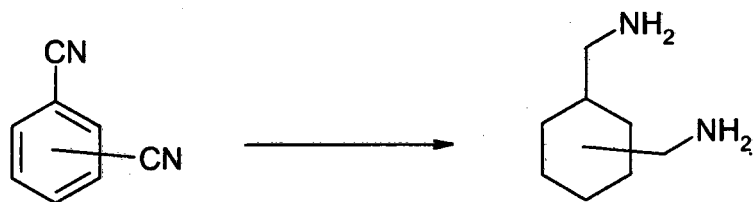
[0066]



R1	R2	Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
H	H	4,4'-Methyldianilin (MDA)	89	4,4'-Diaminodicyclohexylmethan (PACM50)	45
				4,4'-Diaminodicyclohexylmethan (PACM20)	15
CH ₃	H	3,3'-Dimethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan	159	3,3'-Dimethyl-4,4'-diaminodicyclohexylmethan	< 0
CH ₃	CH ₃	3,3',5,5'-Tetramethyl-4,4'-diaminodiphenylmethan	121	3,3',5,5'-Tetramethyl-4,4'-diaminodicyclohexylmethan	< 0

Beispiel 3: Hydrierung von aromatischen Dinitrilen zu cycloaliphatischen Diaminen

[0067]



Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
m-Phthalodinitril	163	1,3-Bis-(aminomethyl)-cyclohexan	< 0
o-Phthalodinitril	140	1,2-Bis-(aminomethyl)-cyclohexan	< 0
p-Phthalodinitril	224	1,4-Bis-(aminomethyl)-cyclohexan	< 0

Beispiel 4: Hydrierung von ggf. substituiertem Bisphenolen zu cycloaliphatischen Diolen

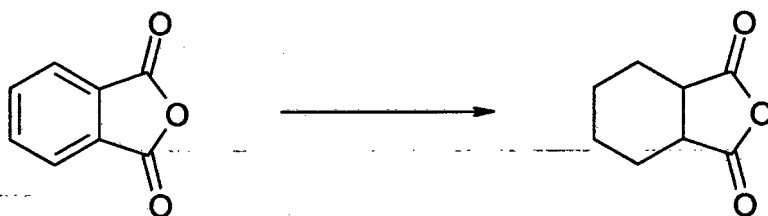
[0068]



R1	Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
CH ₃	Bisphenol-A	158	2,2-Bis-(4-hydroxycyclohexyl)-propan	< 50
H	Bisphenyl-F	162	Bis-(4-hydroxycyclohexyl)-methan	< 50

Beispiel 5: Hydrierung von Säureanhydriden und aromatischen Säuren zu den entsprechenden cycloaliphatischen Verbindungen

[0069]

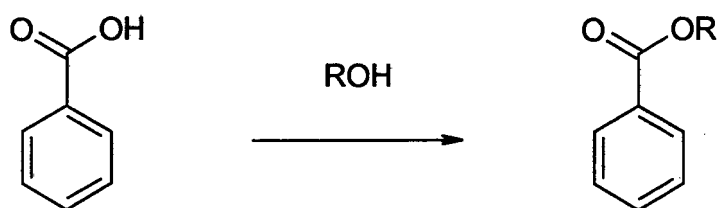




Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
Phthalsäureanhydrid	131	Cyclohexan-1,2-dicarbonsäureanhydrid	32
Benzoessäure	121	Cyclohexancarbonsäure	28

Beispiel 6: Veresterung von Benzoessäure mit verschiedenen Alkoholen zu den entsprechenden Estern der Benzoessäure

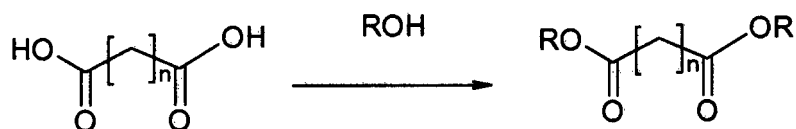
[0070]



Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
Benzoessäure	121	Benzoessäuremethylester	-12
	121	Benzoessäureethylester	-34
	121	Benzoessäurebutylester	-20

Beispiel 7: Veresterung von Dicarbonsäuren mit verschiedenen Alkoholen zu den entsprechenden Estern der Adipinsäure

[0071]



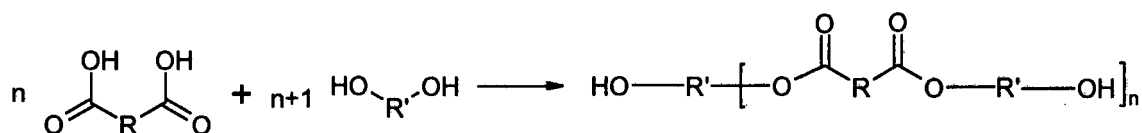
Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
Adipinsäure (n=4)	151	Dimethyladipat	10
	151	Diethyladipat	-20
	151	Dibutyladipat	-25
Glutarsäure (n=3)	98	Dimethylglutarat	-40
	98	Diethylglutarat	-24
Bernsteinsäure (n=2)	184	Dimethylsuccinat	19

(fortgesetzt)

Einsatzstoff (zu pumpende Flüssigkeit)	Schmelzpunkt °C	Reaktionsprodukt "Hilfsflüssigkeit"	Schmelzpunkt °C
	184	Diethylsuccinat	-21

Beispiel 8: Herstellung von Polyestern aus Dicarbonsäuren und Diolen

[0072]



Einsatzstoff *	Schmelzpunkt °C	"Hilfsflüssigkeit" = Diol	Schmelzpunkt °C
Adipinsäure (n=4)	151	Ethylenglykol	-16
Glutarsäure (n=3)	98	Diethylenglykol	-6
Bernsteinsäure (n=2)	184	1,4-Butandiol	20
Phthalsäureanhydrid	131	1,3-Propandiol	-26
Terephthalsäure	Sublimation bei >300°C	Ethylenglykol	-16
*als Einsatzstoff kann beispielsweise eine Schmelze des Einsatzstoffes, eine konzentrierte Lösung des Einsatzstoffes oder suspendierter feinteiliger Feststoff des Einsatzstoffes ("Slurry-Fahrweise") mit einer der in der rechten Spalte genannten Hilfsflüssigkeiten oder einem Prozesslösungsmittel eingesetzt werden.			

Patentansprüche

- Verfahren zur kontinuierlichen Förderung einer Flüssigkeit (1) mittels Verdrängerpumpe (12) mit räumlich getrennten Förderventilen (10) und (11) und einer flüssigkeitsgefüllten Pendelleitung (7) zwischen Verdrängerpumpe (12) und Förderventilen und wobei sich in der Pendelleitung (7) eine Hilfsflüssigkeit (3) befindet, deren Schmelzpunkt unterhalb des Schmelzpunkts bzw. unterhalb der Sättigungstemperatur der zu fördernden Flüssigkeit (1) liegt, **dadurch gekennzeichnet, dass** die zu fördernde Flüssigkeit (1) als Einsatzstoff in eine chemische Reaktion eingesetzt wird und die Hilfsflüssigkeit (3) ein Produkt oder Edukt der chemischen Reaktion ist.
- Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Flüssigkeit eine organische Verbindung ist.
- Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die organische Verbindung eine aromatische Verbindung ist, die chemische Reaktion eine Hydrierung ist und als Hilfsflüssigkeit das Produkt der Hydrierung der aromatischen Verbindung eingesetzt wird.
- Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die aromatische Verbindung ein aromatisches Amin ist.
- Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die organische Verbindung eine Carbonsäure oder ein Carbonsäurederivat ist, die chemische Reaktion ein Verfahren zur Herstellung von Estern und als Hilfsflüssigkeit der bei der Reaktion entstehende Ester oder der als Edukt eingesetzte Alkohol verwendet wird.
- Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5 **dadurch gekennzeichnet, dass** die Flüssigkeit einen Schmelzpunkt oder eine Sättigungstemperatur von 50 bis 300°C aufweist.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Schmelzpunkt der Hilfsflüssigkeit 50°C und weniger beträgt.
8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Verdrängerpumpe eine Membranpumpe ist
9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Hilfsflüssigkeit kontinuierlich in die Pendelleitung dosiert wird.
10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Volumenstrom von Hilfsflüssigkeit zum Volumenstrom der zu fördernden Flüssigkeit im Bereich von 1:10 bis zu 1:100 liegt.
11. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Dosierung der Hilfsflüssigkeit mit einer Membranpumpe erfolgt.
12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Antriebe der Pumpe zur Förderung der Hilfsflüssigkeit und der Verdrängerpumpe mechanisch oder elektronisch miteinander gekoppelt sind.

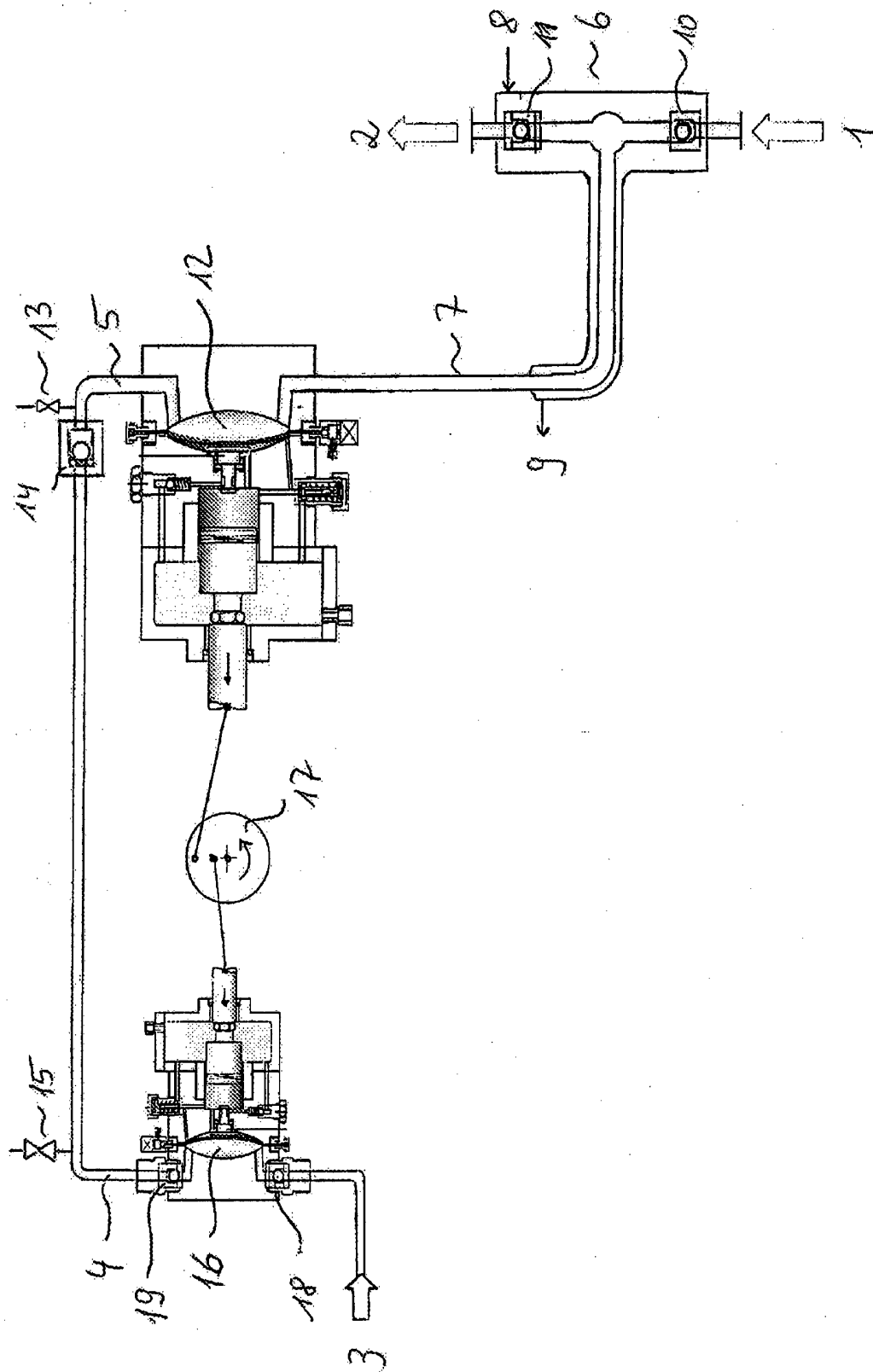
Claims

1. A method of continuously conveying a liquid (1) by means of a displacement pump (12) having physically separate forward-transport valves (10) and (11) and a liquid-filled bidirectional flow line (7) between displacement pump (12) and forward-transport valves, where an auxiliary liquid (3) whose melting point is below the melting point or below the saturation temperature of the liquid (1) to be conveyed is present in the bidirectional flow line (7), wherein the liquid (1) to be conveyed is used as starting material in a chemical reaction and the auxiliary liquid (3) is a product or a starting material of the chemical reaction.
2. The method according to claim 1, wherein the liquid is an organic compound.
3. The method according to claim 2, wherein the organic compound is an aromatic compound, the chemical reaction is a hydrogenation and the product of the hydrogenation of the aromatic compound is used as auxiliary liquid.
4. The method according to claim 3, wherein the aromatic compound is an aromatic amine.
5. The method according to claim 2, wherein the organic compound is a carboxylic acid or a carboxylic acid derivative, the chemical reaction is a process for preparing esters and the ester formed in the reaction or the alcohol used as starting material is used as auxiliary liquid.
6. The method according to at least one of claims 1 to 5, wherein the liquid has a melting point or a saturation temperature of from 50 to 300°C.
7. The method according to at least one of claims 1 to 6, wherein the melting point of the auxiliary liquid is 50°C or less.
8. The method according to at least one of claims 1 to 7, wherein the displacement pump is a diaphragm pump.
9. The method according to at least one of claims 1 to 8, wherein the auxiliary liquid is introduced continuously into the bidirectional flow line.
10. The method according to at least one of claims 1 to 9, wherein the ratio of the volume flow of auxiliary liquid to the volume flow of the liquid to be conveyed is in the range from 1:10 to 1:100.
11. The method according to at least one of claims 1 to 10, wherein the auxiliary liquid is introduced using a diaphragm pump.
12. The method according to at least one of claims 1 to 11, wherein the drives of the pump for conveying the auxiliary liquid and of the displacement pump are mechanically or electronically coupled to one another.

Revendications

1. Procédé de transport continu d'un liquide (1) au moyen d'une pompe volumétrique (12) comprenant des vannes de transport séparés dans l'espace (10) et (11) et une conduite pendulaire remplie de liquide (7) entre la pompe volumétrique (12) et les vannes de transport, un liquide auxiliaire (3) se trouvant dans la conduite pendulaire (7), dont le point de fusion est inférieur au point de fusion ou inférieur à la température de saturation du liquide à transporter (1), **caractérisé en ce que** le liquide à transporter (1) est utilisé en tant que matière première dans une réaction chimique et le liquide auxiliaire (3) est un produit ou un réactif de la réaction chimique.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le liquide est un composé organique.
3. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** le composé organique est un composé aromatique, la réaction chimique est une hydrogénation et le produit de l'hydrogénation du composé aromatique est utilisé en tant que liquide auxiliaire.
4. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** le composé aromatique est une amine aromatique.
5. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** le composé organique est un acide carboxylique ou un dérivé d'acide carboxylique, la réaction chimique est un procédé de fabrication d'esters et l'ester formé lors de la réaction ou l'alcool utilisé en tant que réactif est utilisé en tant que liquide auxiliaire.
6. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le liquide présente un point de fusion ou une température de saturation de 50 à 300 °C.
7. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** le point de fusion du liquide auxiliaire est de 50 °C et moins.
8. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** la pompe volumétrique est une pompe à membrane.
9. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** le liquide auxiliaire est introduit en continu dans la conduite pendulaire.
10. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** le débit volumétrique du liquide auxiliaire par rapport au débit volumétrique du liquide à transporter se situe dans la plage allant de 1:10 à 1:100.
11. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** l'introduction du liquide auxiliaire a lieu avec une pompe à membrane.
12. Procédé selon au moins l'une quelconque des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que** les mécanismes d'entraînement de la pompe pour le transport du liquide auxiliaire et de la pompe volumétrique sont couplés mécaniquement ou électroniquement l'un avec l'autre.

Fig. 1



IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 1453576 A [0003] [0004] [0008]
- DE 1528547 A [0003] [0005]
- EP 048535 A1 [0003] [0006]
- DE 3021851 A1 [0003] [0007]
- DE 19782185 T5 [0003] [0008]
- DE 2553794 A [0003] [0010]
- WO 8001706 A [0003] [0009]
- DE 4124290 A [0003] [0009]
- EP 36945 B1 [0003] [0011]
- US 4961688 A [0017]
- FR 608718 [0017]
- FR 877570 [0017]
- DE 2132547 A1 [0058]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Polyesters [0060]