DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

(19) **DD** (11) **227 124 A1**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) **C 02 F 9/00**
C 02 F 1/04
C 02 F 1/66

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 02 F / 267 691 8 (22) 27.09.84 (44) 11.09.85

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht", 4220 Leuna 3, DD
(72) Neugebauer, Rudolf, Dipl.-Ing.; Butz, Eckhard, Dipl.-Ing.; Lange, Rainer, Dipl.-Ing.; Witte, Werner, Dipl.-Chem.; Fuchs, Wilfried, Dr. Dipl.-Chem.; Ullrich, Peter, Dipl.-Ing.; Schmitt, Dieter, Dipl.-Chem.; Fröde, Frank-Dieter, Dr. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Aufarbeitung eines Brüdenkondensats aus der Ammonsulfateindampfung

(57) Das Verfahren zur Aufarbeitung eines Brüdenkondensats aus der Ammonsulfateindampfung wird angewendet in Anlagen, in welchen ein mit Ammoniakverbindungen, Kohlendioxid und Organika beladenes Brüdenkondensat anfällt. Ziel der Erfindung ist es, das Brüdenkondensat soweit aufzuarbeiten, daß es als Kesselspeisewasser oder als Kondensat eingesetzt werden kann. Das wird erfindungsgemäß dadurch erreicht, daß das Brüdenkondensat in einer ersten Stufe destillativ bei Drücken von 80 kPa bis 500 kPa in ein aufkonzentriertes wäßriges Gemisch von Ammoniakverbindungen, Kohlendioxid und Organika im Kopf und Kondensat im Sumpf getrennt wird, das Kopfprodukt bei 313 bis 400 K kondensiert und nachfolgend in einer zweiten Stufe durch eine Neutralisation mit Schwefelsäure zu Ammonsulfat umgesetzt wird bei gleichzeitiger Abdampfung der Organika und des Kohlendioxids.

ISSN 0433-6461

6 Seiten

VEB Leuna-Werke
"Walter Ulbricht"

Merseburg, 20. 9. 1984

LP 8485

Titel der Erfindung

Verfahren zur Aufarbeitung eines Brüdenkondensats aus der Ammonsulfateindampfung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung wird angewendet in Anlagen, in welchen ein mit Ammoniak-Verbindungen, Kohlendioxid und Organika beladenes Kondensat anfällt.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß in den Endstufen der Verdampfer der Ammonsulfateindampfung ein Brüdenkondensat anfällt, das an Verunreinigungen Ammoniak, Kohlendioxid, Cyclohexanon und Cyclohexanonoxim enthält. Bei der Wiederverwertung dieses Brüdenkondensats als Kesselspeisewasser bzw. in den unterschiedlichen Produktabschnitten der Ammonsulfatherstellung sowie bei der

eventuellen Abgabe in das Abwassersystem wirken sich diese Verunreinigungen negativ aus. So tritt bei Einsatz des Brüdenkondensats zur Herstellung von Ammoniakwasser durch das Kohlendioxid eine verstärkte Korrosionsgefahr auf, und die organischen Verunreinigungen, welche zur Dimerisation neigen, stören bei der Anwendung des Ammoniakwassers, insbesondere bei der Caprolactamerzeugung.
Eine Ableitung in das Abwasser verbietet sich durch die relativ hohe Ammoniakkonzentration.
Zur Umgehung dieser Schwierigkeiten gibt es Verfahren, mit denen, wie in der DE-PS 2 921 649 beschrieben, die organische Verunreinigung Cyclohexanon abdestilliert und in einer weiteren Stufe Cyclohexanonoxim bei 363 bis 388 K zersetzt und das freiwerdende Cyclohexanon azeotrop abdestilliert wird.
In der DE-PS 2 936 153 wird ein Verfahren beschrieben, mit dem man die aus der letzten Eindampfstufe ausgeschleuste Restlauge einer Vakuumkühlkristallisation bei 283 bis 353 K unterwirft, das entstehende Ammonsulfat abtrennt und eine Verdünnung der aufkonzentrierten ammonsulfathaltigen Lauge mit Wasser vornimmt, anschließend die Lösung bei einem Druck bis zu 0,5 MPa mit Ammoniak versetzt, auskristallierendes Ammonsulfat abtrennt und zurückführt.
Diese Verfahren sind technisch aufwendig und erlauben, jeweils nur eine Komponente der Verunreinigung zu entfernen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, das Brüdenkondensat soweit aufzuarbeiten, daß es als Kesselspeisewasser oder als Kondensat eingesetzt werden kann, bei gleichzeitiger Rückgewinnung mindestens einer Verunreinigungskomponente.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, das die Aufarbeitung des Brüdenkondensats gewährleistet, um es als Kesselspeisewasser oder als Spülkondensat einzusetzen und das Ammoniak bei gleichzeitiger Abtrennung der anderen Verunreinigungen einer Verwendung, wie der Umsetzung zu Ammonsulfat, zuzuführen.

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Aufarbeitung eines Brüdenkondensats aus der Ammonsulfateindampfung, bei dem ein mit Ammoniakverbindungen, Kohlendioxidverbindungen und Organika, wie z.B. Cyclohexanon und Cyclohexanonoxim, beladenes Brüdenkondensat behandelt wird, wobei erfindungsgemäß das Brüdenkondensat in einer ersten Stufe destillativ bei Drücken zwischen 80 kPa bis 500 kPa in ein aufkonzentriertes wäßriges Gemisch von Ammoniakverbindungen, Kohlendioxid und Organika im Kopf und Kondensat im Sumpf getrennt wird.
Das Kopfprodukt wird bei 313 bis 400 K kondensiert und nachfolgend in einer zweiten Stufe durch eine Neutralisation mit Schwefelsäure zu Ammonsulfat umgesetzt, wobei unter Ausnutzung der Neutralisationswärme das Kohlendioxid und mindestens 90 % der Organika mit Wasser abgedampft werden. Der Anteil der Organika in diesem Abdampfprodukt liegt bei 5 bis 30 Ma-%.
Die entstandene 20 bis 50 %ige Ammonsulfatlösung wird der Eindampfung zugeführt.

Der Vorteil dieser Erfindung liegt in ihrem einfachen technologischen Aufbau und der hohen energetischen Effektivität. Ein bis dahin eine hohe Umweltbelastung darstellendes Abwasser kann bei niedrigem Platzbedarf in Kondensat, Ammonsulfat sowie Organika umgesetzt werden, so daß ein vollständiger Recycling erreicht werden kann.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einem Ausführungsbeispiel erläutert.

107833 kg/h Brüdenkondensat aus der Ammonsulfateindampfung der folgenden Zusammensetzung:

Ammonsulfat	64 kg/h
Cyclohexanon	33 kg/h
Cyclohexanonoxim	33 kg/h
Ammoniak	92 kg/h
Kohlendioxid	54 kg/h
Wasser	107550 kg/h

werden mit einer Temperatur von 369 K in eine Trennkolonne mit 8 m Füllkörperschüttung (6 m Untersäule, 2 m Obersäule) eingespeist.

Bei einem Druck von 0,11 MPa und einer Sumpftemperatur von 375 K werden über Kopf Ammoniak, CO_2 und die Organika abgetrieben.
Im Sumpf wird ein gereinigtes Kondensat abgenommen (105249 kg/h). Das Kopfprodukt wird in einem Kondensator von 368 auf 323 K gekühlt und dabei kondensiert.
Dieses mit Organika verschmutzte Ammoniakwasser (20 %ig) wird in ein Rührgefäß geleitet, in das über eine Dosierpumpe Schwefelsäure zugespeist wird.
Im Rührgefäß findet die Reaktion beider Produkte zu Ammonsulfat bei einer Temperatur von 380 K statt. Aus dem Rührgefäß werden durch die Reaktionswärme die Organika zusammen mit 300 kg/h Wasser abgedampft. Nach Kondensation können diese Produkte wieder dem Prozeß zugeführt werden.
Das Ammonsulfat (40 %ig) wird zur Eindampfung gepumpt. Es handelt sich um 828 kg/h.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Aufarbeitung eines Brüdenkondensats aus der Ammonsulfateindampfung, bei dem ein mit Ammoniakverbindungen, Kohlendioxidverbindungen und Organika, wie z.B. Cyclohexanon und Cyclohexanonoxim, beladenes Brüdenkondensat behandelt wird, dadurch gekennzeichnet, daß das Brüdenkondensat in einer ersten Stufe destillativ bei Drücken von 80 kPa bis 500 kPa in ein aufkonzentriertes wäßriges Gemisch von Ammoniakverbindungen, Kohlendioxid und Organika im Kopf und Kondensat im Sumpf getrennt wird, das Kopfprodukt bei 313 bis 400 K kondensiert und nachfolgend in einer zweiten Stufe durch eine Neutralisation mit Schwefelsäure zu Ammonsulfat bei gleichzeitiger Abdampfung der Organika und des Kohlendioxids umgesetzt wird.

2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der zweiten Stufe zur Abtreibung der Organika und des Kohlendioxids die Neutralisationswärme der Ammonsulfatbildung ausgenutzt wird.

3. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Organika und das Kohlendioxid im Verhältnis von 5 bis 30 % zum Wasser abgedampft werden.