



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

(11) DD 293 580 A5

5(51) C 07 D 201/16
C 07 D 223/10

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C. U. D. / 339 694 2

(22) 12. 04. 90

(44) 05. 09. 91

(71) siehe (73)

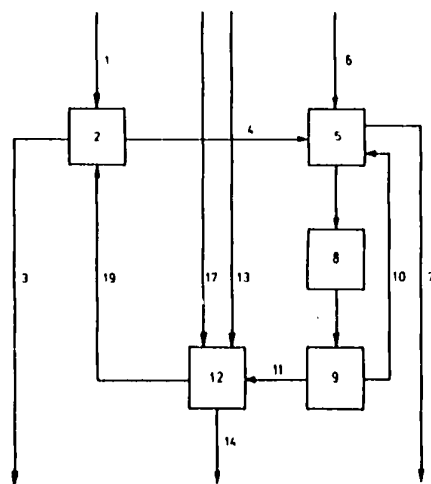
(72) Winzer, Werner; Hofmann, Günter; Seidler, Joachim, Dipl.-Chem.; Herbinger, Jürgen, Dipl.-Ing.; Röse,
Hans-Eberhard; Bühnemann, Helmut, DE

(73) Leuna-Werke AG, O - 4220 Leuna 3, DE

(54) Entfernung von Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der Caprolactamgewinnung

(55) Verunreinigungsentfernung; Extraktionskreislauf;
Caprolactamgewinnung; Raffinat; Sumpfprodukt;
Wasserdampfdestillation; Wasser, sulfithaltig; Wasser,
hydrogensulfithaltig; Wasser, basisch; Wasserwäsche;
Extraktionsmittelrückführung

(57) Die Erfindung betrifft die Entfernung von
Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der
Caprolactamgewinnung. Reinigung des in der zweiten
Stufe der Caprolactamöl-Extraktion als Raffinat
anfallenden Kreislauf-Extraktionsmittels, indem bei der
Gewinnung des Extraktionsmittels aus dem die
Verunreinigungen enthaltenden Sumpfprodukt der ersten
Trennstufe bei der Wasserdampfdestillation in der zweiten
Trennstufe eine Behandlung mit sulfit- und/oder
hydrogensulfithaltigem Wasser vorgenommen wird,
dadurch die Verunreinigungen ausgeschleust werden, das
gewonnene Extraktionsmittel mit basischem Wasser sulfit-
und/oder hydrogensulfitfrei gewaschen und in die
Einspeisung der ersten Trennstufe zurückgeführt wird.
Fig. 2



Figur 2

Patentansprüche:

1. Entfernung von Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der Caprolactamgewinnung durch Reinigung des in der zweiten Stufe des Caprolactam-Extraktion als Raffinat anfallenden Kreislauf-Extraktionsmittels in einer Reihenschaltung von Trennstufen, indem man in einer ersten, aus Verstärker- und Abtriebssäule bestehenden Trennstufe das Kreislauf-Extraktionsmittel unter Einleitung einer geringen Menge gasförmigen Ammoniaks rektifiziert, dabei hochreines Extraktionsmittel als Destillat gewinnt, dieses dem Extraktionskreislauf wieder zuführt, aus dem Sumpfprodukt der ersten Trennstufe das Extraktionsmittel in einer zweiten Trennstufe unter Einspeisung von Wasser durch Wasserdampfdestillation als Destillat gewinnt und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt, **gekennzeichnet dadurch**, daß man bei der Gewinnung des Extraktionsmittels aus dem die Verunreinigungen enthaltenden Sumpfprodukt der ersten Trennstufe bei der Wasserdampfdestillation in der zweiten Trennstufe eine Behandlung mit sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser vornimmt, dadurch die Verunreinigungen ausschleust, das gewonnene Extraktionsmittel mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.
2. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß man den Extraktionsmittelanteil des Destillates der zweiten Trennstufe bei einer Temperatur im Bereich von 20 bis 60°C mit sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser extrahiert, dabei die Verunreinigungen mit dem sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser ausschleust, das Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt, mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.
3. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe in der zweiten Trennstufe unter Einspeisung von sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser vornimmt, dabei die im Sumpfprodukt der ersten Trennstufe enthaltenen Verunreinigungen mit dem Sumpfprodukt der zweiten Trennstufe ausschleust, den Extraktionsmittelanteil des Destillates der zweiten Trennstufe mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.
4. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe in der zweiten Trennstufe unter Einspeisung von sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser vornimmt, den Extraktionsmittelanteil des Destillates der zweiten Trennstufe bei einer Temperatur im Bereich von 20 bis 60°C mit sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser extrahiert, das Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt, mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.
5. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1, 3 und 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß man in der zweiten Trennstufe zur Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe 0,8 bis 1,2 Masseteile Wasser mit einem Sulfit- und bzw. oder Hydrogensulfit-Gehalt im Bereich zwischen 0,001 und 0,15 Mol pro Liter für ein Masseteil Sumpfprodukt anwendet.
6. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1, 2 und 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß man zur Extraktion des Extraktionsmittelanteils des Destillates der zweiten Trennstufe 0,2 bis 1,5 Masseteile Wasser mit einem Sulfit- und bzw. oder Hydrogensulfit-Gehalt im Bereich zwischen 0,001 und 0,15 Mol pro Liter für ein Masseteil Extraktionsmittel anwendet.
7. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß man zur Wäsche des mit Sulfit- und bzw. oder Hydrogensulfit behandelten Extraktionsmittels 0,1 bis 0,8 Masseteile Wasser mit einem Gehalt an basischer Komponente im Bereich zwischen 0,01 und 0,5 Mol pro Liter für ein Masseteil Extraktionsmittel anwendet.
8. Entfernung von Verunreinigungen nach Anspruch 1, 2, 4, 5, 6 und 7, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die Extraktion des Extraktionsmittelanteils des Destillates der zweiten Trennstufe mit sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartigem Wasser und die Wäsche des dabei als Raffinat gewonnenen Extraktionsmittels mit basischem Wasser in einer Extraktionskolonne vereinigt, indem man das sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitartige Wasser und das basische Wasser im Gegenstrom zum Extraktionsmittel führt, dabei das basische Wasser diametral zur Einleitungsstelle für das

Extraktionsmittel in die Extraktionskolonne einspeist und das sulfit- und bzw. oder hydrogensulfit-haltige Wasser als Seitenstrom in an einer Stelle in die Extraktionskolonne einführt, die zwischen der Einspeisestelle für das Extraktionsmittel und der Einleitungsstelle für das basische Wasser angeordnet ist.

Hierzu 3 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der Caprolactamgewinnung durch destillative und extraktive Reinigung des in der zweiten Stufe der Caprolactam-Extraktion als Raffinat anfallenden Kreislauf-Extraktionsmittels.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Bei der Herstellung von Caprolactam wird das Reaktionsgemisch der Beckmann-Umlagerung von Cyclohexanonoxim mittels Ammoniak bzw. Ammoniakwassers neutralisiert. Dabei erhält man Caprolactam- und Ammoniumsulfatlösung. Zwecks Caprolactamgewinnung werden diese Rohprodukte einer Extraktion unterworfen. Es ist allgemein bekannt, in einer ersten Stufe der Extraktion das Caprolactam- und die Ammoniumsulfatlösung mittels organischer Lösungsmittel wie z. B. Benzen, Toluol oder Trichlorethen zu extrahieren und als Extrakt eine Lösung des Caprolactams in dem organischen Lösungsmittel zu gewinnen. Dieser Extrakt wird in einer zweiten Stufe mittels Wassers extrahiert und dabei eine wäßrige Caprolactamlösung gewonnen. Als Raffinat fällt dabei das in der ersten Stufe als Extraktionsmittel eingesetzte organische Lösungsmittel an, das in die erste Stufe zurückgeführt wird. Bei dieser Kreislaufführung des Extraktionsmittels tritt eine Anreicherung von Caprolactam-Verunreinigungen im Extraktionsmittelkreislauf ein. Zur Aufrechterhaltung eines hohen Niveaus der Caprolactamqualität ist es deshalb erforderlich, einen Teil oder die Gesamtmenge des im Kreislauf geführten Extraktionsmittels ständig einer Reinigung mit dem Ziel der Entfernung und Ausschleusung der Caprolactam-Verunreinigungen zu unterwerfen.

Es ist seit langem bekannt, das im Kreislauf geführte Extraktionsmittel zu reinigen, indem man dieses mit konzentrierter Schwefelsäure oder Schwefelsäure-Caprolactam-Gemischen, vorzugsweise mit dem Reaktionsgemisch der Beckmann-Umlagerung, wäscht und anschließend neutralisiert (CS-PS 126063 und 155253, SU-PS 196862). Die zur Wäsche verwendeten konzentrierten Säuren bzw. Säure-Caprolactamgemische werden in den Caprolactamprozeß zurückgeführt. Bei diesen Verfahren werden die sich im Extraktionsmittel-Kreislauf anreichernden Caprolactam-Verunreinigungen nicht ausgeschleust. Die bei Anwendung dieser Verfahren erzielte Caprolactamqualität entspricht deshalb bei weitem nicht den heutigen Anforderungen. In der CS-PS 148343 wird die Säurewäsche des Kreislauf-Extraktionsmittels dahingehend modifiziert, daß man das Kreislauf-Extraktionsmittel nach der Säurewäsche und Neutralisation zusätzlich auf Temperaturen unter -15°C abgekühlt und die dabei in Form von Feststoffen ausfallenden Caprolactam-Verunreinigungen abfiltriert. In einer anderen Modifikation des Verfahrens gemäß CS-PS 148343 wird das Kreislauf-Extraktionsmittel nach der Säure-Wäsche und Neutralisation zusätzlich einer zweistufigen Destillation unterworfen, indem man in der ersten Stufe bei einer Kopftemperatur von 86°C das Kreislauf-Extraktionsmittel abdestilliert und den Destillationsrückstand in einer nachgeschalteten zweiten Stufe bei einer Sumpftemperatur von 124°C einer Wasserdampfdestillation unterwirft. Das in beiden Destillationsstufen als Destillat anfallende Kreislauf-Extraktionsmittel wird vereinigt und nach Abtrennung von Wasser in den Extraktionsprozeß zurückgeführt. Die bei der Anwendung der Reinigung durch eine Säurewäsche auftretenden technischen Probleme haben in Verbindung mit der geringen Qualitätswirksamkeit der Säurewäsche dazu geführt, daß nur noch die Reinigung des Kreislauf-Extraktionsmittels durch die zweistufige Destillation praktische Anwendung findet.

Prozeßanalytische Untersuchungen unter Anwendung moderner Analysenverfahren zur Bestimmung der Spurenverunreinigungen im Kreislauf-Extraktionsmittel haben gezeigt, daß es zur Sicherung eines hohen Qualitätsniveaus des Caprolactams unumgänglich ist, die sich im Kreislauf-Extraktionsmittel anreichernden Spurenverunreinigungen aus diesem abzutrennen und aus dem Prozeß auszuschleusen. Dabei kommt der Ausschleusung der Spurenverunreinigungen in möglichst konzentrierter Form ohne hohen Caprolactam- und bzw. oder Extraktionsmittelanteil ausschlaggebende Bedeutung zu. Die prozeßanalytischen Untersuchungen haben weiterhin ergeben, daß mit den oben angeführten Verfahrensvarianten zur zweistufigen destillativen Reinigung des Kreislauf-Extraktionsmittels nur eine teilweise Entfernung und Ausschleusung erzielt wird. Das ist dadurch begründet, daß bei der Wasserdampfdestillation in der 2. Stufe auf Grund der Phasengleichgewichte wasserdampfflüchtige Verunreinigungen unvermeidbar in die organische Phase des Destillates übergehen und mit dieser in den Extraktionskreislauf zurückgeführt werden. Zur Erreichung einer ausreichenden Caprolactamqualität ist es deshalb erforderlich, 60 bis 100% des in der zweiten Extraktionsstufe als Raffinat anfallenden Kreislauf-Extraktionsmittels einer destillativen Reinigung zu unterwerfen. Das erfordert einen hohen Energieverbrauch und führt zu Materialverlusten.

In der DD-PS 243275 wird eine optimierte Variante des zweistufigen Destillationsverfahrens gemäß CS-PS 148343 vorgeschlagen, indem durch Anwendung einer aus Verstärker- und Abtriebsäule bestehenden Trennkolonne in der ersten Destillationsstufe eine verbesserte Abtrennung der Spurenverunreinigungen mit dem Sumpfprodukt erreicht und dabei hochreines Extraktionsmittel als Destillat erhalten werden soll. Die mit dem Sumpfprodukt der ersten Destillationsstufe abgetrennten Spurenverunreinigungen werden jedoch in der zweiten Destillationsstufe in einer Wasserdampfdestillation nur zum Teil mit dem Sumpfprodukt aus dem Prozeß ausgeschleust. Der überwiegende Teil wird mit der organischen Phase des Destillates der zweiten Destillationsstufe in die Einspeisung der ersten Destillationsstufe zurückgeführt und bewirkt eine Anreicherung der Verunreinigungen in diesem Kreislauf. Eine definitive Bewertung des Effektes der Verfahrensmodifikation gemäß DD-PS 243275 bezüglich der Abtrennung und Ausschleusung von Spurenverunreinigungen aus dem Kreislauf-Extraktionsmittel ist auf Grund unzureichender Angaben im Ausführungsbeispiel nicht möglich.

In der DD-PS 130 134 wird ein dreistufiges Destillationsverfahren zur Reinigung des Kreislauf-Extraktionsmittels beansprucht, indem man in einer ersten Destillationsstufe die Verunreinigungen mit dem Sumpfprodukt abtrennt, dabei hochreines Extraktionsmittel als Destillat gewinnt, das Sumpfprodukt in einer zweiten Destillationsstufe einer Wasserdampfdestillation unterwirft und dabei einen Teil der Verunreinigungen mit dem Sumpfprodukt ausschleust. Aus der organischen Phase des Destillates der Wasserdampfdestillation in der zweiten Stufe, die auf Grund der Phasengleichgewichte unvermeidbar immer einen mehr oder weniger hohen Anteil an wasserdampfflüchtigen Verunreinigungen, wie Cyclohexanon, Cyclohexanon, Cyclohexanonoxim, Anilin, Dianon usw. enthält, werden in einer dritten Destillationsstufe die Verunreinigungen mit dem Sumpfprodukt abgetrennt und ausgeschleust. Das nur geringe Anteile an Verunreinigungen enthaltende Destillat der dritten Stufe führt man in die Einspeisung der ersten Stufe zurück. Der Grad der Abtrennung und Ausschleusung für Verunreinigungen beträgt bei diesem dreistufigen Verfahren 96 bis 98%. Im Vergleich zum zweistufigen Verfahren mit ca. 30% Abtrenngrad erlaubt der hohe Abtrenngrad des dreistufigen Verfahrens eine Verringerung des zu reinigenden Anteils an Kreislauf-Extraktionsmittel von 60 bis 100% auf 30%. Damit können Anlagenkosten und der Energieverbrauch entsprechend verringert werden. Der Nachteil dieses Verfahrens besteht in der auf Grund der Giftigkeit der verwendeten Extraktionsmittel und der Verunreinigungen problematischen Entsorgung des zwar in geringen Mengen, aber mit relativ hohem Extraktionsmittel- und Verunreinigungsanteil anfallenden Sumpfproduktes der dritten Stufe. Die Form und Zusammensetzung dieses Sumpfproduktes schließt die Entsorgung in üblichen Abwasseraufbereitungsanlagen aus. Es sind spezielle Aufarbeitungs- bzw. Entsorgungsverfahren erforderlich. Bei der Anwendung von Trichlorethen als Extraktionsmittel kommen als weiterer Nachteil die stark korrosiv wirkenden Bedingungen in der dritten Stufe hinzu, die die Anwendung von Spezialwerkstoffen für die Apparategestaltung erfordern.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Verunreinigungen aus dem Kreislauf-Extraktionsmittel mit hohem Wirkungsgrad zu entfernen und aus dem Prozeß auszuschleusen, ohne daß Abprodukte mit einem hohen Gehalt an giftigen Substanzen anfallen, die nach speziellen Verfahren entsorgt werden müssen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es bestand die Aufgabe, ein Verfahren zu entwickeln, das es gestattet, die bei der Gewinnung von hochreinem Extraktionsmittel als Destillat durch Rekrifikation des Kreislauf-Extraktionsmittels in einer ersten Trennstufe zunächst im Sumpfprodukt angereicherten und in einer zweiten Trennstufe bei der Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe in den Extraktionsmittelanteil des Destillates übergehenden wasserdampfflüchtigen Verunreinigungen mit hohem Wirkungsgrad in einer Art und Weise auszuschleusen, die die Einleitung in üblicher Abwasseraufbereitungsanlagen gestattet und Bedingungen ausschließt, die die Anwendung spezieller Werkstoffe erfordern.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man bei der Gewinnung des Extraktionsmittels aus dem die Verunreinigungen enthaltenden Sumpfprodukt der ersten Trennstufe bei der Wasserdampfdestillation in der zweiten Trennstufe eine Behandlung mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser vornimmt, dadurch die Verunreinigungen ausschleust, das gewonnene Extraktionsmittel mit basischem Wasser sulfid- und bzw. oder hydrogensulfidfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

Es ist zweckmäßig, wenn man den Extraktionsmittelanteil des Destillates der zweiten Trennstufe bei einer Temperatur im Bereich von 20 und 60°C mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, dabei die Verunreinigungen mit dem sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser ausschleust, das Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt, mit basischem Wasser sulfid- und bzw. oder hydrogensulfidfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

Es ist ebenfalls zweckmäßig, wenn man die Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe in der zweiten Trennstufe unter Einspeisung von sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser vornimmt, dabei die im Sumpfprodukt der ersten Trennstufe enthaltenen Verunreinigungen mit dem Sumpfprodukt der zweiten Trennstufe ausschleust, dem Extraktionsmittelanteil des Destillates mit basischem Wasser sulfid- und bzw. oder hydrogensulfidfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

Bei einem hohen Gehalt an Verunreinigungen ist es zweckmäßig, wenn man die Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe in der zweiten Trennstufe unter Einspeisung von sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser vornimmt, den Extraktionsmittelanteil des Destillates der zweiten Trennstufe bei einer Temperatur im Bereich von 20 bis 60°C mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, das Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt, mit basischem Wasser sulfid- und bzw. oder hydrogensulfidfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

Zweckmäßigerweise wendet man in der zweiten Trennstufe zur Wasserdampfdestillation des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe 0,8 bis 1,2 Masseteile Wasser mit einem sulfid- und bzw. oder Hydrogensulfid-Gehalt im Bereich zwischen 0,001 und 0,15 Mol pro Liter für ein Masseteil Sumpfprodukt und zur Extraktion des Extraktionsmittelanteils des Destillates der zweiten Trennstufe 0,2 bis 1,5 Masseteile Wasser mit einem Sulfid- und bzw. oder Hydrogensulfid-Gehalt ebenfalls im Bereich zwischen 0,001 und 0,15 Mol pro Liter für ein Masseteil Extraktionsmittel an.

Es ist weiterhin zweckmäßig, wenn man zur Wäsche des mit Sulfid und bzw. oder Hydrogensulfid behandelten Extraktionsmittels 0,1 bis 0,8 Masseteile Wasser mit einem Gehalt an basischer Komponente im Bereich zwischen 0,01 und 0,5 Mol pro Liter für ein Masseteil Extraktionsmittel anwendet. Es ist von Vorteil, wenn man die Extraktion des Extraktionsmittelanteils des Destillates der zweiten Trennstufe mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser und die Wäsche des dabei als Raffinat gewonnenen Extraktionsmittels mit basischem Wasser in einer Extraktionskolonne vereinigt, indem man das sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltige Wasser und das basische Wasser im Gegenstrom zum Extraktionsmittel führt, dabei das basische Wasser diametral zur Einleitungsstelle für das Extraktionsmittel in die Extraktionskolonne einspeist und das sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltige Wasser als Seitenstrom an einer Stelle in die Extraktionskolonne einführt, die zwischen der Einspeisestelle für das Extraktionsmittel und der Einleitungsstelle für das basische Wasser angeordnet ist.

Die erfindungsgemäße Arbeitsweise gestattet es, bei Gewinnung von hochreinem Kreislauf-Extraktionsmittel die Verunreinigungen mit einem hohen Wirkungsgrad in Form von wäßrigen Lösungen mit einem geringen Gehalt an Extraktionsmittel und Verunreinigungen zu entfernen und aus dem Prozeß auszuschleusen. Die anfallenden wäßrigen Lösungen können in üblichen Abwasseraufbereitungsanlagen aufgearbeitet bzw. entsorgt werden, ohne daß Umweltschäden verursacht werden.

Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß durch die Behandlung des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe in der zweiten Trennstufe bzw. des Extraktionsmittelanteils des Destillates der zweiten Trennstufe mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser auf Grund der dabei ablaufenden Reaktionen in Kombination mit der Wäsche unter Anwendung basischen Wassers nicht nur wasserlösliche Verunreinigungen, sondern auch in nicht vorhersehbarer Masse wasserunlösliche und wasserdampfflüchtige, die Caprolactamqualität stark verschlechternde Verunreinigungen wie z. B. Anilin, Cyclohexanonoxim, Dianon usw. entfernt und ausgeschleust werden. Besonders hervorzuheben ist, daß bereits geringe Anteile Sulfid und bzw. oder Hydrogensulfid ausreichen, um die Verunreinigungen im hohen Maße aus dem Kreislauf-Extraktionsmittel zu entfernen. Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch in bereits vorhandene Anlagen eingegliedert werden, ohne daß eine Änderung der Grundtechnologie erforderlich ist.

Dabei ist es von Vorteil, daß die erfindungsgemäße Arbeitsweise in verschiedenen Modifikationen entsprechend den Erfordernissen angewendet werden kann. In jedem Fall wird das Kreislauf-Extraktionsmittel in der ersten Trennstufe rektifiziert, dabei hochreines Extraktionsmittel als Destillat gewonnen und in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Das die Verunreinigungen enthaltende Sumpfprodukt der ersten Trennstufe wird in der zweiten Trennstufe einer Wasserdampfdestillation unterworfen. Dabei gewinnt man als Destillat ein Gemisch aus Extraktionsmittel und Wasser. Der Extraktionsmittelanteil des Destillates enthält noch einen mehr oder weniger hohen Anteil an Verunreinigungen. Bei einem weniger hohen Anteil an Verunreinigungen verfährt man erfindungsgemäß in der Weise, daß man den Extraktionsmittelanteil des Destillates der Wasserdampfdestillation in der zweiten Trennstufe mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, mit dem Extrakt die Verunreinigungen ausschleust, das Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt, mit basischem Wasser wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

Enthält das Kreislauf-Extraktionsmittel einen höheren Anteil an Verunreinigungen oder werden höhere Anforderungen an die Caprolactamqualität gestellt, wendet man die erfindungsgemäße Arbeitsweise in der Form an, daß man bei der Wasserdampfdestillation in der zweiten Trennstufe sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltiges Wasser einspeist, mit dem Sumpfprodukt der Wasserdampfdestillation die Verunreinigungen ausschleust, den Extraktionsmittelanteil des Destillates der Wasserdampfdestillation mit basischem Wasser wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

In dem Fall, daß hohe Anforderungen an die Caprolactamqualität gestellt werden und das Kreislauf-Extraktionsmittel einen hohen Anteil an Verunreinigungen enthält, ist die erfindungsgemäße Arbeitsweise in der Art anzuwenden, daß man bei der Wasserdampfdestillation in der zweiten Trennstufe sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltiges Wasser einspeist, einen Teil der Verunreinigungen mit dem Sumpfprodukt der Wasserdampfdestillation ausschleust, den Extraktionsmittelanteil des Destillates der Wasserdampfdestillation mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, den Restanteil der Verunreinigungen mit dem Extrakt ausschleust, das Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt, mit basischem Wasser wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung wird nachfolgend an vier Beispielen und den dazugehörigen Zeichnungen näher erläutert.

Beispiel 1

Eine Prinzipskizze zu Beispiel 1 ist in Figur 1 dargestellt. 15000 Masseteile des in der 2. Stufe der Caprolactamextraktion als Raffinat anfallenden, als Extraktionsmittel verwendeten, stark verunreinigten Benzens mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 1 werden stündlich über die Rohrleitung 1 in eine kontinuierlich betriebene Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule eingespeist.

Am Kopf der Rektifikationsstufe 2 werden durch die Rohrleitung 3 stündlich 14973 Masseteile gereinigtes Benzen mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 2 als Destillat abgezogen und in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Das Sumpfprodukt der 1. Trennstufe, das die Verunreinigungen in konzentrierter Form, entsprechend Tabelle 1, Spalte 3 enthält, wird in einer Menge von 200 Masseteilen pro Stunde über Rohrleitung 4 in eine kontinuierlich betriebene Wasserdampfdestillationsstufe 5 eingeleitet.

Das ebenfalls in diese Stufe über die Rohrleitung 6 in einer Menge von stündlich 240 Masseteilen eingespeiste Wasser enthält 2,3 Masseanteile in % Kaliumhydrogensulfid. Das in der Wasserdampfdestillationsstufe 5 anfallende wäßrige Sumpfprodukt ist benzenfrei, enthält die in der Tabelle 1, Spalte 4 erfaßten Verunreinigungen teilweise in Form von Reaktionsprodukten und wird in einer Menge von 260 Masseteilen pro Stunde einer Abwasseraufbereitungsanlage über Rohrleitung 7 zugeführt. Der in der Wasserdampfdestillationsstufe 5 anfallende Brüden wird in dem Warmübertrager 8 kondensiert, auf 60°C abgekühlt und in dem Trenngefäß 9 in eine wäßrige Phase und eine Benzenphase getrennt. 20 Masseteile wäßrige Phase mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 5 werden stündlich in die Wasserdampfdestillationsstufe 5 über die Rohrleitung 10 zurückgeführt.

Die in dem Trenngefäß 9 stündlich anfallenden 180 Masseteile Benzenphase mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 6 werden durch die Rohrleitung 11 am Boden der Extraktionsstufe 12 eingeleitet und mit der am Kopf der Extraktionsstufe 12 über Rohrleitung 13 in einer Menge von stündlich 270 Masseteilen eingespeisten Kaliumhydrogensulfidlösung, die ebenfalls 2,3 Masseanteile in % Kaliumhydrogensulfid enthält, im Gegenstrom bei 60°C extrahiert.

Der am Boden der Extraktionsstufe in einer Menge von 276,5 Masseteilen pro Stunde anfallende wäßrige Extrakt, der die in Tabelle 1, Spalte 7 angeführten Verunreinigungen teilweise in Form von Reaktionsprodukten enthält, wird über die Rohrleitung 14 ebenfalls einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt. Das über die Rohrleitung 15 der Waschstufe 16 in einer Menge von stündlich 173,5 Masseteilen zugeführte Raffinat der Extraktionsstufe 12 mit einer Zusammensetzung gemäß

Tabelle 1, Spalte 8 wird in dieser mit stündlich 139,5 Masseanteilen verdünnter Kalilauge, die über Rohrleitung 17 in die Waschstufe 16 eingespeist wird und 2,8 Masseanteile in % Kaliumhydroxid enthält, gewaschen. 140 Masseanteile pro Stunde wässriger Waschlösung mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 9 werden über die Rohrleitung 18 in die Abwasseraufbereitungsanlage gefördert. Stündlich 173 Masseanteile gewaschenes Benzen mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 10 werden in die Rektifikationsstufe 2 über die Rohrleitung 19 zurückgeführt. Der Abtrennungsgrad für die Verunreinigungen Cyclohexanon, Cyclohexenon, Anilin, Cyclohexanonoxim, Tetrahydrobenzofurazon, Dianon, Oktahydrophenazin und die nicht identifizierten Verunreinigungen beträgt 98,7%.

Tabelle 1
Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 1
n. n.: nicht nachweisbar

Spalte	1	2	3	4	5
			Stoffstrom in Rohrleitung		
Substanz	1	3	4	7	10
Benzen	99,757	99,932	86,768	n. n.	0,260
Masseanteile in %					
Wasser	0,065	0,066	n. n.	90,062	98,619
Masseanteile in %					
Caprolactam	61	9	45 193	32 138	9 030
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanon	986	11	73 198	38 904	318
Masseanteile in ppm					
Cyclohexenon	75	4	5 376	2 804	60
Masseanteile in ppm					
Anilin	17	n. n.	1 282	535	225
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon	54	n. n.	4 101	2 135	31
Masseanteile in ppm					
Dianon	15	n. n.	1 129	715	10
Masseanteile in ppm					
Oktahydrophenazin	3	n. n.	227	104	8
Masseanteile in ppm					
nicht identifizierte Verunreinigungen	24	n. n.	1 815	1 042	27
Masseanteile in ppm					
KHSO ₃	0	0	0	21 000	1 500
Masseanteile in ppm					
Spalte	6	7	8	9	10
			Stoffstrom in Rohrleitung		
Substanz	11	14	15	18	19
Benzen	96,409	0,271	99,589	0,143	99,709
Masseanteile in %					
Wasser	0,177	95,424	0,150	96,842	0,080
Masseanteile in %					
Caprolactam	3 793	2 403	106	72	48
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanon	25 137	15 470	1 425	1 021	602
Masseanteile in ppm					
Cyclohexenon	1 923	1 190	98	50	58
Masseanteile in ppm					
Anilin	652	393	50	51	8
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon	1 473	834	199	174	59
Masseanteile in ppm					
Dianon	221	137	10	8	4
Masseanteile in ppm					
Oktahydrophenazin	102	63	5	4	2
Masseanteile in ppm					
nicht identifizierte Verunreinigungen	511	315	29	15	17
Masseanteile in ppm					
KHSO ₃	333	22 242	692	857	0
Masseanteile in ppm					
KOH	0	0	0	27 900	0
Masseanteile in ppm					

Beispiel 2

Die Prinzipskizze zum Beispiel 2 ist in Figur 2 dargestellt.

Durch die Rohrleitung 1 werden stündlich 18000 Masseteile des in der 2. Stufe der Caprolactamextraktion anfallenden, verunreinigten Trichlorethens mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 1 in eine kontinuierlich betriebene Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule eingeleitet.

17960 Masseteile pro Stunde Destillat mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 2 werden durch Rohrleitung 3 in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Stündlich 400 Masseteile Sumpfprodukt dieser Trennstufe mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 3 werden über die Rohrleitung 4 in eine kontinuierlich betriebene Wasserdampfdestillationsstufe 5 gefördert. Durch den gegenüber Beispiel 1 geringeren Verunreinigungsgehalt im Sumpfprodukt der Rektifikationsstufe 2 kann auf den Sulfid- und Hydrogensulfidzusatz bei der Wasserdampfdestillation verzichtet werden. In die Wasserdampfdestillationsstufe 5 werden deshalb über Rohrleitung 6 stündlich 400 Masseteile reines Wasser eingespeist. Dadurch bedingt, werden mit dem in einer Menge von 436 Masseteilen pro Stunde anfallenden, trichlorethenfreien, wäßrigen Sumpfprodukt der Wasserdampfdestillation mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 4 weniger Verunreinigungen ausgeschleust und über die Rohrleitung 7 einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt. Der bei der Wasserdampfdestillation anfallende Brüden wird im Wärmeübertrager 8 kondensiert, auf 30 °C abgekühlt und in dem Trenngefäß 9 in stündlich 25 Masseteile wäßrige Phase mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 5 und 364 Masseteile Trichlorethenphase, die entsprechend Tabelle 2, Spalte 6 zusammengesetzt ist, getrennt.

Die wäßrige Phase wird über Rohrleitung 10 in die Wasserdampfdestillationsstufe 5 zurückgeführt. Die Trichlorethenphase wird über die Rohrleitung 11 der Extraktionsstufe 12 zugeführt, die die Extraktion mit Natriumsulfidlösung und die basische Wäsche derart in sich vereint, daß die Trichlorethenphase aus dem Trenngefäß 9 am Kopf der Extraktionsstufe 12 über Rohrleitung 11, 182 Masseteile pro Stunde wäßrige Natriumsulfidlösung mit einem Natriumsulfidgehalt von 0,8 Masseanteilen in % im Seitenstrom über Rohrleitung 13 und stündlich 109 Masseteile stark verdünnte wäßrige Natronlauge mit einem Natriumhydroxidgehalt von 0,04 Masseanteilen in % durch Rohrleitung 17 am Boden der Extraktionsstufe 12 eingeführt werden. Der in einer Menge von 295 Masseteilen pro Stunde am Kopf der Extraktionsstufe 12 anfallende Extrakt, der die in Tabelle 2, Spalte 7 angeführten Verunreinigungen teilweise in Form von Reaktionsprodukten enthält, wird durch die Rohrleitung 14 in eine Abwasseraufbereitungsanlage gefördert.

Das am Boden der Extraktionsstufe 12 in einer Menge von stündlich 360 Masseteilen anfallende, extrahierte und gewaschene Trichlorethen mit einem Verunreinigungsgehalt entsprechend Tabelle 2, Spalte 8 wird über die Rohrleitung 19 in die Rektifikationsstufe 2 zurückgeführt.

Der Abtrenngrad für die Verunreinigungen analog Beispiel 1 beträgt 98,9%.

Tabelle 2

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 2

n. n.: nicht nachweisbar

Spalte	1	2	3	4	5
			Stoffstrom in Rohrleitung		
Substanz	1	3	4	7	10
Trichlorethen					
Masseanteile in %	99,750	99,969	90,058	n. n.	0,158
Wasser					
Masseanteile in %	0,030	0,031	n. n.	91,700	99,820
Caprolactam					
Masseanteile in ppm	1932	5	86 743	79 514	201
Cyclohexanon					
Masseanteile in ppm	217	2	9 760	2 434	5
Cyclohexanon					
Masseanteile in ppm	25	1	1 097	246	3
Anilin					
Masseanteile in ppm	6	n. n.	273	42	3
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon					
Masseanteile in ppm	14	n. n.	635	400	5
Dianon					
Masseanteile in ppm	5	n. n.	227	118	2
Oktahydrophenazin					
Masseanteile in ppm	2	n. n.	91	53	1
nicht identifizierte Verunreinigungen					
Masseanteile in ppm	13	n. n.	591	194	4

Spalte	6	7	8
		Stoffstrom in Rohrleitung	
Substanz	11	14	19
Trichlorethen			
Masseanteile in %	98,980	0,153	99,955
Wasser			
Masseanteile in %	0,037	98,174	0,029
Caprolactam			
Masseanteile in ppm	79	61	30
Cyclohexanon			
Masseanteile in ppm	7 809	8 936	94
Cyclohexenon			
Masseanteile in ppm	911	1 101	19
Anilin			
Masseanteile in ppm	250	305	3
Cyclohexanoxim und Tetrahydrobenzofurazon			
Masseanteile in ppm	218	263	5
Dianon			
Masseanteile in ppm	108	131	2
Oktahydrophenazin			
Masseanteile in ppm	36	43	1
nicht identifizierte Verunreinigungen			
Masseanteile in ppm	417	506	7
Na ₂ SO ₃			
Masseanteile in ppm	0	5 241	0
NaOH			
Masseanteile in ppm	0	148	0

Beispiel 3

Die Beschreibung des Beispiels 3 erfolgt ebenfalls anhand der Figur 2.

In eine erste Trennstufe, die wie in den vorhergehenden Beispielen aus einer kontinuierlich betriebenen Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule besteht, werden über die Rohrleitung 1 stündlich 16000 Masseteile verunreinigtes Trichlorethen mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 1 eingeleitet. 15965 Masseteile pro Stunde gereinigtes Trichlorethen als Destillat der Rektifikationsstufe 2, mit den Bestandteilen entsprechend Tabelle 3, Spalte 2 werden durch Rohrleitung 3 in den Extraktionskreislauf zurückgeführt.

500 Masseteile Sumpfpunkt, dessen Zusammensetzung in Tabelle 3, Spalte 3 erfaßt ist, werden über die Rohrleitung 4 der Wasserdampfdestillationsstufe 5 zugeführt. Die gegenüber Beispiel 2 erhöhten Gehalte an Cyclohexanon, Cyclohexenon und Anilin lassen in Beispiel 3 den Einsatz von wäßriger Sulfid- und bzw. oder Hydrogensulfidlösung zweckmäßig erscheinen. Dazu werden über die Rohrleitung 6 stündlich 400 Masseteile wäßriger Lösung mit 0,25 Masseanteilen Natriumsulfid und 0,21 Masseanteilen Natriumhydrogensulfid in % in die Wasserdampfdestillationsstufe 5 eingeleitet. Das in einer Menge von 434,5 Masseteilen pro Stunde anfallende wäßrige Sumpfpunkt enthält den überwiegenden Teil der Verunreinigungen gemäß Tabelle 3, Spalte 4 teilweise in Form von Reaktionsprodukten und wird über die Rohrleitung 7 in eine Abwasseraufbereitungsanlage gefördert. Der in der Wasserdampfdestillationsstufe 5 anfallende Brüden wird in dem Wärmeübertrager 8 kondensiert, auf 20°C abgekühlt und im Trenngefäß 9 in eine wäßrige Phase und eine Trichlorethenphase getrennt. Die wäßrige Phase mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 5 wird in einer Menge von stündlich 30 Masseteilen über Rohrleitung 10 in die Wasserdampfdestillationsstufe 5 zurückgeführt. Durch die in der Trichlorethenphase des Trenngefäßes 9, gemäß Tabelle 3, Spalte 6, gegenüber Beispiel 2 geringere Verunreinigungsmenge können sowohl die Mengen als auch die Konzentrationen der in der nachfolgenden kombinierten Extraktions- und Waschstufe eingesetzten Lösungen reduziert werden.

Zur weiteren Reinigung wird die Trichlorethenphase aus dem Trenngefäß 9 in einer Menge von stündlich 465,5 Masseteilen über Rohrleitung 11 am Kopf der Extraktionsstufe 12 eingeleitet. 100 Masseteile pro Stunde wäßrige Extraktionsmittellösung mit 0,013 Masseanteilen Natriumsulfid und 0,010 Masseanteilen Natriumhydrogensulfid in % werden im Seitenstrom und 50 Masseteile pro Stunde basische Waschlösung mit 0,04 Masseanteilen in % Natriumhydroxid werden am Boden der Extraktionsstufe 12 zugeführt.

Der in einer Menge von stündlich 150,5 Masseteilen anfallende wäßrige Extrakt mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 7 wird durch Rohrleitung 14 einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt. Die Rückführung von stündlich 465 Masseteilen gewaschenem Trichlorethen, dessen Zusammensetzung in Tabelle 3, Spalte 8 erfaßt ist, erfolgt über die Rohrleitung 19 in die Einspeisung der Rektifikationsstufe 2.

Der Abtrennungsgrad für Verunreinigungen analog Beispiel 1 beträgt 98,7%.

Tabelle 3
Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 3
 n. n.: nicht nachweisbar

Spalte	1	2	3	4	5
			Stoffstrom in Rohrleitung		
Substanz	1	3	4	7	10
Trichlorethen					
Masseanteile in %	99,751	99,968	92,998	n. n.	n. n.
Wasser					
Masseanteile in %	0,030	0,031	n. n.	91,604	99,796
Caprolactam					
Masseanteile in ppm	1 593	4	50 868	58 493	78
Cyclohexanon					
Masseanteile in ppm	492	5	15 697	17 662	75
Cyclohexenon					
Masseanteile in ppm	57	1	1 805	1 982	12
Anilin					
Masseanteile in ppm	13	n. n.	422	415	10
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon					
Masseanteile in ppm	20	1	615	625	35
Dianon					
Masseanteile in ppm	5	n. n.	164	154	7
Oktahydrophenazin					
Masseanteile in ppm	3	n. n.	97	103	2
nicht identifizierte Verunreinigungen					
Masseanteile in ppm	12	1	360	374	5
Na ₂ SO ₃	0	0	0	2 255	150
Masseanteile in ppm					
NaHSO ₃	0	0	0	1 896	130
Masseanteile in ppm					
Spalte	6	7	8		
		Stoffstrom in Rohrleitung			
Substanz	11	14	19		
Trichlorethen					
Masseanteile in %	99,890	0,146	99,951		
Wasser					
Masseanteile in %	0,030	99,634	0,032		
Caprolactam					
Masseanteile in ppm	41	60	22		
Cyclohexanon					
Masseanteile in ppm	364	785	110		
Cyclohexenon					
Masseanteile in ppm	89	233	14		
Anilin					
Masseanteile in ppm	66	183	7		
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon					
Masseanteile in ppm	78	217	8		
Dianon					
Masseanteile in ppm	32	87	4		
Oktahydrophenazin					
Masseanteile in ppm	8	21	1		
nicht identifizierte Verunreinigungen					
Masseanteile in ppm	38	90	9		
Na ₂ SO ₃					
Masseanteile in ppm	43	219	0		
NaHSO ₃					
Masseanteile in ppm	37	179	0		
NaOH					
Masseanteile in ppm	0	133	0		

Beispiel 4

In Figur 3 ist eine Prinzipskizze zu Beispiel 4 enthalten.

In eine kontinuierlich betriebene Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule werden über die Rohrleitung 1 stündlich 15000 Masseteile schwach verunreinigtes Toluol, welches als Rückstand der 2. Stufe der Caprolactamextraktion anfällt und eine Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 1 besitzt, zugeleitet. 14990 Masseteile pro Stunde hochreines Toluol als Destillat mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 4, Spalte 2 werden über Leitung 3 in den Extraktionskreislauf zurückgeführt.

Das Sumpfprodukt in einer Menge von stündlich 400 Masseteilen und einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 3 wird über Rohrleitung 4 in die Wasserdampfdestillationsstufe 5 gefördert. Die dieser Stufe über Rohrleitung 6 in einer Menge von 400 Masseteilen pro Stunde zugeleitete wässrige Lösung enthält 0,6 Masseanteile in % Ammoniumhydrogensulfid.

409,8 Masseteile wässriges Sumpfprodukt der Wasserdampfdestillationsstufe 5, welches entsprechend Tabelle 4, Spalte 4 zusammengesetzt ist, wird durch Rohrleitung 7 in eine Abwasseraufbereitungsanlage gefördert.

Der im Wärmeübertrager 8 kondensierte und auf 30°C abgekühlte Brüden wird in dem Trenngefäß 9 in 100 Masseteile pro Stunde wässrige Phase mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 5 und stündlich 390,2 Masseteile Toluolphase, Zusammensetzung entsprechend Tabelle 4, Spalte 6, aufgetrennt. Die wässrige Phase wird über die Rohrleitung 10 in die Wasserdampfdestillationsstufe zurückgeführt. Aufgrund des nur noch sehr geringen Verunreinigungsgehaltes in der Toluolphase kann auf eine nachfolgende Extraktion dieser Phase mit wässriger Sulfid- und bzw. oder Hydrogensulfidlösung verzichtet werden, und die Toluolphase aus dem Trenngefäß 9 wird lediglich über die Rohrleitung 11 einer Waschstufe 16 zugeführt und in dieser mit 120 Masseteilen pro Stunde einer über Rohrleitung 17 zugeleiteten wässrigen Lösung, die 0,08 Masseanteile in % Ammoniak enthält, im Gegenstrom gewaschen.

Stündlich 120,2 Masseteile Waschlösung, zusammengesetzt entsprechend Tabelle 4, Spalte 7, werden durch die Rohrleitung 18 in eine Abwasseraufbereitungsanlage gefördert.

390 Masseteile pro Stunde gereinigtes und gewaschenes Toluol mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 8 werden über Rohrleitung 19 in die Einspeisung der Rektifikationsstufe zurückgeführt. Der Abtrennungsgrad für Verunreinigungen analog Beispiel 1 beträgt 98,4%.

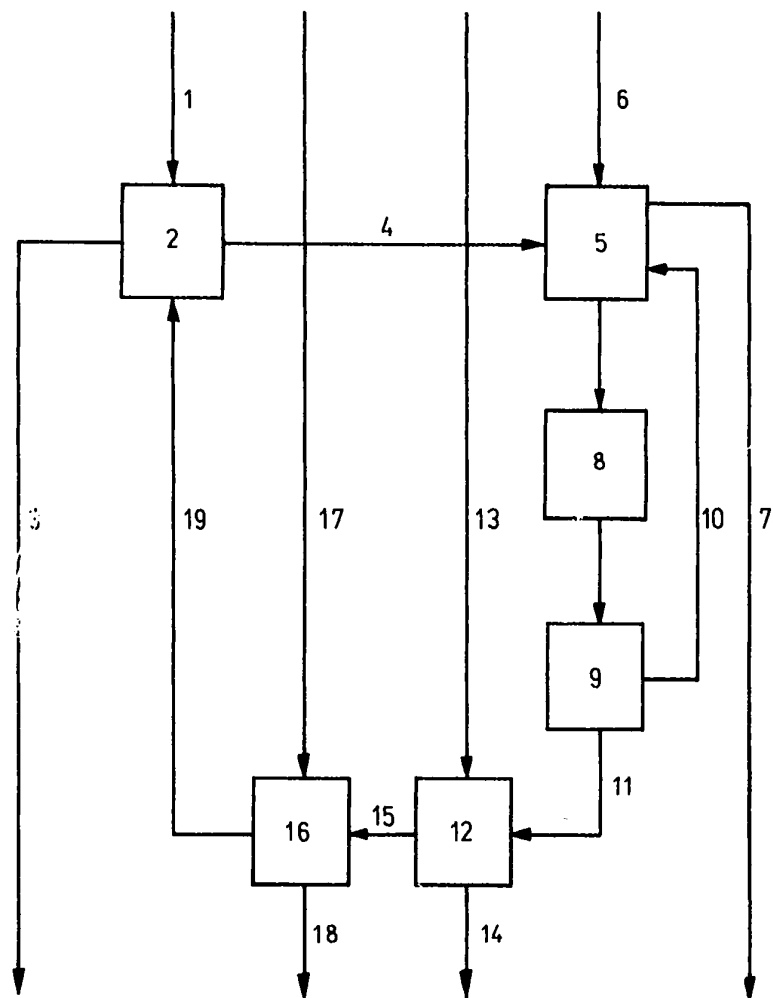
Tabelle 4

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 4

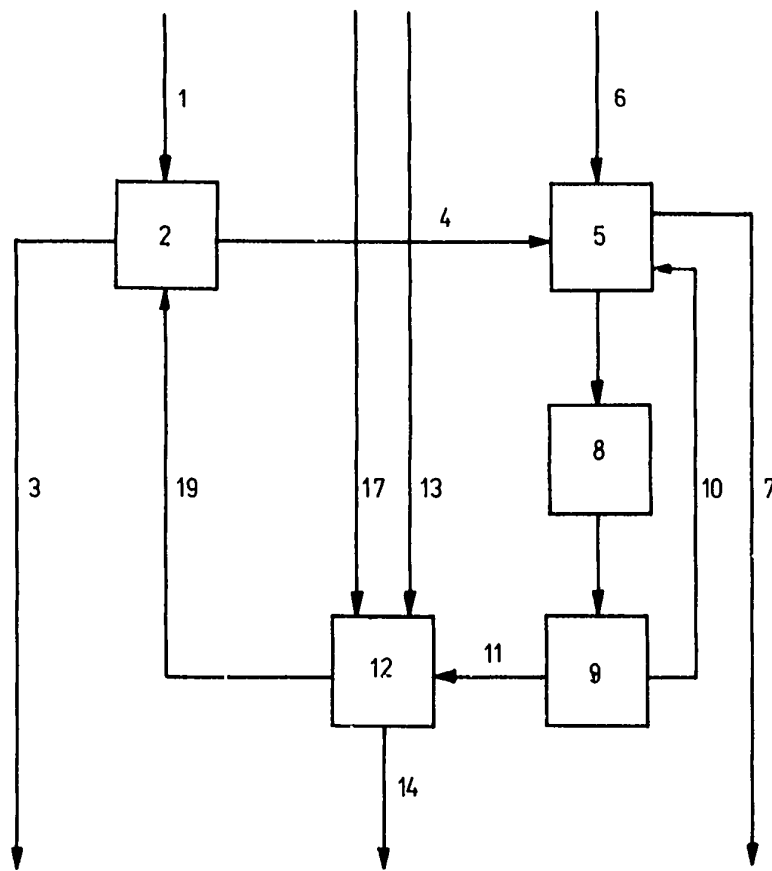
n. n.: nicht nachweisbar

Spalte	1	2	3	4	5
			Stoffstrom in Rohrleitung		
Substanz	1	3	4	7	10
Toluol					
Masseanteile in %	99,882	99,948	97,452	n. n.	0,072
Wasser					
Masseanteile in %	0,050	0,051	n. n.	98,952	99,883
Cyrolactam					
Masseanteile in ppm	620	3	23 161	22 518	254
Cyclohexanon					
Masseanteile in ppm	24	1	881	790	13
Cyclohexanon					
Masseanteile in ppm	11	n. n.	418	393	5
Anilin					
Masseanteile in ppm	5	n. n.	191	176	3
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon					
Masseanteile in ppm	11	n. n.	415	397	4
Dianon					
Masseanteile in ppm	3	n. n.	114	108	1
Oktahydrophenazin					
Masseanteile in ppm	1	n. n.	39	36	n. n.
nicht identifizierte Verunreinigungen					
Masseanteile in ppm	7	n. n.	264	255	n. n.
(NH ₄)HSO ₃					
Masseanteile in ppm	0	0	0	5 805	173

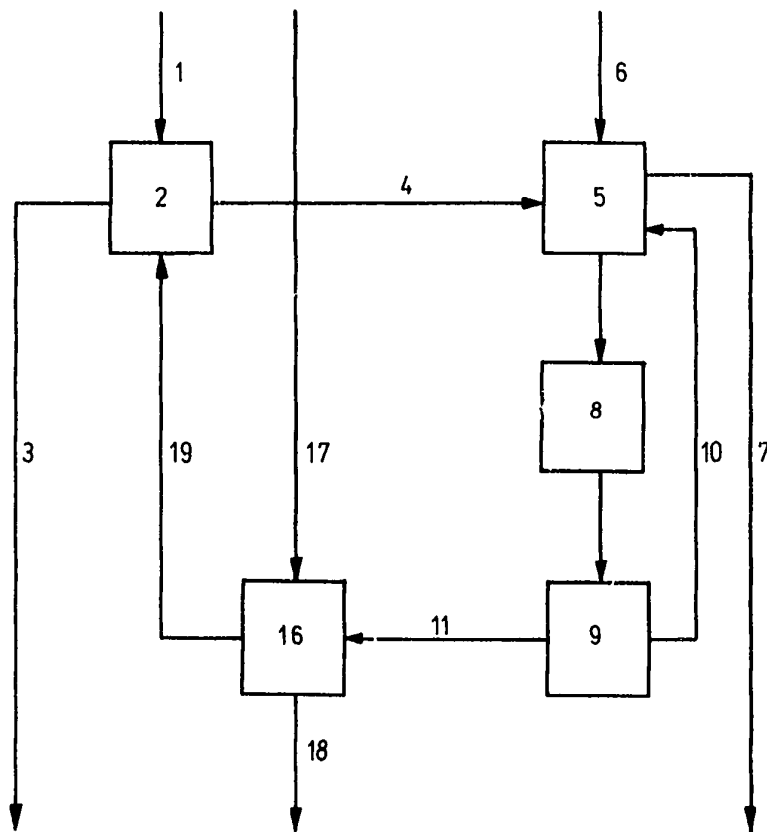
Spalte	6	7	8
		Stoffstrom in Rohrleitung	
Substanz	11	18	19
Toluen			
Masseanteile in %	99,900	0,035	99,940
Wasser			
Masseanteile in %	0,074	99,819	0,054
Caprolactam			
Masseanteile in ppm	94	227	24
Cyclohexanon			
Masseanteile in ppm	73	176	19
Cyclohexenon			
Masseanteile in ppm	16	32	6
Anilin			
Masseanteile in ppm	10	22	3
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazon			
Masseanteile in ppm	8	19	2
Dianon			
Masseanteile in ppm	3	7	1
Oktahydrophenazin			
Masseanteile in ppm	2	3	1
nicht identifizierte Verunreinigungen			
Masseanteile in ppm	2	3	1
(NH ₄)HSO ₃			
Masseanteile in ppm	54	175	0
NH ₃	0	799	0



Ffigur 1



Figur 2



Figur 3