



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

(11) DD 293 579 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 07 D / 339 693 4

(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

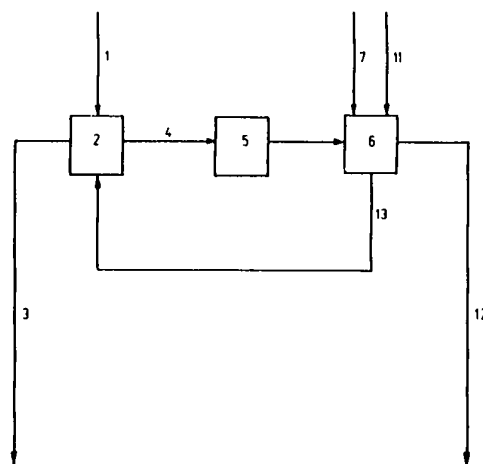
(73) Leuna-Werke AG, O - 4220 Leuna 3, DE

(54) Abtrennung von Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der Caprolactamgewinnung

(55) Verunreinigungsabtrennung; Caprolactamgewinnung;
Caprolactamöl-Extraktion; Sumpfpunkt;
Extraktionstemperatur; Extraktionsmittel; Wasserwäsche,
basisch; Wasser, sulfithaltig; Wasser, hydrogensulfithaltig;
Extraktionsmittelrückführung

(57) Die Erfindung betrifft die Abtrennung von
Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der
Caprolactamgewinnung. Reinigung des in der zweiten
Stufe der Caprolactamöl-Extraktion als Raffinat
anfallenden Kreislauf-Extraktionsmittels, indem das
Sumpfpunkt der ersten Trennstufe in einer zweiten
Trennstufe bei einer Temperatur von 25 bis 65°C mit sulfid-
und/oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, dabei
das im Sumpfpunkt enthaltene Extraktionsmittel als
Raffinat gewinnt und die Verunreinigungen mit dem
Wasser als Extrakt aus dem Prozeß ausgeschleust, das als
Raffinat gewonnene Extraktionsmittel mit basischem
Wasser sulfid- und/oder hydrogensulfidfrei gewaschen und
in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückgeführt
wird. Fig. 2

Figur 2



Patentansprüche:

1. Abtrennung von Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der Caprolactamgewinnung durch Reinigung des in der zweiten Stufe der Caprolactamöl-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 und das Sumpfprodukt in weiteren Trennstufen so aufarbeitet, daß die im Sumpfprodukt enthaltenen Verunreinigungen mit geringem Extraktionsmittelanteil ausgeschleust werden, **gekennzeichnet dadurch**, daß man das Sumpfprodukt der ersten Trennstufe in einer zweiten Trennstufe bei einer Temperatur im Bereich von 25 bis 65°C mit sulfit- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, dabei das im Sumpfprodukt enthaltene Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt und die Verunreinigungen mit dem sulfit- und bzw. oder hydrogensulfithaltigen Wasser als Extrakt aus dem Prozeß ausschleust, das als Raffinat gewonnene Extraktionsmittel anschließend mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt.
2. Abtrennung von Verunreinigungen nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß man in der zweiten Trennstufe zur Extraktion des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe 0,2 bis 1,5 Masseteile Wasser mit einem Gehalt an Sulfit- und bzw. oder Hydrogensulfit im Bereich zwischen 0,001 und 0,15 Mol pro Liter für ein Masseteil Sumpfprodukt verwendet.
3. Abtrennung von Verunreinigungen nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß man zur Wäsche des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen 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.
4. Abtrennung von Verunreinigungen nach Anspruch 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die Extraktion des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe mit sulfit- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser und die Wäsche des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen Extraktionsmittels mit basischem Wasser in einer Extraktionskolonne vereinigt, indem man das sulfit- und bzw. oder hydrogensulfithaltige Wasser und das basische Wasser im Gegenstrom zum Sumpfprodukt der ersten Trennstufe führt, dabei das basische Wasser diametral zur Einleitungsstelle für das Sumpfprodukt der ersten Trennstufe in die Extraktionskolonne einleitet und das sulfit- und bzw. oder hydrogensulfithaltige Wasser als Seitenstrom an einer Stelle in die Extraktionskolonne einführt, die zwischen der Einleitungsstelle für das Sumpfprodukt der ersten Trennstufe und der Einleitungsstelle für das basische Wasser angeordnet ist.
5. Abtrennung von Verunreinigungen nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß man einen Teil oder die Gesamtmenge des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen und mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei gewaschenen Extraktionsmittels in einer dritten, aus Verstärker- und Abtriebssäule bestehenden Trennstufe rektifiziert, dabei als Kopfprodukt hochreines Extraktionsmittel gewinnt, dieses dem Extraktionskreislauf wieder zuführt und das Sumpfprodukt in die Einspeisung der zweiten Trennstufe zurückführt.
6. Abtrennung von Verunreinigungen nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß man einen Teil oder die Gesamtmenge des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen und mit basischem Wasser sulfit- und bzw. oder hydrogensulfitfrei gewaschenen Extraktionsmittels in einer dritten Trennstufe unter Einspeisung von Wasser einer Wasserdampfdestillation unterwirft, den Extraktionsmittelanteil des Destillates in die Einspeisung der ersten Trennstufe und den Wasseranteil des Destillates in die Einspeisung der dritten Trennstufe zurückführt und das extraktionsmittelfreie Sumpfprodukt aus dem Prozeß ausschleust.

Hierzu 3 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von Verunreinigungen aus dem Extraktionskreislauf der Caprolactamgewinnung durch destillative und extraktive Reinigung des in der zweiten Stufe der Caprolactamölextraktion 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 Caprolactamöl und Ammoniumsulfatlösung. Zwecks Caprolactamgewinnung werden diese Rohprodukte einer Extraktion unterworfen. Es ist allgemein bekannt, in einer ersten Stufe der Extraktion das Caprolactamöl 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 Abtrennung 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 Einigung 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 Spurenverunreinigung 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. der 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 Abtrennung 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 130134 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 Zusammenhang dieses Sumpfproduktes

schließt die Entsorgung in üblichen Abwasseraufbereitungen aus. Es sind spezielle Aufarbeitungs- bzw. Entsorgungsverfahren erforderlich. Bei der Anwendung von Trichlorethan 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 abzutrennen und 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 Rektifikation des Kreislauf-Extraktionsmittels in einer ersten Trennstufe im Sumpfprodukt angereicherten Verunreinigungen mit hohem Wirkungsgrad in einer Art und Weise auszuschleusen, die die Einleitung in übliche Abwasseraufbereitungsanlagen gestattet und Bedingungen ausschließt, die die Anwendung spezieller Werkstoffe erfordern. Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man das Sumpfprodukt der ersten Trennstufe in einer zweiten Trennstufe bei einer Temperatur im Bereich von 25 bis 65°C mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser extrahiert, dabei das im Sumpfprodukt enthaltene Extraktionsmittel als Raffinat gewinnt und die Verunreinigungen mit dem sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser als Extrakt aus dem Prozeß ausgeschleust, das als Raffinat gewonnene Extraktionsmittel anschließend mit basischem Wasser sulfid- bzw. hydrogensulfidfrei wäscht und in die Einspeisung der ersten Trennstufe zurückführt. Zweckmäßigerweise verwendet man in der zweiten Trennstufe zur Extraktion des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe 0,2 bis 1,5 Masseteile Wasser mit einem Gehalt an Sulfid und bzw. oder Hydrogensulfid im Bereich zwischen 0,001 und 0,15 Mol pro Liter für ein Masseteil Sumpfprodukt.

Es ist weiterhin zweckmäßig, zur Wäsche des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen 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 anzuwenden. Vorteilhafterweise vereinigt man die Extraktion des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe mit sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltigem Wasser und die Wäsche des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen Extraktionsmittels mit basischem Wasser in einer Extraktionskolonne, indem man das sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltige Wasser und das basische Wasser im Gegenstrom zum Sumpfprodukt der ersten Trennstufe führt, dabei das basische Wasser diametral zur Einleitungsstelle für das Sumpfprodukt der ersten Trennstufe in die Extraktionskolonne einleitet und das sulfid- und bzw. oder hydrogensulfithaltige Wasser als Seitenstrom an einer Stelle in die Extraktionskolonne einführt, die zwischen der Einleitungsstelle für das Sumpfprodukt der ersten Trennstufe und der Einleitungsstelle für das basische Wasser angeordnet ist.

Es ist weiterhin vorteilhaft, wenn man einen Teil oder die Gesamtmenge des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen und mit basischem Wasser sulfid- und bzw. oder hydrogensulfidfrei gewaschenen Extraktionsmittels in einer dritten, aus Verstärker- und Abtriebssäule bestehenden Trennstufe rektifiziert, dabei als Kopfprodukt hochreines Extraktionsmittel gewinnt, dieses dem Extraktionskreislauf wieder zuführt und das Sumpfprodukt in die Einspeisung der zweiten Trennstufe zurückführt.

Es ist gleichermaßen vorteilhaft, wenn man einen Teil oder die Gesamtmenge des in der zweiten Trennstufe als Raffinat gewonnenen mit basischem Wasser sulfid- und bzw. oder hydrogensulfidfrei gewaschenen Extraktionsmittels in einer dritten Trennstufe unter Einspeisung von Wasser einer Wasserdampfdestillation unterwirft, den Extraktionsmittelanteil des Destillates in die Einspeisung der ersten Trennstufe und den Wasseranteil des Destillates in die Einspeisung der dritten Trennstufe zurückführt und das extraktionsmittelfreie Sumpfprodukt aus dem Prozeß ausschleust.

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 abzutrennen und aus dem Prozeß auszuschleusen. Diese wäßrigen Lösungen können in üblichen Abwasseraufbereitungsanlagen aufgearbeitet bzw. entsorgt werden. Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß durch die Extraktion des Sumpfproduktes der ersten Trennstufe mit sulfid- und bzw. hydrogensulfithaltigem Wasser und die dabei ablaufenden Reaktionen in Kombination mit der Wäsche unter Anwendung basischen Wassers nicht nur wasserlösliche Verunreinigungen, sondern auch in nicht vorhersehbarem Maße wasserunlösliche und damit wasserdampfflüchtige, die Caprolactamqualität stark verschlechternde Verunreinigungen wie z. B. Anilin, Cyclohexanonoxim, Dianon usw. abgetrennt und ausgeschleust werden. Besonders hervorzuheben ist, daß bereits geringe Anteile Sulfid- und bzw. oder Hydrogensulfid ausreichen, um die Verunreinigungen im hohen Maße aus dem Sumpfprodukt abzutrennen. Das erfindungsgemäße Verfahren kann in bereits bestehende Anlagen eingegliedert werden, ohne daß eine Änderung der Grundtechnologie erforderlich ist.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

Eine Prinzipskizze zu Beispiel 1 ist in Figur 1 dargestellt.

14000 Masseteile des in der 2. Stufe der Caprolactamextraktion als Raffinat anfallenden, als Extraktionsmittel verwendeten, verunreinigten Trichlorethens 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 13988 Masseteile hochreines Trichlorethan mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 2 als Destillat abgezogen und in den Extraktionskreislauf zurückgeführt.

Das Sumpfprodukt der 1. Trennstufe, dessen Zusammensetzung in Tabelle 1, Spalte 3 erfaßt ist, wird über Rohrleitung 4 dem Wärmeübertrager 5 zugeführt und nach Abkühlung von 88°C auf 25°C am Kopf in den Extraktor 6 als 2. Trennstufe eingeleitet. In diesem Extraktor 6 erfolgen die Umsetzung eines großen Teils der im Trichlorethen enthaltenen Verunreinigungen mit dem als 0,8%ige wäßrige Lösung in einer Menge von 500 Masseanteilen pro Stunde in den unteren Teil des Extraktors über Rohrleitung 7 eingebrachten Natriumhydrogensulfits und der Übergang des überwiegenden Teils der Reaktionsprodukte und der Verunreinigungen in die wäßrige Extraktphase.

Dieser in einer Menge von 511 Masseanteilen pro Stunde anfallende Extrakt, der über Rohrleitung 8 einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt wird, besteht aus 97,1 Masseanteilen in Prozent aus Wasser und enthält teilweise in Form von Reaktionsprodukten 6980 Masseanteile in ppm Natriumhydrogensulfit, 1380 Masseanteile in ppm Trichlorethen, 17615 Masseanteile in ppm Caprolactam, 1 196 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 528 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 153 Masseanteile in ppm Anilin, 510 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 98 Masseanteile in ppm Dianon, 50 Masseanteile in ppm Oktahydrophenazin und 393 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen.

Das am Unterteil des Extraktors 6 in einer Menge von 989 Masseanteilen pro Stunde anfallende Raffinat mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 1, Spalte 4 wird über die Rohrleitung 9 in einen weiteren Extraktor 10 eingeleitet und in diesem mit stündlich 100 Masseanteilen einer 0,2%igen wäßrigen Ammoniaklösung, die über Rohrleitung 11 in den unteren Teil des Extraktors 10 eingespeist wird, sulfittfrei gewaschen, wobei ein weiterer Teil der Verunreinigungen bzw. deren Reaktionsprodukte mit Natriumhydrogensulfit aus dem Trichlorethen entfernt wird.

Die in diesem Extraktor 10 als Extrakt in einer Menge von 101 Masseanteilen pro Stunde anfallende verunreinigte Waschlösung bestehend aus 98,16 Masseanteilen in % Wasser, 4289 Masseanteile in ppm Natriumhydrogensulfit, 1 980 Masseanteile in ppm Ammoniak, 1 410 Masseanteile in ppm Trichlorethen, 9 155 Masseanteile in ppm Caprolactam, 602 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 448 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 57 Masseanteile in ppm Anilin, 331 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 58 Masseanteile in ppm Dianon, 24 Masseanteile in ppm Oktahydrophenazin und 91 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen wird über die Rohrleitung 2 ebenfalls einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt.

Das als Raffinat des Extraktors 10 in einer Menge von 988 Masseanteilen pro Stunde anfallende Trichlorethen enthält, wie aus Tabelle 1, Spalte 5 hervorgeht, nur noch geringe Mengen an Verunreinigungen und wird durch die Rohrleitung 13 in die Rektifikationsstufe 2 zurückgeführt.

Der Abtrennungsgrad für die Verunreinigungen Cyclohexanon, Cyclohexanon, Anilin, Cyclohexanonoxim, Tetrahydrobenzofurazan, Dianon, Oktahydrophenazin und die nicht identifizierten Verunreinigungen beträgt im Beispiel 198,8%.

Tabelle 1

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 1

n. n. = nicht nachweisbar

Substanz	Stoffstrom in Rohrleitung				
	1	3	4	9	13
Trichlorethen	99,884	99,964	98,831	99,805	99,958
Masseanteile in %					
Wasser	330	352	n. n.	307	310
Masseanteile in ppm					
Caprolactam	711	2,0	10 009	1 019	84
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanon	49	1,0	678	67	6
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanon	23	0,5	318	49	3
Masseanteile in ppm					
Anilin	6	n. n.	87	9	3
Masseanteile in ppm					
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan	21	n. n.	302	42	8
Masseanteile in ppm					
Dianon	4	n. n.	58	8	2
Masseanteile in ppm					
Oktanhydrophenazin	2	n. n.	29	3	1
Masseanteile in ppm					
nicht identifizierte Verunreinigungen	15	n. n.	214	13	4
Masseanteile in ppm					
NaHSO ₃	0	0	0	438	0
Masseanteile in ppm					

Beispiel 2

Eine Prinzipskizze zum Beispiel 2 ist in Figur 2 dargestellt.

Durch Rohrleitung 1 werden stündlich 17 009 Masseanteile des in der 2. Stufe der Caprolactamextraktion als Raffinat anfallenden verunreinigten Trichlorethens mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 1 in eine kontinuierlich betriebene

Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule eingeleitet. 17 000 Masseanteile pro Stunde Destillat mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 2 werden durch Rohrleitung 3 in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. 2 000 Masseanteile pro Stunde Sumpfprodukt dieser 1. Trennstufe, dessen Zusammensetzung Tabelle 2, Spalte 2 enthält, wird über die Rohrleitung 4 in den Wärmeübertrager 5 gefördert, dort von 88°C auf 65°C abgekühlt und dann dem Extraktor 6 als 2. Trennstufe zugeführt, der die Extraktion mit Natriumsulfitlösung und die basische Wasche derart in sich vereint, daß das Sumpfprodukt der 1. Trennstufe am Kopf der Extraktionskolonne, 400 Masseanteile pro Stunde wäßriger 1%iger Natriumsulfitlösung im Seitenstrom über Rohrleitung 7 und stündlich 200 Masseanteile 0,85%iger wäßriger Ammoniaklösung in den Unterteil des Extraktors 6 durch Rohrleitung 11 eingeleitet wird. Der in einer Menge von 609 Masseanteilen pro Stunde am Kopf des Extraktors 6 anfallende Extrakt enthält neben 97,27 Masseanteilen in % Wasser teilweise in Form von Reaktionsprodukten 6568 Masseanteile in ppm Natriumsulfit, 2791 Masseanteile in ppm Ammoniak, 1850 Masseanteile in ppm Trichlorethen, 14440 Masseanteile in ppm Caprolactam, 600 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 293 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 112 Masseanteile in ppm Anilin, 335 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 56 Masseanteile in ppm Dianon und 223 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen und wird über Rohrleitung 12 einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt. Durch Rohrleitung 13 werden stündlich 1991 Masseanteile eines Raffinates mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 2, Spalte 4 in die 1. Trennstufe zurückgeführt. Der Abtrennungsgrad für die Verunreinigungen analog Beispiel 1 beträgt bei Beispiel 2 98,3%.

Tabelle 2

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 2

n. n. = nicht nachweisbar

Substanz	Stoffstrom in Rohrleitung			
	1	3	4	13
Trichlorethen Masseanteile in %	99,912	99,360	99,501	99,907
Wasser Masseanteile in ppm	300	397	n. n.	830
Caprolactam Masseanteile in ppm	519	2,0	4467	70
Cyclohexanon Masseanteile in ppm	22	0,5	191	8
Cyclohexanon Masseanteile in ppm	11	0,5	92	3
Anilin Masseanteile in ppm	4	n. n.	38	4
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan Masseanteile in ppm	12	n. n.	112	10
Dianon Masseanteile in ppm	2	n. n.	19	2
Octahydrophenazin Masseanteile in ppm	n. n.	n. n.	n. n.	n. n.
nicht identifizierte Verunreinigungen	8	n. n.	72	4

Beispiel 3

Eine Prinzipskizze zu Beispiel 3 enthält Figur 3.

Dieses Beispiel beinhaltet auf Grund des höheren Verunreinigungsgehaltes in dem als Raffinat der 2. Stufe der Caprolactamextraktion anfallenden, als Extraktionsmittel verwendeten Benzen den Einsatz von 3 Trennstufen. In eine 1. Trennstufe, die wie in den vorhergehenden Beispielen aus der kontinuierlich betriebenen Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule besteht, werden über Rohrleitung 1 stündlich 15 000 Masseanteile verunreinigtes Benzen mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 1 eingespeist. 14 700 Masseanteile gereinigtes Benzen als Destillat der Rektifikationsstufe 2, zusammengesetzt entsprechend Tabelle 3, Spalte 2 werden durch die Rohrleitung 3 stündlich in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. 300 Masseanteile pro Stunde stark verunreinigtes Benzen als Sumpfprodukt der 1. Trennstufe mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 3 gelangen über Rohrleitung 4 in den Wärmeübertrager 5, werden dort von 81°C auf 65°C abgekühlt und in den unteren Teil des Extraktors 6 eingeleitet, der die gleichen Funktionen erfüllt wie in Beispiel 2. Über Rohrleitung 7 werden dem Extraktor 6 im Seitenstrom 300 Masseanteile pro Stunde 1,9%ige wäßrige Natriumsulfitlösung zugeführt und die basische Waschlösung in Form von... stündlich 240 Masseanteilen wäßriger 0,7%iger Kalilauge über Rohrleitung 11 am Kopf des Extraktors 6 eingespeist. Der am Boden des Extraktors 6 in einer Menge von 567 Masseanteilen pro Stunde über Rohrleitung 12 abgezogene Extrakt wird einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt und enthält zum Teil in Form von Reaktionsprodukten 10 053 Masseanteile in ppm Natriumsulfit, 2593 Masseanteile in ppm Kaliumhydroxid, 1 610 Masseanteile in ppm Benzen, 13 047 Masseanteile in ppm Caprolactam, 26 774 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 1 746 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 397 Masseanteile in ppm Anilin, 1 561 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 317 Masseanteile in ppm Dianon, 79 Masseanteile in ppm Octahydrophenazin und 662 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen. Das Raffinat der 2. Trennstufe mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 3, Spalte 4 wird in einer Menge von 303 Masseanteilen pro Stunde durch Rohrleitung 13 einer 3. Trennstufe 14, die wie die 1. Trennstufe aus einer kontinuierlich betriebenen Rektifikationskolonne mit Verstärker- und Abtriebssäule besteht, zugeführt. Stündlich 273 Masseanteile des Destillates dieser 3. Trennstufe 14 mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 5 werden wie das Destillat der 1. Trennstufe 2 als gereinigtes Benzen in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. 30 Masseanteile pro Stunde Sumpfprodukt der 3. Trennstufe 14 mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 3, Spalte 6 werden durch Rohrleitung 16 und nach Abkühlung von 81°C auf 65°C in den Wärmeübertrager 17 in den als 2. Trennstufe fungierenden Extraktor 6 zurückgeführt. Der Abtrennungsgrad von Verunreinigungen analog Beispiel 1 und 2 beträgt für das beschriebene Beispiel 98,8%.

Tabelle 3

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 3

n. n. = nicht nachweisbar

Substanz	Stoffstrom in Rohrleitung					
	1	3	4	13	15	16
Benzen	99,764	99,931	91,573	99,548	99,927	96,100
Masseanteile in %						
Wasser	650	663	n. n.	650	722	n. n.
Masseanteile in ppm						
Caprolactam	503	10	24 660	150	1	1 507
Masseanteile in ppm						
Cyclohexanon	1 023	11	50 611	1 980	9	19 913
Masseanteile in ppm						
Cyclohexenon	69	3	3 303	512	3	5 143
Masseanteile in ppm						
Anilin	15	n. n.	750	194	n. n.	1 960
Masseanteile in ppm						
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan	59	n. n.	2 950	579	n. n.	5 847
Masseanteile in ppm						
Dianon	12	n. n.	600	100	n. n.	1 010
Masseanteile in ppm						
Octahydrophenazin	3	n. n.	150	44	n. n.	443
Masseanteile in ppm						
nicht identifizierte Verunreinigungen	26	1	1 251	315	n. n.	3 180
Masseanteile in ppm						

Beispiel 4

In Figur 4 ist eine Prinzipskizze zu Beispiel 4 enthalten.

Wie Beispiel 3 beinhaltet Beispiel 4 die Anwendung von 3 Trennstufen, wobei auf Grund der höheren Reinheit des Raffinates der 2. Trennstufe nur ein Teilstrom einer weiteren Reinigung in der 3. Trennstufe unterzogen werden muß.

In eine kontinuierlich betriebene Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule werden über Rohrleitung 1 stündlich 16 000 Masseteile verunreinigtes Trichlorethan, welches als Raffinat der 2. Stufe der Caprolactamextraktion anfällt und eine Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 1 besitzt, eingeleitet. 15 000 Masseteile pro Stunde Destillat mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 4, Spalte 2 werden über Leitung 3 in den Extraktionskreislauf zurückgeführt.

1 500 Masseteile Sumpfprodukt dieser 1. Trennstufe mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 3 werden durch die Rohrleitung 4 und nach Abkühlung von 81°C auf 25°C in dem Wärmeübertrager 5 in den Extraktor 6 als 2. Trennstufe am Kopf eingeleitet. Im Seitenstrom werden dem Extraktor 6 über die Rohrleitung 7 stündlich 900 Masseteile 0,01%ige Ammoniumhydrogensulfatlösung zugeführt. Die basische Waschlösung in Form einer 0,02%igen wäßrigen Ammoniaklösung wird in einer Menge von 200 Masseteilen pro Stunde über dem Boden des Extraktors 6 eingespeist. Am Kopf des Extraktors fallen stündlich 1 133 Masseteile Extrakt an, der zum Teil in Form von Reaktionsprodukten neben 97,02 Masseanteilen in % Wasser, 80 Masseanteile in ppm Ammoniumhydrogensulfat, 35 Masseanteile in ppm Ammoniak, 1 400 Masseanteile in ppm Trichlorethan, 24 443 Masseanteile in ppm Caprolactam, 2733 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 380 Masseanteile in ppm Cyclohexenon, 99 Masseanteile in ppm Anilin, 254 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 57 Masseanteile in ppm Dianon, 28 Masseanteile in ppm Oktahydrophenazin und 256 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen enthält und über Rohrleitung 12 einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt wird.

Von 1 517 Masseteilen pro Stunde Raffinat dieser 2. Trennstufe, die am Boden des Extraktors 6 über die Rohrleitung 13 abgezogen werden und eine Zusammensetzung entsprechend Tabelle 4, Spalte 4 besitzen, wird ein Teilstrom von stündlich 1 017 Masseteilen durch die Rohrleitung 18 in die Rektifikationsstufe 14 als 3. Trennstufe gefördert.

Das Destillat der Rektifikationsstufe 14 ist hochreines Trichlorethan mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 5 und wird in einer Menge von 967 Masseteilen pro Stunde in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Die Rückführung des Sumpfproduktes der 3. Trennstufe mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 6 in einer Menge von 50 Masseteilen pro Stunde in die 2. Trennstufe erfolgt durch Rohrleitung 16 und Abkühlung von 81°C auf 25°C im Wärmeübertrager 17. Ein Teilstrom des Raffinates des Extraktors 6 von 500 Masseteilen pro Stunde und einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 4, Spalte 4 wird in die Rektifikationsstufe 2 zurückgeführt.

Der Abtrenngrad von Verunreinigungen aus dem Trichlorethan beträgt in dem beschriebenen Beispiel 98,1%.

Tabelle 4

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 4

n. n. = nicht nachweisbar

Substanz	Stoffstrom in Rohrleitung					
	1	3	4	13 18 19	15	16
Trichlorethan	99,769	99,966	97,831	99,867	99,967	97,924
Masseanteile in %						
Wasser	300	330	n. n.	300	316	n. n.
Masseanteile in ppm						
Caprolactam	1 735	4	18 605	534	6	10 756
Masseanteile in ppm						
Cyclohexanon	196	3	2 158	263	5	5 258
Masseanteile in ppm						
Cyclohexanon	28	1	331	68	2	1 346
Masseanteile in ppm						
Anilin	7	n. n.	90	17	n. n.	346
Masseanteile in ppm						
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan	8	n. n.	223	93	n. n.	1 894
Masseanteile in ppm						
Dianon	4	n. n.	46	11	n. n.	224
Masseanteile in ppm						
Oktahydrophenazin	2	n. n.	24	9	n. n.	184
Masseanteile in ppm						
nicht identifizierte Verunreinigungen	20	1	216	37	n. n.	754

Beispiel 5

Eine Prinzipskizze zu Beispiel 5 ist in Figur 5 dargestellt.

Wie in den Beispielen 3 und 4 werden in Beispiel 5 drei Trennstufen zur Reinigung des in der 2. Stufe der Caprolactamextraktion als Raffinat anfallenden, verunreinigten Extraktionsmittels eingesetzt. Dabei besteht die 3. Trennstufe aus einer Wasserdampfdestillation.

18 000 Masseanteile pro Stunde verunreinigtes Trichlorethan aus der 2. Stufe der Caprolactamextraktion mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 5, Spalte 1 werden über Rohrleitung 1 in eine kontinuierlich betriebene Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule eingeleitet. Stündlich 17 951 Masseanteile gereinigtes Trichlorethan als Destillat dieser 1. Trennstufe mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 5, Spalte 2 werden in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Das Sumpfprodukt der Rektifikationsstufe 2 wird in einer Menge von stündlich 500 Masseanteilen mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 5, Spalte 3 über Rohrleitung 4 nach Abkühlung von 81 °C auf 25 °C in dem Wärmeübertrager 56 in einen als 2. Trennstufe eingesetzten Extraktor 6 im oberen Teil eingeleitet. Im Seitenstrom werden diesem Extraktor 6 750 Masseanteile pro Stunde einer 0,12%igen wäßrigen Natriumhydrogensulfid-Lösung über Rohrleitung 7 und über Rohrleitung 11 stündlich 100 Masseanteile basische Waschlösung in Form 0,5%igen Ammoniakwassers eingeführt.

Mit Rohrleitung 12 werden 598 Masseanteile pro Stunde Extrakt der 2. Trennstufe am Kopf des Extraktors 6 abgezogen und in eine Abwasseraufbereitungsanlage gefördert. Dieser Extrakt enthält teilweise in Form von Reaktionsprodukten neben 94,47 Masseanteile in % Wasser, 1 002 Masseanteile in ppm Natriumhydrogensulfid, 557 Masseanteile in ppm Ammoniak, 1 400 Masseanteile in ppm Trichlorethan, 33 021 Masseanteile in ppm Caprolactam, 16 392 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 814 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim, 226 Masseanteile in ppm Anilin, 1 228 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 175 Masseanteile in ppm Dianon, 39 Masseanteile in ppm Oktahydrophenazin und 446 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen. Das am Boden des Extraktors 6 in einer Menge von 452 Masseanteilen pro Stunde abgezogene Raffinat mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 5, Spalte 4 wird einer kontinuierlich betriebenen Wasserdampfdestillationsstufe 20 mit Verstärker- und Abtriebssäule als 3. Trennstufe mit Hilfe der Rohrleitung 13 zugeführt. Die Brüden der Wasserdampfdestillationsstufe 20 werden in dem Kondensator 21 niedergeschlagen und in dem Trenngefäß 22 in eine wäßrige Phase und eine organische Phase getrennt. Die wäßrige Phase in einer Menge von 230 Masseanteilen pro Stunde und einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 5, Spalte 5 wird der Wasserdampfdestillationsstufe 20 wieder zugeführt. An gleicher Stelle wird über die Rohrleitung 24 die erforderliche Wassermenge durch Einleitung von stündlich 99 Masseanteilen Wasser ergänzt. Die organische Phase aus dem Trenngefäß 22 mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 5, Spalte 6 wird durch die Rohrleitung 25 in die Rektifikationsstufe 2 zurückgeführt.

Mit dem wäßrigen Sumpfprodukt der 3. Trennstufe, welches eine Zusammensetzung gemäß Tabelle 5, Spalte 7 besitzt und in einer Menge von 100 Masseanteilen pro Stunde anfällt, wird ein weiterer Teil der Verunreinigungen über Rohrleitung 26 aus dem Prozeß ausgeschleust und einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeführt. Der Abtrenngrad für Verunreinigungen analog der Beispiele 1 bis 4 beträgt für das Beispiel 5 98,8%.

Tabelle 5

Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 5

n. n. = nicht nachweisbar

Substanz	Stoffstrom in Rohrleitung						
	1	3	4	13	23	25	26
Trichlorethen	99,704	99,967	90,396	99,745	0,140	99,917	n. n.
Masseanteile in %							
Wasser	0,030	0,031	n. n.	0,030	99,846	0,032	99,211
Masseanteile in %							
Caprolactam	1 690	14	60 350	1 156	98	14	5 162
Masseanteile in ppm							
Cyclohexanon	837	9	30 181	819	17	413	1 840
Masseanteile in ppm							
Cyclohexenon	44	2	1 528	73	4	17	253
Masseanteile in ppm							
Anilin	12	n. n.	438	36	2	7	131
Masseanteile in ppm							
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan	63	n. n.	2 302	107	12	38	312
Masseanteile in ppm							
Dianon	9	n. n.	328	15	2	4	50
Masseanteile in ppm							
Oktahydrophenazin	2	n. n.	73	4	n. n.	1	13
Masseanteile in ppm							
nicht identifizierte Verunreinigungen	4	1	840	42	4	13	131
Masseanteile in ppm							

Beispiel 6

Eine Prinzipskizze zu Beispiel 6 enthält Figur 6.

In Beispiel 6 erfolgt nur eine teilweise Aufarbeitung des Raffinates der 2. Trennstufe in einer als 3. Trennstufe kontinuierlich betriebenen Wasserdampfdestillation, während die Restmenge in die 1. Trennstufe zurückgeführt wird. Stündlich werden 18000 Masseteile eines als Raffinat der 2. Stufe der Caprolactamextraktion anfallenden, als Extraktionsmittel verwendeten, verunreinigten Toluens mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 6, Spalte 1 über die Rohrleitung 1 in eine als 1. Trennstufe bezeichnete, kontinuierlich betriebene Rektifikationsstufe 2 mit Verstärker- und Abtriebssäule eingeleitet. 17985 Masseteile pro Stunde gereinigtes Toluol als Destillat der 1. Trennstufe, das eine Zusammensetzung entsprechend Tabelle 6, Spalte 2 besitzt, wird in den Extraktionskreislauf über Leitung 3 zurückgeführt.

Eine Menge von stündlich 1000 Masseteilen stark verunreinigtem Toluol als Sumpfprodukt der 1. Trennstufe mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 6, Spalte 3 wird durch die Rohrleitung 4 und nach Abkühlung von 112°C auf 40°C in dem Wärmeübertrager 5 in den unteren Teil eines als 2. Trennstufe fungierenden Extraktors 6 eingeleitet. In diesem Extraktor 6 werden weiterhin als Seitenstrom über Rohrleitung 7 stündlich 800 Masseteile einer wässrigen Lösung mit 0,25 Masseanteilen in % Natriumsulfit und 0,20 Masseanteilen in % Natriumhydrogensulfit sowie am Kopf des Extraktors über die Rohrleitung 11 400 Masseteile pro Stunde basische Waschlösung in Form 0,04%iger wässriger Natronlauge eingespeist.

Der am Boden des Extraktors über Rohrleitung 12 in einer Menge von stündlich 1231 Masseteilen abgezogene und einer Abwasseraufbereitungsanlage zugeleitete Extrakt enthält zum Teil in Form von Reaktionsprodukten 1625 Masseteile in ppm Natriumsulfit, 1300 Masseanteile in ppm Natriumhydrogensulfit, 130 Masseanteile in ppm Natriumhydroxid, 700 Masseanteile in ppm Toluol, 23129 Masseanteile in ppm Caprolactam, 1662 Masseanteile in ppm Cyclohexanon, 341 Masseanteile in ppm Cyclohexenon, 85 Masseanteile in ppm Anilin, 280 Masseanteile in ppm Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan, 43 Masseanteile in ppm Dianon, 14 Masseanteile in ppm Oktahydrophenazin und 114 Masseanteile in ppm nicht identifizierte Verunreinigungen. Von 969 Masseteilen Raffinat der 2. Trennstufe, das am Kopf des Extraktors 6 über Rohrleitung 13 anfällt, mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 6, Spalte 4, werden stündlich 469 Masseteile über Rohrleitung 18 in die Wasserdampfdestillationsstufe 20 und 500 Masseteile in die Rektifikationsstufe 2 gefördert.

Die in der kontinuierlich betriebenen Wasserdampfdestillationsstufe 20 mit Verstärker- und Abtriebssäule anfallenden Brüden werden im Kondensator 21 niedergeschlagen und in dem Trenngefäß 22 in eine wässrige und eine organische Phase getrennt. Über Rohrleitung 23 werden 122 Masseteile pro Stunde wässrige Phase der Wasserdampfdestillation bestehend aus 99,94 Masseanteile in % Wasser, 580 Masseanteile in ppm Toluol, 43 Masseanteile in ppm Caprolactam und 15 Masseanteile in ppm Verunreinigungen in die Wasserdampfdestillationsstufe 20 zurückgeführt. Die zur Destillation erforderliche Menge Wasser von 99 Masseteilen pro Stunde wird durch die Rohrleitung 24 an der gleichen Stelle eingespeist.

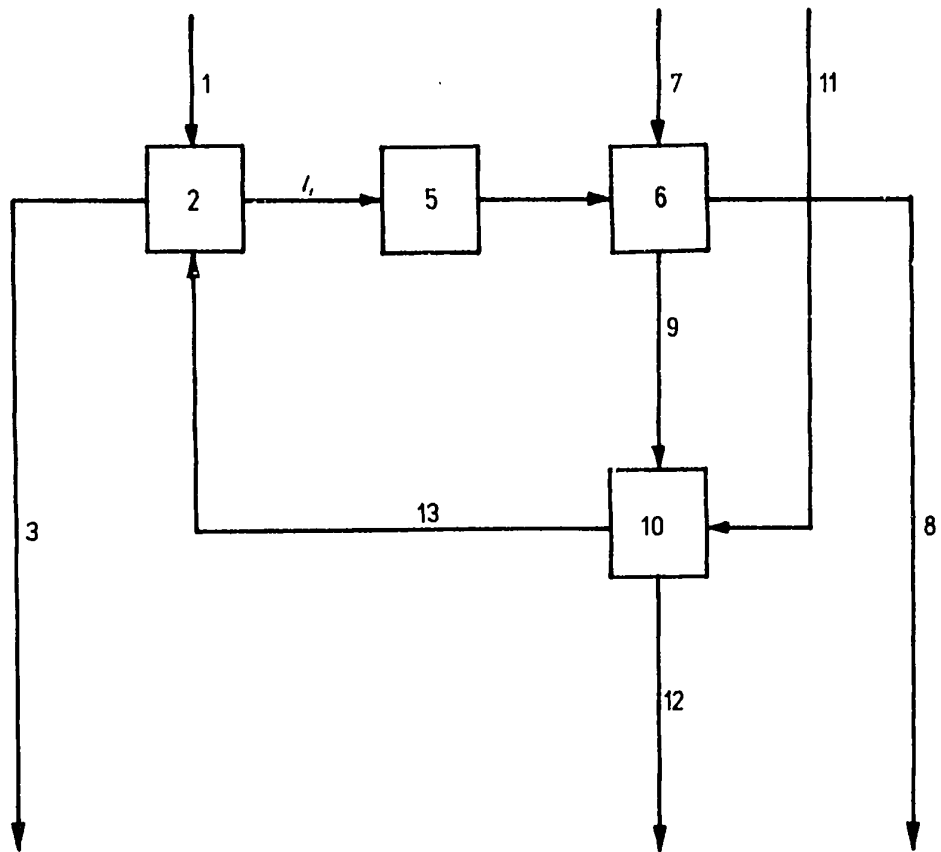
Die organische Phase aus dem Trenngefäß 22 mit einer Zusammensetzung entsprechend Tabelle 6, Spalte 5 in einer Menge von 468 Masseteilen pro Stunde in Rohrleitung 25 und das Raffinat der 2. Trennstufe in der Rohrleitung 19 werden zu einem Produkt mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 6, Spalte 7 vermischt und in einer Menge von stündlich 968 Masseteilen über die Rohrleitung 27 in die Rektifikationsstufe 2 zurückgeführt. Das in der Wasserdampfdestillationsstufe 20 anfallende wässrige Sumpfprodukt mit einer Zusammensetzung gemäß Tabelle 6, Spalte 6 und einer Menge von 100 Masseteilen pro Stunde dient zur weiteren Ausschleusung von Verunreinigungen und wird über die Rohrleitung 26 in einer Abwasseraufbereitungsanlage gefördert.

Der Abtrenngrad für Verunreinigungen analog der Beispiele 1 bis 5 beträgt für das beschriebene Beispiel 98,4%.

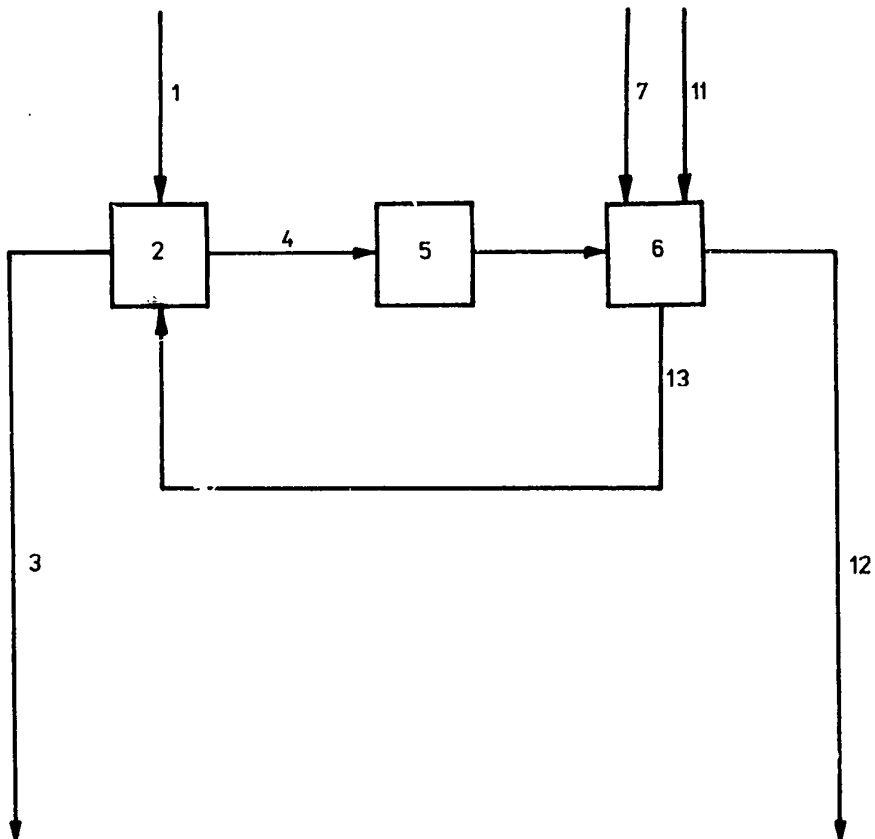
Tabelle 6
Zusammensetzung von Stoffströmen in Beispiel 6
 n. n. = nicht nachweisbar

Substanz	1	3	4	13 18 19	25	26	27
Toluen	99,769	99,945	96,675	99,733	99,942	n. n.	99,837
Masseanteile in %							
Wasser	0,050	0,054	n. n.	0,080	0,054	99,144	0,066
Masseanteile in %							
Caprolactam	1 630	6	30 060	1 639	19	7 598	841
Masseanteile in ppm							
Cyclohexanon	119	2	2 183	141	13	603	78
Masseanteile in ppm							
Cyclohexenon	25	1	450	31	6	117	18
Masseanteile in ppm							
Anilin	6	n. n.	112	7	1	29	4
Masseanteile in ppm							
Cyclohexanonoxim und Tetrahydrobenzofurazan	20	n. n.	379	35	3	150	19
Masseanteile in ppm							
Dianon	3	n. n.	56	3	1	10	2
Masseanteile in ppm							
Octahydrophenazin	1	n. n.	19	2	n. n.	10	1
Masseanteile in ppm							
nicht identifizierte Verunreinigungen	8	n. n.	150	10	2	39	6
Masseanteile in ppm							

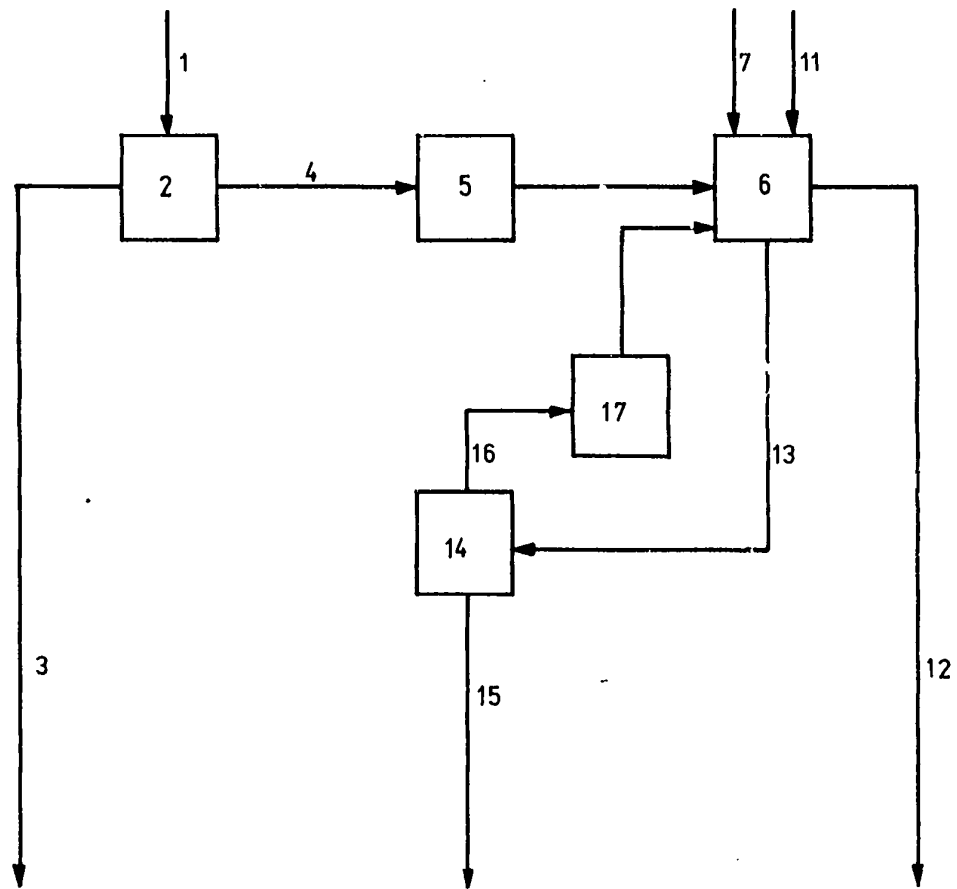
Figur 1



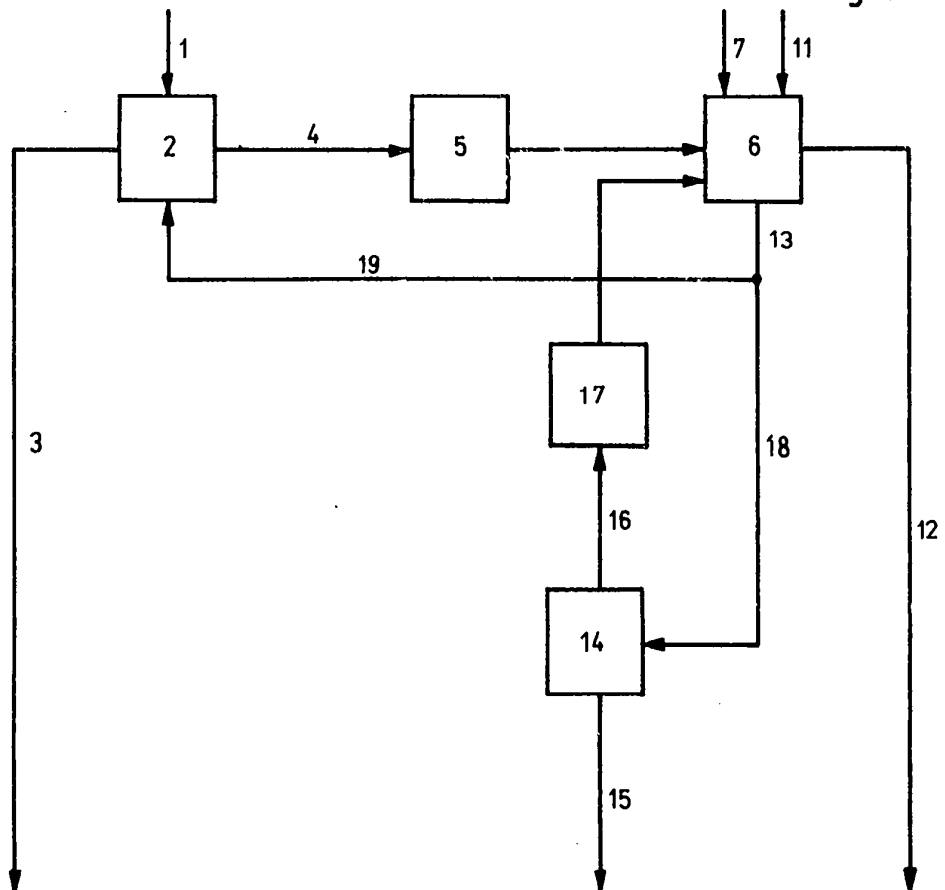
Figur 2



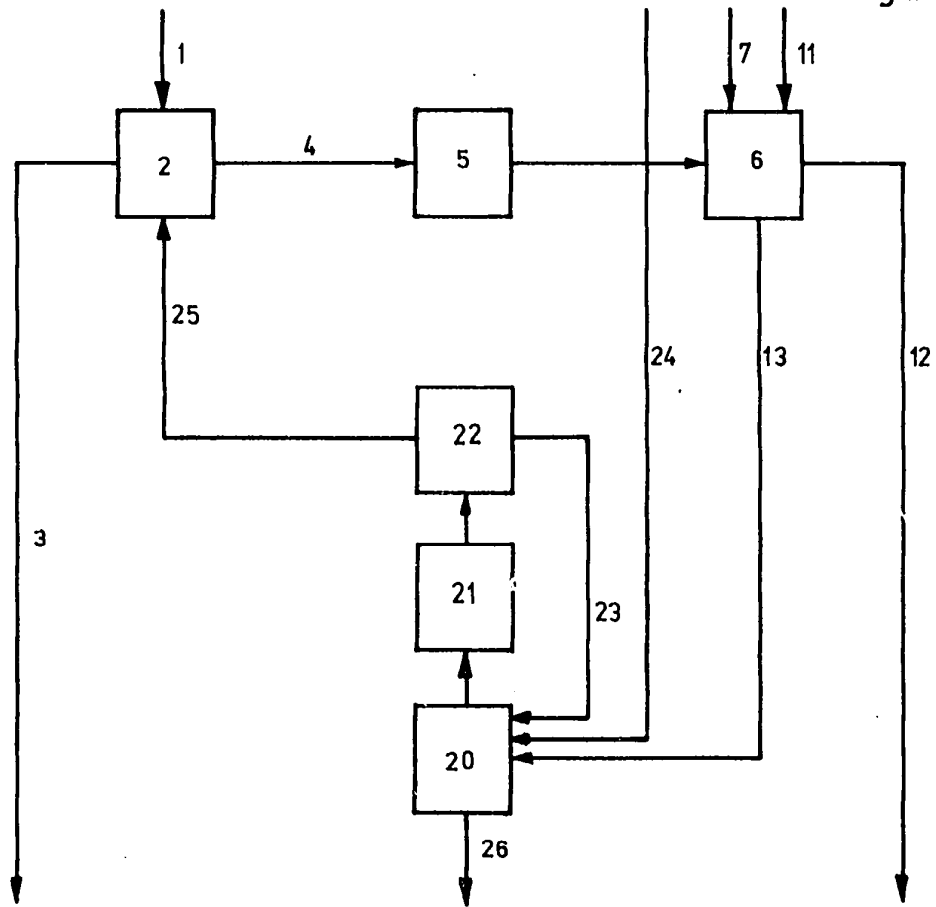
Figur 3



Figur 4



Figur 5



Figur 6

