

Untersuchung zur Reinigung eines Abwassers aus der {epsilon}- Caprolactamsynthese

Doctoral Thesis

Author(s):

Kuypers, Theo-Walter

Publication date:

1981

Permanent link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000293583>

Rights / license:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#)

UNTERSUCHUNG ZUR REINIGUNG EINES ABWASSERS
AUS DER ϵ -CAPROLACTAMSYNTHESE

ABHANDLUNG

zur Erlangung

des Titels eines Doktors der technischen Wissenschaften
der

EIDGENOESSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZUERICH

vorgelegt von

THEO - WALTER KUYPERS

dipl. Ing. Chem. ETH

geboren am 1. November 1947

Angenommen auf Antrag von

Prof. Dr. H. Zollinger, Referent
Prof. Dr. K. Wuhrmann, Korreferent
PD Dr. K. Grob, Korreferent

4. ZUSAMMENFASSUNG

Die Reinigung von industriellen Abwässern stellt im Allgemeinen ein schwieriges Problem dar. Vor allem, wenn die Abwasserströme aus verschiedenen Produktionsanlagen, oft verdünnt mit Kondensatströmen zur Vermeidung von Korrosionen in den Leitungen, zu einem einzigen Strom zusammengeführt werden und erst dann eine Reinigung dieses Sammelabwassers vorgenommen werden soll.

Vielfach zeigt es sich als vorteilhaft, die einzelnen Abwasserströme bis an ihre Quelle zu verfolgen und hier eine entsprechende Reinigung vorzunehmen. Dieses Vorgehen wurde in der vorliegenden Arbeit bei der Untersuchung zur Reinigung des Reaktions-Abwassers aus einer katalytischen Cyclohexan-Oxidation angewendet.

Zur Reinigung des obenerwähnten Reaktions-Rohwassers, welches eine Vielzahl Monocarbonsäuren und sonstige leichterflüchtige organische Verbindungen enthält, wurde ein energetisch günstiges Reinigungsverfahren entwickelt, das im bestehenden Caprolactamverfahren integriert werden kann.

Beim vorgeschlagenen Verfahren werden die im Rohwasser vorhandenen Inhaltsstoffe mittels Cyclohexanon quantitativ extrahiert. Anschliessend wird das Extraktionsmittel Cyclohexanon, zwecks Kreislaufführung, destillativ aufbereitet.

Das sich im extrahierten Rohabwasser gelöste Cyclohexanon wird ebenfalls destillativ abgetrennt. Das so gereinigte Rohwasser, welches noch eine Restkonzentration von 8 ppm Cyclohexanon enthält, erfüllt die Normen für die Einleitung in ein fliessendes Gewässer. Das Verfahren benötigt zur Reinigung von 1 Kilogramm Abwasser 0,87 kg Dampf.

Zur Identifizierung der im Abwasser enthaltenen Substanzen ist eine gaschromatographische Methode entwickelt worden, welche es erlaubt, die organischen Substanzen im Rohwasser direkt zu analysieren, ohne dass vorher das begleitende Wasser abgetrennt werden muss.

Als Alternative zur technischen Reinigung wurde die Möglichkeit einer biologischen Aufbereitung des Abwassers nach dem Belebtschlammverfahren experimentell geprüft.

S U M M A R Y

Industrial sewage purification is an overall difficult problem. Especially if the waste water to be treated is a complex of different streams, often diluted with cooling water or steam condensate, comes from various production plants.

A treatment at the source will in many cases be the most effective way of purifying such complex waste waters.

In the present thesis – investigation of the sewage purification from an industrial catalytic cyclohexane oxidation –, a waste water treatment at the source is proposed.

For the said waste water, containing various monocarboxylic acids and different low boiling organic compounds, an economic process which can be integrated into the existing caprolactam process, has been developed.

In the proposed purification process the waste water compounds are quantitatively extracted out of the raw water using cyclohexanone as a solvent. The cyclohexanone is successively purified by distillation and recycled to the extraction.

The cyclohexanone dissolved in the purified raw water is eliminated by distillation to a remaining content of 8 ppm in the purified water; the so cleaned water fulfills the standard conditions for discharging in running water.

The proposed process has a theoretic energy consumption of 0,87 kg vapor for the purification of 1 kg raw waste water.

The feasibility of the process was proved on a pilot plant scale.

The identification of the unpurified water compounds has been done by gaschromatography. For this purpose a method has been developed which allows the direct detection of the contaminants without previous separation of the accompanying water.

Apart from the investigation for a technical solution to sewage purification, the possibility of a biological purification with an activated sludge process has been examined on a laboratory scale.