

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MARCI
București

ROMÂNIA



(11) **120700 B1**
(51) Int.Cl.
C02F 1/26 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **98-01654**

(22) Data de depozit: **07.12.1998**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.06.2006** BOPI nr. 6/2006

(30) Prioritate:
24.12.1997 DE 197 57 904.3

(73) Titular:
• **CELANESE GMBH, LURGALLEE 14,
FRANKFURT AM MAIN, DE**

(72) Inventatori:
• **ROTZHEIM MARIOLA, ZUR ALTEN
MUHLE 13, MULHEIM, DE;**

• **ZGORZELSKI WOLFGANG, THURINGER
STRASSE 20, OBERHAUSEN, DE**

(74) Mandatar:
**ROMINVENT S.A.,
STR. ERMIL PANGRATTI NR.35,
SECTOR 1, BUCUREȘTI**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
EP 0631988

(54) **PROCEDEU PENTRU EPURAREA APELOR UZATE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu pentru epurarea apelor uzate, rezultate de la prepararea alcoolilor, constând dintr-o reacție de aldolizare urmată de hidrogenare, precum și o distilare finală a alcoolului, în care apele uzate, cuprinzând trei fracțiuni, se supun extracției cu monoalcooli care conțin 8...16 atomi de carbon în moleculă, în care (a) înainte de extracție se combină, mai întâi, cel puțin două din cele trei fracțiuni de ape uzate și se reglează la o valoare a pH-ului de până la 6,

de preferință 1 - 3, și, eventual, se îndepărtează faza organică ce se formează și (b) în cursul procedurii, se aduc în contact una sau mai multe din cele trei fracțiuni de ape uzate, în mod individual sau/și împreună cu un filtru de coalescență, și, în final, (c) se combină toate cele trei fracțiuni de ape uzate și amestecul se supune extracției.

Revendicări: 6

Examinator: ing. PREJBEANU ANCA



Orice persoană interesată are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a hotărârii de acordare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii acesteia

RO 120700 B1

RO 120700 B1

1 Invenția se referă la un procedeu pentru epurarea apelor uzate, care rezultă la aldoli-
3 zarea unor aldehide sau cetone identice sau diferite, sau la aldolizarea în amestec a aldehi-
 delor și cetonelor, urmată de hidrogenare.

5 Este cunoscut că noțiunea de aldolizare cuprinde adiția și condensarea de aldol. Prin
7 adiția de aldol se înțelege adiția catalizată prin baze sau acizi de grupe metilen activate la
 grupele de carbonil ale aldehidelor sau cetonei, cu formarea de compuși *beta*-hidroxicarbo-
9 nilici. Dacă adiția de aldol este urmată de eliminarea apei, care are loc ușor și apare, de
 regulă, la utilizarea de catalizatori acizi, atunci se vorbește despre condensarea aldolică.
 Producții condensării aldolice sunt compuși carbonil *alfa*, *beta*-nesaturați.

11 De o deosebită importanță este aldolizarea a două molecule ale aceleiași aldehide
13 sau ale aceleiași cetone. Astfel de reacții se folosesc și la scară industrială. Un exemplu pen-
15 tru aplicarea industrială este obținerea 2-etilhexanolului, alcoolul sintetic cel mai important
 după alcoolii inferiori de la metanol până la butanol prin aldolizarea *n*-butir-aldehidei, urmată
 de hidrogenare. Esterii acidului ftalic ai 2-etilhexanolului își găsesc utilizarea în mare măsură
 ca plastifianți pentru materiale plastice.

17 Pentru obținerea de alcooli cu includerea unei etape de aldolizare, se aduc în reacție
19 mai întâi aldehide ca materie primă în prezența unor soluții apoase, bazice într-o condensare
21 aldolică, pentru a forma o aldehydă *alfa*, *beta*-nesaturată. La obținerea 2-etilhexanolului men-
23 ționat anterior *n*-butiraldehida reacționează astfel: de exemplu, sub acțiunea unei soluții
25 apoase de hidroxid de sodiu, obținându-se 2-etilhexanal. Apoi se separă faza organică ce
 conține aldehydă *alfa*, *beta*-nesaturată de faza apoasă care conține catalizatorul. În conti-
 nuare, faza organică se spală cu apă și aldehydă *alfa*, *beta*-nesaturată se hidrogenează,
 obținându-se alcoolul dorit; în cazul 2-etilhexenalului, se obține 2-etilhexanol. Alcoolul brut
 astfel obținut se purifică apoi printr-o distilare și reziduul acestei distilări se supune unei alte
 spălări cu apă.

27 În decursul aldolizării, precum și al hidrogenării care urmează, se formează astfel trei
 fracțiuni de ape uzate. Acestea sunt:

- 29 (1) faza apoasă având conținut de catalizator din reacția de aldolizare,
31 (2) apa de spălare din purificarea aldehidei *alfa*, *beta*-nesaturate, obținute la aldolizare și
33 (3) apa de spălare de la purificarea reziduului distilării alcoolului.

35 Aceste fracțiuni de ape uzate conțin atât produse secundare solubile în apă, cât și
37 produse secundare insolubile în apă și, de aceea, emulsionate, care se pot forma în treptele
39 de procedeu individuale, ca și materii prime nereacționate, precum și cantități foarte mici de
41 produse, obținute.

43 Materiile prime nereacționate sunt aldehidele inițiale ale aldolizării, ca de exemplu
45 *n*-butiraldehida, și produsele obținute sunt aldehidele *alfa*, *beta*-nesaturate ale aldolizării, pre-
47 cum și alcoolii formați ulterior după hidrogenare. Aceste produse se află în cantități foarte re-
 duse în cantitatea totală de apă uzată în raport cu produsele secundare ale aldolizării și
 hidrogenării. În cazul aldolizării *n*-butiraldehidei, 2-etilhexenalul se află, de exemplu, în cel
 mult 0,2 % în greutate față de cantitatea totală a tuturor compușilor organici prezenți în apele
 uzate, adică totalitatea materiilor prime nereacționate, produse secundare din aldolizare și
 hidrogenare, precum și produse din aldolizare și hidrogenare.

49 Produsele secundare, care se formează în cadrul aldolizării din aldehyda utilizată,
51 sunt în primul rând:

- 53 - izomeri ramificați ai aldehidei folosite;
55 - alcooli cu catenă liniară sau ramificată cu acelaș număr de atomi de C ca aldehyda;
57 - alcooli cu catenă liniară sau ramificată cu un atom de C mai mult decât cei ai
 aldehidei folosite;

RO 120700 B1

- esteri ciclici (lactone) cu acelaș număr de atomi de C ca ai aldehidei folosite;	1
- acizi carboxilici sub formă de săruri, mai ales săruri alcaline ale acizilor carboxilici cu același număr de atomi de C ca aldehida, precum și acizii carboxilici liberi, cores-punzători;	3
- aldehide care se formează prin hidrogenarea aldehidei <i>alfa,beta</i> -nesaturate din reacția de aldolizare;	5
- lactone ciclice și dioli ciclici cu 4 atomi de C mai mult decât alcoolul dorit din aldolizare urmată de hidrogenare,	7
- esteri ai acizilor carboxilici din alcoolul dorit și acidul carboxilic respectiv, precum și	9
- esteri ai acizilor carboxilici din alcoolul dorit și acidul carboxilic cu același număr de atomi de C ca aldehida inițială.	11
În plus, mai pot fi prezenți în cantități minime, ca produse secundare, diferiți alcooli cu catenă liniară sau ramificată, aldehide, eteri, lactone și acizi, având fie unul sau doi atomi de C mai puțin, fie 1...4 atomi de carbon mai mulți decât ai alcoolului dorit din aldolizare, urmată de hidrogenare. Suplimentar, apele uzate pot conține și produse de hidrogenare ale produselor secundare din reacția de aldolizare, precum și produse de condensare cu punct de fierbere mai ridicat.	13
În cazul obținerii 2-etilhexanolului prin aldolizarea <i>n</i> -butiraldehidei în prezență de leșie de hidroxid de sodiu urmată de hidrogenare, apa uzată totală conține, de exemplu, <i>n</i> -butanal, <i>i</i> -butanal, <i>n</i> -butanol, <i>i</i> -butanol, 2-metilbutanol, acid <i>n</i> -butiric, butirat de sodiu, 4-heptanol, 3-metil-4-heptanonă, 3-metil-4-heptanol, 2-etil-4-metil-pentanal, 2-etil-4-metilpentanol, 2-etil-hexanal, 2-etilhexenal, 2-etil-hex-3-enol, 2-etilhexanol, 2-etilhexilbutirat, 2-etilhexil-2-etil-hexanoat, acid 2-etilhexanic, 2-etilhexan-1,3-diol, diol-C-12 ciclic, lactonă-C-12 ciclică, eteri-C12 ciclici saturați sau nesaturați, eteri-C10, <i>n</i> -butil-2-etil-hexileter precum și <i>n</i> -butanal trimer.	15
Concentrația unor astfel de compuși organici în medii apoase se exprimă prin valoarea COD(cantitatea de oxigen necesară care reprezintă cantitatea de bicromat de potasiu exprimată în echivalent de oxigen care este consumată de constituenții oxidabili dintr-un litru de apă. Determinarea valorii COD are loc conform unui mod de lucru standard, care este descris de ex. în <i>Ullmanns Enzyklopadie der technischen Chemie</i> , ed. 4, (1981), vol. 6, pag. 376, ff.	17
Înainte ca apele uzate să fie introduse în instalații de epurare convenționale, în cursuri de apă sau puțuri de apă pentru ape uzate, trebuie să se reducă în mod considerabil conținutul lor în impurități organice, pentru a se încadra în cerințele severe ale legislației cu privire la concentrațiile maxime de substanțe poluante.	19
Din brevetul EP-A-0631988 se cunoaște un procedeu cu ajutorul căruia se poate reduce în mod considerabil concentrația de impurități organice din apele uzate din aldolizări și reacții de hidrogenare ulterioare..	21
În acest procedeu cele trei fracțiuni de ape uzate descrise mai înainte se unesc și se aduc la o valoare pH de 0... 6. Se separă eventual o fază organică care se poate separa apoi și se extrage apa uzată apoi cu monoalcooli, care conțin 8 sau mai mulți atomi de carbon în moleculă și/sau cu hidrocarburi, care conțin mai mult decât 6 atomi de carbon în moleculă.	23
Procedeul se poate realiza ușor din punct de vedere tehnic și oferă posibilitatea de a se separa cel puțin 90 % din compușii organici conținuți în apa uzată combinată.	25

RO 120700 B1

Mediul de extracție prezent după extracție, încărcată cu compuși organici și cu produse secundare se supune în practică unei distilări în vederea recuperării. Reziduul de distilare format, precum și fracțiunea scoasă la vârful coloanei de distilare conțin o mare parte de produși secundari organici și se alimentează în procesul de valorificare termică. Agentul de extracție recuperat printr-o evacuare laterală se recirculă în procesul de extracție prin completarea cu agent de extracție proaspăt.

Un aspect important al procedurii conform **EP-A-0631988** este ca apele uzate în general alcaline să se regleze la o valoare pH de 0... 6, mai ales de 1... 3. Prin aceasta, de exemplu, se protonează acizii carboxilici prezenți ca săruri alcaline solubile în apă și se transformă astfel în acizii carboxilici liberi. Acești acizi liberi sunt substanțe insolubile în apă. Astfel, se formează o fază organică mai mult sau mai puțin extinsă, care se separă din apa uzată, prin care se realizează deja o anumită micșorare a valorii COD. Reglarea valorii pH menționate mai are drept urmare faptul că solubilitatea agentului de extracție în apă este micșorată mai mult. Astfel, s-a descoperit că solubilitatea agenților de extracție în apă depinde de pH și în medii acide este mult mai scăzută decât în medii alcaline. Prin urmare, în soluții acide aceștia aduc o mică contribuție la mărirea valorii COD.

Deși se reduce pH-ul, urmat de separarea fazei organice formată, apa uzată din procedeu conform **EP-A-0631988** conține, pe lângă compuși organici dizolvați, solubili în apă, și o anumită cantitate de compuși organici insolubili în apă, care sunt emulsionați în apa uzată.

Aceste substanțe pot astfel să fie îndepărtate până la treapta de extracție, urmată de reglarea valorii pH. Deoarece se îndepărtează și compuși cu moleculă mai mare și produșii de condensare cu temperatură de fierbere mai mare prin extracție, trebuie ca, la distilarea agentului de extracție încărcat cu aceste impurități, să se lucreze la temperaturi ridicate, ceea ce duce în mod nedorit, din nou, la o formare mai puternică a produselor de condensare cu temperaturi de fierbere ridicate în bazinul distilării. Astfel, nu trebuie să se mărească în mod continuu temperatura de distilare; în practică, se scot în permanență cantități relativ mari din bazinul de distilare din reactorul de distilare, prin care însă se îndepărtează de fiecare dată și 2-etil-hexanol care, astfel, este pierdut pentru recirculare. Acest fapt condiționează ca fluxul de 2-etilhexanol recirculat după distilare să fie mereu înlocuit prin 2-etilhexanol proaspăt.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este elaborarea unui procedeu îmbunătățit pentru epurarea apelor de spălare dintr-o aldolizare urmată de hidrogenare, care să permită o recuperare mai eficientă a agentului de extracție.

Procedeu pentru epurarea apelor uzate rezultate de la prepararea alcoolilor, constând dintr-o reacție de aldolizare, urmată de hidrogenare, precum și o distilare finală a alcoolului, în care apele uzate cuprinzând trei fracțiuni:

(1) faza apoasă cu conținut de catalizator din reacția de aldolizare;

(2) apa de spălare de la purificarea aldehidei *alfa*, *beta*-nesaturată obținută la aldolizare și

(3) apa de spălare de la purificarea reziduului de la distilarea alcoolului;
se supun extracției cu monoalcoli care conțin 8-16 atomi de carbon în moleculă, și/sau cu hidrocarburi, care conțin 6-12 atomi de carbon în moleculă;
elimină dezavantajele menționate anterior prin aceea că

(a) înainte de extracție se combină mai întâi cel puțin două din cele trei fracțiuni de ape uzate și se reglează la o valoare pH de până la 6, de preferință 1...3, și eventual se îndepărtează faza organică care se formează și

RO 120700 B1

(b) în cursul procedurii se aduc în contact una sau mai multe din cele trei fracțiuni de ape uzate în mod individual sau/și împreună cu un filtru de coalescență și, în final,	1
(c) se combină toate cele trei fracțiuni de ape uzate și amestecul se supune extracției. Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:	3
- modul de montare intermediară a unui filtru de coalescență pune la dispoziție o structură multistrat cu efecte pozitive pentru îmbunătățirea epurării apei uzate;	5
- se adăugă, prin dozare, cantități semnificativ mai mici de agent de extracție proaspăt. după prelucrarea prin distilare a agentului de extracție;	7
- filtrul de coalescență este adecvat pentru un mod de exploatare continuu;	9
- procedeul poate fi exploatat în mod continuu prin racordare la reacția de aldolizare și hidrogenare;	11
- procedeul poate fi aplicat pentru epurarea apelor uzate rezultate din reacții de aldolizare urmate de hidrogenare, independent de procedeul de aldolizare folosit și de substanțele inițiale folosite.	13
Procedeul conform invenției, în care apele uzate folosite sunt cele de la obținerea de alcool, printr-o reacție de aldolizare și o hidrogenare ulterioară, precum și o distilare finală a alcoolului, cuprinde trei fracțiuni de ape uzate (1), (2) și (3), care pot conține compuși organici solubili și insolubili în apă, menționați în mod detaliat mai sus.	15
Filtrele de coalescență folosite în procedeul conform invenției sunt de tip separator de faze lichid/lichid, pentru separarea picăturilor foarte fine, la care se folosește acțiunea fizică a coalescenței în elementele patului de fibre cilindrice construit în mod special. Astfel de filtre de coalescență sunt cunoscute din stadiul tehnicii (vezi de ex. <i>Chemie-Technik</i> , 18 (1989), 14-21). Ele constau, de exemplu, din fibre de material plastic din polipropilenă sau politetrafluoretilena sau din fibre de sticlă sau fibre de metal. Pentru trecerea prin patul de fibră este necesară o diferență de presiune activantă de circa 0,1 bari.	17
La străbaterea patului de fibre a filtrului de coalescență se reunesc compușii organici insolubili în apă, fin dispersați în apa uzată, sau sunt captați printr-un strat de separare organic, deja prezent pe patul de fibră, și formează un film de umectare. Acest film de umectare migrează în fluxul de ape reziduale spre ieșirea din patul de fibre, unde se extrag periodic picăturile mari ale fazei organice și se separă singure, pe baza gravitației. Această fază organică poate să fie separată din nou de apa uzată care rezultă din faptul că apa uzată care intră în extracția ulterioară are o valoare COD mai mică. Astfel, poate fi îndepărtată numai o cantitate mai redusă de compuși organici din apa uzată. De aceea, agentul de extracție care părăsește extracția este încărcat numai cu o cantitate mai mică de compuși organici, și în mod corespunzător, și temperaturile necesare în reactorul de distilare pentru recuperarea agentului de extracție sunt mai mici. Prin aceasta, se micșorează în mod semnificativ formarea de alte produse secundare cu temperatură de fierbere mai ridicată la prelucrarea prin distilare a agentului de extracție folosit. În mod corespunzător, trebuie să se evacueze permanent numai cantități mai mici din bazinul de distilare, prin care pierderea de agent de extracție în timpul prelucrării este semnificativ mai mică decât în cazul procedurii conform EP-A-631988, când nu se folosește nici un filtru de coalescență. Acest lucru aduce cu sine avantajul că, după prelucrarea prin distilare a agentului de extracție, trebuie să fie adăugate, prin dozare, numai cantități semnificativ mai mici de agent de extracție proaspăt.	19
Prin montarea intermediară a unui filtru de coalescență se pune la dispoziție în procedeul conform invenției o structură în mai multe straturi cu efecte pozitive pentru îmbunătățirea epurării apei uzate. Un alt avantaj al procedurii conform invenției este motivat de	21
	23
	25
	27
	29
	31
	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45

RO 120700 B1

1 faptul că filtrul de coalescență este adecvat pentru un mod de exploatare continuu și că între-
gul procedeu pentru purificarea apelor uzate se poate realiza tot continuu, prin racordare la
3 reacția de aldolizare și hidrogenare.

Pentru procedeul conform invenției s-au dovedit ca fiind favorabile diferite forme de
5 realizare. Forma de realizare A1 este caracterizată prin aceea că mai întâi se unesc fracțiu-
nile de apă uzată 1 și 3 conform treptei a, se corectează la o valoare pH de 0... 6, de prefe-
7 rință 1... 3 și se eliberează eventual de fazele organice care se formează, și apoi apa uzată
rămasă se reunește cu fracțiunea de apă uzată 2, se trece împreună printr-un filtru de
9 coalescență și apoi se supune extracției

Forma de realizare A2 este caracterizată prin aceea că din nou se unesc împreună
11 fracțiunile de apă uzată 1 și 3 conform treptei a, se reglează la o valoare pH de 0... 6, de
preferință 1... 3 și, eventual, se eliberează de faza organică care se formează, și apa uzată
13 rămasă în acest caz se unește cu fracțiunea deja trecută printr-un filtru de coalescență 2 și
se supune extracției.

În forma de realizare A3 se unesc mai întâi fracțiunile de apă uzată 1 și 3 conform
15 treptei a una cu alta, se reglează la o valoare pH de 0... 6, de preferință 1... 3, se eliberează
eventual de faza organică formată și se trece printr-un filtru de coalescență. Apoi se unește
17 apa uzată cu fracțiunea de apă uzată de asemenea trecută în prealabil printr-un filtru de
coalescență 2 și se supune extracției.

O altă formă de realizare A4 se remarcă prin aceea că toate trei fracțiunile de apă
21 uzată 1, 2 și 3 se reunesc inițial, se reglează la valoarea pH de 0... 6, de preferință 1... 3 și
eventual se eliberează de faza organică care se formează; după aceea, se trec împreună
23 printr-un filtru de coalescență și se supun extracției

Pentru reglarea valorii pH a apei uzate se utilizează acizi anorganici cum ar fi acid
25 clorhidric, acid sulfuric, acid azotic sau acid fosforic, de preferință acid sulfuric.

Deoarece depunerea de particule solide în patul de fibre al filtrului de coalescență
27 duce la micșorarea efectului de separare, poate fi util să se monteze, înainte de filtrul de
coalescență, o treaptă adecvată de filtrare pentru filtrarea particulelor de substanță solidă.

Ca agent de extracție se folosesc în procedeul conform invenției alcoolii cu 8... 16
29 atomi de carbon în moleculă. Aceștia pot fi cu catenă liniară sau ramificată, saturați sau
nesaturați. Nu este necesar să se utilizeze alcoolii puri. Sunt adecvate și amestecurile din
31 alcoolii izomeri sau din alcoolii cu mărimi diferite ale moleculelor. S-au dovedit favorabili 2-etil-
hexanol, 3,5,5-trimetilhexanol, izooctanol, nonanoli, decanoli și izodecanoli, precum și ames-
33 tecuri ale octanolilor izomeri, nonanoli, și decanoli.

Pe lângă alcoolii, se pot folosi și hidrocarburi cu 6... 12 atomi de carbon în moleculă
35 ca agent de extracție. Hidrocarburile pot fi cu catenă liniară sau ramificată, saturate sau ne-
saturate. Deosebit de adecvate s-au dovedit amestecurile de diferite hidrocarburi, care re-
37 zultă ca fracțiuni cu punct de fierbere scăzut la distilarea petrolului, mai ales păcura ușoară.

În afară de amestecuri de alcool sau amestecurilor de diferite hidrocarburi se pot
39 folosi și amestecuri de alcoolii și hidrocarburi pentru extracția compușilor organici din apa
uzată. Raportul de amestecare se poate extinde într-un domeniu larg și este limitat mai ales
41 de posibilitatea de amestecare a componentelor. Alcoolii și/sau hidrocarburile s-au dovedit
43 a fi agenți de extracție deosebit de buni pentru substanțele organice conținute în mod obiș-
nuit în apele uzate menționate. Mai este important că ele sunt dizolvate de faza apoasă
45 numai în cantități foarte mici.

Extracția compușilor organici din apele uzate în procedeul conform invenției are loc
47 în instalații uzuale pentru extracția solventului. S-au dovedit a fi adecvate extractoare care

RO 120700 B1

sunt realizate într-o singură treaptă sau în mai multe trepte, ca baterii de extracție din mai multe perechi de amestecătoare-separatori montate în serie. De asemenea, se pot folosi coloane de extracție cu partea din interior fixă, cum ar fi coloanele cu corpuri de umplere, sau cu părți interioare în mișcare cum ar fi coloanele cu agitare, agentul de extracție și lichidul purtător fiind conduse în echicurent sau, de preferință, în contracurent.

Agentul de extracție se poate regenera simplu, prin distilare, și de aceea poate fi folosit în mod repetat. Reziduul de distilare și produsul de la partea superioară a coloanei de distilare conțin compuși organici care trebuie separați și se alimentează în valorificarea termică, pe când agenții de extracție se recuperează printr-un ștuț lateral al coloanei și se recirculă în procesul de extracție.

Procedeul nou se pretează pentru prelucrarea de ape uzate ale reacției de aldolizare urmată de hidrogenare, independent de procedeul de aldolizare folosit și de substanțele inițiale folosite. Aldolizarea poate deci să fie efectuată, de exemplu, cu hidroxid de metal alcalin, carbonat de metal alcalin sau amine drept catalizatori și cu aldehide sau cetone.

Revendicări

1. Procedeu pentru epurarea apelor uzate rezultate de la prepararea alcoolilor, constând dintr-o reacție de aldolizare urmată de hidrogenare, precum și o distilare finală a alcoolului, în care apele uzate cuprinzând trei fracțiuni:

(1) faza apoasă cu conținut de catalizator din reacția de aldolizare,

(2) apa de spălare de la purificarea aldehidei *alfa*, *beta*-nesaturată, obținută la aldolizare, și

(3) apa de spălare de la purificarea reziduului de la distilarea alcoolului, se supune extracției cu monoalcoli care conțin 8-16 atomi de carbon în moleculă, și/sau cu hidrocarburi, care conțin 6... 12 atomi de carbon în moleculă, **caracterizat prin aceea că**

(a) înainte de extracție se combină mai întâi cel puțin două din cele trei fracțiuni de ape uzate și se reglează la o valoare *pH* de până la 6, de preferință 1...3, și, eventual, se îndepărtează faza organică care se formează, și

(b) în cursul procedurii se aduc în contact una sau mai multe din cele trei fracțiuni de ape uzate în mod individual sau /și împreună cu un filtru de coalescență și, în final,

(c) se combină toate cele trei fracțiuni de ape uzate și amestecul se supune extracției.

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** se combină mai întâi fracțiunile de apă uzată (1 și 3) conform treptei (a), se reglează la o valoare *pH* de până la 6, de preferință 1...3 și, eventual, se eliberează de faza organică care se formează și apa uzată rămasă se combină apoi cu fracțiunea de apă uzată (2), amestecul se trece printr-un filtru de coalescență și apoi se supune extracției.

3. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** se combină mai întâi fracțiunile de apă uzată (1 și 3) conform treptei (a), se reglează la o valoare *pH* de până la 6, de preferință 1...3 și, eventual, se eliberează de faza organică care se formează, și apa uzată rămasă se combină apoi cu fracțiunea de apă uzată (2), trecută deja printr-un filtru de coalescență, și apoi amestecul se alimentează la extracție.

RO 120700 B1

- 1 4. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, se combină mai întâi
fracțiunile de apă uzată (1 și 2) conform treptei (a), se reglează la o valoare pH de până la
3 6, de preferință 1...3, eventual se eliberează de faza organică care se formează și se trec
printr-un filtru de coalescență, și apa uzată rămasă se combină apoi cu fracțiunea de apă
5 uzată (2), de asemenea trecută deja printr-un filtru de coalescență, și apoi amestecul se
alimentează la extracție.
- 7 5. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** se combină mai întâi
toate cele trei fracțiuni de apă uzată (1, 2 și 3) se reglează la o valoare pH de până la 6, de
9 preferință 1...3 și, eventual, se eliberează de faza organică care se formează, apoi amestecul
se trece printr-un filtru de coalescență și se supune extracției.
- 11 6. Procedeu conform uneia dintre revendicările 1 - 5, **caracterizat prin aceea că** re-
glarea valorii pH se efectuează cu acid clorhidric, acid sulfuric, acid azotic sau acid fosforic.

