



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105246833 B

(45)授权公告日 2018.02.06

(21)申请号 201480021559.0

J.范特里希特

(22)申请日 2014.04.15

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105246833 A

代理人 刘维升 林森

(43)申请公布日 2016.01.13

(51)Int.Cl.

(30)优先权数据

13164306.6 2013.04.18 EP

C02F 1/02(2006.01)

C02F 1/20(2006.01)

C02F 1/66(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.10.16

C02F 9/00(2006.01)

C07C 201/16(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2014/057591 2014.04.15

(56)对比文件

CN 1680198 A,2005.10.12,

CN 1860095 A,2006.11.08,

CN 1680198 A,2005.10.12,

US 6288289 B1,2001.09.11,

EP 2418176 A1,2012.02.15,

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/170309 DE 2014.10.23

(73)专利权人 科思创德国股份公司

地址 德国勒沃库森

审查员 宋欢

(72)发明人 T.克瑙夫 A.迈拉塔 E.斯吕茨

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

后处理来自硝基苯制备的废水的方法

(57)摘要

本发明涉及后处理在洗涤由苯的硝化所得的粗硝基苯的过程中形成的碱性废水的方法,其中:(i)在排除氧气的情况下在相对于大气压提高的压力下将该碱性废水加热到150℃至500℃的温度;(ii)向(i)中获得的废水中加入碱;(iii)通过用汽提气体汽提来进一步提纯(ii)中获得的废水并随后将载有杂质的汽提气体流冷却到10℃至60℃的温度。

1. 后处理在洗涤由苯的硝化获得的粗硝基苯的过程中形成的碱性废水的方法,其中:
 - (i) 在排除氧气的情况下在相对于大气压提高的压力下将所述碱性废水加热到150℃至500℃的温度;
 - (ii) 向(i)中获得的废水中加入碱;
 - (iii) 通过用汽提气体汽提来进一步提纯(ii)中获得的废水并随后将所述载有杂质的汽提气体流冷却到10℃至60℃的温度。
2. 如权利要求1所述的方法,其中步骤(i)中所述碱性废水的加热在50巴至350巴的绝对压力下进行。
3. 如权利要求1或2所述的方法,其中步骤(i)中所述碱性废水的加热进行5分钟至120分钟的时间。
4. 如权利要求3所述的方法,其中在所述加热后,将所述碱性废水冷却到60℃至100℃的温度。
5. 如权利要求1或2所述的方法,其中步骤(ii)中使用的碱是选自氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾和氢氧化铷的碱的水溶液。
6. 如权利要求1或2所述的方法,其中在步骤(ii)中添加所述碱,使得建立至少12的pH值。
7. 如权利要求1或2所述的方法,其中步骤(iii)中的汽提在0.5巴至2巴的绝对压力下和在80℃至120℃的温度下进行。
8. 如权利要求1或2所述的方法,其中所述汽提气体是水蒸气。
9. 如权利要求1或2所述的方法,其中从在步骤(iii)中将所述载有杂质的汽提气体流冷却到10℃至60℃的温度后获得的料流中排出有机成分,以便获得有机成分贫化的料流。
10. 如权利要求9所述的方法,其中将所述有机成分贫化的料流部分至完全地返回到汽提(iii)中。
11. 如权利要求9所述的方法,其中如果所述有机成分贫化的料流不返回到汽提(iii)中,将其直接输送至废水处理。
12. 如权利要求1或2所述的方法,其中将步骤(iii)中获得的汽提的废水直接输送至废水处理。
13. 如权利要求1或2所述的方法,其中步骤(i)中使用的碱性废水源自以下方法步骤的步骤c)或步骤d)或步骤e):
 - a) 用硝酸或硝酸和硫酸的混合物使苯硝化,并分离所述水相;
 - b) 洗涤步骤a)中获得的有机工艺产物;
 - c) 碱洗步骤b)中获得的洗涤过的有机工艺产物;
 - d) 任选从步骤c)中获得的碱性废水中分离苯和/或硝基苯;
 - e) 任选汽提步骤c)或步骤d)中获得的碱性废水。

后处理来自硝基苯制备的废水的方法

[0001] 本发明的主题是后处理在洗涤由苯的硝化所得的粗硝基苯的过程中形成的碱性废水的方法,其中:

[0002] (i)在排除氧气的情况下在相对于大气压提高的压力下将该碱性废水加热到150℃至500℃的温度;

[0003] (ii)向(i)中获得的废水中加入碱;

[0004] (iii)通过用汽提气体汽提来进一步提纯(ii)中获得的废水并随后将载有杂质的汽提气体流冷却到10℃至60℃的温度。

[0005] 硝基苯是化学工业的一类重要的中间产物,尤其需要硝基苯用于制备苯胺,并因此也用于制备二苯基甲烷系列的二-和多异氰酸酯和基于其的聚氨酯。

[0006] 用硝酸硝化苯以获得粗硝基苯已经是许多出版物和专利申请的主题。当前常用的方法基本上对应于用硫酸与硝酸的混合物(所谓的混合酸)绝热硝化苯的概念。此类方法最早在US 2,256,999中要求保护,其现代的实施方案描述在例如EP 0 436 443 B1、EP 0 771 783 B1和US 6 562 247 B2中。采用绝热反应方式的方法的特征尤其在于没有采取技术措施向该反应混合物供热或从其中输出热。

[0007] 还描述了用混合酸硝化苯的等温方法,如例如EP 0 156 199 B1中所述。

[0008] 不使用硫酸进行的苯的硝化方法也是已知的。这些例如描述在US 2 739 174或US 3 780 116中。

[0009] 用硝酸或氧化氮硝化苯的气相方法原则上也可行,但是可以由此实现的产率仍然很低(EP 0 078 247 B1、EP 0 552 130 B1)。

[0010] 所有这些方法具有以下共同特征,即首先形成的反应产物是粗硝基苯,该粗硝基苯包含硝酸和——如果使用混合酸进行硝化的话——硫酸作为杂质,以及二硝基苯和苯的硝化氧化产物,特别是硝化的酚类(硝基酚)作为有机杂质。其还包含由所用苯中作为杂质所含有的化合物所形成的有机化合物(WO 2008/148608 A1)。此外,该粗硝基苯还包含金属盐,其可以以溶解形式存在于酸残余物中或存在于粗硝基苯中(DE 10 2007 059 513 A1)。

[0011] 过去,大量研究旨在改进粗硝基苯的品质并因此提高相对于苯和硝酸的产率。由于这些研发,现代的绝热液相法已经进展到了都能成功制备具有低副产物含量的粗硝基苯的程度,也就是说通常仅包含100 ppm至300 ppm的二硝基苯和1500 ppm至2500 ppm的硝基酚,其中苦味酸可能占硝基酚含量的10%至50%。

[0012] 该粗硝基苯仍含有水、苯和硝基酚以及二硝基苯和——如果用混合酸进行硝化的话——硫酸作为杂质。这些杂质是不合意的,因为在使用硝基苯的后继过程,例如苯胺的制备中,它们会对此产生不利影响。包括洗涤和蒸馏步骤的合适的后处理方法例如描述在US 6,288,289 B1、EP 1 593 654 A1、EP 1 816 117 B1和WO 2011/021057 A1中。

[0013] EP 1 816 117 B1描述了在酸洗、用氢氧化钠水溶液碱洗、中性洗涤和最终蒸馏提纯中后处理粗硝基苯。原则上当然还可以使用除了氢氧化钠水溶液之外的碱,例如碳酸钠水溶液或氨水溶液(WO 2011/082 977 A1)或氢氧化钾或氨(DE 60 113 579 T2)。

[0014] 例如可以通过所谓的“热压力分解”(在下文中也称为TDZ)进行来自碱洗的碱性废

水的后处理。在以下专利中描述了用于处理包含芳族硝基化合物的废水的TDZ原则性方法：
[0015] EP 0 005 203 B1描述了后处理包含硝基羟基芳族化合物的废水的方法，其中在排除空气和氧气的情况下在50巴至250巴的压力下和在150℃至500℃的温度下处理该废水。

[0016] EP 0 503 387 B1已经描述了类似方法，但是，其特征在于通过添加硝酸和在180℃至350℃的温度范围和40巴至250巴的压力范围内的后继处理来后处理所述碱性废水。但是，这两种方法具有相当大的缺点：

[0017] EP 0 005 203 B1没有描述去除有机烃类如苯或硝基苯，其在按照现有技术的绝热硝化过程中产生。按照EP 0 005 203 B1的教导提纯该废水因此并不充分，或者在TDZ中氢氧化钠水溶液的消耗非常高。

[0018] 在EP 0 503 387 B1中，硝基苯的完全分解没有成功，使得需要进一步处理废水。此外，该废水中含有的硝基苯在TDZ中分解，并因此降低了所获得的产率。此外，根据 EP 0 503 387 B1的教导所需要的在TDZ中存在硝酸在两个方面抬高了工艺成本：一方面由于硝酸的消耗，另一方面由于硝酸的腐蚀性造成的高的材料负荷和因此相关联的例如对于用钛内衬的耐腐蚀管式反应器的高投资成本。未描述的附加缺点是必须要（例如用附加的硝酸）首先中和该碱性废水，然后可以将其通过添加硝酸转变至酸性pH范围。由此需要相对大量的酸。

[0019] EP 1 593 654 A1描述了后处理在洗涤粗硝基苯过程中形成的碱性废水的方法，其中通过用硝化酸绝热硝化苯来制备该粗硝基苯，并随即在酸洗中以及随后在碱洗中洗涤该粗硝基苯，其中获得包含浓度为100 ppm至3000 ppm的苯和浓度为1000 ppm至10000 ppm的硝基苯的碱性废水，其中以未溶解形式存在的苯和/或硝基苯随后从该碱性废水中分离，并随后任选通过汽提从该碱性废水中除去残余的苯和/或硝基苯，该碱性废水随后在排除氧气的情况下在超压下加热到150℃至500℃的温度。以这种方式处理过的废水因此可以在不经稀释的情况下直接输送至生物净化设备。但是，按照现有技术通过在含水废水中分解硝基化合物生成了氨，其在生物净化设备中具有不利的影响（还参见关于W0 2012/025393 A1的以下段落）。

[0020] W0 2012/025393 A1描述了在芳族化合物硝化后提纯粗芳族硝基化合物时获得的废水的后处理，特别是处理在硝基化合物热分解过程中形成的氨的去除问题。所述方法设定以下步骤：(a)粗芳族硝基化合物的单级或多级洗涤以获得至少一个有机相和至少一个水相，并分离该一个或多个水相，其中步骤(a)包括添加不同于氨的碱，和随后(b)任选通过优选用水蒸气的汽提从步骤(a)中获得的一个或多个水相的至少一部分中除去有机成分，随后(c)通过热和/或氧化降解从获自步骤(a)或步骤(b)的一个或多个水相的至少一部分中除去有机化合物，随后(d)从获自步骤(c)的一个或多个水相的至少一部分中蒸馏贫化氨，以及随后(e)任选将获自步骤(d)的一个或多个水相的至少一部分输送至生物废水处理。特别地，应当降低步骤(d)的废水中的氨含量，其在芳族化合物的硝化和后继的有机成分去除中产生。在这方面，W0 2012/025393 A1是指TDZ后被输送至生物废水处理的废水中的游离氨，且不是指未溶解的铵离子。由碱性废水中存在的二氧化碳和氨，事实上总是在一定程度上形成碳酸铵，因其盐特性而无法如氨那样通过汽提去除。

[0021] 因此需要后处理在洗涤由苯的绝热硝化制备的粗硝基苯的过程中形成的碱性废

水的进一步发展的方法。特别地,应当能够使用本身已经证实的热压力分解(TDZ)方法,由此形成的废水中的氨和铵离子含量不会在进一步后处理,例如在生物净化设备中产生问题。

[0022] 考虑到这一需要,本发明的主题是后处理在洗涤由苯的硝化——优选绝热硝化——获得的粗硝基苯的过程中形成的碱性废水的方法,其中:

[0023] (i) 在排除氧气的情况下在相对于大气压提高的压力下,优选在50巴至350巴,特别优选50巴至200巴,非常特别优选70巴至130巴的绝对压力下将该碱性废水加热到150℃至500℃,优选250℃至350℃,特别优选270℃至290℃的温度下优选5分钟至120分钟,特别优选15分钟至30分钟的时间,并随后优选冷却到60℃至100℃的温度;

[0024] (ii) 向(i)中获得的废水中加入碱,优选选自氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾和氢氧化铷的碱的水溶液,特别优选氢氧化钠水溶液,并确切地说优选使得建立至少12,优选12至13的pH值;

[0025] (iii) 通过用汽提气体,优选水蒸气,优选在0.1巴至5巴,特别优选0.5巴至2巴的绝对压力下和优选在40℃至160℃,特别优选80℃至120℃的温度下汽提来进一步提纯(ii)中获得的废水,并随后将载有杂质的汽提气体流冷却到10℃至60℃,优选20℃至50℃,特别优选25℃至45℃、非常特别优选30℃至40℃的温度。

[0026] 根据本发明,汽提理解为是指通过令汽提气体(空气、水蒸气等)穿过而从液体中除去特定的挥发性成分,其中所述成分转移到气相中(即与穿过的气体一起从该液体中排出)。

[0027] 下面更详细描述本发明的实施方案。在文中,各种实施方案可以任意互相组合,只要从文中没有清楚指出相反的意思。

[0028] 在一个特别优选的实施方案中,整个方法包括以下步骤:

[0029] a) 用硝酸或——优选——硝酸和硫酸的混合物(在下文中也称为混合酸)硝化苯,并分离水相;

[0030] b) 洗涤步骤a)中获得的有机工艺产物;

[0031] c) 碱洗步骤b)中获得的洗涤过的有机工艺产物,其中优选获得包含浓度为100 ppm至3000 ppm的苯和浓度为1000 ppm至10000 ppm的硝基苯的碱性废水;

[0032] d) 任选从步骤c)中获得的碱性废水中分离苯和/或硝基苯;

[0033] e) 任选汽提步骤c)或步骤d)中获得的碱性废水以便去除残余量的苯和/或硝基苯;

[0034] f) 后处理步骤c)或步骤d)或步骤e)中获得的碱性废水,包括上述步骤(i)至(iii)。

[0035] 步骤a)中的用硝酸或硝酸和硫酸的混合物(混合酸)使苯硝化以获得硝基苯在本文中是通过例如如EP 0 436 443 B1、EP 0 771 783 B1、US 6 562 247 B2或EP 0 156 199 B1中所述的本领域技术人员已知的任何现有技术方法进行的。由于在所有现有技术方法中都获得包含过量酸、未反应的苯、水和有机次要组分的粗硝基苯,步骤a)中获得的粗硝基苯的根据本发明的提纯原则上可适用于所有方法。例如,硝化可以在输出反应热的情况下(即等温或接近等温)或在优选隔热反应器中在不输出反应热的情况下(即绝热)进行。但是,特别如DE 10 2008 048 713 A1,特别是段落[0024]中所述,采用绝热方法方式的苯与硝酸和

硫酸的混合物的反应是优选的。步骤a)中制备的粗硝基苯最终在分离容器中与过量酸(如果使用混合物酸,基本上为硫酸)分离。

[0036] 在步骤a)中相分离后获得的通常仍含有痕量酸的有机相在步骤b)中在1至2次,优选一次洗涤中洗涤,然后通过相分离与酸性水相分离(在多次洗涤的情况下在每次洗涤后)。在步骤b)中洗出粗硝基苯中所含的酸残留物;该方法步骤因此也被称为酸洗。优选地,本文中的程序使得在相分离后获得的水相中建立 < 5 的pH值(在20℃下测得)。可以使用任何类型的水,例如去离子水或蒸汽冷凝物作为步骤b)中的洗液。该水还可以含有溶解的盐。优选地,将该操作中获得的含水料流再循环,以进行步骤b)。

[0037] 以这种方式获得的有机相然后在步骤c)中在优选1至2次,特别优选一次碱洗中用碱,优选选自氢氧化钠、碳酸钠和碳酸氢钠的碱的水溶液来洗涤,并然后通过相分离与碱性洗涤水分离(在多次洗涤的情况下在每次洗涤后)。优选使用氢氧化钠水溶液作为碱水溶液。在下文中借助氢氧化钠水溶液来描述该碱洗;对本领域技术人员而言,如果使用其它碱,视情况需要作出相应的修改是简单的事情。

[0038] 所用氢氧化钠水溶液优选具有9.0至14的pH值(在20℃下测得)。氢氧化钠水溶液与有机相(基本上为硝基苯)的质量比取决于步骤a)中所用的过量苯,并优选为1:80至1:500。这样建立所用氢氧化钠水溶液的pH及其与有机相的质量比,以便在步骤c)中基本上至完全,优选完全中和酸杂质(例如作为副产物形成的硝基酚和在步骤b)中没有完全除去的酸残留物)。

[0039] 在任选的步骤d)中,从来自步骤c)的碱性废水中分离仍包含的以未溶解形式存在的苯和/或硝基苯。以这种方式分离的苯和/或硝基苯随后优选重新输送至硝化过程,特别优选重新输送至粗硝基苯中。在本文中,以未溶解形式存在的硝基苯的分离可以通过分离器、沉淀容器或其它相分离设备来进行。优选使用沉淀容器。在步骤d)中优选获得包含浓度为100 ppm至1000 ppm的苯和浓度为1200 ppm至3000 ppm的硝基苯的碱性废水。优选进行步骤d)。

[0040] 任选地,在步骤e)中,苯和任选的残留硝基苯可以随后通过汽提从获自步骤c)或根据是否进行步骤d)从获自步骤d)的碱性废水中去除。在本文中,汽提优选在汽提塔中通过用水蒸气在塔顶汽提除去残余量的苯和硝基苯来进行。包含苯和硝基苯的所获蒸气随后优选返回到步骤c)中的碱洗中。例如可以通过冗余的安全装置来监控汽提塔的故障。优选地,在步骤e)中获得仅还包含浓度为最高10 ppm的苯和浓度为最高10 ppm的硝基苯的碱性废水。

[0041] 在步骤f) (i) (TDZ)中,在排除氧气的情况下,在相对于大气压提高的压力下,优选在50巴至350巴,特别优选50巴至200巴,非常特别优选70巴至130巴的绝对压力下将获自步骤c)、d)和e)并仍载有硝基羟基芳族化合物的有机盐的碱性废水加热到150℃至500℃,优选250℃至350℃,特别优选270℃至290℃的温度。该碱性废水还可以在惰性气氛下或在例如0.1巴至100巴的惰性气体预压力(Vordruck)下加热。合适的惰性气体是例如氮气和/或氩气。取决于温度和任选的惰性气体预压力,在加热该废水的过程中优选建立上述压力。该碱性废水的加热和有机成分如苯、硝基苯和硝基羟基芳族化合物的热压力分解在本文中通常进行5分钟至120分钟,优选15分钟至30分钟的时间。该碱性废水优选随后冷却,使得其以60℃至100℃的温度离开TDZ。

[0042] 可以根据现有技术,优选根据EP 1 593 654 A1的公开内容进行步骤d)、e)和f)(i)。

[0043] 在步骤f)(ii)中,向f)(i)中获得的废水中加入碱,优选选自氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾和氢氧化铷的碱的水溶液,特别优选氢氧化钠水溶液,并优选使得建立至少12,优选12至13的pH值。由此确保步骤f)(i)中获得的废水中存在的碳酸盐保留在该废水中,并且确切地说优选至>99.999%的程度,并且不生成二氧化碳。基于步骤f)(ii)中获得的废水的总质量计,本发明的方法能够将步骤f)(ii)中获得的废水中二氧化碳含量限制至<10 ppm。由于步骤f)(ii)中的高pH值,氨从碳酸铵中释放。与碳酸铵相反,氨可以通过汽提容易地除去。

[0044] 最后在步骤f)(iii)中,在f)(ii)中获得的废水进一步通过汽提提纯,并随后将载有杂质的汽提气体流冷却到10℃至60℃,优选20℃至50℃,特别优选25℃至45℃,非常特别优选30℃至40℃的温度。氨和仍然存在的有机成分通过这一程序除去。优选地,在本发明中的汽提在汽提塔中在逆流中进行,其中使用的汽提气体(优选水蒸气)的气体流和汽提除去的易挥发成分优选在汽提塔塔顶排出(蒸汽),汽提的废水优选在汽提塔的塔底处取出。在汽提塔塔顶取出的气体流(蒸汽)在冷凝器中冷却到10℃至60℃,优选20℃至50℃,特别优选25℃至45℃,非常特别优选30℃至40℃的温度,以这种方式形成的液体流优选随后转移到相分离设备中,从那里清除分离出的有机物质。以这种方式获得的基本上不含有机物质的料流(在优选的实施方案中使用水蒸气作为汽提气体,所谓的蒸汽水)优选部分至完全地返回到汽提塔的塔顶。基本上不含有机物质的该料流的剩余部分优选直接(无需进一步的中间提纯步骤)输送至废水处理,优选生物净化设备。该汽提塔优选是具有多个用于气相与液相的强化物质交换的内装件(例如填料床(Schüttung)、结构化的充填物或物质交换塔板)的管式装置。适当的方法与塔是本领域技术人员已知的,并描述在例如W. Meier, Sulzer, Kolonnen für Rektifikation und Absorption, in Technische Rundschau Sulzer, 2 (1979), 第49至61页中。步骤f)(iii)的汽提优选在0.1巴至5巴,特别优选0.5巴至2巴的绝对压力下和优选在40℃至160℃,特别优选80℃至120℃的温度下进行。

[0045] 在步骤f)(iii)中汽提的氨可以借助惰性气体,优选氮气通过在汽提塔塔顶鼓泡来送入到废气系统中,并输送至技术性废气净化。

[0046] 根据现有技术,本领域技术人员将始终保持TDZ后所有步骤中的温度高于60℃以避免碳酸铵沉淀的问题。尽管如此,结果在汽提塔塔顶在相分离设备中分离有机物质的可能性变小,因为有机物质在提高的温度下在水中溶解得更好,因此在导入生物净化设备的废水中获得了提高的有机成分含量。

[0047] 本发明的方法的特征在于未见于现有技术的多个特征。由此,在碱性废水的根据本发明的后处理中,在TDZ后添加碱并由此确保非常高的pH之后,二氧化碳以碳酸盐形式保持在水相中。由此,在汽提中的进一步的后处理步骤中,不能通过氨与二氧化碳的反应生成碳酸铵,其例如会导致汽提塔废气系统中的堵塞。此外,在汽提塔塔顶处的蒸气现在可以冷却而不会形成干扰性的碳酸铵。在汽提塔的相分离设备中实现了有机相与包含氨的水相之间的更好的相分离。

[0048] 根据本发明提纯的废水(即在步骤(iii)中汽提的废水,其在优选实施方案中从汽提塔底部取出)可以毫无问题地直接,即没有进一步的中间提纯步骤地输送至废水处理,优

选生物净化设备。

实施例

[0049] 测量方法

[0050] 有机组分的含量:气相色谱法 (GC), 所示为面积%。

[0051] 铵离子含量:按照 DIN 38406 的光度测量; 所示为以 ppm 计的质量含量。

[0052] 制备硝基苯的一般条件

[0053] 如 EP 2 168 942 A1 中所述在绝热法中制备硝基苯。在该方法中最后的碱洗中获得的废水用在以下实施例中。

[0054] 实施例1 (比较——高的冷凝温度, 在 TDZ 后不添加碱):

[0055] 将来自碱洗的废水导入沉淀容器, 其中分离未溶解的苯和硝基苯。具有 2293 ppm 的硝基苯、212 ppm 的苯和 16244 ppm 的硝基酚的含量以及 13.4 的 pH 值 (与硝基酚含量相比过量 2% 的 NaOH) 的每小时 3.5 吨的废水从那里被导入 TDZ 中并用 20 分钟的停留时间、290°C 的温度和 90 巴的绝对压力进行处理。形成的废水在 TDZ 后冷却至 88°C。该废水具有 10.3 的 pH 值 (0.1% NaOH, 基于该废水计) 和非常高含量的游离氨 (2300 ppm) 与碳酸盐 (1.58 %)。该废水随后用直接蒸汽 (Direktdampf) 汽提。在汽提塔中在 1.02 巴的绝对压力下, 在汽提塔塔底中获得基本上含有水、氨、二氧化碳和有机物质的每小时 3.9 吨的料流。将汽提塔的塔顶产物冷凝并冷却至 65°C。有机物质的清除流从冷凝器中排出。每小时 0.25 吨的有机物质贫化的含水冷凝物流作为回流返回到汽提塔中。获得的废水 (汽提塔的塔底流) 中以 TOC (总有机碳) 形式测得的有机物质含量为 5945 ppm, 该废水输送至生物净化设备。该废水中的铵含量为 182 ppm。

[0056] 实施例2 (比较——低的冷凝温度, 在 TDZ 后不添加碱):

[0057] 如实施例 1 那样进行实施例 2, 差别在于将汽提塔的塔顶产物冷凝并冷却至 35°C。获得的输送至生物净化设备的废水中有机物质的含量为 5661 ppm。存在汽提塔废气系统堵塞的严重问题, 这归因于碳酸铵在废气系统的阀门上和管道中的沉积。该废水中铵含量为 212 ppm。

[0058] 实施例3 (比较——高的冷凝温度, 在 TDZ 后添加碱):

[0059] 如实施例 1 那样进行实施例 3, 直到并包括 TDZ 的方法步骤。向来自 TDZ 的已经冷却至 88°C 的废水中添加 30% 的氢氧化钠水溶液 (100 升/小时)。此后的 pH 值为 12.5。随后, 用直接蒸汽汽提该废水。在 1.02 巴的绝对压力下在汽提塔塔底中获得基本上含有水、氨、二氧化碳和有机物质的每小时 4.0 吨的料流。将塔顶产物冷凝并冷却至 65°C。有机物质的清除流从冷凝器中排出。每小时 0.25 吨的有机物质贫化的含水冷凝物流作为回流返回到汽提塔中。获得的输送至生物净化设备的废水中有机物质的含量为 5894 ppm。铵含量小于 91 ppm。

[0060] 实施例4 (按照本发明——低的冷凝温度, 在 TDZ 后添加碱)

[0061] 如实施例 3 那样进行实施例 4, 差别在于将汽提塔的塔顶产物冷凝并冷却至 35°C。获得的输送至生物净化设备的废水中有机物质的含量为 4726 ppm。废水中的铵含量为小于 87 ppm。在汽提塔的废气区域中完全不存在沉积物的问题。

[0062] 这些实施例表明, 仅有采用添加碱 (步骤 (ii)) 和低的冷凝温度 (步骤 (iii)) 的本发明方法方式导致了低于 5000 ppm 的低有机物质含量和低于 90 ppm 的低铵含量。