



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 268 241 A1

4(51) C 07 C 79/26  
C 07 C 76/06

## AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 07 C / 312 118 8	(22)	08.01.88	(44)	24.05.89
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, Bitterfeld, 4400, DD  
 (72) Hellmig, Reinhard, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Feistel, Lothar, Dipl.-Chem.; Schwachula, Gerhard, Doz. Dr. sc. nat. Dipl.-Chem.; Böhm, Roland, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Schelle, Roland, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Reichelt, Peter; Theil, Wolfgang, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Perau, Hans-Jürgen, Dipl.-Ing.; Böhme, Wolf-Eckart, Dipl.-Ing.; Mengert, Hartmut, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur Gewinnung von kristallinem p-Nitrophenolnatrium oder höherkonzentrierten p-Nitrophenolnatriumlösungen aus p-nitrophenolhaltigen, wäßrigen Lösungen

(55) p-Nitrophenol, p-Nitrophenolnatrium, wäßrige Lösung, Abwasser-Rückgewinnung, Abtrennung, hydrophile Adsorberharze, Adsorption, Desorption

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung und Gewinnung von kristallinem p-Nitrophenolnatrium oder höherkonzentrierten p-Nitrophenolnatriumlösungen aus p-nitrophenolhaltigen oder p-nitrophenolnatriumhaltigen wäßrigen Lösungen wie sie bei der Herstellung oder Verarbeitung von p-Nitrophenol bzw. p-Nitrophenolnatrium anfallen. Die Gewinnung des kristallinen p-Nitrophenolnatriums oder der höherkonzentrierten p-Nitrophenolnatriumlösungen erfolgt dadurch, daß die p-nitrophenolhaltigen, wäßrigen Lösungen bei pH-Werten kleiner 7 mit hydrophilen, hochporösen, durch Nachvernetzung von chlormethylgruppenhaltigen, mit Divinylbenzen vernetzten Polystyrenen hergestellten Adsorberharzen mit einer spezifischen Oberfläche von 800 bis 1600 m<sup>2</sup>/g, in Kontakt gebracht werden, das adsorptiv gebundene p-Nitrophenol durch Anwendung einer 5- bis 20%igen wäßrigen, gegebenenfalls p-nitrophenolnatriumhaltigen Natriumhydroxydlösung bei Temperaturen von 50 bis 120 °C desorbiert und die höherkonzentrierte bzw. gesättigte p-Nitrophenolnatrium-Lösung direkt der Weiterverarbeitung zugeführt oder nach Abkühlung das ausgeschiedene p-Nitrophenolnatrium abgetrennt wird.

## Patentansprüche:

1. Verfahren von Gewinnung zur kristallinen p-Nitrophenolnatrium oder höherkonzentrierten p-Nitrophenolnatriumlösungen aus p-nitrophenol- oder p-nitrophenolnatriumhaltigen wäßrigen Lösungen, **gekennzeichnet** dadurch, daß die Lösungen bei pH-Werten kleiner 7 mit hydrophilen, hochporösen, durch Nachvernetzung von chlormethylgruppenhaltigen, mit Divinylbenzen vernetzten Polystyrenen in Gegenwart von quellenden Inertmitteln und Friedel-Krafts-Katalysatoren hergestellten Adsorberharzen mit einer spezifischen Oberfläche von 800 bis 1 600 m<sup>2</sup>/g, in Kontakt gebracht werden, das adsorptiv gebundene p-Nitrophenol durch Anwendung einer 5- bis 20%igen wäßrigen, gegebenenfalls p-nitrophenolnatriumhaltigen Natriumhydroxydlösung bei Temperaturen von 50 bis 120°C desorbiert und die höherkonzentrierte bzw. gesättigte p-nitrophenolnatrium-Lösung direkt der Weiterverarbeitung zugeführt oder nach Abkühlung das ausgeschiedene p-Nitrophenolnatrium abgetrennt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die nach dem Abtrennen des kristallinen p-Nitrophenolnatriums erhaltene alkalische, p-nitrophenolnatriumhaltige Mutterlösung mindestens teilweise erneut zur Desorption eingesetzt wird.

## Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung und Gewinnung von kristallinem p-Nitrophenolnatrium oder höherkonzentrierten p-Nitrophenolnatriumlösungen aus p-nitrophenol- oder p-nitrophenolnatriumhaltigen, wäßrigen Lösungen, wie sie in der chemischen Industrie bei der Herstellung oder Verarbeitung von p-Nitrophenol bzw. p-Nitrophenolnatrium anfallen.

## Charakteristik des bekannten Stands der Technik

In der chemischen Industrie wird p-Nitrophenol bzw. das als p-Nitrophenolnatrium gehandelte Natriumsalz an verschiedenen Stellen zur Herstellung wichtiger Vor- und Zwischenprodukte eingesetzt. Beispiele hierfür sind die Anwendung zur Zwischenproduktherstellung für Azo- und Schwefelfarbstoffe, als Vorprodukt für Pflanzenschutzmittel, z. B. Parathion, und Fotochemikalien, z. B. p-Aminophenol, Metol, oder für Pharmazeutika, z. B. Phenetidin oder Anisidin.

Zw. häufig fallend daher sowohl beim Herstellungsprozeß von p-Nitrophenol bzw. p-Nitrophenolnatrium als auch bei dessen weiterer Verarbeitung p-nitrophenolhaltige Mutterlaugen und Abwässer an, aus denen das toxische p-Nitrophenol (eingestuft als Gift der Abt. II in der 2. DB zum Giftgesetz der DDR v. 25. 10. 1934) entfernt werden muß und im Sinne eines Recycling-Prozesses möglichst vollständig wieder zurückgewonnen werden soll.

Es ist bekannt, die Ausbeute von kristallinem p-Nitrophenolnatrium, der für die meisten Anwendungsfälle bevorzugten Anwendungsform von p-Nitrophenol, aus Mutterlösungen durch Zusatz von Natriumsalzen, z. B. NaCl oder Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, zu erhöhen.

Dieses Aussalzen gestattet jedoch keine vollständige Entfernung des p-Nitrophenolnatriums aus den Mutterlaugen und belastet zum anderen die Abwässer mit großen Mengen die Umwelt belastenden Neutralsalzen.

Es ist auch bekannt und in der US-PS 4215227 beschrieben, das bei der Herstellung von kristallinem p-Nitrophenolnatrium anfallende Prozeßfiltrat in den Herstellungsprozeß zurückzuführen. Dieses Verfahren ist jedoch nur begrenzt beim Hersteller anwendbar, wenn definierte Abwässer anfallen.

In den DE-PS 2513154 und US-PS 3894096 wurde vorgeschlagen, p-Nitrophenol aus wäßrigen Lösungen durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln, z. B. Nitrobenzen, abzutrennen und zurückzugewinnen. Der Nachteil dieser Extraktionsverfahren besteht einmal in dem beträchtlichen Energieaufwand zur Abtrennung des Lösungsmittels und zum anderen in der zusätzlichen Verunreinigung des behandelten Abwassers mit dem Extraktionsmittel.

Weiterhin wurde vorgeschlagen, p-nitrophenolhaltige Abwässer durch Einwirkung von Oxydationsmitteln so zu behandeln, daß das p-Nitrophenol zerstört wird und das entgiftete Abwasser gefahrlos abgeleitet werden kann. So wird in der JP-PS 81036994 der Einsatz von chemischen Oxydationsmitteln und in der US-PS 3844914 die Verwendung von kurzweiligem UV-Licht beschrieben. Diese Oxydationsverfahren gestatten jedoch keine Rückgewinnung des p-Nitrophenols.

In den letzten Jahren wurde der Einsatz von nichtionogenen Adsorberharzen zur Abtrennung von p-Nitrophenol aus Abwässern bekannt. Bei diesen nichtionogenen Adsorberharzen, auch als Adsorberpolymere oder Polymeradsorber bezeichnet, handelt es sich um kugelförmige, makroporöse Polymere, meist auf der Basis von vernetzten Vinylaromaten oder Polyacrylaten bzw. Polymethacrylaten ohne funktionelle Gruppen. Ähnlich wie andere wirksame Sorptionsmittel weisen sie ein weit verzweigtes inneres Porensystem mit einer entsprechend großen spezifischen Oberfläche auf, die etwa 200 bis 700 m<sup>2</sup>/g betragen kann. Aufgrund ihrer hohen Porosität vermögen diese nichtionogenen Adsorberharze eine Reihe von organischen Stoffen, bevorzugt solche mit aromatischem Charakter, aus wäßrigen Lösungen durch physikalische Sorption zu binden. Die Gegenwart von Elektrolyten, z. B. Salzen, verstärkt die Sorption der organischen Stoffe an der Polymeroberfläche, da die Hydrathüllen der Elektrolyte in wäßrigen Lösungen zusätzlich einen Aussalzeffekt hervorrufen.

Zur Desorption der an den Polymeren sorbierten Phenole eignen sich in erster Linie polare organische Lösungsmittel wie z. B. niedere Alkohole oder Ketone, die für Phenole einschließlich p-Nitrophenol eine überragende Löslichkeit aufweisen. Weniger eignen sich auch verdünnte Alkalihydroxydlösungen zur Desorption.

Bekanntlich sind die Alkaliphenolate in wäßrigen Lösungen recht gut löslich. Aufgrund des aber gleichzeitig eintretenden Aussalzeffektes eignen sich aber nur stark verdünnte Alkalihydroxidlösungen als Regeneriermittel für die nichtionogenen Adsorberharze.

So wird in der Literatur (Fox, C.R. in *Hydrocarbon Processing*, 57 [1978] 269-273 beschrieben, daß aus einem sauren Abwasser mit einem pH-Wert von 2 und einem p-Nitrophenolgehalt von 1000 bis 1800 mg/l das p-Nitrophenol bis auf Restgehalte von 5 bis 10 mg/l durch Adsorption an einem nichtionogenen Adsorberpolymeren entfernt werden kann. Die Regenerierung erfolgt mit einer 4%igen wäßrigen Natronlauge, die resultierende verdünnte alkalische p-Nitrophenolnatrium-Lösung wird in den Produktionsprozeß zurückgeführt.

In der DD-PS 155 035 wird der Einsatz einer Kombination aus einem nichtionogenen Adsorberpolymeren und einem schwach basischen Anionenaustauscher in einem Apparat zur Aufbereitung eines sauren, p-nitrophenolhaltigen Abwassers beschrieben. Die Konzentration des p-Nitrophenols kann von 3500 mg/l in Rohwasser auf 3 mg/l im Ablauf verringert werden. Die erreichte Kapazität liegt bei 70 g p-Nitrophenol/l Adsorberpolymeren. Bei der Regenerierung des Adsorberpolymeren/Anionenaustauscher-Gemisches mit einer auf 60°C erwärmten 1%igen Natronlauge wird im Eluat neben dem p-Nitrophenolnatrium in nachteiliger Weise auch eine gewisse Menge NaCl bzw. Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> aus dem Regenerat des schwach basischen Anionenaustauschers erhalten, wodurch die verdünnte p-nitrophenolnatriumhaltige Lösung verunreinigt wird. Nachteilig an diesen bisher bekannten Verfahren zur Abtrennung und Rückgewinnung von p-Nitrophenol aus wäßrigen Abwasserströmen mittels nichtionogener Adsorberpolymerer ist der Anfall einer verdünnten, wäßrigen p-Nitrophenolnatrium-Lösung, die bei einer vorgesehenen technischen Wiederverwendung weiter aufgearbeitet werden muß. Ein kristallines p-Nitrophenolnatrium ist erst nach Eindampfen des Eluates erhältlich. Soll das alkalische Regenerat direkt weiterverarbeitet werden, muß mit kristallinem p-Nitrophenolnatrium aufgestockt werden.

Werden Lösungsmittel, z. B. Methanol oder Aceton zur Desorption des p-Nitrophenols verwendet, müssen diese erst abgetrieben werden, um kristallines p-Nitrophenol bzw. nach Zusatz von Natriumhydroxid das gewünschte kristalline p-Nitrophenolnatrium zu erhalten.

#### Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, auf direktem Wege ein kristallines p-Nitrophenolnatrium oder eine höherkonzentrierte p-nitrophenolnatriumhaltige Lösung aus wäßrigen p-nitrophenolhaltigen bzw. p-nitrophenolnatriumhaltigen Lösungen zur sofortigen und direkten Weiterverwendung ohne zusätzliche Aufbereitungsstufen zu gewinnen.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein apparativ einfaches Verfahren zur Gewinnung von kristallinem p-Nitrophenolnatrium oder einer höherkonzentrierten p-Nitrophenolnatrium-Lösung in hoher Reinheit aus wäßrigen p-nitrophenol- oder p-nitrophenolnatriumhaltigen Lösungen unter Verwendung von Adsorptionsmitteln aufzuzeigen, das den Anfall von verdünnten p-nitrophenolhaltigen bzw. p-nitrophenolnatriumhaltigen oder organische Lösungsmittel enthaltende Lösungen vermeidet und gleichzeitig eine den Forderungen des Umweltschutzes genügende, praktisch p-nitrophenolfreie wäßrige Lösung ergibt. Höherkonzentrierte p-Nitrophenolnatrium-Lösung bedeutet hier eine gesättigte oder übersättigte Lösung mit einem Gehalt von mindestens 5% p-Nitrophenolnatrium.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die p-nitrophenol- oder p-nitrophenolnatriumhaltige wäßrige Lösung bei pH-Werten kleiner 7, vorzugsweise kleiner 5 mit einem hydrophilen Adsorberharz, das eine spezifische Oberfläche von über 800 m<sup>2</sup>/kg, vorzugsweise von 1000 bis 1600 m<sup>2</sup>/g, aufweist, in einem Reaktor in Kontakt gebracht wird, z. B. über ein in einer Filtersäule angeordnetes Bett des Adsorberharzes im Auf- oder Abstrom geführt wird, wobei das p-Nitrophenol adsorptiv gebunden und nach Erschöpfung des Adsorberharzes durch Überleiten einer auf 50 bis 120°C erwärmten 5- bis 20%igen wäßrigen, gegebenenfalls p-nitrophenolnatriumhaltigen Ätznatronlösung als p-Nitrophenolnatrium desorbiert und unmittelbar nach Abkühlen der Regenerierlösung in kristalliner Form abgetrennt wird oder in der gesättigten Lösung zur Weiterverarbeitung gelangt. Nach dem Verdrängen der im Zwischenraumvolumen der Filtersäule verbliebenen Regenerierlösung mit Wasser ist das hydrophile Adsorberharz wieder bereit zur Adsorption.

Bei den erfindungsgemäß verwendeten Adsorberharzen handelt es sich um permanent hydrophile, durch Nachvernetzung von chlormethylgruppenhaltigen, mit Divinylbenzen vernetzten Polystyrenen in Gegenwart von quellenden Inertmitteln und Friedel-Crafts-Katalysatoren hergestellte Adsorberharze mit einer spezifischen Oberfläche von 800 bis 1600 m<sup>2</sup>/g. Überraschenderweise lassen sich diese hydrophilen Adsorberharze im Gegensatz zu den bisher bekannten, von Natur aus hydrophoben Adsorberpolymeren auch mit höherkonzentrierten, z. B. 5- bis 20%igen Alkalihydroxidlösung und bei Temperaturen über 60°C regenerieren, ohne Jaß ein Verlust der Hydrophilie eintritt.

Obwohl erwartet werden kann, daß Adsorberpolymere mit einer größeren spezifischen Oberfläche auch eine höhere Adsorptionskapazität für p-Nitrophenol aufweisen, kommt die überragende Adsorptionsfähigkeit und sehr hohe Arbeitsgeschwindigkeit der erfindungsgemäß verwendeten Adsorberharze überraschend. Es war nicht zu erwarten, daß die erfindungsgemäß eingesetzten Adsorberharze mit einer inneren Oberfläche, die etwa doppelt so groß wie die der bisher bekannten Adsorberpolymere ist, eine um das 4- bis 5fach höhere Adsorptionskapazität für p-Nitrophenol aufweisen. Die unerwartet hohe Adsorptionskapazität und besonders leichte Regenerierbarkeit der erfindungsgemäß verwendeten hydrophilen Adsorberharze bilden den Kern für das erfindungsgemäße Verfahren zur Gewinnung von kristallinem p-Nitrophenolnatrium bzw. höherkonzentrierten und gesättigten p-Nitrophenolnatrium-Lösungen aus p-nitrophenol- bzw. p-nitrophenolnatriumhaltigen wäßrigen Lösungen. Aus der sehr hohen Beladung des Adsorberharzes mit p-Nitrophenol resultiert bei der Regenerierung mit nur 3 bis 4 Volumenteilen einer 5- bis 20%igen, vorzugsweise 6- bis 10%igen, wäßrigen Natronlauge bei Temperaturen von 50 bis 120°C, vorzugsweise 60 bis 90°C, eine höherkonzentrierte bzw. gesättigte

p-Nitrophenolnatrium-Lösung, die entweder sofort zur Weiterverarbeitung gelangt oder aus der beim Abkühlen das p-Nitrophenolnatrium in kristalliner Form anfällt. Die bei der Kristallisation erhaltene Mutterlauge kann nach Aufstocken mit dem zur Natriumsalzbildung verbrauchten Ätznatron erneut zur Elution eingesetzt oder in das unaufbereitete Abwasser geleitet und auf diese Weise im Kreislauf geführt werden.

Das in höherkonzentrierter bzw. gesättigter Lösung oder in kristalliner Form erhaltene p-Nitrophenolnatrium weist eine hohe Reinheit auf und kann ohne weitere Aufbereitungsstufen sofort zur Weiterverarbeitung eingesetzt werden. Zweckmäßig führt man die anfallenden Wasch- und Verdrängungslösungen in die unaufbereitete Lösung zurück, um ein umweltfreundliches Verfahren, frei von p-nitrophenol- bzw. p-nitrophenolnatriumhaltigen wäßrigen Lösungen, zu erhalten.

Die nachfolgenden Ausführungsbeispiele beschreiben das erfindungsgemäße Verfahren.

#### Beispiel 1

Über ein in einer beheizbaren Laborsäule (Durchmesser 25 mm, zyl. Mantelhöhe 1000 mm) angeordnetes Bett aus 250 ml eines hydrophilen, durch Nachvernetzung eines chlormethylgruppenhaltigen Styren-Divinylbenzen-Copolymeren hergestellten Adsorberharzes mit einer spezifischen Oberfläche von  $1490 \text{ m}^2/\text{g}$  (nach BET) wurde im Abstrom bei  $20^\circ\text{C}$  und einer Fließgeschwindigkeit von  $4 \text{ m/h}$  ein p-nitrophenolhaltiges Abwasser mit einem p-Nitrophenolgehalt von  $5400 \text{ mg/l}$ , einem NaCl-Gehalt von  $120 \text{ g/l}$  und einem pH-Wert von  $3,6$  geleitet. Das im Säulenablauf erhaltene gereinigte Abwasser wurde in regelmäßigen Abständen auf den Gehalt an p-Nitrophenol untersucht. Es konnten  $15,51$  (62 Bettvolumina) Abwasser mit einem Gehalt von unter  $5 \text{ mg p-Nitrophenol/l}$ , d. h. weniger als  $0,1\%$  der Eingangskonzentration, aufgefangen werden. Der Zufluß wurde nach weiteren 4 Bettvolumina unterbrochen, nachdem der Restgehalt an p-Nitrophenol  $10 \text{ mg/l}$ , d. h.  $0,2\%$  der Eingangskonzentration überschritten wurde, und das in der Säule befindliche Abwasser mit 2 Volumenteilen Wasser im Abstrom herausgespült.

Durch Überleiten von 5 Volumenteilen 8%iger Natronlauge bei  $85^\circ\text{C}$  innerhalb von 60 Minuten im Abstrom wurde das adsorbierte p-Nitrophenol als Nitrophenolnatrium eluiert. Aus dem Eluat konnten nach Abkühlen auf  $20^\circ\text{C}$   $79,9 \text{ g}$ , d. h.  $82\%$  des adsorbierten p-Nitrophenols als kristallines p-Nitrophenolnatrium abgetrennt werden. Nach Verdrängen der Natronlauge mit 2 Volumenteilen p-nitrophenolfreien sauren Wassers wurde die Säule erneut zur Sorption von Nitrophenol eingesetzt.

#### Beispiel 2

Ein Prozeßwasser mit einem Gehalt an  $7,1 \text{ g p-Nitrophenolnatrium je Liter}$  und einem pH-Wert von  $10,2$  wurde durch Zugabe von Salzsäure-Lösung auf einen pH-Wert von  $4,2$  eingestellt und über  $30 \text{ l}$  eines hydrophilen, durch Nachvernetzung eines chlormethylgruppenhaltigen, mit Divinylbenzen vernetzten Polystyrens hergestellten Adsorberharzes mit einer spezifischen Oberfläche von  $1265 \text{ m}^2/\text{g}$  (nach BET) in einer zylindrischen Filtersäule mit Heizmantel (Durchmesser  $200 \text{ mm}$ , zylindrische Mantelhöhe  $1200 \text{ mm}$ ) im Aufstrom (Schwebefestbett) bei  $15$  bis  $20^\circ\text{C}$  und einer Fließgeschwindigkeit von  $5$  bis  $6 \text{ m/h}$  geleitet. Um ein Verstopfen des oberen Rückhaltesystems zu vermeiden, befanden sich zwischen der Oberkante des Adsorberharzbettes und dem oberen Rückhaltesystem  $3 \text{ l}$  Wofatit UD90.

Das am oberen Säulenende abgenommene Abwasser wurde ständig auf seinen Gehalt an p-Nitrophenol geprüft, der im Durchschnitt  $2$  bis  $3 \text{ mg/l}$  betrug. Bei einem Anstieg des p-Nitrophenolgehaltes auf den vorgegebenen Grenzwert  $10 \text{ mg/l}$  wurde der Zulauf des Abwassers unterbrochen und die Säule mit 2 Volumenteilen Wasser im Abstrom gespült. Danach wurde die Säule im Abstrom innerhalb von  $45 \text{ min}$  mit 4 Volumenteilen einer auf  $8\%$  NaOH-Gehalt aufgestockten Mutterlauge aus der Kristallisation des vorangegangenen Beladungszyklus mit einem p-Nitrophenolnatriumgehalt von  $0,7\%$  und nachfolgend 1 Volumenteil einer 8%igen NaOH-Lösung beaufschlagt. Aus dem Eluat konnten nach Abkühlung auf  $20^\circ\text{C}$  insgesamt  $9885 \text{ g}$ , d. h.  $91\%$  des adsorbierten p-Nitrophenols als kristallines p-Nitrophenolnatrium durch Abfiltrieren gewonnen werden. Die verbliebene Mutterlauge wurde im nächsten Zyklus nach Aufstockung mit Natronlauge erneut zur Desorption eingesetzt. Nach Spülen der Säule mit zwei Volumenteilen p-nitrophenolfreien sauren Wassers wurde die Säule erneut mit rohem Abwasser beaufschlagt.

#### Beispiel 3

Über ein in einer Laborsäule wie in Beispiel 1 befindliches Bett aus  $250 \text{ ml}$  eines hydrophilen, durch Nachvernetzung von chlormethylgruppenhaltigem, mit Divinylbenzen vernetztem Polystyren hergestellten Adsorberharzes mit einer spezifischen Oberfläche von  $1340 \text{ m}^2/\text{g}$  und einer Inertschicht aus  $30 \text{ ml}$  Wofatit UD90 wurde im Aufstrom bei  $20^\circ\text{C}$  und einer Fließgeschwindigkeit von  $10 \text{ m/h}$  ein Abwasser mit einem p-Nitrophenolgehalt von  $4700 \text{ mg/l}$ , einem Neutralsalzgehalt von  $5200 \text{ mg/l}$  und einem pH-Wert von  $3,2$  geleitet. Das am oberen Ende abgenommene Abwasser wies im Mittel einen p-Nitrophenolgehalt von  $6 \text{ mg/l}$  auf. Nach Durchsatz von  $54$  Volumenteilen Abwasser und Anstieg des p-Nitrophenol-Restgehaltes im gereinigten Abwasser auf  $10 \text{ mg/l}$  in der Einzelprobe wurde der Zulauf unterbrochen und die Säule im Abstrom mit 4 Volumenteilen einer 8%igen Natronlauge gefolgt von 1 Volumenteil Wasser bei  $80$  bis  $85^\circ\text{C}$  innerhalb von  $60 \text{ min}$  im Abstrom beaufschlagt. Am unteren Säulenende wurde zunächst eine Lösungsfraktion aufgefangen, die das verdrängte Abwasser enthielt, bevor 4 Volumenteile einer  $7,6\%$ igen konzentrierten p-Nitrophenolnatrium-Lösung erhalten wurden, die direkt zur Weiterverarbeitung gelangten.

Unmittelbar nach Beendigung der Regenerierung wurde die Säule erneut im Aufstrom mit dem unaufbereiteten Abwasser beaufschlagt.