

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 485 818**

51 Int. Cl.:

**C07C 209/86** (2006.01)

**C07C 211/46** (2006.01)

**C07C 209/36** (2006.01)

**B01D 11/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.05.2010 E 10721405 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.06.2014 EP 2427424**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de una amina aromática así como dispositivo para ello**

30 Prioridad:

**07.05.2009 EP 09159617**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**14.08.2014**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**STEINMETZ, TILMANN;  
NILLES, MICHAEL;  
KÖNIGSMANN, LUCIA;  
HEUSSLER, ANDREAS y  
ZAFRED, NIKOLAUS**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 485 818 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento para la preparación de una amina aromática así como dispositivo para ello

5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de al menos una amina aromática mediante extracción de una mezcla de líquidos que contiene agua y la al menos una amina aromática con al menos un compuesto nitroaromático en una columna de extracción, formándose una corriente de producto refinado que contiene esencialmente agua y una corriente de extracto que contiene el al menos un compuesto nitroaromático y la anilina aromática. La invención se refiere, además, a un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación catalítica del correspondiente compuesto nitroaromático y a un dispositivo para la separación de una mezcla de líquidos que contiene agua y al menos una amina aromática mediante extracción con al menos un compuesto nitroaromático, que comprende una columna de extracción.

10 En general, la mezcla de líquidos que contiene agua y la amina aromática a separar mediante la extracción procede de un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación del correspondiente compuesto nitroaromático en presencia de un catalizador heterogéneo. Un procedimiento de este tipo para la preparación de aminas aromáticas está descrito, por ejemplo, en el documento EP-B 0 507 118.

15 Preferentemente, el compuesto nitroaromático empleado para la preparación de la amina aromática se emplea como disolvente en la extracción para la obtención de la amina aromática. Durante la extracción se forma una fase de extracto que contiene la amina aromática y el compuesto nitroaromático, que se separa en un paso posterior de separación, por ejemplo, una destilación, en la amina aromática como producto valioso y una corriente que contiene, esencialmente, el compuesto nitroaromático. Entonces, el compuesto nitroaromático separado de este modo se puede conducir como reactante asimismo al reactor para la preparación de la amina aromática.

20 Un procedimiento para la obtención de una amina aromática a partir de una fase acuosa mediante extracción de la amina aromática con un correspondiente compuesto nitroaromático es conocido, por ejemplo, por el documento DE-A 10 2006 008 000. A este respecto, como disolvente para la extracción se emplea, preferentemente, el compuesto nitroaromático empleado para la preparación de la amina aromática. Durante la extracción se disuelve la amina aromática en el compuesto nitroaromático y, a continuación, se puede retirar del mismo mediante una separación por destilación.

25 Por el documento GB-A 2 352 715 es conocido otro procedimiento para la recuperación de aminas aromáticas.

30 Para la extracción se emplean dispositivos de extracción habituales, conocidos por el experto, por ejemplo, mezcladores/sedimentadores o columnas de extracción. Sin embargo, la desventaja de las columnas de extracción habituales es que las mismas, para desplegar el rendimiento asegurado de separación para el funcionamiento necesitan cargas de líquido con un tamaño determinado. Sin embargo, cuando aparecen grandes variaciones en la alimentación, esto puede conducir a una expansión de remolinos de carga parcial, lo que conlleva una carga de líquido demasiado reducida y un empeoramiento del rendimiento de la extracción hasta no llegar a alcanzar la concentración del producto refinado. Esto tiene como consecuencia, en caso del empleo de anilina como amina aromática, una formación de negro de anilina en el siguiente paso.

35 Una columna de extracción está desvelada, por ejemplo, en el documento GB-A 666 544.

40 El objetivo de la presente invención es facilitar un procedimiento y un dispositivo para la obtención de amina aromática a partir de una mezcla de líquidos que contiene agua y la al menos una amina aromática mediante extracción, que se puedan hacer funcionar incluso con corrientes de volumen que varían intensamente de la mezcla de líquidos que contiene agua y amina aromática a separar sin pérdida del rendimiento de separación.

45 El objetivo se resuelve mediante un procedimiento para la obtención de al menos una amina aromática a partir de una mezcla de líquidos que contiene agua y la al menos una amina aromática mediante extracción con al menos un compuesto nitroaromático en una columna de extracción, formándose una corriente de producto refinado que contiene esencialmente agua y una corriente de extracto que contiene el al menos un compuesto nitroaromático y la amina aromática, separándose la columna de extracción mediante una pared de separación vertical en dos zonas y suministrándose la mezcla de líquidos a separar, en caso de una cantidad de líquido a separar que es menor que una carga de sección transversal mínima de toda la columna de extracción, solo a una de las zonas de la columna de extracción separadas mediante la pared de separación vertical.

50 En el sentido de la presente invención, "corriente de producto refinado que contiene esencialmente agua" se refiere a que la corriente del producto refinado contiene al menos el 98 % en peso de agua, más preferentemente al menos el 99,5 % en peso de agua, en particular al menos el 99,99 % en peso de agua.

55 El límite de funcionamiento superior de una columna de extracción se determina por el punto de inundación y establece la máxima carga de la columna. A este respecto, la máxima carga de la columna se encuentra, habitualmente, del 75 al 80 % por debajo de la carga del punto de inundación, que refleja el punto de funcionamiento con máxima carga de sección transversal de la columna de extracción. Habitualmente no se plantea una mayor carga máxima de la columna, ya que el riesgo en caso de variaciones de las corrientes de alimentación,

temperaturas o concentraciones de alcanzar un punto de funcionamiento inestable es demasiado grande.

El límite de carga inferior de una columna de extracción habitualmente se encuentra en aproximadamente el 50 % de carga parcial, lo que se corresponde, habitualmente, con una carga de aproximadamente el 40 % de la carga de inundación. Sin embargo, como es sabido, con cargas tan reducidas aumenta intensamente el remezclado en columnas con cuerpos llenadores. Además, los distribuidores de líquido con los que se añaden los líquidos a la columna de extracción, tienen solo un intervalo de trabajo estrecho en el que se pueden generar los tamaños de gota necesarios. Gracias a la pared de separación vertical de acuerdo con la invención se puede reducir la sección transversal de la columna de extracción. Habitualmente, la pared de separación vertical se encuentra en el centro de la columna, de tal manera que se divide por la mitad la sección transversal. Por ello, es posible un funcionamiento de la columna de extracción con una carga mucho menor. En caso de funcionamiento de solo una de las zonas separadas mediante la pared de separación vertical se consigue, ya con la mitad de la carga, una carga de sección transversal comparable con la carga máxima de columna de toda la columna de extracción. Por ello se puede ampliar mucho el intervalo de funcionamiento de la columna de extracción frente a una columna de extracción sin pared de separación vertical.

Por tanto, gracias a la pared de separación vertical en la columna de extracción es posible poder llevar a cabo, incluso con una pequeña corriente de líquido a separar, una extracción sin una gran pérdida del rendimiento de separación. De este modo, por ejemplo, también se evita un aumento de los remolinos que aparecen en la columna de extracción gracias a la pared de separación vertical y se reduce en cuanto a la extensión a la sección transversal entre la pared de la columna y la pared de separación vertical. Los remolinos que se configuran en caso de carga parcial de la columna de extracción con tamaño del diámetro de la columna conducen a un aumento del remezclado. El remezclado empeora generalmente el rendimiento de separación en relación con la altura de la columna, lo que conduce a que se tenga que ampliar la altura de la columna. Gracias a la pared de separación vertical, la altura constructiva de la columna de extracción para un intervalo de carga muy amplio se puede seleccionar menor que la altura constructiva necesaria para el mismo intervalo de carga sin la pared de separación vertical.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención es que se necesita, incluso en caso de funcionamiento de dos reactores para la preparación de la al menos una amina aromática, solo una columna de extracción para tratar la mezcla de líquidos que se produce durante la reacción, que contiene agua y amina aromática. Incluso con funcionamiento de solo uno de los reactores que están unidos a la columna de extracción se consigue un efecto de separación suficiente para una amina aromática lo suficientemente pura como producto.

Como columna de extracción se puede usar cualquier columna de extracción discrecional conocida por el experto. Las columnas adecuadas presentan elementos interiores, habitualmente en forma de rellenos estructurados o no estructurados. En particular, se emplean rellenos no estructurados, en general cuerpos llenadores. A este respecto, como cuerpos llenadores son adecuados todos los cuerpos llenadores discrecionales conocidos por el experto. En particular son cuerpos llenadores adecuados, por ejemplo, anillos Pall.

El relleno estructurado en la columna de extracción está colocado, a este respecto, entre la primera alimentación en la cabeza y la segunda alimentación en el extremo inferior de la columna. Mediante el empleo de los rellenos se consigue una distribución uniforme de líquido en la columna de extracción o en la zona que se hace funcionar de la columna de extracción.

En una primera forma de realización, la pared de separación vertical termina por debajo del nivel del líquido en la columna de extracción y por encima de un primer dispositivo de suministro en la cabeza de la columna de extracción. Debido a que la pared de separación vertical termina por debajo del nivel del líquido en la columna de extracción, se recoge el líquido de las dos zonas separadas mediante la pared de separación vertical de la columna de extracción en una cabeza común. Esto tiene la ventaja de que tiene que estar contenida solo una medición del nivel de relleno en la cabeza de la columna. Incluso en caso de funcionamiento de solo una subzona de la columna de extracción, de este modo, independientemente de la zona que se hace funcionar se puede llevar a cabo una regulación con solo una medición del nivel de líquido.

Además, es ventajoso que la pared de separación vertical atraviese la interfase que se configura. A este respecto, además se prefiere que el fondo de la columna de extracción tampoco se separe para las dos zonas separadas mediante la pared de separación vertical. Por ello, asimismo es suficiente prever todos los dispositivos de medición necesarios para la regulación de la extracción en el fondo de la columna solo en una realización sencilla. No se tienen que considerar por separado ambas subzonas.

El que la pared de separación vertical se introduzca en la fase líquida a separar en el fondo de la columna de extracción significa que el extremo inferior de la pared de separación vertical se encuentra por debajo de una interfase entre la fase líquida a separar y la fase que contiene todos los líquidos empleados en la extracción.

Para hacer funcionar, en caso de la pared de separación vertical no continua, solo una zona de la columna de extracción es ventajoso dejar que quede líquido en la segunda zona.

Para evitar que, a causa de la diferencia de presión hidrostática existente a base de las diferentes densidades medias en las dos zonas de la columna de extracción, que se forman mediante la pared de separación vertical, se

5 produzca un flujo en bucle alrededor de la pared de separación entre la zona activa y la zona en reposo, es necesario que la pared de separación vertical se introduzca en la fase líquida a separar en el fondo de la columna de extracción hasta que la diferente ubicación de la interfase entre la fase líquida a separar y la mezcla de extracción, que contienen todos los componentes, no conduzca a un flujo por debajo o por encima de la pared de separación vertical con la fase continua.

La diferencia de altura de las interfases  $h_{sep}$  se puede estimar del siguiente modo a través de las densidades de las fases, la retención  $\phi$  esperada y la altura del nivel de la mitad de columna  $H_{act}$  que se hace funcionar con dos fases:

$$h_{sep} = \phi \cdot \frac{(\rho_c - \rho_d)}{\rho_d} \cdot H_{act} .$$

10 Como alternativa, un flujo en bucle alrededor de la pared de separación vertical también se puede evitar al terminar la pared de separación vertical, por ejemplo, con el suelo en el fondo de la columna de extracción y al dividir, de este modo, también el fondo de la columna de extracción en dos zonas o al sobresalir hasta por encima del máximo nivel de líquido de la columna de extracción en la cabeza y, por ejemplo, al unirse también con la tapa que cierra la cabeza de la columna de extracción. Como alternativa, también es posible que la pared de separación vertical separe toda la columna de extracción en dos zonas independientes. Cuando el fondo o la cabeza o incluso el fondo y la cabeza de la columna de extracción se separan mediante la pared de separación vertical en dos zonas independientes, entonces es necesario prever alimentaciones y descargas respectivamente independientes en las subzonas individuales de la columna de extracción. De este modo, en caso de una separación del fondo en dos zonas tienen que estar previstas dos descargas de fondo independientes para la toma de la fase líquida a separar en el fondo del líquido. En caso de una separación de la fase líquida contenida en la cabeza de la columna de extracción es necesario prever en cada una de las zonas una tubuladura de toma para tomar el líquido que se acumula en la cabeza de la columna de extracción. También en caso de una separación correspondiente en, respectivamente, zonas independientes, en cada zona tienen que estar previstos dispositivos de medición propios para poder controlar y regular la extracción. Por este motivo, se prefiere que no se separen por la pared de separación vertical ni el líquido contenido en el fondo de la columna ni el líquido contenido en la cabeza de la columna.

15 A causa de las diferencias de densidad de los líquidos, la columna de extracción habitualmente se hace funcionar de tal manera que en la cabeza de la columna se toma una corriente de producto refinado que contiene, esencialmente, agua. En el marco de la presente invención, "que contiene esencialmente agua" se refiere a que la corriente de producto refinado tomada en la cabeza de la columna contiene al menos el 98 % en peso, preferentemente al menos el 99,5 % en peso y en particular al menos el 99,99 % en peso de agua.

20 Correspondientemente, la fase líquida a separar en el fondo de la columna de extracción es una fase de extracto esencialmente sin agua, que contiene al menos un compuesto nitroaromático y la al menos una amina aromática. En el sentido de la presente invención, esencialmente sin agua se refiere a que la fase de extracto está exenta de fases extrañas o que contiene como máximo el 1 % en peso de una fase extraña. Cuando la fase de extracto está exenta de fase extraña, esto significa que la parte de agua en la fase de extracto se corresponde, como máximo, con la parte que se disuelve a causa de temperatura y presión en la fase de extracto.

25 Para hacer funcionar la columna de extracción, dependiendo de la cantidad de la mezcla de líquidos que contiene agua y amina aromática a separar, por completo o solo en una de las zonas separadas mediante la pared de separación vertical, en cada una de las zonas separadas mediante la pared de separación vertical desemboca una primera alimentación en la zona superior de la columna de extracción y una segunda alimentación en el extremo inferior de la columna por encima del fondo.

30 A través de la primera alimentación en la cabeza de la columna se suministra, habitualmente, el compuesto nitroaromático que sirve de disolvente. A través de la segunda alimentación en el extremo inferior de la columna por encima del fondo se suministra como alimentación la mezcla de líquidos que contiene agua y la al menos una amina aromática a separar. Gracias al suministro de alimentación y disolvente en extremos opuestos de la columna se consigue una conducción a contracorriente de disolvente y alimentación.

35 Para hacer funcionar por separado las zonas individuales de la columna de extracción, además es necesario poder exponer las alimentaciones por separado a las zonas individuales de la columna de extracción de forma separada a los líquidos a alimentar a la columna de extracción. Para esto, por ejemplo, es posible poder cerrar las alimentaciones individuales, respectivamente, mediante válvulas adecuadas. A este respecto, preferentemente, las válvulas se pueden controlar dependiendo de la cantidad a separar en total de la mezcla de líquidos que contiene agua y la al menos una amina aromática.

40 Para evitar que en caso del funcionamiento más prolongado de solo una zona de la columna de extracción se encuentre a lo largo de mucho tiempo en la segunda zona de la columna de extracción el mismo líquido, además se prefiere cambiar, en este caso, a intervalos regulares el funcionamiento entre las zonas.

El compuesto nitroaromático empleado para la obtención de la amina aromática es, preferentemente, nitrobenceno y la amina aromática es, preferentemente, anilina.

Además, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación catalítica del correspondiente compuesto nitroaromático, que comprende las siguientes etapas:

- 5 (a) reacción de una mezcla de reacción que contiene el compuesto nitroaromático e hidrógeno en presencia de un catalizador heterogéneo hasta dar una mezcla de productos que contiene la amina aromática, agua e hidrógeno que no ha reaccionado en una reacción de equilibrio,
- (b) retirada del hidrógeno de la mezcla de productos,
- 10 (c) deshidratación de la mezcla de productos, obteniéndose una amina aromática esencialmente sin agua como producto y una mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática,
- (d) separación de la mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática, obtenida en la etapa (c), en un procedimiento tal como se ha descrito anteriormente mediante extracción con un compuesto nitroaromático en una corriente de producto refinado que contiene esencialmente agua y una corriente de extracto que contiene el compuesto nitroaromático y la anilina aromática.
- 15 Mediante el empleo del procedimiento que se ha descrito anteriormente para la extracción de la mezcla de líquidos que contiene el agua y la amina aromática en la etapa (d) es posible, dependiendo de la amina aromática necesaria, conducir el procedimiento de preparación con diferente utilización. También es posible unir, por ejemplo, dos dispositivos independientes para llevar a cabo el procedimiento de preparación con solo una columna de extracción y hace funcionar, de forma alternativa, solo uno de los dos carriles de reacción o ambos carriles de reacción.
- 20 Como reactor que se emplea para la preparación de la amina aromática es adecuado cualquier reactor discrecional, conocido por el experto y adecuado para la hidrogenación del compuesto nitroaromático hasta dar amina aromática. Los reactores empleados habitualmente son, por ejemplo, reactores de lecho fluidizado, en los que el catalizador heterogéneo empleado para la reacción está presente como granulado fluidizado. En un reactor de lecho fluidizado de este tipo se lleva a cabo la reacción en la fase gas. Para esto se añaden preferentemente tanto el hidrógeno como el compuesto nitroaromático en forma de gas. Sin embargo, como alternativa también es posible añadir de forma líquida el compuesto nitroaromático y evaporar el mismo en el reactor. Sin embargo, se prefiere una adición en forma de gas.
- 25 Para el control dirigido de la temperatura de la reacción es posible prever en el reactor de lecho fluidizado un transmisor de calor que pueda suministrar calor a reacciones endotérmicas o evacuar calor en reacciones exotérmicas. A este respecto, el transmisor de calor puede estar configurado en forma de placa o en forma de tubo y estar dispuesto en el reactor de lecho fluidizado de forma vertical, horizontal o inclinada. A este respecto, a través de los tubos o las placas del transmisor de calor fluye un caloportador adecuado.
- 30 Sin embargo, además de un reactor de lecho fluidizado, por ejemplo, también es adecuado un reactor tubular o una columna de reacción que contienen el catalizador. En este caso, el catalizador está incluido, preferentemente, en forma de un relleno en la columna de reacción o en el reactor tubular.
- 35 Como catalizadores para la hidrogenación del compuesto nitroaromático hasta dar la amina aromática son adecuados los catalizadores conocidos en forma de partículas, soportados o no soportados, que se emplean para la hidrogenación de aminas aromáticas. Son particularmente adecuados catalizadores que contienen metales pesados del primer y/o del quinto al octavo grupo del sistema periódico. Preferentemente, el catalizador contiene uno o varios de los elementos cobre, paladio, molibdeno, wolframio, níquel y cobalto.
- 40 Para obtener una reacción lo más completa posible del compuesto nitroaromático empleado, se prefiere hacer funcionar la reacción con un exceso de hidrógeno. Ya que la mezcla de productos que se produce durante la reacción, por norma general, está presente en forma de gas y, generalmente, contiene todavía el hidrógeno que no ha reaccionado, es necesario retirar en una siguiente etapa en primer lugar el hidrógeno de la mezcla de productos.
- 45 Para esto, preferentemente se emplea un condensador en el que condensan la amina aromática y el agua. Los constituyentes en forma de gas, en particular el hidrógeno, se separan. El hidrógeno separado durante la condensación de la amina aromática y del agua presente todavía en forma de gas preferentemente se devuelve a la reacción. Para retirar del proceso sustancias inertes en forma de gas contenidas eventualmente, además es posible excluir del proceso una parte del hidrógeno que no ha reaccionado. El mismo, por ejemplo, se puede purificar y devolverse a continuación también a la reacción. Sin embargo, como alternativa también es posible, por ejemplo, aprovechar el hidrógeno, por ejemplo, como combustible.
- 50 Después de la retirada del hidrógeno de la mezcla de productos que contiene la amina aromática, agua y el hidrógeno que no ha reaccionado, la mezcla de productos remanente que contiene amina aromática y agua se trata para la obtención de la amina aromática como producto. Para esto se deshidrata la mezcla de productos, obteniéndose una amina aromática esencialmente sin agua como producto y una mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática. La deshidratación se realiza, por ejemplo, gracias a una separación de fases
- 55

líquido/líquido. A este respecto, la separación de fases se puede llevar a cabo en cualquier dispositivo discrecional adecuado para la separación de fases líquido/líquido. Sin embargo, además de una separación de fases líquido/líquido se puede emplear también cualquier otro procedimiento discrecional adecuado, conocido por el experto, para la deshidratación de la mezcla de productos que contiene amina aromática y agua.

- 5 Gracias a la deshidratación se producen una mezcla de líquidos, que contiene agua y residuos de la amina aromática, y una fase orgánica que contiene la amina aromática deseada como producto bruto. La cantidad de la amina aromática en la mezcla de líquidos que contiene el agua y los residuos de la amina aromática, a este respecto, depende de la solubilidad dependiente de presión y temperatura de la correspondiente amina aromática en agua. En relación con anilina como amina aromática, la mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática a presión atmosférica y temperatura ambiente en general contiene del 0,5 al 15 % en peso, preferentemente del 1 al 10 % en peso, de forma particularmente preferente del 3 al 5 % en peso de anilina así como, eventualmente, reducidas cantidades de productos secundarios.

- 10 La fase que contiene la amina aromática como producto bruto se purifica para la obtención de una amina aromática pura, en general, según procedimientos conocidos por el experto. Para esto, por ejemplo, es posible tratar adicionalmente el producto que contiene la amina aromática en una destilación. En este caso, habitualmente la amina aromática se obtiene como corriente de cabeza y los residuos contenidos en el producto se retiran en el fondo de la columna.

- 15 A este respecto, la destilación se puede llevar a cabo en cualquier dispositivo discrecional conocido por el experto para la destilación. Habitualmente, para esto se emplea una columna de destilación. En general, las columnas de destilación adecuadas presentan elementos interiores, por ejemplo, en forma de suelos, rellenos estructurados o rellenos no estructurados. Como suelos en una columna de destilación son adecuados, por ejemplo, suelos de campana, suelos de tamiz o suelos de válvula. Los rellenos estructurados empleados habitualmente están disponibles en el mercado y se comercializan, por ejemplo, con la denominación Mellapak® por la empresa Sulzer. Para rellenos no estructurados se emplean, en general, cuerpos llenadores. Para que los cuerpos llenadores permanezcan en la columna de destilación y no caigan a través de la misma, habitualmente se emplea un suelo de rejilla sobre el que se encuentran los cuerpos llenadores. Los cuerpos llenadores adecuados que se pueden emplear en la columna de destilación son conocidos por el experto. Son cuerpos llenadores empleados habitualmente, por ejemplo, anillos Pall, anillos Raschig, monturas de Berl o monturas de Intalox. No obstante, se puede emplear también cualquier otra forma discrecional de cuerpos llenadores que sea conocida por el experto. Son materiales habituales a partir de los cuales están fabricados los cuerpos llenadores, por ejemplo, metales, cerámicas o plásticos. En el caso de la selección del material únicamente se tiene que tener en cuenta que el mismo sea inerte frente a los medios a separar en la destilación.

- 20 La pureza de producto deseada de la corriente de producto que contiene esencialmente la amina aromática se puede conseguir mediante una conducción adecuada de la destilación. De este modo, por ejemplo, es posible llevar a cabo una destilación en varios pasos. Como alternativa, también es posible diseñar la columna de destilación con un número correspondiente de fondos teóricos. Otra posibilidad de aumentar la pureza de producto de la corriente de producto es prever, en el fondo de la columna de destilación, un evaporador y evaporar al menos una parte de la corriente de fondo y devolver la misma a la columna de destilación.

- 25 De la mezcla de líquidos que contiene el agua y residuos de la amina aromática se extrae la amina aromática gracias al procedimiento que se ha descrito anteriormente. A este respecto, la extracción se realiza con un compuesto nitroaromático, en particular con el compuesto nitroaromático empleado como reactante para la reacción. Durante la extracción se disuelve la amina aromática en el compuesto nitroaromático y forma una fase de extracto que contiene el compuesto nitroaromático y la amina aromática. El agua liberada de la amina aromática sale como fase de producto refinado.

- 30 En una forma realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención para la preparación de aminas aromáticas, el compuesto nitroaromático empleado como disolvente en la etapa (d) es el compuesto nitroaromático empleado para la preparación de la amina aromática. Por ello se evita que durante la extracción se produzca una contaminación por otro compuesto nitroaromático. No es necesario emplear una sustancia adicional.

- 35 Otra ventaja del uso del compuesto nitroaromático empleado para la preparación de la amina aromática como disolvente en la extracción es que, después de la extracción, el compuesto nitroaromático se puede suministrar como reactante a la reacción para la preparación de la amina aromática en la etapa (a). Para esto se prefiere que la corriente de extracto obtenida en la etapa (d) se devuelva al reactor. De este modo, también la amina aromática contenida en la corriente de extracto se devuelve al reactor y, de este modo, llega de nuevo a la deshidratación y se puede obtener como producto. De este modo, la amina aromática separada durante la extracción se obtiene asimismo como producto valioso en el procedimiento y no se excluye del procedimiento con el compuesto nitroaromático como agente de extracción. La devolución al reactor, además, tiene la ventaja de que no es necesario un tratamiento adicional de la corriente de extracto.

40 El otro objetivo se resuelve mediante un dispositivo para la separación de una mezcla de líquidos que contiene agua y al menos una amina aromática mediante extracción con al menos un compuesto nitroaromático, que comprende

una columna de extracción, separándose la columna de extracción mediante una pared de separación vertical en dos zonas y estando previstos además medios para el control, con los que se puede regular la extracción de tal manera que, en caso de una cantidad de líquido a separar que es menor que la carga de sección transversal mínima de toda la columna de extracción, se suministra solo a una de las zonas separadas mediante la pared de separación de la columna de extracción la mezcla de líquidos a separar.

Por medios para el control se entiende, en particular, sensores adecuados para el registro de estados de funcionamiento, por ejemplo, medidores del nivel de relleno, caudalímetros, sensores de temperatura y sensores de presión así como reguladores adecuados para la regulación de válvulas o de otras unidades controlables y regulables. Habitualmente está comprendida también una unidad de regulación a través de la cual se puede intervenir manualmente en el procedimiento y que indica parámetros relevantes. Son variables que se registran, en particular, el nivel de líquido en la columna de extracción, la ubicación de la interfase del líquido a separar, los flujos de los componentes suministrados y descargados así como la proporción de mezcla de líquidos a separar suministrada a disolvente suministrado. Con estas variables se pueden ajustar, por ejemplo, el nivel de líquido, los caudales de los líquidos suministrados y las corrientes de masas o volumen de los líquidos tomados. Mediante la cantidad de los líquidos suministrados, además, se puede valorar si se ha de hacer funcionar solo una o ambas zonas separadas mediante la pared de separación vertical de la columna de extracción.

La pared de separación vertical en la columna de extracción permite hacer funcionar respectivamente solo una de las zonas divididas mediante la pared de separación, mientras que la otra zona se encuentra en reposo. Ya que la pared de separación vertical no divide necesariamente toda la columna de extracción, sino que en particular no se separan zonas en el fondo y en la cabeza de la columna de extracción mediante la pared de separación, incluso durante el funcionamiento de solo una de las zonas separadas mediante la pared de separación vertical de la columna de extracción está contenido líquido en la otra zona. Por este motivo, la pared de separación vertical, tal como ya se ha descrito anteriormente, se ha de diseñar de tal manera que se evite un flujo en bucle. Esto se puede conseguir, por ejemplo, al introducirse la pared de separación vertical en la fase líquida a separar en el fondo de la columna de extracción. A este respecto, la delimitación inferior de la pared de separación vertical se introduce tan profundamente en la fase líquida a separar que la diferente ubicación de la interfase entre la fase líquida a separar y la mezcla de extracción, que contiene todos los componentes, no conduce a un flujo por debajo o por encima de la pared de separación vertical con la fase continua.

Un flujo alrededor de la pared de separación vertical, como alternativa, se puede evitar al terminar la pared de separación vertical por debajo del nivel del líquido en la columna de extracción y por encima de un primer dispositivo de suministro en la cabeza de la columna de extracción.

Habitualmente, a través del primer dispositivo de suministro en la cabeza de la columna de extracción se suministra el disolvente. En la zona inferior de la columna, a través de un segundo dispositivo de suministro, se introduce la mezcla a separar en la columna de extracción. Por tanto, el disolvente y la mezcla a separar se conducen a contracorriente en la columna de extracción.

Para poder hacer funcionar cada una de las zonas separadas mediante la pared de separación vertical de forma independiente entre sí, en cada una de las zonas separadas mediante la pared de separación vertical desemboca una primera alimentación en la zona superior de la columna de extracción y una segunda alimentación en el extremo inferior de la columna por encima del fondo. Entonces, a través de la primera alimentación se puede añadir, respectivamente, el disolvente y a través de la segunda alimentación, la mezcla a separar.

Sin embargo, como alternativa también es posible prever, por ejemplo, un distribuidor común para ambas zonas, sin embargo, por ejemplo, poder cerrar mediante válvulas respectivamente la parte del distribuidor a través de la cual se suministra el líquido a una zona y mantener abierta la otra. De este modo, a través de un distribuidor común respectivamente se puede exponer a líquido una zona o incluso toda la columna de extracción.

A este respecto, como distribuidor es adecuado cualquier distribuidor discrecional conocido por el experto. Los distribuidores adecuados están configurados, por ejemplo, en forma de conducciones tubulares que se ramifican de un distribuidor principal, estando previstas en las conducciones tubulares individuales aberturas de salida, a través de las cuales puede salir el líquido a suministrar. Sin embargo, como alternativa, por ejemplo también es posible emplear distribuidores anulares o distribuidores similares conocidos por el experto.

Están representados ejemplos de realización de la invención en los dibujos y se explican con más detalle en la siguiente descripción.

Muestran:

La Figura 1, una columna de extracción configurada de acuerdo con la invención,

La Figura 2, un diagrama de flujo del procedimiento de extracción,

La Figura 3, una representación detallada de la alimentación de disolvente,

La Figura 4, una representación detallada de la alimentación de la mezcla de líquidos a separar,

La Figura 5, una representación esquemática del procedimiento para la preparación de la amina aromática.

En la Figura 1 está representada una columna de extracción configurada de acuerdo con la invención.

5 Una columna de extracción 1 configurada de acuerdo con la invención se separa mediante una pared de separación 3 vertical en una primera zona 5 y una segunda zona 7. La primera zona 5 y la segunda zona 7, a este respecto, preferentemente están estructuradas de forma igual. También la pared de separación 3 vertical preferentemente está colocada de tal manera que las zonas 5, 7, respectivamente, tienen el mismo tamaño.

10 En cada una de las dos subzonas 5, 7 desemboca una primera alimentación 9 en la zona superior de la columna de extracción 1. A través de la primera alimentación 9 se suministra el disolvente. Para poder hacer funcionar de forma independiente entre sí la primera subzona 5 y la segunda subzona 7 están previstos, respectivamente, primeras alimentaciones 9 independientes a la primera zona 5 y a la segunda zona 7. Las primeras alimentaciones 9 a la primera zona 5 y a la segunda zona 7, a este respecto, preferentemente están configuradas iguales. Para poder hacer funcionar independientemente entre sí la primera zona 5 y la zona 7 desembocan las primeras alimentaciones 9 por debajo de la terminación superior de la pared de separación 3 vertical en la columna de extracción 1.

15 Sin embargo, como alternativa también es posible prever, por ejemplo, solo una primera alimentación 9 para el suministro del disolvente, sin embargo, también con una única primera alimentación 9 se tiene que asegurar que se puedan hacer funcionar por separado una de otra la primera subzona 5 y la segunda zona 7. Para esto, en este caso es posible, por ejemplo, diseñar la primera alimentación 9 de tal manera que se pueda cerrar mediante órganos de bloqueo, por ejemplo, válvulas, respectivamente la alimentación a la primera zona 5 o a la segunda zona 7.

20 A través de una segunda alimentación 11 en el extremo inferior de la columna de extracción 1 se suministra a cada una de las zonas 5, 7 una mezcla de líquidos a separar. En el marco de la presente invención, la mezcla de líquidos a separar es una mezcla que contiene agua y amina aromática. La segunda alimentación 11 está diseñada, al igual que la primera alimentación 9, de tal manera que independientemente entre sí tanto la primera zona 5 como la segunda zona 7 se puede exponer a la mezcla de líquidos a separar. También es posible una exposición de ambas zonas 5, 7 a la mezcla de líquidos a través de la segunda alimentación 11. Para esto es posible, al igual que para la primera alimentación 9, que estén previstas dos segundas alimentaciones 11 independientes en cada de las zonas 5, 7, sin embargo, como alternativa es concebible una única segunda alimentación 11 en la que, respectivamente, los distribuidores se puedan cerrar a la primera zona 5 o la segunda zona 7 mediante órganos de bloqueo adecuados, de tal manera que se pueda hacer funcionar la primera zona, la segunda zona 7 o ambas zonas 5, 7.

30 Para la mejor dispersión y para la prolongación del tiempo de permanencia de la mezcla de líquidos a separar con el disolvente, en la primera zona 5 y en la segunda zona 7 están previstos, respectivamente, elementos interiores adecuados. Como elementos interiores son adecuados, en particular, rellenos estructurados o no estructurados, en particular rellenos no estructurados. Se denominan rellenos no estructurados habitualmente cuerpos llenadores. Los cuerpos llenadores que se pueden emplear en el marco de la presente invención son, por ejemplo, anillos Pall, anillos Raschig, monturas u otros cuerpos llenadores discrecionales adecuados para la extracción, que son conocidos por el experto.

40 Para conseguir un efecto suficiente de extracción, las primeras alimentaciones 9 están colocadas, preferentemente, por encima de los elementos interiores contenidos en las zonas 5, 7. Las segundas alimentaciones 11, a través de las cuales se añade la mezcla de líquidos a separar, preferentemente están dispuestas por debajo de los elementos interiores en las zonas 5, 7. Para posibilitar un funcionamiento de las zonas 5, 7 individuales, a este respecto, la pared de separación está configurada de tal manera que las alimentaciones 9, 11 desembocan, respectivamente, en las zonas 5, 7 de la columna de extracción 1 separadas mediante la pared de separación 3, aunque la pared de separación 3, tal como se representa en la Figura 1, no divida toda la columna de extracción 1.

45 Una pared de separación 3 vertical que no divide toda la columna de extracción, tal como se representa, por ejemplo, en la Figura 1, se prefiere, ya que esto posibilita prever solo una descarga de líquido 13 en el fondo de la columna y una segunda descarga de líquido 15 en la cabeza de la columna. En caso de una separación completa en dos zonas sería necesaria para cada zona una descarga de líquido independiente en el fondo al igual que en la cabeza. Además, en caso de una división completa de la columna de extracción 1 también sería necesario prever todas las unidades necesarias de medición y regulación en ambas zonas. En caso de una pared de separación 3, tal como está representada en la Figura 1, sin embargo en la cabeza 17 y en el fondo 19 de la columna de extracción 1 son suficientes, respectivamente, unidades de medición y regulación sencillas.

50 A través de la segunda descarga de líquido 15 en la cabeza 17 de la columna de extracción 1 se toma una corriente que contiene esencialmente agua, de la cual se ha extraído la amina aromática. En el fondo 19 de la columna de extracción 1 se acumula el compuesto nitroaromático empleado como disolvente con la amina aromática disuelta en su interior. Entre la fase líquida a separar, que contiene el compuesto nitroaromático y la amina aromática, y la mezcla de líquidos a extraer, que contiene adicionalmente también el agua, se forma una interfase 21. Para posibilitar un funcionamiento independiente de la primera zona 5 y de la segunda zona 7, es necesario que la pared de separación 3 termine por debajo de la interfase 21 en la mezcla de líquidos a separar que se retira a través de la



descarga de líquido 13 en el fondo 19 de la columna de extracción 1. A este respecto, la pared de separación 3 vertical tiene que introducirse en la fase líquida a separar hasta que, en caso de un funcionamiento de solo una de las zonas 5, 7, se evite un flujo en bucle.

5 Habitualmente, la columna de extracción 1 se hace funcionar de tal manera que la misma no está llena por completo con líquido. El nivel de líquido en la columna de extracción 1 está indicado, en la forma de realización representada en el presente documento, mediante la referencia 23.

En la Figura 2 está representado un diagrama de flujo del procedimiento de extracción.

Una mezcla de líquidos que contiene agua y amina aromática a separar se recoge un recipiente de capa inicial 31. La mezcla de líquidos que contiene agua y amina aromática procede, por ejemplo, de un procedimiento para la preparación de amina aromática a partir del correspondiente compuesto nitroaromático. En el recipiente de capa inicial 31 se puede recoger la mezcla de líquidos que contiene agua y amina aromática de uno o de varios procedimientos para la preparación de la amina aromática. De este modo, por ejemplo, es posible tratar la mezcla de líquidos que contiene amina aromática y agua de varios procedimientos en solo una columna de extracción 1. Ya que en este caso, sin embargo, dependiendo de la cantidad de producción requerida de la amina aromática, en ciertas circunstancias se hace funcionar solo una parte de los procedimientos, es necesario poder hacer funcionar la columna de extracción 1 a lo largo de un gran intervalo de carga. Para esto, la columna de extracción 1 está separada con la pared de separación 3 en dos zonas 5, 7. De este modo es posible hacer funcionar solo una de las zonas 5, 7 o ambas zona 5 y 7. Esto permite un funcionamiento de la columna de extracción 1 a lo largo de un intervalo de carga muy amplio, de tal manera que cuando, por ejemplo, están previstos dos procedimientos para la preparación de la amina aromática, también se consigue una separación satisfactoria cuando se hace funcionar solo uno de los dos procedimientos para la preparación de la amina aromática. Además del recipiente de capa inicial 31, como alternativa, evidentemente también es posible que la columna de extracción 1 se abastezca directamente con la mezcla de líquidos que contiene amina aromática y agua del procedimiento de preparación de la amina aromática.

En la forma de realización representada en el presente documento se suministra la mezcla de líquidos que contiene el agua y la amina aromática con una bomba 33 a través de la segunda alimentación 11 en la zona inferior de la columna de extracción 1 a la columna de extracción 1. Se puede controlar la cantidad de líquido a suministrar a través de una válvula 35.

A través de la primera alimentación 9 la zona superior de la columna de extracción 1 se suministra el disolvente, en particular el compuesto nitroaromático empleado también para la preparación de la amina aromática. Para ajustar la cantidad del compuesto nitroaromático a suministrar está prevista una válvula de regulación 37.

Para la supervisión del funcionamiento se supervisa la ubicación de la interfase 21. En cuanto la ubicación de la interfase 21 pasa por debajo de un valor inferior, es posible suministrar a través de una alimentación 39 disolvente al fondo. Por ello se puede aumentar la cantidad de líquido a separar en el fondo 19 de la columna de extracción y se desplaza hacia arriba la interfase 21. Esto es necesario, en particular, en caso del funcionamiento de solo una de las zonas 5, 7 para evitar que la interfase 21 llegue a quedar por debajo del extremo inferior de la pared de separación 3 para que no se produzca ningún flujo en bucle.

La fase líquida a separar, que contiene el compuesto nitroaromático como disolvente y la amina aromática disuelta en su interior, se retira a través de la descarga de líquido 13 en el fondo 19 de la columna de extracción 1. En una forma de realización preferente se suministra la corriente de extracto como reactante a la preparación de la amina aromática. En la forma de realización representada en el presente documento se divide la descarga de líquido 13 en dos conducciones 41, 43 independientes, desembocando cada una de las conducciones 41, 43, por ejemplo, en un reactor para la preparación de la amina aromática. Para poder hacer funcionar por separado los reactores está alojada una bomba 45 en cada una de las conducciones 41, 43. Con la bomba 45 se puede transportar a través de la respectiva conducción 41 o 43 la corriente de extracto al reactor unido, respectivamente, con la conducción 41, 43. Con un caudalímetro 47 se mide la corriente de reactante tomada respectivamente a través de la conducción 41, 43. También por eso se puede regular la cantidad del compuesto nitroaromático a suministrar.

A través de la segunda descarga de líquido 15 en la cabeza 17 de la columna de extracción 1 se toma la corriente que contiene esencialmente agua, de la cual se ha extraído la amina aromática. Se ajusta la cantidad del producto refinado tomado a través de la segunda descarga de líquido 15, por ejemplo, a través de una bomba 49 y una válvula de regulación 51. A este respecto, la bomba 49 sirve, en particular, para el transporte de la corriente de producto refinado y la válvula de regulación 51, para el ajuste de la cantidad a tomar. En particular, a través de la bomba 49 y la válvula de regulación 51 se puede ajustar también el nivel de líquido 23 en la columna de extracción 1. A este respecto se supervisa el nivel de líquido 23 con un medidor de nivel de relleno 53 adecuado.

A causa de la pared de separación 3 vertical no continua es suficiente prever, respectivamente, un medidor de nivel de relleno 53 en la cabeza de la columna y un medidor de nivel de líquido 55 con el que se supervisa la ubicación de la interfase 21. En caso de una separación completa sería necesario prever en cada una de las zonas separadas mediante la pared de separación 3 vertical de la columna de extracción 1 un medidor de nivel de relleno 53 o medidor de nivel de líquido 55 de este tipo.

Para asegurar un funcionamiento impecable de la columna de extracción, además es ventajoso regular la proporción del flujo entre alimentación de mezcla a separar y disolvente. Esto se realiza, habitualmente, a través de las válvulas 35, 37. También es ventajoso supervisar la diferencia de presión a través de los elementos interiores en la columna de extracción 1.

5 En la Figura 3 está representado de forma detallada la primera alimentación 9, a través de la cual se añade el disolvente. Para poder hacer funcionar la primera zona 5 y la segunda zona 7 de la columna de extracción respectivamente de forma independiente entre sí, es necesario poder suministrar de forma independiente entre sí disolvente tanto a la primera zona 5 como a la segunda zona 7. Por tanto, la primera alimentación 9 en una forma de realización preferente, que está representada en el presente documento, se divide en una alimentación 61 a la primera zona 5 de la columna de extracción 1 y una segunda alimentación 63 a la segunda zona 7 de la columna de extracción 1. La alimentación 61 a la primera zona 5 y la alimentación 63 a la segunda zona 7 pueden cerrarse o abrirse, respectivamente de forma independiente entre sí, mediante una válvula 65. En caso de la válvula 65 abierta fluye disolvente a través de la respectiva alimentación 61, 63 a la columna de extracción, en caso de la válvula 65 cerrada está cerrada la respectiva alimentación. De este modo, es posible hacer funcionar, independientemente entre sí, la primera zona 5, la segunda zona 7 o ambas zonas al mismo tiempo. Para la supervisión, en cada una de las alimentaciones 61, 63 está previsto, respectivamente, un indicador de líquido 67. Como variable de regulación sirve, entre otras cosas, el caudal de la corriente de extracto tomada del procedimiento.

En la Figura 4 está representada, de forma detallada, la alimentación de la mezcla de líquidos a separar. La mezcla de líquidos a separar se suministra a través de una alimentación 71 a la primera zona de la columna de extracción y a través de una alimentación 73 a la segunda zona de la columna de extracción. En las alimentaciones 71, 73 está alojada, respectivamente, una válvula 75 para el ajuste de la cantidad de líquido que se ha de suministrar a través de la respectiva alimentación 71, 73 a la columna de extracción 1. Incluso cuando está previsto el funcionamiento de solo una de las zonas 5 o 7, se puede cerrar la alimentación 71 o 73 que desemboca en la zona que no se hace funcionar 5 o 7 de la columna de extracción 1. Al igual que para el suministro de disolvente también esto es necesario para posibilitar un funcionamiento independiente de la primera zona 5 o de la segunda zona 7. A este respecto, la regulación de las válvulas 75 se realiza, por un lado, a través de la proporción de caudal entre la alimentación de disolvente y alimentación de mezcla a separar y el nivel de relleno del recipiente de capa inicial 31. Para poder controlar correspondientemente las válvulas 75 se suministra a un regulador para las válvulas la proporción de caudal, el caudal a través de la respectiva alimentación 71, 73 y el nivel de líquido del recipiente de capa inicial 31.

Para la regulación de las válvulas 65 a través de las que se introduce el disolvente a través de las alimentaciones 61, 63 a la columna de extracción, se suministra a un regulador, respectivamente, el caudal a través de las alimentaciones 61, 63 y el caudal de la corriente de extracto tomada. La proporción de caudal se pasa como variable de regulación al regulador para la alimentación 71, 73 para la mezcla de líquidos a separar.

35 En la Figura 5 está representado, esquemáticamente, el procedimiento para la preparación de amina aromática.

A través de una alimentación de reactante 81 se suministra a un reactor 83 un compuesto nitroaromático como reactante. Cuando la amina aromática a preparar es anilina, se emplea nitrobenceno como compuesto nitroaromático. A través de una segunda alimentación 85 se introduce hidrógeno en el reactor 83. En el reactor 83, el compuesto nitroaromático y el hidrógeno se hacen reaccionar hasta dar amina aromática. La mezcla de productos producida se suministra a un condensador 87. En el condensador 87 condensan la amina aromática y el agua producida durante la reacción. El hidrógeno que no ha reaccionado se devuelve a través de la segunda alimentación 85 al reactor 83. El hidrógeno consumido se suplementa a través de una alimentación de hidrógeno 89.

Después de la condensación, la mezcla de líquidos remanente que contiene agua y amina aromática se suministra a una unidad de deshidratación 91. Como unidad de deshidratación 91 es adecuada, por ejemplo, una separación de fases líquido/líquido. En la unidad de deshidratación 91 se separa la mezcla de líquidos que contiene agua y amina aromática en una primera corriente que contiene amina aromática y residuos y una segunda corriente, que contiene agua y residuos de la amina aromática.

La corriente que contiene amina aromática y residuos se suministra a una columna de destilación 93. En la columna de destilación 93 se separa la corriente que contiene amina aromática en una corriente de cabeza 95, que contiene amina aromática como producto puro, y una corriente de fondo 97 que contiene residuos.

La mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática se suministra a una columna de extracción 1 de acuerdo con la invención. A este respecto, la columna de extracción 1 está estructurada, por ejemplo, del mismo modo como se representa en la Figura 1. A la columna de extracción 1 se suministra el compuesto nitroaromático empleado para la preparación de la amina aromática como disolvente a través de la primera alimentación 9. La mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática se suministra a través de la segunda alimentación 11 en la zona inferior de la columna de extracción 1. A través de la segunda descarga de líquido 15 en la cabeza de la columna de extracción 1 se retira una corriente de producto refinado que contiene esencialmente agua y a través de la descarga de líquido 13 en el fondo de la columna de extracción 1 se toma la corriente de extracto que contiene el compuesto nitroaromático y la amina aromática. La corriente de

5 extracto tomada en la descarga de líquido 13 en el fondo de la columna de extracción 1 se suministra a través de una tercera alimentación 99 al reactor 83. Gracias a la devolución de la corriente de extracto que contiene el compuesto nitroaromático y la amina aromática al reactor 83 y el paso posterior de la amina aromática a través de las restantes etapas del procedimiento se aumenta el rendimiento de amina aromática. En particular, no es necesario tratar por separado la corriente de extracto tomada a través de la descarga de líquido 13 en el fondo de la columna de extracción 1.

Lista de referencias

1	columna de extracción	81	alimentación de reactante
3	pared de separación	83	reactor
5	primera zona	85	segunda alimentación
7	segunda zona	87	condensador
9	primera alimentación	89	alimentación de hidrógeno
11	segunda alimentación	91	unidad de deshidratación
13	descarga de líquido en el fondo	93	columna de destilación
15	segunda descarga de líquido	95	corriente de cabeza
17	cabeza	97	corriente de fondo
19	fondo	99	tercera alimentación
21	interfase		
23	nivel de líquido		
31	recipiente de capa inicial		
33	bomba		
35	válvula		
37	válvula de regulación		
39	alimentación		
41	conducción		
43	conducción		
45	bomba		
47	caudalímetro		
49	bomba		
51	válvula de regulación		
53	medidor de nivel de relleno		
55	medidor de nivel de líquido		
61	alimentación en la primera zona		
63	alimentación en la segunda zona		
65	válvula		
67	indicador de líquido		
71	alimentación en la primera zona		
73	alimentación en la segunda zona		
75	válvula		

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención de al menos una amina aromática de una mezcla de líquidos que contiene agua y la al menos una amina aromática mediante extracción con al menos un compuesto nitroaromático en una columna de extracción (1), formándose una corriente de producto refinado que contiene al menos el 98 % en peso de agua y una corriente de extracto que contiene el al menos un compuesto nitroaromático y la amina aromática, **caracterizado porque** la columna de extracción (1) se separa mediante una pared de separación (3) vertical en dos zonas (5, 7), suministrándose, en caso de una cantidad de líquido a separar que es menor que una carga de sección transversal mínima de toda la columna de extracción (1), solo a una de las zonas (5, 7) separadas mediante la pared de separación (3) vertical de la columna de extracción (1) la mezcla de líquidos a separar.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la pared de separación (3) vertical termina por debajo del nivel de líquido (23) en la columna de extracción (1) y por encima de un primer dispositivo de suministro (9) en la cabeza (17) de la columna de extracción (1).
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** la pared de separación (3) vertical se introduce en la fase líquida a separar en el fondo (19) de la columna de extracción (1).
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la fase líquida a separar en el fondo (19) de la columna de extracción (1) es una fase de extracto que contiene el al menos un compuesto nitroaromático y la al menos una amina aromática y como máximo el 1 % en peso de una fase extraña y en la cabeza (17) de la columna de extracción (1) se toma una corriente de producto refinado que contiene al menos el 98 % en peso de agua.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** en cada una de las zonas (5, 7) separadas mediante la pared de separación (3) vertical desemboca una primera alimentación (9) en la zona superior de la columna de extracción (1) y una segunda alimentación (11) en el extremo inferior de la columna de extracción (1) por encima del fondo (19).
6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** a través de la primera alimentación (9) en la zona superior de la columna de extracción (1) se añade el al menos un compuesto nitroaromático y a través de la segunda alimentación (11), la mezcla de líquidos a separar que contiene el agua y la al menos una amina aromática.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el compuesto nitroaromático es nitrobenceno y la amina aromática, anilina.
8. Procedimiento para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación catalítica del correspondiente compuesto nitroaromático que comprende las siguientes etapas:
- (a) reacción de una mezcla de reacción que contiene el compuesto nitroaromático y agua en presencia de un catalizador heterogéneo en un reactor (83) hasta dar una mezcla de productos que contiene la amina aromática, agua e hidrógeno que no ha reaccionado en una reacción de equilibrio,
- (b) retirada del hidrógeno de la mezcla de productos,
- (c) deshidratación de la mezcla de productos, obteniéndose una amina aromática que contiene como máximo el 1 % en peso de una fase extraña como producto y una mezcla de líquidos que contiene agua y residuos de la amina aromática,
- (d) separación de la mezcla de líquidos obtenida en la etapa (c) que contiene agua y residuos de la amina aromática en un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7 mediante extracción con un compuesto nitroaromático en una corriente de producto refinado que contiene al menos el 98 % en peso de agua y una corriente de extracto que contiene el compuesto nitroaromático y la anilina aromática.
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado porque** el compuesto nitroaromático empleado en la etapa (d) como disolvente es el compuesto nitroaromático empleado para la preparación de la amina aromática.
10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, **caracterizado porque** la corriente de extracto obtenida en la etapa (d) se devuelve al reactor (83).
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 8 a 10, **caracterizado porque** el producto obtenido en la etapa (c), que contiene la amina aromática, se libera de residuos mediante una destilación.
12. Dispositivo para la separación de una mezcla de líquidos que contiene agua y al menos una amina aromática mediante extracción con al menos un compuesto nitroaromático, que comprende una columna de extracción (1), separándose la columna de extracción (1) mediante una pared de separación (3) vertical en dos zonas (5, 7) y estando previstos además medios para el control, con los que se puede regular la extracción de tal manera que con una cantidad de líquido a separar que es menor que la carga de sección transversal mínima de toda la columna de extracción (1) se suministra solo a una de las zonas (5, 7) de la columna de extracción (1) separadas mediante la

pared de separación (3) vertical la mezcla de líquidos a separar.

13. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 12, **caracterizado porque** la pared de separación (3) vertical termina por debajo del nivel de líquido (23) en la columna de extracción (1) y por encima de un primer dispositivo de suministro en la cabeza de la columna de extracción.

5 14. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 12 o 13, **caracterizado porque** la pared de separación (3) vertical se introduce en la fase líquida a separar en el fondo (19) de la columna de extracción (1).

10 15. Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 12 a 14, **caracterizado porque** en cada una de las zonas (5, 7) separadas mediante la pared de separación (3) vertical desemboca una primera alimentación (9) en la zona superior de la columna de extracción (1) y una segunda alimentación (11) en el extremo inferior de la columna de extracción (1) por encima del fondo (19).

FIG.1

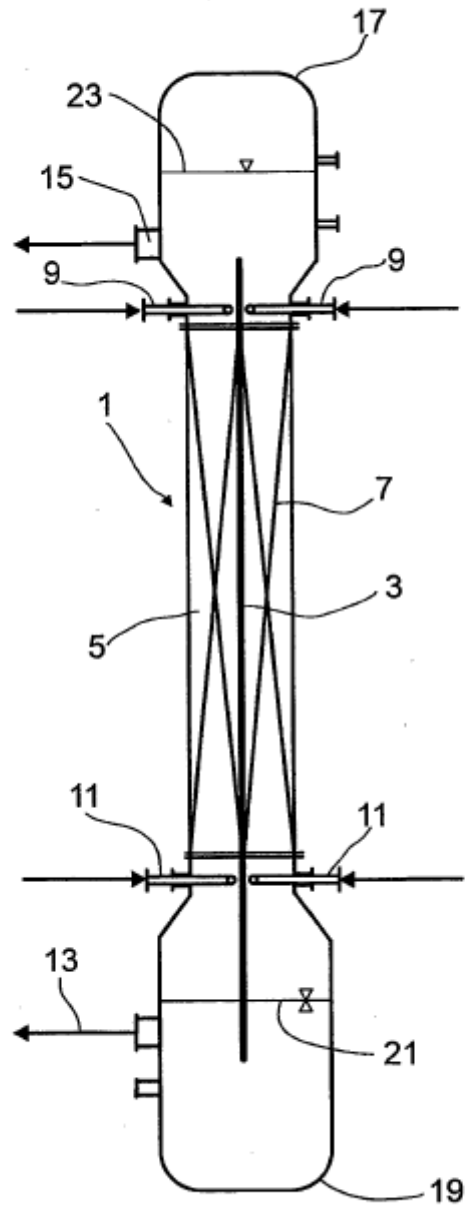


FIG.2

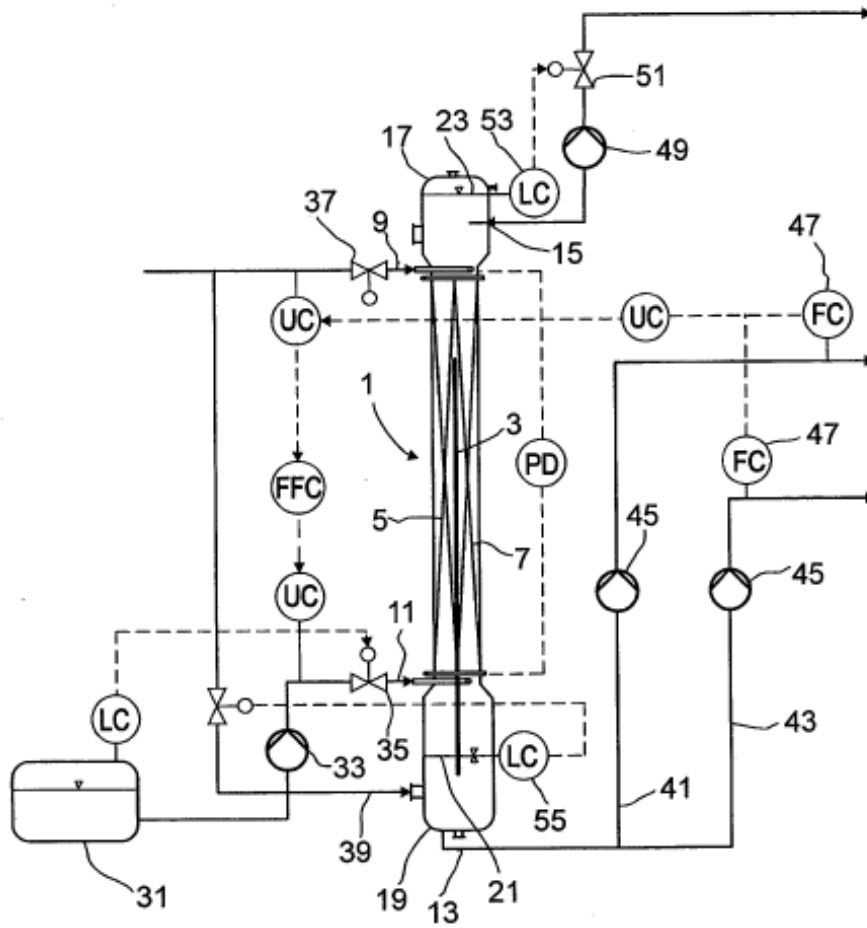


FIG.3

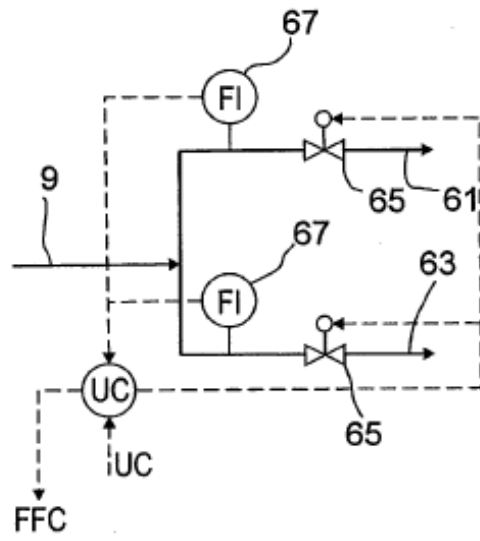


FIG.4

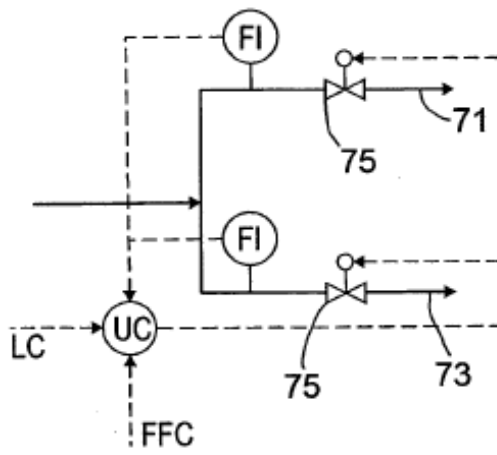




FIG.5

