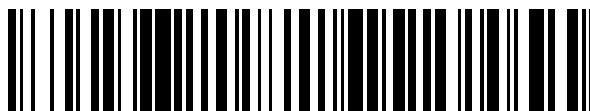


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 504 290**

51 Int. Cl.:

C07C 209/78 (2006.01)

C07C 209/36 (2006.01)

C07C 201/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2010** **E 10723974 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.07.2014** **EP 2443084**

54 Título: **Instalación química para la producción de diaminodifenilmetano**

30 Prioridad:

17.06.2009 EP 09162887

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

08.10.2014

73 Titular/es:

HUNTSMAN INTERNATIONAL LLC (100.0%)
500 Huntsman Way
Salt Lake City, UT 84108, US

72 Inventor/es:

ZEEUW, AREND-JAN y
BENT, MARK GEOFFREY

74 Agente/Representante:

LOZANO GANDIA, José

ES 2 504 290 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).

INSTALACIÓN QUÍMICA PARA LA PRODUCCIÓN DE DIAMINODIFENILMETANO**DESCRIPCIÓN**

- 5 La presente invención se refiere a una instalación química para proporcionar DADPM, más en particular a una instalación química integrada que comprende una unidad de producción de nitrobenzono para convertir benzono en nitrobenzono, una unidad de producción de anilina para convertir nitrobenzono en anilina y una unidad de producción de DADPM (que es diaminodifenilmetano) para convertir la anilina en DADPM, completada opcionalmente con una unidad de MDI para convertir el DADPM en MDI (diisocianato de difenilmetano).
- 10 La presente invención se refiere además a un procedimiento de producción para producir DADPM y opcionalmente para producir MDI.
- 15 Se conocen en la técnica instalaciones químicas para proporcionar DADPM (también denominado MDA). El diaminodifenilmetano, y más en general las polifenil-poliaminas con puente de metileno, se preparan normalmente a partir de anilina, o a partir de derivados de anilina, haciéndolos reaccionar con formaldehído en presencia de una disolución de un ácido fuerte tal como, por ejemplo, ácido clorhídrico, sulfúrico o fosfórico. Las fuentes bibliográficas que describen este tipo de síntesis son: J. Am. Chem. Soc. 57, 888, 1975; Chem. Tech., noviembre de 1984, 670; Kirk Othmer, Vol. II, 3ª edición, 338-348. Se sugirió que se usaran algunos otros catalizadores, tales como tierra de diatomeas, arcilla o zeolitas, en la conversión de anilina y formaldehído en DADPM.
- 20 Tras la conversión de anilina y formaldehído (normalmente suministrado y usado como formalina), el DADPM está presente en una corriente efluente de reactor que comprende dichos DADPM, anilina, ácido (usado como catalizador), agua y algunos otros compuestos presentes como impurezas en las corrientes de suministro u obtenidos mediante reacciones secundarias. Puesto que normalmente se usa ácido clorhídrico como catalizador, y puesto que este ácido se neutraliza tras la reacción usando una base, normalmente sosa cáustica, la corriente de efluente es una corriente salada.
- 25 El DADPM se separa de la corriente de efluente por medio de un separador de fases. El efluente acuoso de este primer separador de fases, denominado a menudo salmuera, se lava con anilina para retirar las trazas de DADPM todavía presentes en este efluente acuoso. Las corrientes resultantes están en una fase acuosa, que comprende agua y anilina, separada de una fase orgánica, que es anilina y las trazas de DADPM.
- 30 En la corriente acuosa o salmuera está presente anilina. Para retirar la mayor cantidad posible de anilina de esta corriente acuosa, y para proporcionar una corriente acuosa, opcionalmente salada, adecuada para tratarse en instalaciones de tratamiento de corrientes de residuos biológicos, la anilina se separa de la corriente acuosa usando una columna de separación, denominada a menudo separador de anilina, separador de amina-salmuera o separador de amina-agua.
- 35 La anilina usada en la unidad de producción de DADPM se proporciona normalmente como un producto químico a granel. La propia anilina se proporciona en una unidad de producción de anilina, ubicada a menudo alejada de la unidad de producción de DADPM. La conversión de nitrobenzono en anilina también genera una corriente de residuos acuosa que comprende agua y anilina, que ha de limpiarse de anilina y después tratarse en una unidad de tratamiento bioquímico.
- 40 Puesto que la anilina usada en la producción de DADPM ha de estar libre de nitrobenzono, la unidad de producción de anilina a menudo comprende un aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenzono de la anilina producida.
- 45 En el documento US2007/0203364A1 se da a conocer un ejemplo de un procedimiento para limpiar anilina bruta.
- 50 El nitrobenzono usado en la unidad de producción de anilina normalmente también se proporciona como un producto químico a granel. Esta unidad de producción de nitrobenzono genera, junto con nitrobenzono, una corriente de residuos acuosa en la que está presente nitrobenzono. Además, ha de limpiarse esta corriente de residuos del nitrobenzono y después tratarse en una unidad de tratamiento bioquímico. En el documento EP1484312A1 se da a conocer un ejemplo de un procedimiento para proporcionar hidrocarburos aromáticos nitrados.
- 55 El documento US2005/0224424A1 da a conocer un método para limpiar nitrobenzono bruto.
- 60 Cuando las tres unidades están presentes unas cerca de las otras, es decir la unidad de producción de nitrobenzono, la unidad de producción de anilina y la unidad de producción de DADPM, y completadas opcionalmente con una unidad de producción de MDI para convertir el DADPM en MDI, está claro que pueden obtenerse algunos beneficios económicos y técnicos alimentando todas las corrientes de residuos que van a tratarse en una única unidad de tratamiento de aguas residuales biológicas. Se obtienen beneficios a gran escala para esta unidad de tratamiento de aguas residuales biológicas, y sólo ha de financiarse, monitorizarse, controlarse y mantenerse una unidad.
- 65

Sin embargo, todavía está la desventaja de que el compuesto orgánico, o bien anilina o bien nitrobenzeno, ha de retirarse de cada corriente de residuos individual antes de alimentar una corriente acuosa a la unidad de tratamiento de aguas residuales biológicas.

5 Sorprendentemente se encontró que existe una forma de combinar las corrientes de residuos acuosas antes de retirar los componentes orgánicos (ya sea anilina o nitrobenzeno), limpiar los compuestos orgánicos de forma suficiente para proporcionar una corriente acuosa de aguas residuales tratables biológicas, y entretanto, permitir la recirculación de la anilina, y opcionalmente del nitrobenzeno, al ciclo de producción de la producción de DADPM.

10 El objetivo anterior se logra mediante una instalación química según la presente invención.

Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una instalación química. La instalación química comprende

15 - una primera unidad para proporcionar una primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenzeno, en la que dicha primera unidad es una unidad de producción de nitrobenzeno;

- al menos una segunda unidad para proporcionar una segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina, en la que dicha segunda unidad es una unidad de producción de anilina.

20 La instalación química comprende un aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenzeno de la anilina, y comprende además una columna de separación para separar la anilina de una corriente acuosa. Las corrientes de residuos acuosas primera y segunda se proporcionan a la columna de separación, que separa la anilina y el nitrobenzeno de las corrientes de residuos acuosas primera y segunda, y la anilina y el nitrobenzeno separados se proporcionan al aparato de limpieza de anilina.

25 Según algunas realizaciones, en la instalación química,

30 - la primera unidad es una unidad de producción de nitrobenzeno para convertir benceno en nitrobenzeno proporcionando de ese modo una corriente de nitrobenzeno y la primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenzeno; y

35 - la segunda unidad es una unidad de producción de anilina para convertir el nitrobenzeno de la corriente de nitrobenzeno en anilina, proporcionando de ese modo una corriente de anilina y la segunda corriente de residuos acuosa o una primera parte de la segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina.

40 La instalación puede comprender además una unidad de producción de DADPM para convertir la anilina de la corriente de anilina en DADPM proporcionando de ese modo una segunda parte de la segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina.

45 La primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenzeno puede ser el efluente acuoso de un separador de fases, que separa el nitrobenzeno producido del agua normalmente ácida. Esta agua introducida en la unidad de producción de nitrobenzeno junto con los ácidos usados en el procedimiento (ácido sulfúrico, ácido nítrico) u obtenida como agua de reacción producida durante la conversión la primera corriente de residuos acuosa puede ser la fase acuosa del separador de fases, que comprende los ácidos usados en la producción de nitrobenzeno, agua, algo de nitrobenzeno (normalmente menos del 0,5% en peso, tal como menos del o igual al 0,3% en peso) y algo de nitrofenoles, nitratos y nitritos (todos ellos normalmente a nivel de ppm). Esta fase acuosa puede neutralizarse usando una base, preferiblemente sosa cáustica. Como tal, la corriente acuosa puede comprender sales, opcionalmente sales de sodio, de ácido sulfúrico y ácido nítrico.

50 La segunda corriente de residuos acuosa puede proporcionarse por unidades diferentes, proporcionando cada unidad parte de la segunda corriente de residuos acuosa.

55 La primera parte de esta segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina puede ser el efluente del reactor de anilina. Se hacen reaccionar nitrobenzeno e hidrógeno formando anilina y agua. Se enfría la corriente de salida del reactor y entonces se separa en fases por gravedad. La fase acuosa de esta separación de fases comprende por tanto agua (normalmente el 95,95% en peso) y algo de anilina (normalmente de manera aproximada el 4,04% en peso).

60 La segunda parte de esta segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina puede ser el efluente acuoso de un separador de fases, que separa anilina (como la fase orgánica) de la corriente acuosa obtenida durante la producción de DADPM, normalmente tras lavar el agua o la salmuera con esta anilina. La segunda parte de esta segunda corriente de residuos acuosa comprende agua (normalmente de manera aproximada el 81,08% en peso), la sal del catalizador ácido (normalmente el 16,55% en peso), siendo por tanto normalmente cloruro de sodio, anilina (normalmente de manera aproximada el 1,71% en peso) y otros componentes a niveles de ppm.

65

Las partes de la segunda corriente de residuos acuosa pueden mezclarse, o bien parcial o bien completamente, antes de alimentarlas a la columna de separación, o como alternativa, pueden proporcionarse a la columna de separación como corrientes individuales.

- 5 Según la presente invención, puede manejarse cualquier número de corrientes de residuos acuosas que comprenden nitrobenzono y/o anilina siempre que los niveles de nitrobenzono y/o anilina en el agua/salmuera estén por debajo del límite de solubilidad, como es normalmente el caso si se lleva a cabo una separación de fases correctamente.
- 10 Opcionalmente, la instalación química tiene una unidad de producción de anilina que comprende un reactor para convertir dicho nitrobenzono en anilina, estando el aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenzono de la anilina proporcionada acoplado a, y alimentado con el efluente de, este reactor. Este aparato de limpieza de anilina también se denomina pulidor de anilina.
- 15 La anilina y el nitrobenzono separados pueden proporcionarse a un aparato de limpieza de anilina alimentando la anilina y el nitrobenzono separados junto con la anilina del reactor, o alimentando la anilina y el nitrobenzono separados junto con el nitrobenzono al reactor, que a su vez puede convertir una parte o la totalidad del nitrobenzono separado en anilina antes de alimentar la anilina separada al aparato de limpieza de anilina.
- 20 Según algunas realizaciones de la presente invención, la unidad de producción de anilina puede comprender un reactor para convertir el nitrobenzono en anilina, el aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenzono de la anilina proporcionada puede acoplarse al efluente del reactor, y la anilina y el nitrobenzono separados pueden proporcionarse a dicho reactor para convertir dicho nitrobenzono en anilina.
- 25 Según algunas realizaciones de la presente invención, la unidad de producción de anilina puede comprender un reactor para convertir el nitrobenzono en anilina, estando el aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenzono de la anilina proporcionada acoplado al efluente de dicho reactor, proporcionándose la anilina y el nitrobenzono separados al efluente de este reactor antes del aparato de limpieza de anilina.
- 30 Esto tiene la ventaja de que el nitrobenzono no puede influir en la producción de DADPM en la unidad de producción de DADPM situada aguas debajo de este aparato de limpieza de anilina.

35 El separador de anilina separa la corriente de residuos acuosa, que comprende según la invención las corrientes de residuos primera y segunda, en la anilina y el nitrobenzono separados que se proporcionan a dicho aparato de limpieza de anilina, y un efluente que es una corriente de residuos acuosa que es adecuada para el tratamiento en una unidad de tratamiento de corriente de residuos biológicos.

40 La corriente de anilina y nitrobenzono separados también comprende agua. La recirculación de agua junto con la anilina y el nitrobenzono separados, al aparato de limpieza de anilina, opcionalmente a través del reactor para la conversión de nitrobenzono en anilina, no es una cuestión fundamental. Esto se debe a que la corriente de nitrobenzono ya comprende agua y la conversión de nitrobenzono en anilina también genera agua.

45 La columna de separación puede incluir un hervidor o usar inyección de vapor vivo. El calentamiento del hervidor en particular, y de la columna de separación en general, puede obtenerse usando vapor a alta o baja presión que se genera parcial o totalmente por una o más de la unidad de producción de nitrobenzono, la unidad de producción de anilina y la unidad de producción de DADPM.

50 La columna de separación puede funcionar a una presión sustancialmente igual a la atmosférica, es decir en un intervalo de $0,95 \cdot 10^5$ Pa absolutos (0,95 bara) a $1,2 \cdot 10^5$ Pa absolutos (1,2 bara). En tales condiciones, la temperatura de la columna de separación normalmente se fija en un intervalo de 98°C a 110°C. Las temperaturas citadas son en la parte inferior de la columna y dependen de la concentración de salmuera que sale en el efluente.

55 Como alternativa, la columna de separación puede hacerse funcionar usando presiones por encima de la presión atmosférica, opcionalmente a una presión de $3 \cdot 10^5$ Pa absolutos (3 bara) a $11 \cdot 10^5$ Pa absolutos (11 bara) por ejemplo a $7 \cdot 10^5$ Pa absolutos (7 bara). La temperatura de la columna de separación puede fijarse en un intervalo de 134°C a 190°C, por ejemplo en el intervalo de 160°C a 170°C.

60 La anilina y el nitrobenzono separados van acompañados con agua cuando salen de la columna de separación en una fase de vapor. El vapor que comprende anilina, nitrobenzono y vapor de agua que procede de la columna de separación, puede condensarse y enfriarse. Esta condensación puede realizarse en una columna de fraccionamiento de metanol que puede estar presente en la unidad de producción de DADPM.

65 El condensado puede separarse después en una fase acuosa, que comprende agua y algo del nitrobenzono y la anilina separados, y una fase orgánica, que comprende la anilina y el nitrobenzono separados, y algo de agua. Esta separación puede obtenerse en un aparato de separación de fases, en el que la fase acuosa es la fase ligera, la fase orgánica es la fase pesada.

Preferiblemente, sólo esta fase orgánica se proporciona de nuevo al aparato de limpieza de anilina, mientras que opcionalmente la fase acuosa se recircula a la columna de separación como alimentación adicional, junto a las tres corrientes de residuos.

5 Según algunas realizaciones de la presente invención, la instalación química puede comprender además un condensador para condensar la anilina y el nitrobenceno separados, acompañados con agua, y un separador, opcionalmente un separador de fases, para separar la anilina, el nitrobenceno y el agua condensados en una fase acuosa, que comprende agua y algo del nitrobenceno y la anilina separados, y una fase orgánica que comprende la anilina, el nitrobenceno separados y algo de agua.

Según algunas realizaciones de la presente invención, la instalación química puede comprender medios para recircular la fase acuosa a la columna de separación.

15 Algo del condensado puede volver a la parte superior de la columna de separación, en la que se usa para dejar caer gotas y opcionalmente sólidos en la fase de vapor, fase que va a salir de la columna de separación. Esta acción de dejar caer puede realizarse usando preferiblemente una sección de platos, aunque también puede usarse una sección de empaquetamiento estructurada.

20 Opcionalmente, puede quitarse algo de calor de la anilina y el nitrobenceno separados, en su fase de vapor junto con agua tras la columna de separación. Este calor puede recuperarse como vapor, opcionalmente como vapor a presión de baja a media, es decir desde justo por encima de la presión atmosférica hasta $9 \cdot 10^5$ Pa absolutos (9 bara).

25 La unidad de producción de nitrobenceno proporciona una corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenceno (la primera corriente de residuos), que puede comprender nitritos. Estos componentes, cuando se ponen en contacto con una amina en un entorno ácido, pueden formar alquitrán, que podría hacer que la columna de separación llegue a atascarse o incluso bloquearse. Se encontró que alimentando las corrientes de residuos a la columna de separación de manera separada, se reduce o incluso puede evitarse el riesgo de que se forme alquitrán al poner en contacto los nitritos de la primera corriente de residuos con la anilina.

Según algunas realizaciones de la presente invención, la columna de separación puede tener n platos teóricos A_1 a A_n , siendo A_1 el plato superior, siendo A_n el plato inferior. La segunda corriente de residuos puede introducirse en la columna de separación en el plato teórico A_x , siendo x mayor o igual a 1. La primera corriente de residuos puede introducirse en la columna de separación en un plato teórico $A[y]$, en el que $[y]$ es el número entero de y y cumple la ecuación $0,5 \cdot (n+1) + 0,5 \cdot x < y < 0,85 \cdot (n+1) + 0,15 \cdot x$.

De manera más preferida, y cumple la ecuación $0,57 \cdot (n+1) + 0,43 \cdot x < y < 0,85 \cdot (n+1) + 0,15 \cdot x$. Es incluso más preferido que y cumpla la ecuación $0,7 \cdot (n+1) + 0,3 \cdot x < y < 0,75 \cdot (n+1) + 0,25 \cdot x$.

40 En la práctica, esto significa que las aguas residuales que comprenden nitrobenceno se alimentan al separador a una distancia significativamente grande bajo la entrada de las aguas residuales que comprenden anilina. El nitrobenceno puede separarse del agua más fácilmente en comparación con la anilina. La alimentación de la corriente de residuos que comprende nitrobenceno muy por debajo de la corriente o corrientes de residuos que comprenden anilina, tal como se explicó anteriormente, también dio la ventaja de que la anilina no se diluye adicionalmente por el agua presente en la corriente de residuos que comprende nitrobenceno, dando como resultado una separación eficaz de la anilina, mientras que la dilución adicional del nitrobenceno con el agua de las corrientes de residuos que comprenden anilina alimentadas en una posición por encima de la alimentación de corriente de residuos que comprende nitrobenceno, no disminuye significativamente la eficacia de separación del nitrobenceno de la corriente acuosa.

Aplicando esta alimentación distinta de las dos corrientes de residuos, puede reducirse la cantidad global de componentes orgánicos que son anilina y nitrobenceno en la corriente resultante para el biotratamiento si el resto de factores permanece constante.

55 Adicionalmente, se encontró que el manejo de las dos corrientes acuosas en un separador común, optimizándose las posiciones de alimentación de las corrientes a la columna tal como se explicó anteriormente, permite un uso más económico de la energía necesaria para hacer funcionar las columnas de separación. Manteniendo la cantidad de componentes orgánicos por volumen de corriente de residuos biotratables en el intervalo de 200 a 500 ppb, usando la misma cantidad de material de empaquetamiento, y tratando volúmenes iguales de las corrientes acuosas primera y segunda en todos los casos, se encontró que, la comparación del consumo de vapor (y por tanto, de energía) de una columna de separación (usando todo el material de empaquetamiento) que trata ambas corrientes acuosas primera y segunda simultáneamente, puede ser aproximadamente un 15% menos que el vapor necesario para hacer funcionar dos columnas de separación, una para separar la anilina de un mismo volumen de la segunda corriente acuosa, y la otra para separar el nitrobenceno del mismo volumen de la primera corriente acuosa, dividiéndose el material de empaquetamiento entre las dos columnas de separación.

De manera similar, manteniendo la cantidad de componentes orgánicos per volumen de corriente de residuos biotratables en el intervalo de 200 a 500 ppb, usando una cantidad igual de vapor, y tratando volúmenes iguales de las corrientes acuosas primera y segunda en todos los casos, se encontró que, la comparación del material de empaquetamiento de una columna de separación que trata ambas corrientes acuosas primera y segunda simultáneamente, puede ser aproximadamente un 16% menos que la altura total de material de empaquetamiento presente en dos columnas de separación, una para separar la anilina de un mismo volumen de la segunda corriente acuosa, y la otra para separar el nitrobenceno del mismo volumen de la primera corriente acuosa. Por tanto, puede obtenerse una reducción de cualquiera del coste y la altura (volumen) del material de empaquetamiento de la instalación, o una reducción del consumo de energía de aproximadamente el 15% cuando se manejan las dos corrientes acuosas en un separador común.

Proporcionar las dos corrientes acuosas en diferentes posiciones en la columna de separación tal como se describió anteriormente, tiene la ventaja de que la cantidad de material de empaquetamiento o platos teóricos en la columna de separación puede mantenerse a un nivel tolerable, en comparación con usar alimentaciones combinadas de las dos corrientes acuosas, lo que, para la misma pureza de efluente y el mismo consumo de energía, hará que la altura de empaquetamiento o el número de platos teóricos se multipliquen por un factor mayor de 4.

Con el fin de reducir adicionalmente el riesgo de formación de alquitrán mediante reacción de nitritos con anilina en la columna de separación, la primera corriente de residuos que comprende nitrobenceno puede neutralizarse añadiendo un componente básico, preferiblemente sosa cáustica.

Según un segundo aspecto de la presente invención, puede usarse una instalación según el primer aspecto de la presente invención en el procedimiento de producción para producir DADPM.

Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para producir DADPM, comprendiendo el método

- convertir benceno en nitrobenceno proporcionando de ese modo una corriente de nitrobenceno y una primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenceno;

- convertir el nitrobenceno de dicha corriente de nitrobenceno en anilina, proporcionando de ese modo una corriente de anilina y una primera parte de una segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina;

- retirar nitrobenceno de la anilina antes de convertir la anilina de dicha corriente de anilina en DADPM;

- convertir la anilina de la corriente de anilina en DADPM proporcionando de ese modo una segunda parte de dicha segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina;

- separar la anilina y el nitrobenceno de las corrientes de residuos acuosas primera y segunda por medio de una columna de separación;

- proporcionar la anilina y el nitrobenceno separados a un aparato de limpieza de anilina o a dicha corriente de nitrobenceno.

Preferiblemente la anilina y el nitrobenceno separados pueden proporcionarse al aparato de limpieza de anilina.

Según algunas realizaciones de la presente invención, la unidad de producción de anilina puede comprender un reactor para convertir el nitrobenceno en anilina, comprendiendo dicha conversión del nitrobenceno de la corriente de nitrobenceno en anilina

- proporcionar la anilina y el nitrobenceno separados al reactor para convertir el nitrobenceno en anilina;

- convertir el nitrobenceno en anilina en un reactor; y

- retirar nitrobenceno de la anilina proporcionada usando un aparato de limpieza de anilina.

Según algunas realizaciones de la presente invención, la unidad de producción de anilina puede comprender un reactor para convertir el nitrobenceno en anilina, comprendiendo dicha conversión del nitrobenceno de la corriente de nitrobenceno en anilina

- convertir el nitrobenceno en anilina en el reactor;

- proporcionar la anilina y el nitrobenceno separados a la anilina obtenida como efluente de reactor; y

- retirar nitrobenceno de la anilina usando un aparato de limpieza de anilina.

5 Según algunas realizaciones de la presente invención, la columna de separación puede tener n platos teóricos A1 a An, siendo A1 el plato superior, siendo An el plato inferior, introduciéndose la segunda corriente de residuos en la columna de separación en el plato teórico Ax, siendo x mayor o igual a 1, introduciéndose la primera corriente de residuos en la columna de separación en un plato teórico A[y], en la que [y] es el número entero de y e y cumple la ecuación $0,5*(n+1) + 0,5*x < y < 0,85*(n+1) + 0,15*x$.

10 Según algunas realizaciones de la presente invención, la columna de separación puede proporcionar la anilina y el nitrobenzeno separados, acompañados con agua como vapor, comprendiendo además el método condensar la anilina y el nitrobenzeno separados, acompañados con agua y separar la anilina, el nitrobenzeno y el agua condensados en una fase acuosa, que comprende agua y algo del nitrobenzeno y la anilina separados, y una fase orgánica que comprende la anilina, el nitrobenzeno separados y algo de agua.

15 Según algunas realizaciones de la presente invención, la fase acuosa puede recircularse a la columna de separación como alimentación adicional, junto a las corrientes de residuos primera y segunda.

20 Las reivindicaciones independientes y dependientes exponen características particulares y preferidas de la invención. Características de las reivindicaciones dependientes pueden combinarse con características de las reivindicaciones independientes u otras dependientes según sea apropiado.

25 Las características, rasgos y ventajas anteriores y otros de la presente invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, tomada conjuntamente con los dibujos adjuntos, que ilustran, a modo de ejemplo, los principios de la invención.

Las figuras de referencia citadas a continuación se refieren a los dibujos adjuntos.

La figura 1 es una vista esquemática de la instalación química según la presente invención.

30 La figura 2 es una vista esquemática de la columna de separación tal como se usa en un método e instalación según la presente invención.

Los signos de referencia iguales se refieren a elementos iguales, similares o análogos en las diferentes figuras.

35 La presente invención se describirá con respecto a realizaciones particulares.

40 Ha de observarse que el término "que comprende", usado en las reivindicaciones, no debe interpretarse como restringido a los medios indicados después; no excluye otros elementos o etapas. Por tanto, ha de interpretarse como que especifica la presencia de las características, etapas o componentes establecidos tal como se mencionan, pero que no excluye la presencia o adición de una o más de otras características, etapas o componentes, o grupos de los mismos. Por tanto, el alcance de la expresión "un dispositivo que comprende los medios A y B" no debe limitarse a dispositivos que consisten sólo en los componentes A y B. Significa que con respecto a la presente invención, los únicos componentes relevantes del dispositivo son A y B.

45 A lo largo de toda esta memoria descriptiva, se hace referencia a "una realización". Tales referencias indican que se incluye una característica particular, descrita en relación con la realización, en al menos una realización de la presente invención. Por tanto, las apariciones del término "en una realización" en diversos lugares a lo largo de toda esta memoria descriptiva no se refieren necesariamente todas a la misma realización, aunque podrían. Además, los rasgos o características particulares pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones, tal como resultará evidente para un experto habitual en la técnica.

50 Los siguientes términos se proporcionan únicamente para ayudar en la comprensión de la invención.

55 El término DADPM se refiere a "polifenil-poliaminas con puente de metileno", incluyendo isómeros de diaminodifenilmetano y homólogos superiores de los mismos o polímeros superiores de los mismos.

El término "bara" se refiere a "bar absoluto" e indica la presión absoluta.

60 A menos que se indique otra cosa, "% en peso" se refiere al porcentaje en peso del componente, expresado en referencia al peso total de la composición en la que está presente.

En la figura 1 se muestra una vista esquemática de la instalación química según la presente invención. La figura 2 es una vista esquemática de la columna 330 de separación.

65 Por motivos de facilidad, en las figuras 1 y 2, se usan los siguientes signos de referencia para indicar corrientes de producto tal como se expone en la tabla 1.

Tabla 1

110	Benceno	320	DADPM
112	Ácido sulfúrico	322	Segunda parte de la segunda corriente de residuos acuosa
114	Ácido nítrico	331	Corriente de residuos acuosa para biotratamiento
116	Sosa caústica	332	Corriente de residuos acuosa para biotratamiento hacia tratamiento biológico
118	Primera corriente de residuos acuosa	334	Anilina, nitrobenceno separados y vapor de agua al condensador
120	Nitrobenceno	338	Anilina, nitrobenceno separados y agua condensados que vuelven a la columna de separación
202	Hidrógeno	339	Anilina, nitrobenceno separados y agua condensados al separador de fases
204	Primera parte de la segunda corriente de residuos acuosa	342	Separador de fases acuosas que vuelven a la columna de separación
306	Anilina	344	Fase orgánica que comprende anilina y nitrobenceno que vuelve al aparato de limpieza de anilina
308	Formaldehído	346	Corriente de residuos acuosa que vuelve al calentador
310	Ácido clorhídrico	350	Corriente de residuos acuosa que vuelve a la columna de separación
312	Sosa caústica	380	Segunda corriente de residuos acuosa

5 Una instalación química según la presente invención comprende una unidad 100 de producción de nitrobenceno para convertir benceno 110 en nitrobenceno proporcionando de ese modo una corriente 120 de nitrobenceno y una primera corriente 118 de residuos acuosa que comprende algo de nitrobenceno.

10 Se proporciona benceno relativamente puro a un reactor adecuado, en el que reacciona con ácido 114 nítrico en presencia de ácido 112 sulfúrico. El ácido nítrico, y en menor grado el ácido sulfúrico, se diluye con agua.

15 El nitrobenceno obtenido es relativamente puro (más del 99% en peso). La primera corriente de residuos es una corriente de residuos acuosa ácida que comprende algo de nitrobenceno. Opcionalmente, la corriente de residuos se neutralizó usando sosa 116 caústica. Tras la neutralización, la primera corriente 118 de residuos comprende, junto al agua y junto a la sales que resultan de la neutralización de los ácidos restantes mediante la sosa caústica, algo de nitrobenceno (normalmente menos del 0,5% en peso), algo de nitratos y algo de nitrito.

20 Una instalación química según la presente invención comprende una unidad 200 de producción de anilina para convertir el nitrobenceno de la corriente 120 de nitrobenceno en anilina, proporcionando de ese modo una corriente 306 de anilina y una corriente de residuos acuosa que comprende anilina, formando una primera parte 204 de la segunda corriente 380 de residuos acuosa que comprende anilina.

25 La unidad de producción de anilina puede comprender un reactor 201 para convertir la cantidad a granel del nitrobenceno en anilina usando hidrógeno de la corriente 202 de hidrógeno. En un segundo reactor, es decir el aparato 203 de limpieza de anilina, el efluente del reactor 201 se trata adicionalmente con un exceso de hidrógeno 202 para completar la conversión de nitrobenceno en anilina.

30 Tras este aparato 203 de limpieza de anilina, la anilina se separa del agua, normalmente usando un separador de fases, proporcionando de ese modo una fase acuosa que es una parte, es decir la primera parte 204 de la segunda corriente 380 de residuos acuosa que comprende agua y anilina, y una corriente 306 de anilina. Como alternativa, la anilina se separa del agua antes del aparato de limpieza de anilina, proporcionando también una corriente acuosa adecuada para ser una primera parte de la segunda corriente de residuos acuosa que comprende agua y anilina.

35 La anilina obtenida es relativamente pura (del 97% en peso al 99% en peso). La primera parte 204 de la segunda corriente 380 de residuos es una corriente de residuos acuosa que comprende anilina y puede comprender del 4% en peso al 5% en peso de anilina, por ejemplo el 4,04% en peso.

40 Una instalación química según la presente invención comprende además una unidad 300 de producción de DADPM para convertir la anilina de la corriente 306 de anilina en DADPM proporcionando de ese modo una corriente 320 de DADPM y una segunda parte 322 de la segunda corriente 380 de residuos acuosa que comprende anilina.

45 La corriente 306 de anilina se hace reaccionar con formaldehído 308, proporcionado como formalina que comprende aproximadamente el 44% en peso de formaldehído, en presencia de un catalizador ácido, que es ácido 310 clorhídrico. Tras haberse convertido la anilina en DADPM, se neutraliza el líquido resultante y se separa a través de separación de fases dando lugar a una corriente orgánica de DADPM y una fase acuosa salada. Entonces se lava esta fase acuosa salada con anilina para retirar el DADPM restante y se separa de nuevo dando lugar a una fase

orgánica (anilina) y una fase acuosa, salada o salmuera, que comprende agua y algo de anilina, que es una segunda parte 322 de la segunda corriente 380 de residuos acuosa. Se entiende que la parte 301 de reactor de esta unidad 300 de producción de DADPM puede comprender diversos reactores y aparatos acoplados entre sí.

5 La segunda parte 322 de la segunda corriente 380 de residuos es una corriente de residuos acuosa que comprende principalmente anilina (aproximadamente el 1,71% en peso), agua (el 81,08% en peso) y cloruro de sodio (el 16,55% en peso).

10 Las dos partes de la segunda corriente 380 de residuos se mezclan entre sí en un recipiente 382 de alimentación y se alimentarán juntas (a través de algunos intercambiadores) justo por debajo de la sección 370 de rectificación.

La unidad 300 de producción de DADPM de la instalación química comprende además una columna 330 de separación para separar la anilina de una corriente acuosa.

15 Tal como se muestra en general en la figura 1, las corrientes (118, 380) de residuos acuosas primera y segunda se proporcionan a esta columna 330 de separación.

20 La columna 330 de separación separa anilina y nitrobenceno de estas corrientes de residuos acuosas primera y segunda y proporciona anilina y nitrobenceno, acompañados por agua como vapor en la parte superior de la columna 330 de separación. En la parte inferior de la columna 330 de separación, se obtiene un líquido que es agua 331 biotratable. Una primera parte 346 de esta agua 331 biotratable se calienta en un intercambiador 348 de calor.

25 El agua 350 calentada vuelve a la columna 330 de separación en el lado inferior y hace que el vapor de agua se eleve hacia la parte superior de la columna 330 de separación, separando de ese modo el nitrobenceno y después la anilina de las corrientes 118 y 309 de aguas residuales de entrada. Como ejemplo, puede usarse un hervidor de termosifón. La salida del intercambiador es una corriente mixta, con aproximadamente un 20% de vapor. Esta corriente mixta vuelve al sumidero de la columna (por encima del nivel de líquido), en el que se separan eficazmente el vapor y el agua. La corriente 332 de agua biotratable comprende además las sales que estaban presentes en las corrientes de residuos de entrada, y se envía a una unidad de tratamiento de aguas residuales biológicas (no mostrada).

35 La anilina y el nitrobenceno separados, junto con el agua, se toman de la parte superior de la columna 330 de separación como corriente 334 de vapor. El vapor 334 se enfría y se condensa en el enfriador 336, en el que puede recuperarse algo de calor como vapor que está formándose en este enfriador 336.

Una primera parte 338 del condensado vuelve a la parte superior de la columna de separación, en la que se usa para dejar caer gotas y sólidos opcionales que pueden arrastrarse con el vapor en una sección 370 de rectificación corta. Esta sección 370 de rectificación corta puede ser una sección de platos.

40 La segunda parte 339 principal de la anilina y el nitrobenceno separados condensados junto con agua se proporciona a un separador 340 de fases. Opcionalmente, la anilina y el nitrobenceno separados condensados junto con agua se proporcionan a un fraccionador de metanol, en el que se hace hervir vigorosamente y se condensan de nuevo los vapores. Los componentes ligeros pueden retirarse tal cual. La corriente inferior de este fraccionador de metanol se hace pasar a un separador de fases, en el que se proporciona una fase acuosa que comprende el agua y algo de la anilina y el nitrobenceno separados.

Esta fase 342 acuosa vuelve de nuevo a la columna 330 de separación y comprende normalmente de manera aproximada el 95,86% en peso agua, aproximadamente el 3,78% en peso anilina y además metanol y trazas a nivel de ppm de otros componentes.

50 La columna 330 de separación, incluyendo la sección 370 de rectificación, tiene 30 platos teóricos, dos de los cuales se usan como sección de rectificación. La corriente 380 acuosa que comprende anilina se alimenta en la columna 330 de separación a la altura del tercer plato. Los platos primero y segundo, ubicados por encima de esta alimentación, funcionan por tanto como sección 370 de rectificación.

55 La corriente 118 de residuos acuosa que comprende nitrobenceno se alimenta a la columna de separación a la altura del vigésimo segundo plato teórico. Tal como queda claro a partir de la tabla 2, alimentar la corriente acuosa que comprende nitrobenceno en diferentes posiciones y mantener todos los demás parámetros operacionales de la columna de separación iguales, tienen una influencia tremenda sobre el contenido orgánico de la corriente 331 de residuos acuosa para biotratamiento. Para la columna 330 con alimentación acuosa que comprende anilina en el plato 3, y usando 30 platos en los que 2 están ubicados por encima de la alimentación acuosa que comprende anilina, se prefiere alimentar la alimentación 380 acuosa que comprende nitrobenceno a la altura entre el plato dieciocho y el veinticinco, lo más preferiblemente en el plato veintidós o veintitrés. Al hacer esto así, la cantidad de componentes orgánicos en la corriente de efluente puede mantenerse a un nivel de menos de 3000 ppb.

65

Tabla 2

Número de platos teóricos en la columna	Posición de alimentación		Composición de efluente		
	Alimentación acuosa que comprende anilina alimentada en el plato	Alimentación acuosa que comprende NITROBENCENO alimentado en el plato	Anilina (ppb)	NITROBENCENO (ppb)	Total (ppb)
30	3	3	1297890	1,39E-05	1297890
30	3	13	15119	0,030252	15119
30	3	14	10510	0,07657	10510
30	3	15	7323	0,19432	7323
30	3	16	5120	0,49401	5121
30	3	17	3592	1,258	3593
30	3	18	2528	3,2049	2531
30	3	19	1786	8,171	1794
30	3	20	1267	20,844	1288
30	3	21	903	53,197	956
30	3	22	647	135,83	783
30	3	23	466	347,37	814
30	3	24	338	887,24	1226
30	3	25	248	2267,2	2515
30	3	26	184	5794,4	5978
30	3	27	138	14805	14943
30	3	28	105	37779	37884
30	3	29	82	96111	96193
30	3	30	65	242620	242685

- 5 La fase orgánica (más pesada) del separador 340 de fases comprende la mayor parte de la anilina y el nitrobenzeno separados, junto con una cantidad minoritaria de agua. Aproximadamente del 85% en peso al 95% en peso, tal como el 92,6% en peso, de la anilina alimentada al separador de fases sale en la corriente orgánica. La otra parte de la parte de anilina vuelve al separador con la corriente 342 acuosa. De manera similar, del 90% en peso al 99,9% en peso del nitrobenzeno pasa con la corriente orgánica, la otra parte vuelve al separador.
- 10 Esta fase orgánica del separador 340 de fases vuelve como corriente 344 al aparato 203 de limpieza de anilina, en el que, junto con el efluente del reactor 201, se hidrogena adicionalmente con un exceso de hidrógeno 202 para completar la conversión de nitrobenzeno en anilina, y esto opcionalmente tras haberse separado la anilina del agua por medio de un separador de fases. Está claro que la anilina va con la corriente 344 llega a formar parte de la corriente de anilina.
- 15 En una configuración alternativa, la fase orgánica del separador 340 de fases vuelve como corriente 344 al reactor 201 de anilina, en el que se hidrogena con hidrógeno 202. El nitrobenzeno presente en la corriente 344 se convierte, al menos parcialmente, en anilina, y se proporciona adicionalmente al aparato 203 de limpieza de anilina para completar la conversión de nitrobenzeno en anilina.

REIVINDICACIONES

1. Instalación química que comprende
- 5 - una primera unidad para proporcionar una primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenceno, en la que dicha primera unidad es una unidad de producción de nitrobenceno;
- al menos una segunda unidad para proporcionar una segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina, en la que dicha segunda unidad es una unidad de producción de anilina;
- 10 comprendiendo dicha instalación química un aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenceno de la anilina, comprendiendo además dicha instalación química una columna de separación para separar la anilina de una corriente acuosa, caracterizada porque dichas corrientes de residuos acuosa primera y segunda se proporcionan a dicha columna de separación, separando dicha columna de separación anilina y nitrobenceno de dichas corrientes de residuos acuosa primera y segunda, proporcionándose la anilina y el nitrobenceno separados a dicho aparato de limpieza de anilina.
- 15
2. Instalación química según la reivindicación 1, en la que
- 20 - la primera unidad es una unidad de producción de nitrobenceno para convertir benceno en nitrobenceno proporcionando de ese modo una corriente de nitrobenceno y dicha primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenceno;
- la segunda unidad es una unidad de producción de anilina para convertir dicho nitrobenceno de dicha corriente de nitrobenceno en anilina, proporcionando de ese modo una corriente de anilina y una primera parte de dicha segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina;
- 25 - la instalación comprende además una unidad de producción de DADPM para convertir dicha anilina de dicha corriente de anilina en DADPM proporcionando de ese modo una segunda parte de dicha segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina.
- 30
3. Instalación química según la reivindicación 2, en la que dicha unidad de producción de anilina comprende un reactor para convertir dicho nitrobenceno en anilina, estando el aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenceno de la anilina proporcionada acoplado al efluente de dicho reactor, proporcionándose dicha anilina y nitrobenceno separados a dicho reactor para convertir dicho nitrobenceno en anilina.
- 35
4. Instalación química según la reivindicación 2, en la que dicha unidad de producción de anilina comprende un reactor para convertir dicho nitrobenceno en anilina, estando el aparato de limpieza de anilina para retirar nitrobenceno de la anilina proporcionada acoplado al efluente de dicho reactor, proporcionándose dicha anilina y nitrobenceno separados al efluente de este reactor antes de dicho aparato de limpieza de anilina.
- 40
5. Instalación química según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que dicha instalación química comprende además un condensador para condensar la anilina y el nitrobenceno separados, acompañados con agua, y un separador para separar dicha anilina, nitrobenceno y agua condensados en una fase acuosa, que comprende agua y algo del nitrobenceno y la anilina separados, y una fase orgánica que comprende la anilina, el nitrobenceno separados y algo de agua.
- 45
6. Instalación química según la reivindicación 5, en la que dicha instalación química comprende medios para recircular dicha fase acuosa a la columna de separación.
- 50
7. Instalación química según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que dicha columna de separación tiene n platos teóricos A1 a An, siendo A1 el plato superior, siendo An el plato inferior, introduciéndose dicha segunda corriente de residuos en la columna de separación en el plato teórico Ax, siendo x mayor o igual a 1, introduciéndose dicha primera corriente de residuos en la columna de separación en un plato teórico A[y], en la que [y] es el número entero de y e y cumple la ecuación $0,5*(n+1) + 0,5*x < y < 0,85*(n+1) + 0,15*x$.
- 55
8. Uso de una instalación según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en el procedimiento de producción para producir DADPM.
- 60
9. Método para producir DADPM, comprendiendo el método
- convertir benceno en nitrobenceno proporcionando de ese modo una corriente de nitrobenceno y una primera corriente de residuos acuosa que comprende nitrobenceno;
- 65

- convertir dicho nitrobenzeno de dicha corriente de nitrobenzeno en anilina, proporcionando de ese modo una corriente de anilina y una primera parte de una segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina;
- 5 - retirar nitrobenzeno de dicha anilina antes de convertir dicha anilina de dicha corriente de anilina en DADPM;
- convertir dicha anilina de dicha corriente de anilina en DADPM proporcionando de ese modo una segunda parte de dicha segunda corriente de residuos acuosa que comprende anilina;
- 10 - separar la anilina y el nitrobenzeno de dichas corrientes de residuos acuosas primera y segunda por medio de una columna de separación;
- proporcionar la anilina y el nitrobenzeno separados a dicho aparato de limpieza de anilina o a dicha corriente de nitrobenzeno.
- 15 10. Método para producir DADPM según la reivindicación 9, en el que dicha unidad de producción de anilina comprende un reactor para convertir dicho nitrobenzeno en anilina, comprendiendo la conversión de dicho nitrobenzeno de dicha corriente de nitrobenzeno en anilina
- 20 - proporcionar dicha anilina y nitrobenzeno separados a dicho reactor para convertir dicho nitrobenzeno en anilina;
- convertir el nitrobenzeno en anilina en un reactor; y
- 25 - retirar nitrobenzeno de la anilina proporcionada usando un aparato de limpieza de anilina.
- 30 11. Método para producir DADPM según la reivindicación 9, en el que dicha unidad de producción de anilina comprende un reactor para convertir dicho nitrobenzeno en anilina, comprendiendo la conversión de dicho nitrobenzeno de dicha corriente de nitrobenzeno en anilina
- convertir el nitrobenzeno en anilina en dicho reactor;
- 35 - proporcionar dicha anilina y nitrobenzeno separados a dicha anilina obtenida como efluente de reactor; y
- retirar nitrobenzeno de la anilina usando un aparato de limpieza de anilina.
- 40 12. Método para producir DADPM según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en el que dicha columna de separación tiene n platos teóricos A1 a An, siendo A1 el plato superior, siendo An el plato inferior, introduciéndose dicha segunda corriente de residuos en la columna de separación en el plato teórico Ax, siendo x mayor o igual a 1, introduciéndose dicha primera corriente de residuos en la columna de separación en un plato teórico A[y], en la que [y] es el número entero de y e y cumple la ecuación $0,5*(n+1) + 0,5*x < y < 0,85*(n+1) + 0,15*x$.
- 45 13. Método para producir DADPM según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, en el que dicha columna de separación proporciona la anilina y el nitrobenzeno separados, acompañados con agua como vapor, comprendiendo además el método condensar dicha anilina y nitrobenzeno separados, acompañados con agua y separar dicha anilina, nitrobenzeno y agua condensados en una fase acuosa, que comprende agua y algo del nitrobenzeno y la anilina separados, y una fase orgánica que comprende la anilina, el nitrobenzeno separados y algo de agua.
- 50 14. Método según la reivindicación 13, en la que dicha fase acuosa se recircula a la columna de separación como alimentación adicional, junto a las corrientes de residuos primera y segunda.

FIGURA 1

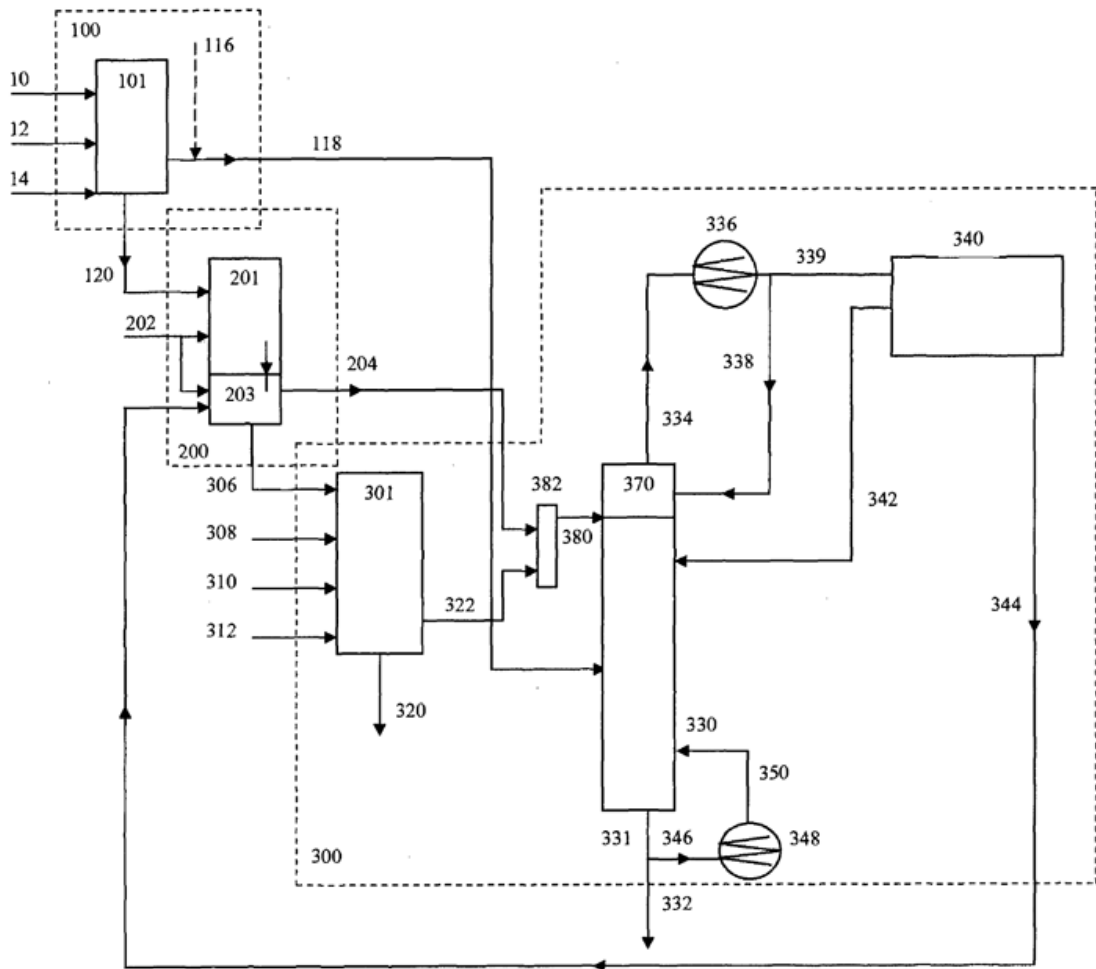


FIGURA 2

