

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 539 787**

51 Int. Cl.:

C07C 201/16 (2006.01)

C07C 205/06 (2006.01)

B01J 14/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.05.2012 E 12723831 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2015 EP 2705020**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la purificación de productos de nitración**

30 Prioridad:

19.05.2011 DE 102011102059

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

06.07.2015

73 Titular/es:

**JOSEF MEISSNER GMBH & CO. KG (100.0%)
Bayenthalgürtel 16-20
50968 Köln, DE**

72 Inventor/es:

**PÖHLMANN, JÜRGEN;
HERMANN, HEINRICH;
HÄNDEL, MIRKO y
GEBAUER, JÜRGEN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 539 787 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 y dispositivo para la purificación de productos de nitración

5 La presente invención se refiere al campo técnico de la nitración, en particular a la preparación de compuestos orgánicos aromáticos nitrados (denominados como sinónimo a continuación también "compuestos nitroaromáticos", "productos de nitración" o similares) y a su purificación después de su preparación.

10 En particular la presente invención se refiere a un procedimiento para la eliminación de impurezas (tal como, por ejemplo, en particular eductos sin reaccionar, productos secundarios de reacción, ácido sulfonítrico y sus productos de reacción, tal como óxidos nítricos o ácido nitroso etc.) a partir de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado. En otras palabras, la presente invención se refiere por lo tanto a un
15 procedimiento para la purificación de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante.

Por último, la presente invención se refiere a una instalación de producción para la nitración de compuestos aromáticos nitrables con posterior purificación de los productos nitrados.

20 Nitrocompuestos aromáticos, tal como, por ejemplo, nitrobenzono (MNB), mononitrotolueno (MNT), dinitrotolueno (DNT), trinitrotolueno (TNT), nitroclorobenceno (MNCB), etc., se preparan mediante reacción de un compuesto aromático correspondiente, tal como, por ejemplo, benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, diclorobencenos, etc., con ácido nítrico, directamente o en presencia de ácido sulfúrico como catalizador y agente de retención de agua, deben someterse antes de su procesamiento adicional a un lavado de varias etapas y a etapas de purificación
25 adicionales, para eliminar las impurezas disueltas o suspendidas aún en los compuestos nitroaromáticos brutos, tal como, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido nítrico, vapores nitrosos, nitrofenoles, nitrocresoles, etc., que pueden encontrarse por ejemplo como mono-, dinitro- y trinitrocompuestos, y otros productos de oxidación, tal como, por ejemplo, ácidos nitrobenzoicos y productos de degradación de la descomposición de los nitrofenoles, o los compuestos aromáticos sin reaccionar o isómeros no deseados, tal como, por ejemplo, en la preparación de TNT, en
30 la mezcla bruta de los compuestos nitroaromáticos.

Habitualmente el lavado de los compuestos nitroaromáticos brutos para la eliminación de los ácidos disueltos y suspendidos en los mismos de la mezcla de nitración, de los nitrofenoles y otras impurezas ácidas y que pueden extraerse por lo demás también con el agente de lavado se compone de tres etapas (véase por ejemplo F. Meissner
35 et al., Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 46, páginas 718 a 724 (1954); Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4ª edición, volumen 17, páginas 384 a 386; H. Hermann et al., "Industrial Nitration of Toluene to Dinitrotoluene", ACS Symposium Series 623 (1996), páginas 234 a 249, Editors: L. F. Albright, R. V. C. Carr, R. J. Schmitt; documento US 6 288 289 B1; documento EP 1 816 117 B1). Como medio de lavado se utiliza para ello habitualmente agua, llevándose a cabo el lavado habitualmente como lavado líquido/líquido (es decir a temperaturas
40 a las que el compuesto nitroaromático que va a lavarse se encuentra como líquido).

Este lavado de tres etapas comprende habitualmente las siguientes etapas:

45 1. un lavado ácido con agua para la eliminación de los ácidos minerales disueltos y suspendidos, tal como, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido nítrico y vapores nitrosos ("lavado ácido").

50 2. Un lavado básico o alcalino en presencia de una base ("lavado alcalino"), tal como, por ejemplo, carbonato de sodio (sosa), bicarbonato de sodio, sulfito de sodio, hidrogenosulfito de sodio, amoniaco, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio etc. (véase por ejemplo el documento US 4 482 769 A, el documento US 4 597 875 A o el documento US 6 288 289 B1), para la eliminación de las impurezas débilmente ácidas disueltas en los compuestos nitroaromáticos brutos, tal como los nitrofenoles, nitrocresoles, ácidos nitrobenzoicos, productos de degradación de la descomposición oxidativa de los fenoles o de hidrocarburos alifáticos o cíclicos etc., tal como, por ejemplo, ácido oxálico etc., o los isómeros asimétricas en TNT ("lavado básico").

55 3. Un lavado neutro para la eliminación de las trazas residuales de álcali y la reducción adicional de las impurezas que permanecen aún en trazas en el producto ("lavado neutro").

60 El objetivo de estas etapas de lavado es obtener, a demás de un producto puro, la menor cantidad posible de agua residual por tonelada de producto, en la que se encuentran las impurezas separadas por lavado, de modo que su evacuación puede llevarse a cabo de manera económica.

65 Para minimizar las cantidades de agua necesarias para este lavado, el lavado puede tener lugar por ejemplo en contracorriente, de tal manera que el agua utilizada para el lavado neutro se utiliza tras la adición de bases en el lavado alcalino (véase por ejemplo A. B. Quakenbush et. al., The Olin Dinitrotoluene (DNT) Process, Polyuretanes World Congress 1993, Publish.: Technomic Lancaster, páginas 484 a 488) o también de tal manera que en el caso

del lavado ácido con una cantidad mínima de agua se lava de tal manera que se obtiene un ácido concentrado, que puede recircularse a la nitración directamente o después de concentrarse adicionalmente.

5 De este modo en el documento EP 0 279 312 B1, el documento EP 0 736 514 B1 y el documento EP 1 780 195 B1 se describen procedimientos con los que se separan por lavado en varias etapas y de manera selectiva y se recirculan a la nitración los ácidos minerales aún suspendidos y disueltos en los compuestos nitroaromáticos después de la nitración, tal como ácido sulfúrico, ácido nítrico y vapores nitrosos, de modo que ya no se produce ni debe evacuarse más agua residual a partir del lavado ácido.

10 En cambio, se han conocido también procedimientos, en los que, para minimizar la cantidad de agua residual que va a tratarse, no se lleva a cabo ningún lavado ácido, sino sólo un lavado alcalino y neutro, tal como se describe por ejemplo en Kirk-Othmer, Enciclopedia of Chemical Technology, 4ª Ed., Vol. 17, páginas 136 a 138, o en el documento US 4 091 042 A.

15 Además de la minimización de los flujos de residuos es además el objetivo minimizar el gasto técnico necesario para el lavado (por ejemplo por que la tecnología utilizada para los lavados no se adapta específicamente a la etapa de lavado, sino también al producto que va a lavarse).

20 Como aparatos de lavado se utilizan para el lavado de los compuestos nitroaromáticos que van a purificarse en las etapas de lavado individuales habitualmente los denominados *mixer-settler* (mezcladora-separador) (véase por ejemplo el documento EP 1 593 654 A1), en los que la parte de mezclado es habitualmente un tanque de agitación (véase por ejemplo Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª Ed., Vol. B 3, páginas 6.19 a 6.21; M. Baerns et al., Technische Chemie, Verlag Wiley-VCH 2006, páginas 352/352). Así se describe ya en el documento de patente alemana DE 1 135 425 una disposición de mezcladora y separador, que permite, también a temperatura ambiente lavar de forma líquida compuestos nitroaromáticos cristalinos, tal como, por ejemplo, DNT, TNT o NCB, a temperaturas elevadas con minimización del gasto de calentamiento. Pero también se han utilizado como mezcladora bombas centrífugas y mezcladoras estáticas (véanse por ejemplo los documentos US 3 221 064 A o EP 1 816 117 B1)

30 El uso de la tecnología de *mixer/settler* (tecnología mezcladora/separador) (véase por ejemplo la Figura 1) es en cambio costoso y caro. Mediante el deslizamiento inevitable en los tanques de agitación que funcionan de manera continua como *mixer* o mezcladora, es necesario trabajar en varias etapas y en la medida de lo posible en contracorriente, sobre todo en el caso de la eliminación de los nitrofenoles o nitrocresoles, cuando éstos se encuentran en altas concentraciones en los compuestos nitroaromáticos brutos, para obtener el bajo contenido en impurezas deseado para el procesamiento adicional del compuesto nitroaromático (por ejemplo un contenido en nitrofenoles inferior a 10 ppm, preferentemente de 2 a 3 ppm). También un lavado en columnas de extracción de varias etapas es técnicamente costoso y caro y no es muy efectivo. Además, la generación de mayores superficies de intercambio mayores para una mezcla de dos fases en un corto tiempo para una transferencia de masa efectiva ("*mass transfer*"), seguido de una rápida reacción química, no puede realizarse ni en un tanque de agitación ni en columnas de extracción.

45 En J. M. Coulson, F. E. Warner, "A Problem in Chemical Engineering Design: The Manufacture of Mononitrotoluene", una publicación de "The Institution of Chemical Engineers", 56, Victoria Street, Londres, S.W. 1, 1949, páginas 25/26, se describe un lavado triple del MNT con un lavador del tipo Holley-Mott (*mixer/settler*), llevándose a cabo el lavado ácido y el lavado alcalino en, en cada caso, al menos dos etapas en contracorriente, para conseguir una eliminación suficiente de los ácidos y nitrocresoles disueltos o suspendidos en el MNT.

50 En el documento de patente canadiense CA 1 034 603 se propone un lavado ácido de cuatro etapas en contracorriente, para separar por lavado el ácido nítrico y ácido sulfúrico disuelto y suspendido en el DNT puro.

En el documento US 4 091 042 A se describe para la eliminación de todos los componentes ácidos del nitrobenzono bruto, tal como ácido sulfúrico arrastrado y los dinitrofenoles y ácido pícrico disueltos en el compuesto nitroaromático de hasta 2.000 ppm, un lavado de cuatro etapas con sosa en contracorriente, para obtener la pureza deseada.

55 En el documento EP 1 816 117 A1 se describe un lavado neutro de cuatro etapas en contracorriente con el uso de cuatro recipientes agitadores y los aparatos de separación asociados (la denominada "tecnología *mixer/settler*"), para reducir el contenido aún demasiado alto de nitrofenoles después del lavado alcalino de aproximadamente 50 ppm hasta un contenido residual de aproximadamente 2 ppm. Pero también en el caso del uso de los recipientes agitadores mediante bombas centrífugas como unidad de mezclado se necesitan siempre tres etapas para obtener un contenido residual en nitrofenoles en el nitrobenzono resultante de 3 ppm.

65 El documento US 4 994 242 A da a conocer que las mezcladoras estáticas a escala industrial no son adecuadas solo como unidad de mezclado en sistemas de dos fases para generar una dispersión óptima de las dos fases no miscibles entre sí. De este modo, en el documento EP 1 816 117 B1 se describe el uso de una mezcladora estática para el lavado alcalino; el nitrobenzono tratado con ello contiene aún más de 50 ppm de nitrofenoles, que deben reducirse mediante un costoso lavado neutro de varias etapas hasta aproximadamente 2 ppm.

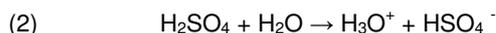
Tal como se explica en el documento EP 1 780 195 B1 para un lavado ácido, el lavado de compuestos nitroaromáticos es un proceso complejo. Además de la generación de una superficie de intercambio suficientemente grande entre fase orgánica y fase de lavado (habitualmente agua), para conseguir una transferencia óptima de las impurezas que van a eliminarse de la fase orgánica, la efectividad de una fase de lavado depende de los equilibrios de distribución entre fase orgánica y medio de lavado y también depende de si la impureza extraída de la fase orgánica son estables como tal en el medio de lavado o se extrae mediante una reacción posterior al equilibrio de distribución.

De este modo los vapores nitrosos reaccionan después de la transición desde la fase orgánica hasta la fase acuosa con agua con desproporción para dar ácido nítrico y NO según la ecuación (1):



Tanto la transición de los vapores nitrosos desde la fase orgánica, probablemente como dímero, como la reacción de los vapores nitrosos (como N_2O_4) con el agua son reacciones que transcurren de manera comparativamente lenta en comparación con una neutralización, de modo que para la eliminación de los vapores nitrosos de la fase orgánica mediante un lavado con posterior reacción química se necesita tiempo.

En el caso de ácidos, por el contrario, tal como ácido sulfúrico, ácido nítrico o los nitrofenoles débilmente ácidos, la disociación que se produce en el agua de lavado de los ácidos en iones hidronio y los aniones asociados (ecuación 2) o la neutralización que tiene lugar en presencia de álcali (ecuación 3) es un proceso muy rápido, mediante el cual se extraen las impurezas separadas por lavado al equilibrio de distribución entre compuestos nitroaromáticos y agua de lavado y se encuentra en forma aniónica sólo aún en el agua de lavado.



Mediante esta rápida neutralización de sustancias que forman aniones en el medio de lavado alcalino puede esperarse que la extracción de estas sustancias de la fase orgánica transcurra esencialmente de manera que se controla al transferencia de masa y el lavado sigue esencialmente las mismas leyes cinéticas que una mononitración, por ejemplo tal como la nitración de benceno para dar nitrobenzeno.

El documento DE 1 222 904 A se refiere a un procedimiento para la purificación de nitrocompuestos aromáticos que contienen nitrofenol, sometiéndose los nitrocompuestos aromáticos que van a purificarse a un lavado con agua y a continuación mezclándose o bien inmediatamente o bien después de mezclar con el mismo volumen de un hidróxido de sodio acuosa a del 0,1 al 2 por ciento en peso y a continuación se conduce a través de una resina de intercambio aniónico ajustada a alcalina.

Además, el documento US 3 221 064 A se refiere a un procedimiento para la purificación de dinitrotoluenos, emulsionándose los dinitrotoluenos en un bomba centrífuga con agua así como solución acuosa de hidróxido de sodio y teniendo lugar después de cada etapa de lavado la separación del medio de lavado correspondiente.

Además, el documento EP 0 279 312 A2 se refiere a un procedimiento para la separación de ácido sulfúrico y ácido nítrico de mezclas de dinitrotolueno obtenidas en la nitración de tolueno, mezclándose los dinitrotoluenos con agua y separándose la fase acuosa que contiene ácido sulfúrico y ácido nítrico que se deposita después.

Además, el documento US 4 597 875 A se refiere a un procedimiento para la eliminación de impurezas de nitrocresol y de ácido pícrico que se producen en la preparación de compuestos nitroaromáticos de aguas residuales, tratándose con ácido las impurezas acumuladas a lo largo de varias etapas de lavado, y quemándose a continuación los residuos orgánicos producidos.

Además, el documento US 4 482 769 A se refiere a un procedimiento para la purificación de dinitrotolueno, lavándose el dinitrotolueno con una fase básica acuosa, para eliminar los compuestos de trinitroortocresol, pero sin embargo dejar el dinitroortocresol en la fase orgánica.

Por último, el documento DE 2 151 206 A se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para mezclar líquidos, llevándose a cabo el mezclado de líquidos con el uso de toberas de chorro, que se adentran en un reactor de mezclado.

Los procedimientos y las instalaciones conocidos por el estado de la técnica para la purificación de productos brutos nitrados no trabajan con frecuencia con alta eficiencia o tampoco de manera satisfactoria. En ocasiones están relacionados con ello también desarrollos de procedimiento o pasos de trabajo excesivamente complejos, y con frecuencia no se consiguen las puresas deseadas, al menos no con un gasto razonable.

La presente invención se basa por lo tanto en el objetivo de proporcionar un procedimiento para la eliminación de impurezas a partir de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante, evitándose al menos en gran parte los problemas y desventajas expuestos anteriormente, que se producen en relación con el estado de la técnica o incluso al menos atenuándose.

En particular un objetivo de la presente invención puede consistir en proporcionar un procedimiento con el que se permite una purificación eficiente de los productos brutos nitrados, tal como se deduce de la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación de los mencionados ácidos nitrantes.

Además, un objetivo de la presente invención consiste en llevar a cabo el lavado de los compuestos nitroaromáticos brutos resultantes después de la separación del ácido nitrante, en los que pueden encontrarse cantidades significativas de impurezas, tal como, por ejemplo ácido sulfonítrico aún arrastrado, ácido sulfúrico disuelto, ácido nítrico, vapores nitrosos, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos, productos de degradación de la degradación oxidativa de nitrofenoles etc., casi en una sola etapa en cada etapa de lavado, de tal manera que en el compuesto nitroaromático lavado el contenido en nitrofenol sea lo más bajo posible (por ejemplo en el caso de nitrobenzoceno procedente de una nitración con, en origen, aproximadamente 2.000 ppm de di- y trinitrofenoles el contenido en nitrofenoles después del lavado alcalino se encuentra por debajo de 50 ppm, preferentemente por debajo de 10 ppm, y después del lavado neutro por debajo de 2 ppm) y por que el gasto y los costes para ello son claramente más bajos que en el caso de los procedimientos usados hasta el momento del estado de la técnica.

El planteamiento de objetivos expuesto anteriormente se resuelve de acuerdo con la invención mediante un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1; perfeccionamientos y configuraciones ventajosos, adicionales, del procedimiento de acuerdo con la invención son objeto de las reivindicaciones dependientes correspondientes.

Además es objeto de la presente invención una instalación de producción de acuerdo con la reivindicación 12; configuraciones y perfeccionamientos ventajosos, adicionales, de este aspecto son objeto de las reivindicaciones dependientes correspondientes.

Se sobreentiende que configuraciones, formas de realización, ventajas o similares, que se exponen a continuación, con fines de evitar repeticiones innecesarias, sólo con respecto a un aspecto de la invención, naturalmente también son válidas de manera correspondiente con respecto al resto de los aspectos de la invención.

Además se sobreentiende que con los siguientes datos de valores, números e intervalos, los datos de valores, números e intervalos correspondientes, no se entienden de manera limitante; se sobreentiende para el experto que puede apartarse debido al caso individual o con respecto a la aplicación de los intervalos o datos indicados, sin que se abandone el marco de la presente invención.

Además, es válido que todos los datos de valores o parámetros mencionados a continuación o similar pueden calcularse o determinarse en principio con procedimientos de determinación normalizados o estandarizados o indicados de forma explícita o también con métodos de determinación en sí habituales para el experto en este campo.

Dicho esto, se describe en detalle a continuación la presente invención.

Por lo tanto, es objeto de la presente invención, de acuerdo con un **primer** aspecto de la presente invención, un procedimiento para la eliminación de impurezas a partir de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado, comprendiendo el procedimiento de acuerdo con la invención las siguientes etapas de procedimiento:

- en una primera etapa de procedimiento (a) se ponen en contacto en primer lugar los productos brutos nitrados con un medio de lavado y se distribuyen uno en otro los productos brutos nitrados y el medio de lavado, de tal manera que resulta una dispersión, en particular emulsión, (es decir en otras palabras se prepara en esta primera etapa de procedimiento (a) una dispersión o emulsión de productos brutos nitrados por un lado y medio de lavado por otro lado), y
- en una segunda etapa de procedimiento (b) se alimenta a continuación la dispersión resultante, en particular emulsión, a un reactor tubular, de modo que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se eliminan las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de modo que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados se transfieren al medio de lavado o se neutralizan por ello.

El procedimiento de acuerdo con la invención es adecuado por lo tanto de manera excelente para la purificación de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante.

El principio del procedimiento de acuerdo con la invención consiste por lo tanto en poner en contacto las cantidades no significativas, que proceden de la nitración, de compuestos nitroaromáticos brutos que contienen impurezas, después de la separación del ácido nitrante (por ejemplo en un separador), en primer lugar con un medio de lavado y transferir la mezcla de compuestos nitroaromáticos que van a purificarse y medio de lavado a una emulsión o dispersión y a continuación alimentar la emulsión resultante o dispersión a un reactor tubular, transfiriendo con ello las impurezas presentes inicialmente en los compuestos nitroaromáticos que van a purificarse al medio de lavado o se neutralizan por ello y generando de esta manera un compuesto nitroaromático purificado.

Entonces, tal como ha descubierto la solicitante de manera totalmente sorprendente, el uso de un reactor tubular, en combinación con un dispositivo de dispersión o de emulsión dispuesto aguas arriba, lleva a que pueda conseguirse un mezclado especialmente adecuado y una distribución especialmente profunda y fina de medio de lavado por un lado y compuestos nitroaromáticos que van a purificarse por otro lado, de modo que de esta manera pueden eliminarse o eliminarse al menos esencialmente por completo las impurezas por así decir en una única etapa de procedimiento (en concreto en el marco del tratamiento reactor tubular).

A diferencia del estado de la técnica, se evitan por lo tanto etapas de procedimiento extensas, complejas para la purificación del compuesto nitroaromático bruto de manera eficiente, sin que deban aceptarse pérdidas de calidad en la purificación del compuesto nitroaromático bruto.

Sorprendentemente el reactor tubular utilizado de acuerdo con la invención para el tratamiento del compuesto nitroaromático bruto con el medio de lavado garantiza una distribución profunda y fina de compuesto nitroaromático bruto por un lado y medio de lavado por otro lado, que en el marco del tratamiento de reactor tubular de acuerdo con la etapa de procedimiento (b) se transfieren todas o al menos esencialmente todas las impurezas al medio de lavado o se neutralizan por ello, de modo que pueden separarse a continuación (es decir tras finalizar la etapa de procedimiento (b)) junto con el medio de lavado del compuesto nitroaromático entonces purificado.

Se ha mostrado concretamente de manera sorprendente que, en el contexto de la presente invención es posible llevar a cabo un lavado de compuestos nitroaromáticos satisfactoriamente casi en solo una etapa, también con alta contaminación con impurezas, tal como ácido sulfonítrico, nitrofenoles y nitrocresoles, concretamente mediante una combinación sencilla y económica de mezcladoras de chorro, pero también otras unidades de dispersión, tal como, por ejemplo, bombas centrífugas, con dispositivos adicionales, tal como mezcladoras estáticas, obturadores etc. en reactores tubulares solo o también en conexión con tanques de agitación, que permiten incorporar una energía de mezclado definida de forma precisa en la mezcla de las fases no miscibles entre sí. Las emulsiones que pueden prepararse de esta manera a partir de la fase orgánica que va a purificarse en el medio de lavado (tipo O/W) o el medio de lavado en la fase orgánica (tipo W/O) proporcionan la interfase necesaria para una transferencia de masa efectiva y óptima entre compuesto nitroaromático que va a lavarse y medio de lavado.

En lo que se refiere a la preparación de la emulsión o dispersión en la etapa de procedimiento (a), entonces tiene lugar ésta en general por medio de un dispositivo de dispersión o de emulsión adecuado, en particular por medio de una unidad de mezclado adecuada.

En el contexto de la presente invención, puede utilizarse como dispositivo de dispersión o de emulsión (es decir en particular como preferentemente primer dispositivo de dispersión o de emulsión), en particular como unidad de mezclado, por ejemplo un tanque de agitación, una mezcladora de chorro (*jet-mixer* o *jet-mixing-device*) o una bomba, en particular una bomba centrífuga.

De acuerdo con una forma de realización de acuerdo con la invención se utiliza como dispositivo de dispersión o de emulsión, en particular como unidad de mezclado, una bomba, en particular una bomba centrífuga, en el marco de la etapa de procedimiento (a).

De acuerdo con una forma de realización alternativa, preferida de acuerdo con la invención, se utiliza en el marco de la etapa de procedimiento (a) como dispositivo de dispersión o de emulsión, en particular como unidad de mezclado, una denominada mezcladora de chorro (denominada como sinónimo también "*jet-mixer*" o como "*jet-mixing-device*"). En el caso de la mezcladora de chorro utilizada de acuerdo con la invención se trata en particular de un dispositivo que genera un chorro de propulsión (central) en un medio que rodea el chorro de propulsión (central) (por ejemplo chorro anular).

Como mezcladora de chorro pueden utilizarse todos los tipos de mezcladoras de chorro, que permiten inyectar, por medio del chorro de propulsión central como chorro libre, que puede componerse tanto del medio de lavado como también del compuesto nitroaromático que va a lavarse, con alta velocidad relativa los compuestos nitroaromáticos que van a lavarse o el medio de lavado, de tal manera que o bien se distribuye el compuesto nitroaromático que va a lavarse en el medio de lavado o bien se distribuye el medio de lavado en el compuesto nitroaromático que va a lavarse como emulsión con gran interfase. Los dispositivos de este tipo se describen por ejemplo en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2003, 5ª Ed., Vol. B 4, páginas 87/88 y 565 a 571, o también en Perry's Chemical Engineers' Handbook, McGraw-Hill Book Company, 1984, 6ª edición, páginas 5-21 a 5-23 o también en la publicación para información de solicitud de patente alemana DE 2 151 206.

5 A este respecto el chorro de propulsión (central) en la mezcladora de chorro puede ser el medio de lavado y el medio circundante del compuesto aromático bruto nitrado que va a purificarse; como alternativa, también el chorro de propulsión (central) puede estar formado por el producto bruto nitrado que va a purificarse y el medio que rodea al chorro de propulsión (central) por el medio de lavado. Ambas formas de realización alternativas llevan al resultado deseado.

10 Se obtienen resultados especialmente buenos con respecto a la purificación del compuesto aromático bruto que va a purificarse (independientemente de si el chorro de propulsión central se forma por el medio de lavado o en cambio por el producto bruto nitrado que va a purificarse), cuando la relación de las velocidades entre el chorro de propulsión central por un lado y el medio que rodea al chorro de propulsión central (por ejemplo chorro anular) en la mezcladora de chorro se ajusta en el intervalo de 1 : 5 a 30 : 1, preferentemente en el intervalo de 1 : 2 a 20 : 1, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 1 a 10 : 1. De esta manera se consigue una distribución especialmente profunda y fina de medio de lavado por un lado y producto bruto por otro lado y en consecuencia una purificación especialmente eficiente.

15 La velocidad de flujo de la emulsión de lavado después de la mezcladora de chorro en el reactor tubular posterior se encuentra en particular en el intervalo de 0,1 a 15,0 m/s, preferentemente en el intervalo de 0,5 a 10 m/s.

20 De acuerdo con una forma de realización de la presente invención puede estar previsto que el dispositivo de dispersión utilizado en la etapa de procedimiento (a), en particular la unidad de mezclado, está conectado aguas arriba, en particular directamente conectado aguas arriba del reactor tubular. De acuerdo con una configuración particular de esta forma de realización puede estar previsto que el dispositivo de dispersión o de emulsión, en particular la unidad de mezclado, se transfiere al reactor tubular.

25 Igualmente es posible sin embargo también que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, esté integrado en el reactor tubular o sea parte componente del reactor tubular. Para este fin, por ejemplo el dispositivo de dispersión puede estar dispuesto en la parte superior, o que se encuentra aguas arriba, del reactor tubular. Una forma de realización de este tipo es en particular posible cuando el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está diseñada como una denominada mezcladora de chorro.

30 De acuerdo con forma de realización especialmente preferida de acuerdo con la invención puede estar previsto que el reactor tubular para llevar a cabo la etapa de procedimiento (b) esté equipado con elementos de mezclado, en particular para el aporte de energía de mezclado adicional; de esta manera pueden conseguirse resultados de purificación especialmente buenos, dado que mediante los elementos de mezclado se consigue una distribución mejorada, especialmente profunda de medio de lavado por un lado y compuesto aromático bruto que va a purificarse por otro lado. En el caso de los elementos de mezclado puede tratarse en particular de chapa, en particular chapa de rebote o chapa de desviación, obturadores, mezcladoras estáticas, divisores de corriente o similares. De acuerdo con la invención se prefiere cuando se encuentran de 1 a 15, en particular de 2 a 15, preferentemente de 2 a 10, de manera especialmente preferente de 2 a 5, elementos de mezclado en el reactor tubular.

35 De acuerdo con esta forma de realización se prefiere cuando a través de los elementos de mezclado previstos en el reactor tubular se introduce una energía de mezclado (es decir una energía de mezclado con respecto al volumen) en total de 10 a 1.000 julios/litro, preferentemente de 10 a 500 julios/litro, de manera especialmente preferente de 20 a 200 julios/litro. En otras palabras, de acuerdo con esta forma de realización se introduce en total preferentemente una energía de mezclado (es decir una energía de mezclado con respecto al volumen) de 10 a 1.000 julios/litro, preferentemente de 10 a 500 julios/litro, de manera especialmente preferente de 20 a 200 julios/litro.

40 Se consiguen resultados especialmente buenos en particular también cuando los elementos de mezclado están diseñados de tal manera que la caída de presión por elemento de mezclado asciende a de 0,01 MPa a 0,3 MPa (de 0,1 bar a 3,0 bar), preferentemente de 0,03 a 0,15 MPa (de 0,3 a 1,5 bar), de manera especialmente preferente de 0,03 a 0,08 MPa (de 0,3 a 0,8 bar).

45 En lo que se refiere al tiempo de permanencia de la emulsión de medio de lavado por un lado y compuestos aromáticos brutos por otro lado en el reactor tubular en el marco de la etapa de procedimiento (b), éste puede variar entonces en amplios intervalos. De manera se prefiere especialmente cuando el tiempo de permanencia en el reactor tubular asciende a de 0,1 a 120 segundos, preferentemente de 0,1 a 60 segundos, de manera especialmente preferente de 1 a 30 segundos. De esta manera se consiguen resultados de lavado especialmente buenos, dado que por un lado se garantiza un tiempo de permanencia mínimo suficiente, por otro lado sin embargo también se garantiza un rendimiento económico.

50 En el marco de la purificación son importantes también la relación en masa y relación de fases entre productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado, que pueden variar en cada caso en amplios intervalos.

55 Resultados especialmente buenos se obtienen cuando la relación en masa entre productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado (es decir medio de lavado recién dosificado) por otro lado se ajusta en el

intervalo de 200 : 1 a 1 : 10, preferentemente en el intervalo de 100 : 1 a 1 : 5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2.

5 Igualmente se obtienen resultados especialmente buenos cuando la relación de fases (es decir en particular la relación de fases en el aparato de lavado) entre productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado se ajusta en el intervalo de 25 : 1 a 1 : 5, en particular en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2, preferentemente en el intervalo de 5 : 1 a 1 : 1. El ajuste de la relación de fases puede conseguirse en particular mediante una conducción circular del medio de lavado después de la separación de fases. Esto garantiza por un lado una superficie de intercambio óptima entre fase orgánica y medio de lavado y por otro lado un tiempo lo más corto posible para la separación de fases en el aparato de separación de fases.

10 El lavado de los compuestos nitroaromáticos se lleva a cabo habitualmente como lavado líquido/líquido (es decir a temperaturas a las que el compuesto nitroaromático que va a lavarse o que va a purificarse, al igual que el medio de lavado, se encuentra como líquido).

15 En lo que se refiere al medio de lavado utilizado de acuerdo con la invención, éste está formado de forma líquida entonces en condiciones de procedimiento, en particular a temperaturas a partir de 5 °C, en particular a temperaturas a partir de 25 °C, y presión atmosférica. De acuerdo con la invención se prefiere un medio de lavado de base acuosa, preferentemente agua.

20 En función de la relación de fases en el aparato de lavado se dispersa a este respecto el compuesto nitroaromático que va a lavarse en el medio de lavado como emulsión de aceite en agua (emulsión O/W) o el medio de lavado en el compuesto aromático que va a lavarse como emulsión de agua en aceite (emulsión W/O).

25 La eficiencia del medio de lavado puede aumentarse aún por que al medio de lavado puede añadirse al menos una base. La base puede seleccionarse en particular del grupo de hidróxidos inorgánicos, carbonatos, hidrogenocarbonatos, sulfitos, hidrogenosulfitos y amoniaco así como sus mezclas o combinaciones, preferentemente del grupo de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de sodio, carbonato de potasio, hidrogenocarbonato de sodio, hidrogenocarbonato de potasio, amoniaco, carbonato de amonio, sulfito de sodio e hidrogenosulfito de sodio así como sus mezclas o combinaciones.

30 La cantidad de álcali utilizada en el caso de un lavado alcalino será en particular alta, de tal manera que no sólo todos los ácidos pueden hacerse reaccionar cuantitativamente para dar sus sales, sino que se utilizará en particular un exceso de base, para que el valor de pH en las aguas de lavado sea tan alto que también puedan separarse por lavado cuantitativamente ácidos débiles, tal como mononitrofenoles.

35 El contenido en álcali puede ascender en particular a de 0,01 mol/l a 0,4 mol/l, preferentemente a de 0,02 mol/l a 0,2 mol/l, pero al menos al doble de la cantidad necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles.

40 Resultados especialmente buenos se obtienen entonces cuando el contenido en base en el medio de lavado asciende a de 0,01 a 0,4 mol/l, preferentemente de 0,02 a 0,2 mol/l.

45 En particular, el contenido en base en el medio de lavado ascenderá al menos al doble de la cantidad de álcali teóricamente necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles contenidos como impurezas.

50 Tal como se expuso anteriormente, la relación de fases de compuesto nitroaromático que va a lavarse y medio de lavado recién dosificado ascenderá por lo tanto ventajosamente a de 200 : 1 a 1 : 10, preferentemente de 100 : 1 a 1 : 5, de manera especialmente preferente de 10 : 1 a 1 : 2. Mediante una conducción circular del medio de lavado después de la separación de fases puede ajustarse a este respecto en el aparato de lavado una relación de fases entre compuesto nitroaromático que va a lavarse y medio de lavado de 25 : 1 a 1 : 5, en particular de 10 : 1 a 1 : 2, de manera especialmente preferente de 5 : 1 a 1 : 1, para, por un lado generar una superficie de intercambio óptima entre fase orgánica y medio de lavado y, por otro lado, mantener tan corto como sea posible el tiempo para la separación de fases en el aparato de separación de fases.

55 En función de la relación de fases en el aparato de lavado se dispersa a este respecto el compuesto nitroaromático que va a lavarse en el medio de lavado como emulsión de aceite en agua (emulsión O/W) o el medio de lavado en el compuesto aromático que va a lavarse como emulsión de agua en aceite (emulsión W/O) (véanse realizaciones anteriores).

60 Como chorro de propulsión sirve a este respecto, en función de la relación de fases seleccionada, o bien el compuesto aromático que va a lavarse o bien el medio de lavado, para ajustar el tipo de mulsión deseado.

65 La velocidad de flujo de la emulsión de lavado después de la mezcladora de chorro en el reactor tubular posterior puede encontrarse en particular en el intervalo de 0,1 a 15,0 m/s, preferentemente de 0,5 a 10 m/s.

La relación de la velocidad entre chorro central y medio circundante se mueve a este respecto, tal como se expuso anteriormente, entre 1 : 5 y 30 : 1, preferentemente de 1 : 2 a 20 : 1 y de manera especialmente preferente entre 1 : 1 y 10 : 1.

5 Para evitar la coalescencia de la emulsión de lavado tras un corto tiempo y con ello una extracción no completa de las impurezas que van a eliminarse del compuesto nitroaromático que va a purificarse, es ventajoso, mediante el aporte adicional de energía de mezclado, mantener la emulsión de lavado estable hasta que todas las impurezas se hayan separado por lavado del compuesto nitroaromático y mediante reacciones adicionales en el medio de lavado se impida la retroextracción a los compuestos nitroaromáticos que van a lavarse. Esta energía de mezclado
10 adicional puede introducirse en la mezcla de las dos fases no miscibles entre sí mediante una alimentación a un reactor con dispositivos de mezclado adicionales, preferentemente en un reactor tubular sin retromezclado, manteniéndose de forma distribuida en el reactor tubular mediante elementos de mezclado adicionales, a través del reactor tubular, tal como obturadores, chapas de desviación, deflectores, mezcladoras estáticas u otros elementos de mezclado estáticos, la emulsión de tipo O/W o W/O. Más preferentemente, pueden encontrarse de 1 a 15, en particular de 2 a 15, preferentemente de 2 a 10 y de manera especialmente preferente de 2 a 5 elementos de
15 mezclado en el reactor tubular, contando la mezcladora de chorro como elemento de mezclado.

La energía de mezclado con respecto al volumen que va introducirse en total ascenderá a de 10 a 1000 J/l, preferentemente de 10 a 500 J/l y de manera especialmente preferente de 20 a 200 J/l.

20 La pérdida de presión por elemento de mezclado, ascenderá a de 0,01 a 0,3 MPa (de 0,1 a 3,0 bar), preferentemente de 0,02 a 0,15 MPa (de 0,2 a 1,5 bar) y de manera especialmente preferente de 0,02 a 0,08 MPa (de 0,2 a 0,8 bar), para mantener tan bajo como sea posible el número de los elementos de mezclado necesarios en el reactor tubular y mantener tan corto como sea posible el tiempo de permanencia en el dispositivo de separación de fases.
25

El tiempo de permanencia en el reactor tubular para la separación de ácidos, seguido de una reacción adicional rápida, tal como, por ejemplo, una neutralización, a partir del compuesto nitroaromático que va a lavarse, tal como ácido nítrico, ácido sulfúrico, mono-, di- y trinitrofenoles y cresoles, ácidos nitrobenzoicos etc., en el caso de un lavado con álcali, tal como, por ejemplo, hidróxido de sodio, sosa, bicarbonato, amoníaco, hidróxido de potasio etc., no ascenderá a más de 0,1 a 120 segundos, preferentemente de 0,1 a 60 segundos, de manera especialmente preferente de 1 a 30 segundos.
30

Para la eliminación de impurezas del compuesto nitroaromático que va a lavarse con altos coeficientes de distribución a favor del compuesto nitroaromático que va a lavarse, altas resistencias de transferencia de masa en la fase orgánica y reacciones adicionales lentas en las impurezas extraídas en el medio de lavado, tal como por ejemplo vapores nitrosos o dióxido de nitrógeno, se adaptará el tiempo de permanencia en el reactor siguiente a estas relaciones (tal como, por ejemplo, mediante una combinación de los dispositivos descritos anteriormente para la generación de una emulsión de lavado óptima con tanques de agitación, para generar el tiempo de permanencia necesario). De acuerdo con una forma de realización particular del procedimiento de acuerdo con la invención esto se consigue en particular mediante una combinación de los dispositivos descritos anteriormente para generar una emulsión de lavado óptima con tanques de agitación, para garantizar el tiempo de permanencia necesario para la transferencia de fases y la posterior reacción.
35
40

45 Tal como ya se expuso anteriormente, la cantidad de álcali utilizada en un lavado alcalino será tan alta que no sólo todos los ácidos pueden reaccionar cuantitativamente para dar sus sales, sino que se utilizará un exceso de base, para que el valor de pH en las aguas de lavado sea tan alto que también puedan separarse por lavado cuantitativamente ácidos débiles, tal como mononitrofenoles. Tal como se expuso anteriormente, a este respecto el contenido en álcali ascenderá en particular a de 0,01 mol/l a 0,4 mol/l, preferentemente de 0,02 mol/l a 0,2 mol/l,
50 pero al menos el doble de la cantidad necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles.

La emulsión existente al final del tramo de mezclado puede separarse por ejemplo en un aparato de separación de fases (por ejemplo separador o *settler*) de nuevo en las fases individuales. El medio de lavado con las impurezas contenidas en el mismo puede conducirse o bien como agua residual a un tratamiento de aguas residuales o bien introducirse en contracorriente en la etapa de lavada conectada aguas arriba.
55

El compuesto nitroaromático lavado puede alimentarse o bien a la siguiente etapa de lavado o al final del lavado directamente para el procesamiento adicional o bien transferirse a un almacenamiento intermedio.

60 Como aparato de separación de fases pueden utilizarse todos los tipos de separadores estáticos, pero también separadores dinámicos, tal como separadores centrífugos. El tiempo de separación de la emulsión de compuesto nitroaromático/medio de lavado depende, además del tipo de emulsión (W/O u O/W) y de la energía de mezclado introducida, adicionalmente también del exceso de base en el medio de lavado, que no es necesario para la neutralización. Al introducirse la misma energía de mezclado disminuye el tiempo de separación claramente con la concentración de base creciente en el medio de lavado. Para acelerar la separación de fases pueden utilizarse en cambio también agentes tensioactivos o también medios auxiliares de separación mecánicos, tal como
65

empaquetaduras, chapas de separación, etc. También mediante una distancia adaptada a los compuestos nitroaromáticos y al tipo de emulsión entre los elementos de mezclado individuales puede acelerarse la separación de fases.

5 En lo que se refiere a los productos brutos nitrados que van a purificarse, éstos están formados de forma líquida en general en condiciones de procedimiento, en particular a temperaturas a partir de 5 °C, en particular a temperaturas a partir de 25 °C, y presión atmosférica. En particular, los productos brutos nitrados que van a purificarse proceden de la nitración de compuestos aromáticos mononucleares o polinucleares, en particular de la nitración de benceno, tolueno, xileno o compuestos aromáticos halogenados, tal como en particular bencenos clorados.

10 En el caso de los productos brutos nitrados que van a purificarse se trata en particular de dado el caso compuestos mono-, di- y trinitroaromáticos halogenados, tal como, por ejemplo, nitrobenzono (MNB), mononitrotolueno (MNT), dinitrotolueno (DNT), trinitrotolueno (TNT), nitroclorobenceno (MNCB) o similares.

15 En general a la etapa de procedimiento (b) le sigue una separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado. Esta separación tiene lugar en general por medio de un dispositivo separador adecuado (separador o *settler*).

20 Además, de acuerdo con una forma de realización particular del procedimiento de acuerdo con la invención puede estar previsto que la mezcla de productos nitrados purificados y medio de lavado que sale del reactor tubular, en particular aún antes de la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado, en primer lugar se transfiere a un tanque de agitación. De esta manera se prolonga el tiempo de contacto y/o tiempo de permanencia entre productos de nitración que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado de manera más eficiente, de modo que dado el caso impurezas aún no separadas por lavado se transfieren al medio de lavado o se neutralizan por ello.

25 De acuerdo con una forma de realización ventajosa del procedimiento de acuerdo con la invención está previsto que el medio de lavado se recicla, en particular después de la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado. De esta manera se permite un lavado o conducción circular eficientes y se reduce la cantidad de medio de lavado hasta un mínimo.

30 Dado el caso, después del lavado o después de la separación del medio de lavado (por ejemplo después de una separación de la emulsión de lavado en un separador estático o mediante un separador centrífugo) pueden eliminarse dado el caso cantidades residuales o trazas aún presentes de agua, en particular agua suspendida y/o disuelta, mediante secado a partir del compuesto nitroaromático purificado.

35 El procedimiento de acuerdo con la invención es adecuado para llevar a cabo el lavado ácido y/o el lavado básico y/o el lavado neutro de los productos brutos nitrados. Es decir, el procedimiento de acuerdo con la invención puede utilizarse las tres etapas de lavado mencionadas anteriormente. Igualmente es también posible usar el procedimiento de acuerdo con la invención sólo para una o dos etapas de lavado, por ejemplo sólo para el lavado ácido o también sólo para el lavado básico o también sólo para el lavado neutro. En relación a esto, el procedimiento de acuerdo con la invención puede utilizares de forma flexible.

40 Tal como se expuso anteriormente, el procedimiento de acuerdo con la invención está relacionado con una pluralidad de ventajas y particularidades, de las que a continuación se expondrán algunas ventajas y particularidades, sin embargo no de manera concluyente y no de manera limitante:

45 En particular, el procedimiento de acuerdo con la invención permite una purificación eficiente de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante con sólo una baja complejidad y gran economía de procedimiento como eficiencia de procedimiento.

50 El reactor tubular utilizado de acuerdo con la invención permite una distribución eficiente y profunda de medio de lavado por un lado y compuestos aromáticos brutos nitrados por otro lado uno en otro, de modo que no son necesarias etapas de lavado adicionales o etapas de tratamiento de otro tipo. La eficiencia de lavado o de tratamiento puede aumentarse aún por que en el reactor tubular están previstos elementos de mezclado adicionales, tal como se expuso anteriormente, que mejoran aún más el mezclado.

55 El reactor tubular que se utiliza de acuerdo con la invención para la purificación puede utilizarse igualmente en la nitración anterior como recipiente de reacción, de modo que no será necesario utilizar ningún aparato adicional para la purificación de los productos brutos nitrados.

60 El reactor tubular que se utiliza de acuerdo con la invención para la purificación de los productos de nitración brutos permite la generación de grandes superficies de intercambio para una mezcla de dos fases de medio de lavado por un lado y compuestos aromáticos brutos nitrados por otro lado, de modo que de esta manera se garantiza una transferencia de masa más efectiva y una rápida transferencia de las impurezas al medio de lavado o en el caso de compuestos ácidos, una rápida neutralización.

65

Además, la realización de procedimiento de acuerdo con la invención permite una eliminación rápida y por así decir eficiente de las impurezas procedentes de la nitración a partir de los productos brutos nitrados, pudiendo reciclarse el medio de lavado después del tratamiento de los compuestos aromáticos brutos nitrados sin más o pudiendo desplazarse en el circuito.

Para llevar a cabo el procedimiento expuesto anteriormente es adecuado un dispositivo (instalación) para la eliminación de impurezas a partir de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado, presentando el dispositivo los siguientes dispositivos:

(a) al menos un dispositivo de dispersión, en particular al menos una unidad de mezclado, para poner en contacto y emulsionan los productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado; y,

(b) dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para alimentar la emulsión, generada en el dispositivo de dispersión, de productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado, estando diseñado el reactor tubular de tal manera que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se permite una eliminación de las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados se transfieren al medio de lavado y/o se neutralizan por ello.

Tal como se expuso anteriormente en relación con el procedimiento de acuerdo con la invención, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede ser un tanque de agitación, una mezcladora de chorro (*jet-mixer*) o una bomba, en particular una bomba centrífuga, preferentemente una bomba, en particular una bomba centrífuga, o una mezcladora de chorro (*jet-mixer*), de manera especialmente preferente una mezcladora de chorro (*jet-mixer*).

Tal como se describió anteriormente en el marco del procedimiento de acuerdo con la invención, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede estar conectado aguas arriba, en particular conectado directamente aguas arriba, del reactor. En particular, puede estar previsto en este contexto que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, transfiera al reactor tubular.

De acuerdo con una forma de realización alternativa, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede estar integrado en el reactor tubular y/o puede ser parte componente del reactor tubular. A este respecto puede remitirse a las realizaciones anteriores en relación con el procedimiento de acuerdo con la invención.

Tal como se explicó anteriormente en la descripción del procedimiento de acuerdo con la invención, el reactor tubular puede estar equipado con elementos de mezclado, en particular para el aporte de energía de mezclado adicional. Tal como se describió anteriormente, los elementos de mezclado pueden estar diseñados como chapa, en particular chapa de rebote o chapa de desviación, como obturadores, como mezcladoras estáticas o como divisor de corriente.

En el contexto del dispositivo utilizado de acuerdo con la invención, puede llevarse a cabo un lavado de una, dos o tres etapas del producto de nitración bruto (es decir lavado ácido y/o lavado básico y/o lavado neutro).

Además puede estar previsto que, dispuesto aguas abajo del reactor tubular, esté dispuesto un dispositivo de separación, en particular un dispositivo separador (separador o *settler* y/o separador dinámico o separador centrífugo), para la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado.

Además, en el contexto del dispositivo utilizado de acuerdo con la invención existe la posibilidad de que, aguas abajo del reactor tubular y aguas arriba del dispositivo de separación (es decir en otras palabras entre reactor tubular y dispositivo de separación), esté dispuesto un tanque de agitación y/o reactor agitador. En particular se prolonga de esta manera el tiempo de contacto y/o tiempo de permanencia entre productos nitrados por un lado y el medio de lavado por otro lado.

Para detalles adicionales con respecto al dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención puede remitirse a las realizaciones anteriores con respecto al procedimiento de acuerdo con la invención, que son válidas correspondientemente con respecto al dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención.

Por último, es un objeto adicional de la presente invención, de acuerdo con un **segundo** aspecto de la presente invención, una instalación de producción para la nitración de compuestos aromáticos nitrables con posterior purificación de los productos brutos nitrados generados durante la nitración, comprendiendo la instalación de producción las siguientes unidades:

(a) una unidad de nitración para la nitración de compuestos aromáticos, en particular con uno o varios recipientes de reacción correspondientes para llevar a cabo la reacción o las reacciones de nitración;

5 (b) dado el caso, dispuesto aguas abajo de la unidad de nitración en la línea de producción, al menos un dispositivo de separación, en particular un dispositivo separador (separador), para la separación del ácido nitrante de los productos brutos nitrados;

10 (c) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de nitración y del dispositivo de separación dado el caso presente, al menos un dispositivo de lavado para llevar a cabo un lavado de los productos brutos nitrados, comprendiendo el dispositivo de lavado:

- al menos un dispositivo de dispersión, en particular al menos una unidad de mezclado, para poner en contacto y emulsionar los productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y el medio de lavado por otro lado y,
- 15 - dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para alimentar la emulsión, generada en el dispositivo de dispersión, de productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado, estando diseñado el reactor tubular de tal manera que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se permite una eliminación de las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados se transfieren al medio de lavado y/o se neutralizan por ello;

20 (d) dado el caso, dispuesto en la línea de producción aguas abajo del dispositivo de lavado, un tanque de agitación, en particular para aumentar el tiempo de contacto y/o tiempo de permanencia entre productos nitrados por un lado y medio de lavado por otro lado;

25 (e) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de lavado y del tanque de agitación dado el caso presente, un dispositivo de separación, en particular un dispositivo separador (separador), para la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado.

30 En otras palabras, en la instalación de producción de acuerdo con la invención el dispositivo o instalación descrito anteriormente para la purificación, es decir para la eliminación de impurezas, es parte componente de esta instalación de producción, en concreto en forma de la unidad de lavado o dispositivo de lavado (c).

35 Tal como se expuso anteriormente, también en la instalación de producción de acuerdo con la invención el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede ser un tanque de agitación, una mezcladora de chorro (*jet-mixer*) o una bomba, en particular una bomba centrífuga, preferentemente una bomba, en particular una bomba centrífuga, o una mezcladora de chorro (*jet-mixer*), de manera especialmente preferente una mezcladora de chorro (*jet-mixer*).

40 De acuerdo con una configuración particular de la instalación de producción de acuerdo con la invención, tal como se expuso anteriormente, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede estar conectado aguas arriba, en particular conectado directamente aguas arriba del reactor. En particular, en esta forma de realización el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede transferir al reactor tubular.

45 Igualmente, de acuerdo con la invención puede estar previsto que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, esté integrado en el reactor tubular y/o sea parte componente del reactor tubular. Con respecto a esta forma de realización puede remitirse, para evitar repeticiones innecesarias, a las realizaciones anteriores.

50 Tal como se expuso anteriormente en relación con el procedimiento de acuerdo con la invención y en relación con el dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención para la purificación, el reactor tubular puede estar equipado con elementos de mezclado, en particular para el aporte de energía de mezclado adicional. En particular, en esta forma de realización, los elementos de mezclado pueden estar diseñados como chapa, en particular chapa de rebote o chapa de desviación, como obturadores, como mezcladoras estáticas o como divisor de corriente.

55 El procedimiento de acuerdo con la invención es adecuado en particular para llevar a cabo un lavado ácido y/o un lavado básico y/o un lavado neutro de productos brutos nitrados. Es decir, el procedimiento de acuerdo con la invención puede utilizarse en las tres etapas de lavado mencionadas anteriormente de un dispositivo de lavado. Igualmente, es también posible usar el procedimiento de acuerdo con la invención sólo para una o dos etapas de lavado, por ejemplo sólo para un lavado ácido o también sólo para un lavado básico o también sólo para un lavado neutro. En relación a esto, el procedimiento de acuerdo con la invención puede utilizarse de forma flexible.

60 Para detalles adicionales con respecto a la instalación de producción de acuerdo con la invención puede remitirse a las realizaciones anteriores con respecto al procedimiento de acuerdo con la invención y con respecto al dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención, que son válidos correspondientemente con respecto a la instalación de producción de acuerdo con la invención.

65

El procedimiento de acuerdo con la invención y el dispositivo o instalación de acuerdo con la invención para la purificación así como instalación de producción de acuerdo con la invención para la nitración se ilustran en las representaciones de figuras adjuntas a modo de ejemplo y de manera no limitante.

5 Otras ventajas, propiedades, aspectos y características de la presente invención resultan de la siguiente descripción de formas de realización preferidas de acuerdo con la invención, representadas en los dibujos. Muestran:

la Figura 1 una representación esquemática de un lavado de compuestos nitroaromáticos de acuerdo con el estado de la técnica por medio de tecnología de *mixer/settler* para las tres etapas de lavado habituales de un lavado de compuestos nitroaromáticos;

la Figura 2 una representación esquemática de una lavado de una sola etapa para compuestos nitroaromáticos de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención o con el dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención;

la Figura 3 una representación esquemática de un desarrollo del procedimiento de acuerdo con la invención o una representación esquemática del dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención de acuerdo con un ejemplo de realización preferido de la invención para las tres etapas de lavado habituales de un lavado de compuestos nitroaromáticos;

la Figura 4 una representación esquemática de una instalación de producción de acuerdo con la invención para la nitración de compuestos aromáticos nitrables con posterior lavado de los compuestos nitroaromáticos contenidos de acuerdo con un ejemplo de realización preferido de la invención.

25 La Figura 1 muestra un ejemplo para un lavado de compuestos nitroaromáticos en tres etapas de acuerdo con el estado de la técnica:

a) En la etapa 1 se separan por lavado en un lavado ácido continuo de varias etapas (WS) el ácido sulfúrico y ácido nítrico suspendido y disuelto en el compuesto nitroaromático bruto (NA 10) mediante lavado con agua nueva (WW 10). El compuesto nitroaromático que va a lavarse (NA 10) y el agua de lavado (WW 10) se alimentan a un dispositivo de mezclado, habitualmente un tanque de agitación, con un tiempo de permanencia de aproximadamente 10 minutos. La emulsión de lavado formada se separa a continuación en un separador (S). Para la eliminación completa de los ácidos minerales disueltos y suspendidos pueden utilizarse hasta 4 unidades de *mixer/settler* ($n = 3$), conduciéndose el medio de lavado y el compuesto nitroaromático que va a lavarse en contracorriente. El medio de lavado se emite de inmediato completamente, después de la separación de fases, o bien como agua residual (WW 11), o bien una cantidad parcial se conduce adicionalmente en el circuito, para ajustar una relación de fases predeterminada y con ello un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo para la separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 11) liberado de ácidos minerales se alimenta en la etapa de lavado 2, el lavado alcalino (WA).

b) En la etapa 2 se eliminan en un lavado alcalino continuo de varias etapas (WA) todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas disueltos a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos del compuesto nitroaromático (por ejemplo TNT). El compuesto nitroaromático que va a lavarse (NA 11) y el agua de lavado (WW 10 o WW13) se alimentan, junto con una base, a un tanque de agitación con un tiempo de permanencia de aproximadamente 10 minutos. La emulsión de lavado formada se separa a continuación en un separador (S). Para la eliminación completa de los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas disueltos en el compuesto nitroaromático a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos pueden utilizarse hasta 4 unidades de *mixer/settler* ($n = 3$), conduciéndose el medio de lavado y el compuesto nitroaromático que va a lavarse en contracorriente. El medio de lavado se emite de inmediato completamente, después de la separación de fases, o bien como agua residual (WW 12), o bien una cantidad parcial se conduce aún adicionalmente en el circuito, para ajustar una relación de fases predeterminada y con ello un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo para la separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 12) liberado de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos se alimenta en la etapa de lavado 3, el lavado neutro (WN).

c) en la etapa 3 se eliminan en un lavado neutro (WN) de varias etapas las trazas arrastradas de medio de lavado a partir del lavado alcalino (WA). El compuesto nitroaromático que va a lavarse (NA 12) y el agua de lavado (WW 10) se alimentan a un tanque de agitación con un tiempo de permanencia de aproximadamente 10 minutos. La emulsión de lavado formada se separa a continuación en un separador (S). Para la eliminación completa de las trazas de base aún suspendidas o disueltas en el compuesto nitroaromático pueden utilizarse hasta 4 unidades de *mixer/settler* ($n = 3$), conduciéndose el medio de lavado y el compuesto nitroaromático que va a lavarse en contracorriente. La fase acuosa se alimenta o bien como medio de lavado (WW 13) de inmediato completamente en el lavado alcalino (WA), o bien una cantidad parcial se conduce adicionalmente en el circuito, para ajustar una relación de fases predeterminada y con ello un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo para la separación de las fases.

El compuesto nitroaromático (NA 13) liberado ahora de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas a partir de la degradación oxidativa de impurezas, compuestos nitroaromáticos isoméricos y trazas residuales alcali se emite directamente al procesamiento adicional o a un almacenamiento intermedio.

5 La Figura 2 muestra una forma de realización para una etapa de lavado de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención o de acuerdo con el dispositivo o instalación utilizado de acuerdo con la invención para el lavado de compuestos nitroaromáticos con el medio de lavado como chorro de propulsión.

10 El compuesto nitroaromático que va a lavarse, después de la separación del ácido nitrante (NA1 (n-1) con n = 1)) o después de la eliminación del ácido nitrante aún suspendido en el compuesto nitroaromático como microemulsión o el ácido sulfúrico, ácido nítrico y vapores nitrosos aún disueltos en el compuesto nitroaromático en un lavado ácido (WS con n = 2) o después de la eliminación de todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas disueltos en el compuesto nitroaromático a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos del compuesto nitroaromático (por ejemplo TNT) en presencia de bases en un lavado alcalino (WA con n = 3) se reúne en una mezcladora de chorro (SM) con el medio de lavado WW1 (n-1), que sirve en el caso representado como chorro de propulsión, y se introduce directamente en un reactor tubular (C) que contiene elementos de mezclado adicionales (Mm).

20 Para el ajuste de un tiempo de permanencia prolongado, para permitir reacciones que transcurren lentamente de las impurezas que van a separarse por lavado en el medio de lavado, tal como vapores nitrosos, puede alimentarse la emulsión de lavado a partir del reactor tubular a un recipiente de tiempo de permanencia, tal como, por ejemplo, uno o varios tanques de agitación (R). La emulsión de lavado del reactor tubular se separa en las fases directamente o después de un tiempo de permanencia prolongado en el tanque de agitación en un dispositivo separador.

25 El compuesto nitroaromático lavado (NA1 n con n = 1 a 3) se emite o bien a la siguiente etapa de lavado o bien como producto lavado acabado (NA13) para el procesamiento adicional. El medio de lavado cargado (WW1 n con n = 1 a 3) o bien se emite directamente como agua residual o bien se recircula como corriente parcial para el ajuste de una relación de fases definida entre compuesto nitroaromático y medio de lavado. Esta corriente parcial recirculada puede alimentarse o bien junto con el agua de lavado recién añadida como chorro de propulsión o bien como corriente circulante directamente al reactor tubular.

30 La Figura 3 muestra un ejemplo del procedimiento de acuerdo con la invención en tres etapas para la eliminación separada de los ácidos minerales por medio de lavado ácido (WS), la eliminación de todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas disueltos a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos en presencia de bases en el intervalo alcalino por medio de lavado alcalino (WA) y un lavado neutro (WN).

35 a) En la etapa 1 se eliminan en un lavado ácido (WS) de una sola etapa el ácido sulfúrico y ácido nítrico suspendido y disuelto en el compuesto nitroaromático bruto (NA 10) mediante lavado con agua nueva (WW 10). El compuesto nitroaromático que va a lavarse (NA 10) y el agua de lavado (WW 10) se alimentan por medio de bombas (P) a través de una mezcladora de chorro o directamente en un reactor tubular, que contiene elementos de mezclado (Mn) adicionales. Después de pasar a través del reactor tubular se separa la emulsión formada en un separador (S). El medio de lavado se emite directamente, después de la separación de fases, o bien como agua residual (WW 11), o bien una cantidad parcial se conduce adicionalmente en el circuito para el ajuste de una relación de fases predeterminada y con ello de un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo para la separación de las fases. El compuesto nitroaromático liberado de ácidos minerales (NA 11) se alimenta en la etapa de lavado 2, el lavado alcalino (WA).

40 b) En la etapa 2 se eliminan en un lavado alcalino (WA) de una sola etapa todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas disueltos a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos a partir del compuesto nitroaromático. El compuesto nitroaromático que va a lavarse (NA 11) después del lavado ácido (WS) y el agua de lavado (WW 10 o WW 13 procedente del lavado neutro) y una base se alimentan por medio de bombas (P) a través de una mezcladora de chorro o directamente en un reactor tubular, que contiene elementos de mezclado (Mn) adicionales. Después de pasar a través del reactor tubular se separa la emulsión formada en un separador. El medio de lavado, que contiene todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas disueltos a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos extraídos (disueltos como sal), se emite directamente después de la separación de fases o bien como agua residual (WW 12), o bien una cantidad parcial se conduce en el circuito para el ajuste de una relación de fases predeterminada y con ello de un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo para la separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 12) liberado de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos se alimenta en la etapa de lavado 3, el lavado neutro (WN).

65 c) En la etapa 3 se eliminan en un lavado neutro (WN) de una sola etapa las trazas arrastradas de medio de lavado a partir del lavado alcalino. El compuesto nitroaromático que va a lavarse (NA 12) y el agua de lavado

(WW 10) se alimentan por medio de bombas (P) a través de una mezcladora de chorro o directamente en un reactor tubular, que contiene elementos de mezclado (Mn) adicionales. Después de pasar a través del reactor tubular se separa la emulsión formada en un separador (S). El medio de lavado, que contiene las trazas residuales de álcali e impurezas, se introduce o bien como agua residual (WW 13) directamente en la etapa de lavado 2 (WA), o bien una cantidad parcial se conduce adicionalmente en el circuito para el ajuste de una relación de fases predeterminada y con ello de un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo para la separación de las fases. El compuesto aromático (NA 13) liberado ahora de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas a partir de la degradación oxidativa de impurezas, compuestos nitroaromáticos isoméricos y trazas residuales de álcali se emite directamente al procesamiento adicional o a un almacenamiento intermedio.

La Figura 4 muestra un ejemplo de una instalación de producción para la preparación de compuestos nitroaromáticos con lavado de acuerdo con la invención integrado de los compuestos nitroaromáticos brutos a partir de una nitración isotérmica o adiabática. El compuesto nitroaromático (NA 10) bruto formado en la unidad de nitración (N) mediante reacción del compuesto aromático con ácido nítrico en presencia de ácido sulfúrico se lava después de la separación del ácido sulfonítrico en el separador (S) en el lavado ácido (WS) con agua (WW 10) de la manera de acuerdo con la invención. Después de la separación de fases se recircula el agua residual (WW 11) resultante, que contiene todo el ácido sulfúrico y ácido nítrico separado por lavado, junto con el ácido nítrico (WNA) obtenido a partir del tratamiento de gases de escape de la instalación de nitración en una instalación de absorbedor (A), o bien directamente o bien tras concentración en una instalación de SAC (SAC), junto con el ácido final (AS) a partir de la nitración de nuevo a la nitración o bien se emite como agua residual que va a tratarse.

El compuesto nitroaromático (NA 11) liberado de los ácidos minerales se lava casi en una sola etapa en la etapa de lavado 2 (lavado alcalino WA) en presencia de bases de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención. Después de la separación de fases se suministra el agua residual procedente del lavado alcalino (WW12) con un valor de pH en el intervalo de 8,0 a 13, que contiene todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas a partir de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos (por ejemplo TNT), antes de la emisión a un cauce de un tratamiento adicional, tal como, por ejemplo, una termólisis.

El compuesto nitroaromático (NA 12) procedente del lavado alcalino (WA) se alimenta al lavado neutro (WN) y se lava casi en una sola etapa con agua (WW 10) de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención. Después de la separación de fases se alimenta el agua residual (WW 13) procedente del lavado neutro (WN) a la etapa de lavado 2 (WA) junto con base. El compuesto nitroaromático (NA 13) lavado se emite al procesamiento adicional, tal como, por ejemplo, a una separación de isómeros, la reducción para dar la amina correspondiente o a un almacenamiento intermedio.

Otras configuraciones, desviaciones, variaciones de la presente invención pueden reconocerse y realizarse sin más por el experto con la lectura de la descripción, sin que se abandone el marco de la presente invención.

La presente invención se ilustra por medio de los siguientes ejemplos de realización, sin limitar con ello sin embargo la presente invención.

También cuando en los siguientes ejemplos de realización el procedimiento de acuerdo con la invención o el dispositivo de acuerdo con la invención se ilustra con nitrobenzono como compuestos nitroaromáticos que van a purificarse, el procedimiento o el dispositivo de acuerdo con la presente invención no está limitado al mismo en ningún modo, sino que puede aplicarse también a cualquier otro compuesto nitroaromático, por ejemplo procedente de la nitración de tolueno, clorobenzenos, xilenos, nitrobenzenos, etc., y a cualquier otra base como hidróxido de sodio.

50 Ejemplos de realización:

Ejemplo 1: Lavado alcalino de una sola etapa (ejemplo comparativo)

12 kg/h de un nitrobenzono procedente de una nitración adiabática, que se había lavado previamente con agua (lavado ácido) y que contenía aún en total 1.910 ppm de nitrofenoles (0,8 ppm de 2-nitrofenol (2-NP), 1.346 ppm de 2,4-dinitrofenol (2,4-DNP) y 203 ppm de 2,6-dinitrofenol (2,6-DNP) y 360 ppm de ácido pícrico (2,4,6-TNP)), se alimentó junto con unas aguas de lavado con 0,8 g de NaOH/l (exceso de dos veces, con respecto a todos los nitrofenoles) de manera correspondiente a una relación en peso 1 : 1 a un tanque de agitación a 60 °C. La velocidad de giro del agitador se ajustó de modo que en el tanque de agitación se encontraba una emulsión O/W con la relación de fases dosificada. El tiempo de permanencia en el tanque de agitación ascendió a 6 minutos. Después de la separación de fases (aproximadamente 40 minutos) el valor de pH en las aguas de lavado, que contenían 1.850 ppm de nitrofenoles, se encontraba a aproximadamente 11,7. En el nitrobenzono lavado se hallaron 60 ppm de nitrofenoles. En el caso del uso de unas aguas de lavado con 4 g/l de hidróxido de sodio en condiciones por lo demás iguales pudo acortarse el tiempo de separación casi en un factor de 4 hasta aproximadamente 15 minutos.

Ejemplo 2: Lavado alcalino de una sola etapa (de acuerdo con la invención)

12 kg/h de un nitrobenzeno procedente de una nitración adiabática, que se había lavado previamente con agua (lavado ácido) y que contenía aún en total 1.910 ppm de nitrofenoles (0,8 ppm de 2-nitrofenol (2-NP), 1.346 ppm de 2,4-dinitrofenol (2,4-DNP) y 203 ppm de 2,6-dinitrofenol (2,6-DNP) y 360 ppm de ácido pícrico (2,4,6-TNP)), se alimentó con unas aguas de lavado con 0,8 g de NaOH/l (exceso de dos veces, con respecto a todos los nitrofenoles) en la relación en peso 1 : 1 por medio de una mezcladora de chorro con el medio de lavado como chorro central a 60 °C en un reactor tubular, que contenía aún adicionalmente 5 elementos de mezclado estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y nitrobenzeno que va a lavarse ascendió a 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular ascendió a no más de 5 segundos. La caída de presión a lo largo de toda la longitud del reactor tubular ascendió a 0,16 MPa (1,6 bar). Después de la separación de fases de la emulsión O/W (aproximadamente 40 minutos) el valor de pH en las aguas de lavado, que contenían 1.908 ppm de nitrofenoles, se encontraba aproximadamente a 11,6. En el nitrobenzeno lavado se hallaron 2 ppm de nitrofenoles. En el caso del uso de unas aguas de lavado con 4 g/l de hidróxido de sodio en condiciones por lo demás iguales pudo acortarse el tiempo de separación en un factor de 4 hasta aproximadamente 10 minutos. Con el compuesto nitroaromático que va a lavarse como chorro central en la mezcladora de chorro se consiguieron los mismos resultados.

Ejemplo 3: Lavado neutro de una sola etapa (de acuerdo con la invención)

12 kg/h de un nitrobenzeno procedente de una nitración adiabática, que después de un lavado con álcali (véase por ejemplo el Ejemplo 2, lavado alcalino) y que contenía aún en total de 2 a 5 ppm de nitrofenoles, se alimentó en la relación en peso 1 : 1 por medio de una mezcladora de chorro con agua como chorro central a 60 °C en un reactor tubular, que contenía aún adicionalmente 2 elementos de mezclado estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y nitrobenzeno que va a lavarse ascendió a 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular era de aproximadamente 5 segundos. La caída de presión a lo largo de toda la longitud del reactor tubular ascendió a 0,06 MPa (0,6 bar). Después de la separación de fases (aproximadamente 25 minutos), el valor de pH en el agua de lavado con aproximadamente de 1,5 a 4,5 ppm de nitrofenoles se encontraba en aproximadamente 9,0. En el nitrobenzeno lavado se hallaron aún 0,5 ppm de nitrofenoles. Con el compuesto nitroaromático que va a lavarse como chorro central en la mezcladora de chorro se consiguieron los mismos resultados.

Ejemplo 4: Lavado alcalino de una sola etapa (de acuerdo con la invención)

20 kg/h kg de un nitrobenzeno procedente de una nitración adiabática, que se había lavado previamente con agua (lavado ácido) y que contenía aún en total 1.910 ppm de nitrofenoles (0,8 ppm de 2-nitrofenol (2-NP), 1.346 ppm de 2,4-dinitrofenol (2,4-DNP) y 203 ppm de 2,6 dinitrofenol (2,6-DNP) y 360 ppm de ácido pícrico (2,4,6-TNP)), se lavó directamente con 4 kg/h de aguas de lavado con 4 g de NaOH/l (exceso de dos veces, con respecto a todos los nitrofenoles) de manera correspondiente a una relación en peso de compuesto nitroaromático con respecto a aguas de lavado de 5 : 1, alimentándose el medio de lavado por medio de una mezcladora de chorro y el compuesto nitroaromático que va a lavarse a 60 °C en un reactor tubular, que contenía aún adicionalmente 5 elementos de mezclado estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y nitrobenzeno que va a lavarse ascendió a 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular ascendió a no más de 5 segundos. La caída de presión a lo largo de toda la longitud del reactor tubular ascendió a 0,16 MPa (1,6 bar). Después de la separación de fases de la emulsión del tipo W/O (aproximadamente 5 minutos), el valor de pH en las aguas de lavado, que contenían 9.552 ppm de nitrofenoles, se encontraba en aproximadamente 12,3. En el nitrobenzeno lavado, aún turbio, se hallaron aproximadamente 8 ppm de nitrofenoles.

Ejemplo 5: Lavado neutro de una sola etapa (de acuerdo con la invención)

20 kg/h de un nitrobenzeno procedente de una nitración adiabática, que después de un lavado con álcali (véase el Ejemplo 2, lavado alcalino) contenía en total aún de 5 a 8 ppm de nitrofenoles, se alimentó en la relación en peso 5 : 1 por medio de una mezcladora de chorro con agua como chorro central a 60 °C en un reactor tubular, que contenía aún adicionalmente 2 elementos de mezclado estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y nitrobenzeno que va a lavarse ascendió a 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular era de aproximadamente 5 segundos. La caída de presión a lo largo de toda la longitud del reactor tubular ascendió a 0,06 MPa (0,6 bar). Después de la separación de fases (aproximadamente 20 minutos), el valor de pH en el agua de lavado con aproximadamente de 1,5 a 4,5 ppm de nitrofenoles se encontraba en aproximadamente 9,0. En el nitrobenzeno lavado se hallaron aún 0,5 ppm de nitrofenoles. Con el compuesto nitroaromático que va a lavarse como chorro central en la mezcladora de chorro se consiguieron los mismos resultados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la eliminación de impurezas de productos brutos nitrados que se producen durante la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado,
5 **caracterizado por que**
(a) en primer lugar se ponen en contacto los productos brutos nitrados con un medio de lavado y los productos brutos nitrados y el medio de lavado se distribuyen uno en otro de tal manera que resulta una emulsión, y que
10 (b) a continuación la emulsión resultante se alimenta a un reactor tubular, de modo que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se eliminan las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de modo que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados se transfieren al medio de lavado y/o con ello se neutralizan.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la preparación de la emulsión en la etapa (a) tiene lugar por medio de un dispositivo de dispersión, en particular por medio de una unidad de mezclado.
15
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** como dispositivo de dispersión, en particular como unidad de mezclado, se utiliza un tanque de agitación, una mezcladora de chorro (*jet-mixer*) o una bomba, en particular una bomba centrífuga.
20
4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 2 o 3, **caracterizado por que** como dispositivo de dispersión, en particular como unidad de mezclado, se utiliza una bomba, en particular una bomba centrífuga; o por que como dispositivo de dispersión, en particular como unidad de mezclado, se utiliza una mezcladora de chorro (*jet-mixer*), en particular generando la mezcladora de chorro un chorro de propulsión preferentemente central y un medio que rodea el chorro de propulsión, en particular en forma de un chorro anular.
25
5. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 3 o 4, **caracterizado por que** el chorro de propulsión en la mezcladora de chorro es el medio de lavado o también el producto bruto nitrado que va a purificarse y/o por que la relación de las velocidades entre el chorro de propulsión central por un lado y el medio que rodea el chorro de propulsión central, en particular chorro anular, se ajusta en la mezcladora de chorro en el intervalo de 1 : 5 a 30 : 1, preferentemente en el intervalo de 1 : 2 a 20 : 1, de manera especialmente preferente en el intervalo de 1 : 1 a 10 : 1.
30
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 2 a 5, **caracterizado por que** el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está conectado aguas arriba, en particular directamente conectado aguas arriba del reactor tubular, en particular transfiriendo el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, al reactor tubular; o por que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está integrado en el reactor tubular y/o es parte componente del reactor tubular.
35
40
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el reactor tubular está equipado con elementos de mezclado, en particular para el aporte de energía de mezclado adicional, en particular estando diseñados los elementos de mezclado como chapa, en particular chapa de rebote o chapa de desviación, como obturadores, como mezcladoras estáticas o como divisor de corriente,
45 en particular introduciéndose una energía de mezclado de 10 a 1000 julios/litro, preferentemente de 10 a 500 julios/litro, de manera especialmente preferente de 20 a 200 julios/litro, en particular mediante los elementos de mezclado, y/o por que la caída de presión por elemento de mezclado asciende a de 0,01 MPa a 0,3 MPa (de 0,1 bar a 3,0 bar), preferentemente de 0,03 a 0,15 MPa (de 0,3 a 1,5 bar), de manera especialmente preferente de 0,03 a 0,08 MPa (de 0,3 a 0,8 bar).
50
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el tiempo de permanencia en el reactor tubular asciende a de 0,1 a 120 segundos, preferentemente de 0,1 a 60 segundos, de manera especialmente preferente de 1 a 30 segundos; y/o por que la relación en masa entre productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado se ajusta en el intervalo de 200 : 1 a 1 : 10, preferentemente en el intervalo de 100 : 1 a 1 : 5, de manera especialmente preferente en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2, y/o por que la relación de fases entre productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado se ajusta en el intervalo de 25 : 1 a 1 : 5, en particular en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2, preferentemente en el intervalo de 5 : 1 a 1 : 1; y/o por que el medio de lavado en condiciones de procedimiento, en particular a temperaturas a partir de 5 °C, en particular a temperaturas a partir de 25 °C, y presión atmosférica, es líquido y preferentemente es de base acuosa, preferentemente es agua.
55
60
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** al medio de lavado se le añade al menos una base, en particular seleccionándose la base del grupo de hidróxidos inorgánicos, carbonatos, hidrogenocarbonatos, sulfitos, hidrogenosulfitos y amoníaco así como sus mezclas o combinaciones, preferentemente del grupo de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de sodio, carbonato de potasio,
65

- 5 hidrogenocarbonato de sodio, hidrogenocarbonato de potasio, amoniaco, carbonato de amonio, sulfito de sodio e hidrogenosulfito de sodio así como sus mezclas o combinaciones, y/o en particular ascendiendo el contenido de base en el medio de lavado a de 0,01 a 0,4 mol/l, preferentemente de 0,02 a 0,2 mol/l, y/o en particular ascendiendo el contenido de base en el medio de lavado al menos al doble de la cantidad de álcali necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles contenidos como impurezas.
- 10 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** los productos brutos nitrados que van a purificarse en condiciones de procedimiento, en particular a temperaturas a partir de 5 °C, en particular a temperaturas a partir de 25 °C, y presión atmosférica, son líquidos y/o por que los productos brutos nitrados que van a purificarse proceden de la nitración de compuestos aromáticos mononucleares o polinucleares, en particular benceno, tolueno, xileno o compuestos aromáticos halogenados, en particular bencenos clorados, y/o por que los productos brutos nitrados que van a purificarse son dado el caso compuestos mono-, di- y trinitroaromáticos halogenados.
- 15 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** a la etapa de procedimiento (b) le sigue una separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado, preferentemente en un dispositivo de separación de fases, en particular dispositivo separador (separador); y/o por que la mezcla de productos nitrados purificados y medio de lavado que sale del reactor tubular, en particular antes de la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado, se transfiere a un tanque de agitación; y/o por que el medio de lavado, en particular después de la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado, se recicla; y/o por que el procedimiento de acuerdo con la invención se utiliza para llevar a cabo el lavado ácido y/o el lavado básico y/o el lavado neutro de los productos brutos nitrados.
- 20 25 12. Instalación de producción para la nitración de compuestos aromáticos nitrables con posterior purificación de los productos brutos nitrados generados durante la nitración, **caracterizada por que** la instalación de producción comprende las siguientes unidades:
- 30 (a) una unidad de nitración para la nitración de compuestos aromáticos, en particular con uno o varios recipientes de reacción correspondientes para llevar a cabo la reacción o las reacciones de nitración;
- (b) dado el caso, dispuesto aguas abajo de la unidad de nitración en la línea de producción, al menos un dispositivo de separación, en particular un dispositivo separador (separador), para la separación del ácido nitrante de los productos brutos nitrados;
- 35 (c) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de nitración y del dispositivo de separación dado el caso presente, al menos un dispositivo de lavado para llevar a cabo un lavado de los productos brutos nitrados, comprendiendo el dispositivo de lavado:
- 40 - al menos un dispositivo de dispersión, en particular al menos una unidad de mezclado, para poner en contacto y emulsionar los productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y el medio de lavado por otro lado y,
- dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para alimentar la emulsión, generada en el dispositivo de dispersión, de productos brutos nitrados que van a purificarse por un lado y medio de lavado por otro lado, estando diseñado el reactor tubular de tal manera que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se permite una eliminación de las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o por que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados se transfieren al medio de lavado y/o con ello se neutralizan;
- 45 50 (d) dado el caso, dispuesto en la línea de producción aguas abajo del dispositivo de lavado, un tanque de agitación, en particular para aumentar el tiempo de contacto y/o el tiempo de permanencia entre productos nitrados por un lado y medio de lavado por otro lado;
- (e) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de lavado y del tanque de agitación dado el caso presente, un dispositivo de separación, en particular un dispositivo separador (separador), para la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado.
- 55 60 13. Instalación de producción de acuerdo con la reivindicación 12, **caracterizado por que** el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, es un tanque de agitación, una mezcladora de chorro (*jet-mixer*) o una bomba, en particular una bomba centrífuga, preferentemente una bomba, en particular una bomba centrífuga, o una mezcladora de chorro (*jet-mixer*), de manera especialmente preferente una mezcladora de chorro (*jet-mixer*).
- 65 14. Instalación de producción de acuerdo con las reivindicaciones 12 o 13, **caracterizado por que** el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está conectado aguas arriba, en particular directamente aguas arriba del reactor, en particular pasando el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, a continuarse en el reactor tubular.

15. Instalación de producción de acuerdo con las reivindicación 12 o 13, **caracterizado por que** el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está integrado en el reactor tubular y/o es parte componente del reactor tubular.
- 5 16. Instalación de producción de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el reactor tubular está equipado con elementos de mezclado, en particular para el aporte de energía de mezclado adicional, en particular estando diseñados los elementos de mezclado como chapa, en particular chapa de rebote o chapa de desviación, como obturadores, como mezcladoras estáticas o como divisor de corriente.

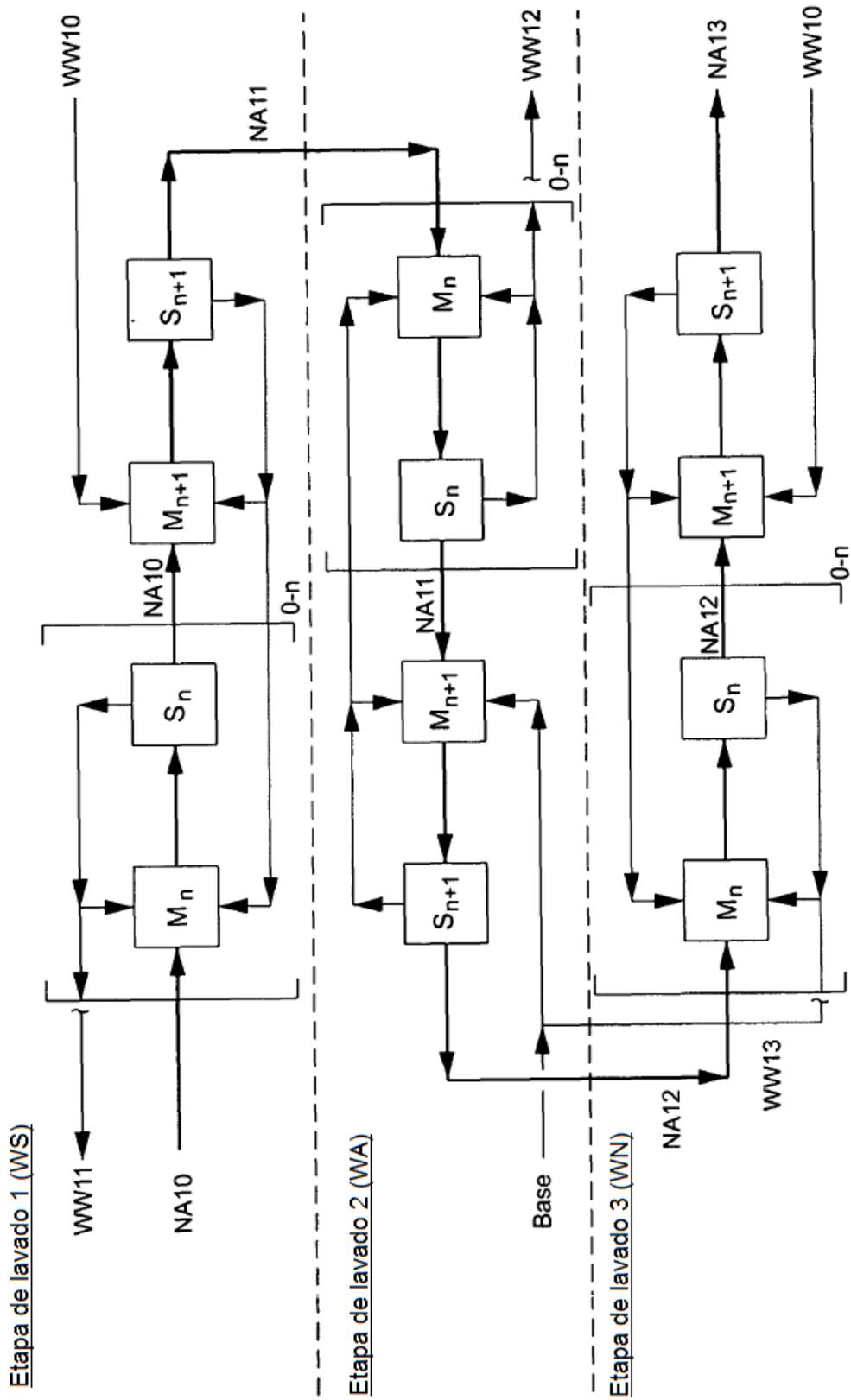


Fig. 1

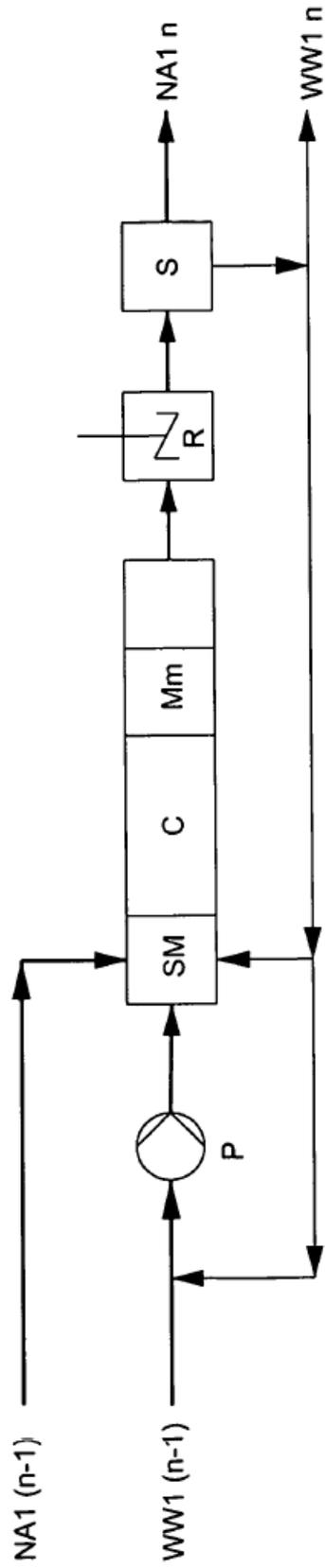


Fig. 2

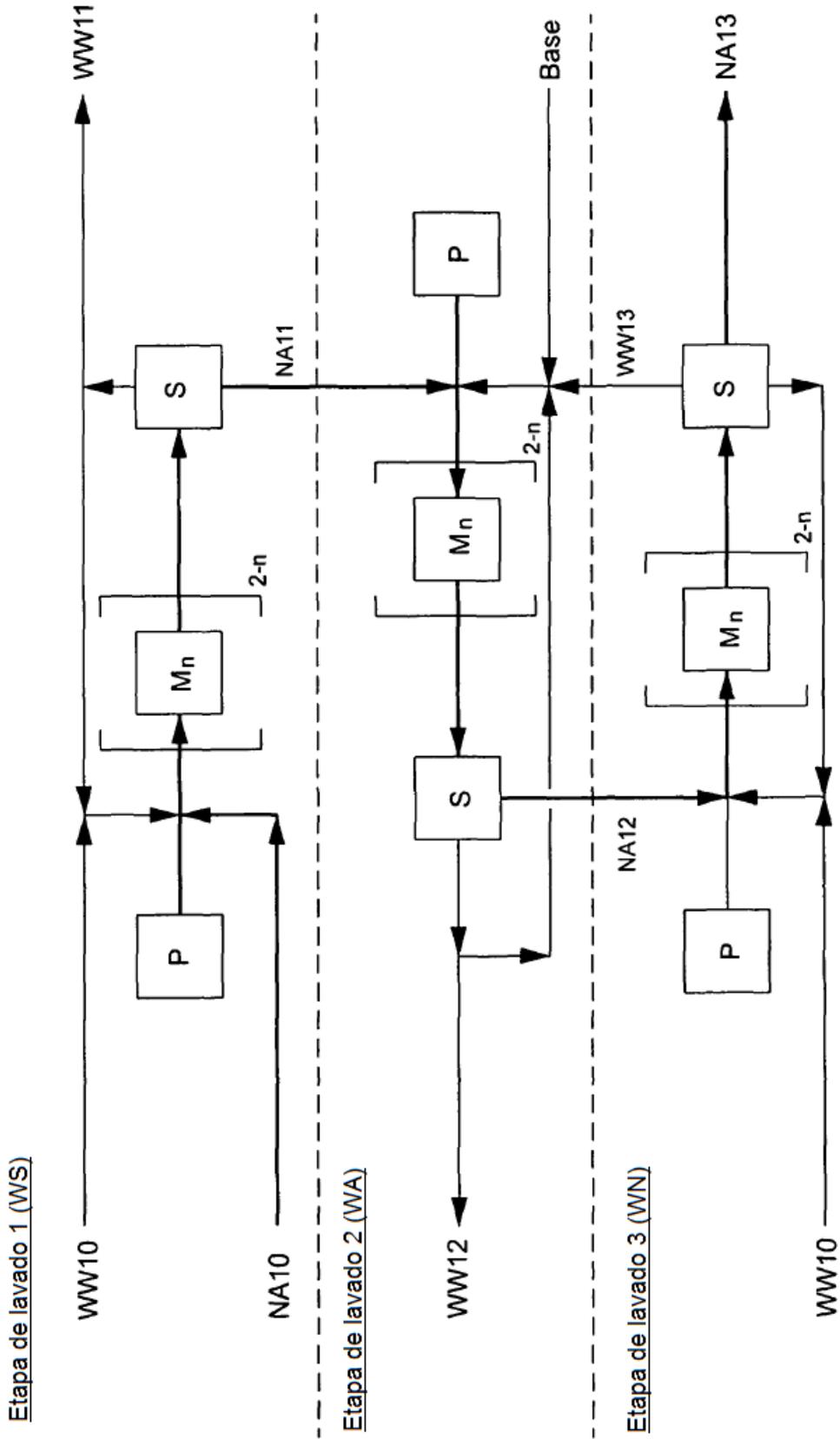


Fig. 3

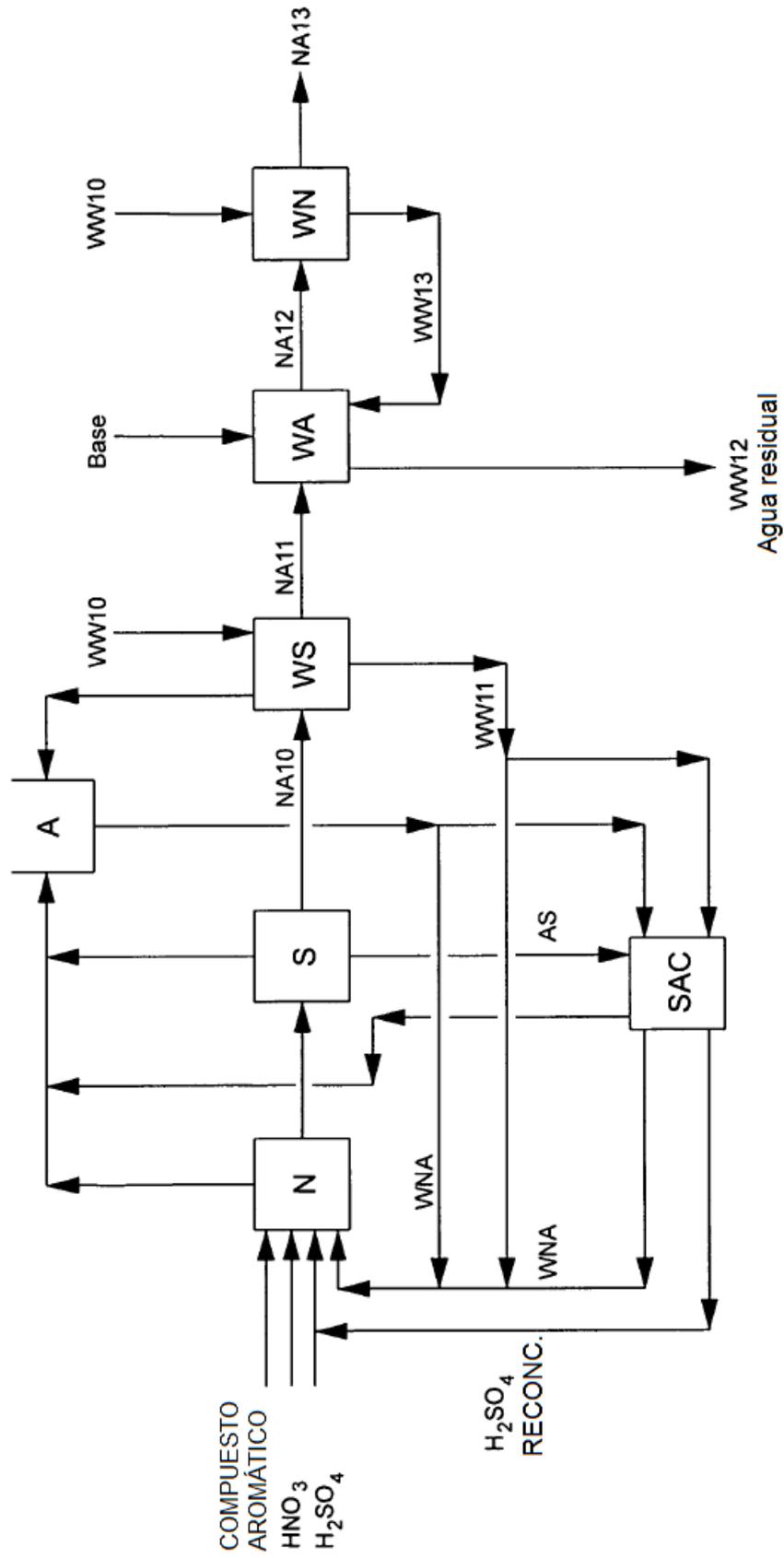


Fig. 4