

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 546 606**

51 Int. Cl.:

C02F 1/02 (2006.01)

C02F 1/26 (2006.01)

B01D 11/04 (2006.01)

C07C 201/16 (2006.01)

C02F 101/38 (2006.01)

C02F 103/36 (2006.01)

C02F 101/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.08.2012 E 12745486 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.07.2015 EP 2742003**

54 Título: **Procedimiento de purificación de aguas residuales procedentes del procesamiento de compuestos nitro aromáticos brutos**

30 Prioridad:

09.08.2011 EP 11176904

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.09.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**DECKERT, PETRA;
DENISSEN, LEO;
VAN DE VOORDE, BART;
LESCHINSKI, JULIA;
DEIBEL, STEFAN ROBERT;
FANKHÄNEL, MATTHIAS y
NETO, SAMUEL**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 546 606 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 de purificación de aguas residuales procedentes del procesamiento de compuestos nitro aromáticos brutos

5 La invención se refiere a un procedimiento de purificación de compuestos nitro aromáticos brutos procedentes de la nitración de compuestos aromáticos que comprende la realización sencilla o múltiple de la etapa de lavado (a) siguiente:

(a) puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto (N-ein) con una fase acuosa (W-ein) y separación posterior de las fases obteniendo una fase orgánica (N-res) y una fase acuosa (W-res),

10 añadiendo en una o varias de las etapas de lavado (a) al menos un desemulsionante (D), que es un compuesto anfifílico.

15 Los compuestos nitro aromáticos, especialmente mononitrobencenos, se producen en procedimientos comerciales habitualmente mediante nitración directa de benceno con una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico, el denominado ácido sulfonítrico. Esta reacción es una reacción de dos fases, cuya velocidad de reacción se determina mediante la transferencia de masa entre las fases y mediante la cinética química. Son de particular importancia industrial procedimientos en continuo en los que la realización de la reacción adiabática en el periodo temprano tiene una importancia particular.

20 El producto de reacción obtenido en la nitración del compuesto aromático de partida (producto bruto), particularmente mononitrobenceno, se produce en primer lugar como mezcla de dos fases, conteniendo la fase orgánica además del compuesto nitro orgánico otros subproductos orgánicos y sustancias de partida orgánicas sin reaccionar. La fase acuosa comprende además de componentes orgánicos tales como, por ejemplo, mononitrobenceno y benceno, ácido sulfonítrico no usado naturalmente. La fase acuosa que contiene ácido se concentra según el estado de la técnica habitualmente en un concentrador de ácido (concentración de ácido sulfúrico, SAC) y se recircula de nuevo a la reacción de nitración.

25 La fase orgánica obtenida en la nitración, en adelante denominada compuesto nitro aromático bruto (N-ein), está contaminada tanto con subcomponentes orgánicos tales como, por ejemplo, dinitrobenceno, benceno, nitrofenoles, como también con ácido sulfonítrico y precisa un tratamiento de varias etapas, que debe satisfacer las elevadas exigencias con respecto a costes de energía y de proceso, rendimiento y purificación de corrientes residuales según puntos de vista medioambientales. Los procedimientos de procesamiento de compuestos nitro aromáticos brutos son conocidos por el estado de la técnica.

30 Habitualmente se incluye en la separación del compuesto nitro aromático, especialmente mononitrobenceno bruto, de la fase acuosa que contiene ácido al menos un proceso de lavado del compuesto nitro aromático con agua o una solución acuosa.

35 La fase acuosa que resulta del proceso de lavado mencionado (a continuación denominada agua residual) comprende además de agua y sales también compuestos orgánicos tales como mononitrobenceno, dinitrobenceno, nitrofenoles (fenoles mononitrados y polinitrados) y benceno.

El empobrecimiento necesario de los componentes orgánicos no deseados del agua residual antes de su introducción en un tratamiento biológico de aguas residuales (instalación de depuración) representa una porción significativa de los costes de inversión en la instalación de plantas para la producción de compuestos nitro aromáticos.

40 El documento EP 1 593 654 A1 describe un procedimiento de tratamiento de aguas residuales alcalinas que se producen en los lavados de nitrobenceno bruto, en el que se produce nitrobenceno bruto mediante nitración adiabática de benceno con ácido nitrosulfúrico y, a continuación, se lava con un lavado ácido y después con un lavado alcalino, obteniéndose un agua residual alcalina que contiene benceno en concentraciones de 100 a 3000 ppm y nitrobenceno en concentraciones de 1000 a 10000 ppm. A partir de las aguas residuales alcalinas se separa posteriormente benceno y/o nitrobenceno presentes en forma no disuelta y opcionalmente a partir del agua residual alcalina se elimina posteriormente benceno y/o nitrobenceno residuales mediante evaporación con arrastre. A continuación se calienta el agua residual alcalina con exclusión de oxígeno a temperaturas de 150 a 500 °C con sobrepresión. Las aguas residuales ácidas según el estado de la técnica son desventajosas, no obstante, con respecto al procesamiento posterior. Generalmente contienen componentes que deben eliminarse antes de su alimentación a un procesamiento de aguas residuales biológico con un gasto adicional. Las aguas residuales ácidas provocan a menudo también problemas de corrosión en las etapas de purificación posteriores, que solo se mitigan con un gasto técnico adicional.

55 El agua residual obtenida según el estado de la técnica contiene además en todas las etapas nitrofenolatos o nitrofenoles, de modo que todas las aguas residuales deben alimentarse a una descomposición termolítica costosa y cara. Por lo tanto, es deseable proporcionar un procedimiento de purificación de compuestos nitro aromáticos brutos que alimente como máximo una porción de las aguas residuales a un procesamiento de agua termolítico.

La separación de los componentes orgánicos del agua residual puede realizarse, por ejemplo, mediante una extracción con benceno de una o varias etapas. Un procedimiento conocido es la evaporación por arrastre dado el caso en varias etapas de los componentes orgánicos con vapor de agua, eliminándose particularmente impurezas orgánicas de bajo punto de ebullición, y una degradación termolítica u oxidativa posterior de los componentes orgánicos aún presentes en el agua residual resultante.

Así, el documento EP 0 953 546 A2 describe un procedimiento de descomposición de compuestos nitro aromáticos en aguas residuales mediante calentamiento del agua residual a temperaturas de 150 a 350 °C a una presión de 1000 a 30.000 kPa. El documento EP 0 953 546 A2 indica que las aguas residuales tratadas de este modo pueden purificarse biológicamente.

Mediante la degradación de compuestos nitro en aguas residuales acuosas según el estado de la técnica se produce, no obstante, amoníaco, que actúa desventajosamente en instalaciones de purificación biológica. Un agua residual que contiene NH_3 alimentada a un tratamiento biológico de agua residual debe someterse en primer lugar a una nitrificación. Se denomina nitrificación a la oxidación bacteriana de amoníaco (NH_3) a nitrato (NO_3^-). Costa de dos procesos parciales acoplados: En la primera parte se oxida amoníaco a nitrito, que en el segundo proceso parcial se oxida a nitrato. La nitrificación está asociada con una producción de ácido (formación de H^+), el valor del pH se reduce, cuando el ácido formado no se neutraliza, por ejemplo mediante reacción con carbonato de calcio (CaCO_3). El ácido formado carga la capacidad de tamponado del agua y puede acidificar el agua o el suelo. Dado que los microorganismos nitrificantes solo metabolizan en el intervalo neutro a ligeramente alcalino, puede impedirse mediante la acidificación la transformación total del amonio/amoniaco tóxico para peces en instalaciones de purificación de aguas residuales (autoinhibición).

El nitrato formado se somete a continuación en otra etapa del tratamiento de agua residual biológico a una desnitrificación con formación de N_2 . Por desnitrificación se entiende la transformación del nitrógeno asociado en nitrato (NO_3^-) en nitrógeno molecular (N_2) por medio de determinadas bacterias heterótrofas y algunas autótrofas, que se denominan en adelante desnitrificantes.

En consecuencia, el agua residual producida según el estado de la técnica puede solo alimentarse después de un procesamiento caro con eliminación de todos los nitrofenoles al tratamiento biológico de aguas residuales.

Además, las etapas de lavado conocidas por el estado de la técnica no son satisfactorias: la separación de fases no se realiza lo suficientemente rápido y/o no se realiza totalmente, de modo que permanecen componentes no deseados en la fase correspondiente.

El documento WO2011/021057 divulga un procedimiento de purificación de compuestos nitro aromáticos brutos procedentes de la nitración de compuestos aromáticos que comprende la realización sencilla o múltiple de la etapa de lavado (a) siguiente:

(a) puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto con una fase acuosa y separación posterior de las fases obteniéndose una fase orgánica y una fase acuosa, añadiéndose en una o varias de las etapas de lavado (a) al menos un desemulsionante (D), que es un ácido inorgánico.

Un objetivo de la presente invención era proporcionar un procedimiento de purificación de productos brutos procedentes de la nitración de compuestos aromáticos que no presente las desventajas mencionadas o que las presenten en una medida reducida. En particular, las etapas de lavado deberían poder llevarse a cabo lo más rápido posible. La separación de fases debería ser lo más completa posible en un tiempo dado.

El procedimiento debería, además producir al menos parcialmente agua residual, que dado el caso pueda alimentarse después de evaporación por arrastre y eliminación opcional de amoníaco directamente a un tratamiento biológico de aguas residuales y, de hecho, se omita un procesamiento térmico y/u oxidativo. La cantidad producida en total de agua residual debería ser lo más reducida posible.

El objetivo mencionado anteriormente se logra mediante el procedimiento según la invención. Las formas de realización preferentes se pueden deducir de las reivindicaciones y de la descripción siguiente. Las combinaciones de formas de realización preferentes no están fuera del marco de la presente invención, en particular respecto a combinaciones de formas de realización preferentes de las distintas etapas del procedimiento según la invención.

Según la invención, el procedimiento comprende la realización sencilla o múltiple de la etapa de lavado (a) siguiente:

(a) puesta en contacto el compuesto nitro aromático bruto (N-ein) con una fase acuosa (W-ein) y separación posterior de las fases obteniendo una fase orgánica (N-res) y una fase acuosa (W-res),

añadiendo en una o varias de las etapas de lavado (a) al menos un desemulsionante (D), que es un compuesto anfílico.

El término "lavado" o la expresión "etapa de lavado" caracterizan en el marco de la presente invención la puesta en contacto de una fase orgánica con una fase acuosa, transfiriéndose al menos un componente de la fase orgánica al

menos parcialmente a la fase acuosa, incluida la separación de fases posterior. El lavado de fases orgánicas y la separación posterior de las fases son conocidos por el experto de por sí y puede realizarse en un aparato conocido de por sí tal como unidades de mezclado y separación (unidad de mezclado seguida por una unidad de separación) o extractores tales como, por ejemplo, columnas de extracción.

- 5 Por realización múltiple (sinónimo: realización en varias etapas) se entiende que cada etapa posterior en la fase acuosa (W-ein) usada se diferencia de la etapa anterior. Además, es también posible llevar a cabo cada etapa individual en un paso o en varios subpasos (repeticiones). Por realización de una etapa en varios subpasos se entiende que la sucesión puesta en contacto-separación de fases se lleva a cabo varias veces seguidas con una fase acuosa, por ejemplo W1-ein. A este respecto, es preferente conducir la fase acuosa usada en contracorriente a la corriente de compuesto nitro aromático bruto N-ein, es decir, en una realización en dos subpasos se pone en contacto la fase acuosa resultante del segundo subpaso en el primer subpaso con el compuesto nitro aromático bruto N1-ein usado. Esto también se expone con mayor detalle más adelante.

- 10 En una realización múltiple de la etapa de lavado (a), lo que es preferente, estas etapas se denominan en la sucesión de su realización en adelante etapas de lavado (a1), (a2), etc. La etapa de lavado que comprende la puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto (N-ein) con una fase acuosa (W-res) y la separación de fases posteriores con obtención de una fase orgánica (N-res) y una fase acuosa (W-res) se realiza correspondientemente de forma múltiple; las fases correspondientes se denominan W1-ein, W2-ein, W1-res, W2-res, N1-ein, N2-ein, N2-res, etc.

- 15 Según la invención se añade al menos un desemulsionante en una etapa de lavado (a). En el caso de una realización en dos etapas esto significa que en la etapa (a1) o en la etapa (a2) o en ambas etapas (a1) y (a2) se añade al menos un desemulsionante (D).

- 20 Siempre que en varias etapas, por ejemplo en la etapa (a1) y en la etapa (a2), se use un desemulsionante (D), estos pueden ser iguales o diferentes. Preferentemente, en una realización en varias etapas, especialmente en una realización en dos etapas, en la etapa (a1) se usa el mismo desemulsionante o los mismos desemulsionantes que en la etapa (a2).

- 25 El término "desemulsionante" se usa en el marco de la presente invención con el mismo significado que "agente separador de fases" y caracteriza un coadyuvante que acelera la separación de la fase orgánica y de la fase acuosa y/o mejora la calidad de la separación de fases. Sin querer limitarse a la misma, existe la idea de que los desemulsionantes actúan como sustancias tensioactivas y, así, influyen en la velocidad de formación de una interfase modificada, es decir, reducida, entre la fase acuosa y la orgánica. Los desemulsionantes se denominan en el estado de la técnica también rompedores de la emulsión o agentes separadores de la emulsión. Aunque los desemulsionantes conocidos por el estado de la técnica también se consideran para la presente invención, esto no significa que las fases acuosas y las fases orgánicas formen en todos los casos una emulsión (estable). La expresión "en presencia de al menos un desemulsionante" significa que en al menos un subpaso de la etapa correspondiente, por ejemplo la etapa (a1) y/o (a2), se añade un desemulsionante. Es preferente que el desemulsionante se añada en el mezclado de la fase orgánica (N-ein) y la fase acuosa (W-ein) en la etapa correspondiente, dado que se puede ajustar de este modo una buena distribución en la interfase entre las dos fases. Siempre que en la etapa correspondiente o en el subpaso correspondiente (puesta en contacto-separación de fases) se use un aparato de mezclado y posteriormente un aparato separador de fases, se realiza una adición del desemulsionante o los demulsionantes, por lo tanto, preferentemente en el aparato de mezclado, dado que el aparato separador de fases no ofrece por sí solo un mezclado suficiente.

- 30 Como desemulsionantes (D) se usan compuesto anfífilos. Los compuestos anfífilos son compuestos moleculares con al menos una sección hidrófila y al menos una sección hidrófoba, pudiendo ser una sección un grupo funcional, un comonomero, un grupo terminal o un bloque de un copolímero de bloques. Los compuestos anfífilos correspondientes son conocidos por el experto. Los desemulsionantes (D) adecuados pueden presentar diferentes modos de funcionamiento. En particular, los desemulsionantes (D) pueden estabilizar la dirección del dispersor opuesta, modificar propiedades de humectación de sólidos o desplazar otros compuestos, que actúan como emulsionantes, de la interfase, pero que tienen un efecto menos estabilizante que estos.

- 35 Los desemulsionantes (D) se usan en el marco de la presente invención preferentemente en una cantidad de 0,1 a 1000 ppm, especialmente de 1 a 200 ppm, de modo particularmente preferente de 1 a 100 ppm, de modo muy particularmente preferente de 2 a 60 ppm, en cada caso con respecto a la cantidad total en peso de la fase acuosa usada en la etapa correspondiente. En caso de una realización en dos etapas la cantidad de desemulsionante en pom se refiere a la cantidad total de W1-ein y/o W2-ein. A este respecto, la cantidad total del desemulsionante se añade a la cantidad total en peso de la fase acuosa W-ein usada.

- 40 Como desemulsionantes (D) son preferentes copolímeros anfífilos aniónicos. El contenido de unidades monoméricas que contienen grupos aniónicos es preferentemente del 0,1 al 5 % en peso con respecto a la cantidad total del copolímero. Como grupos aniónicos se usan preferentemente grupos carboxilato.

Son particularmente preferentes desemulsionantes (D) esencialmente hidrosolubles, especialmente hidrosolubles. Esencialmente hidrosolubles son desemulsionantes (D) que cuando son totalmente hidrosolubles o están en una proporción al 10 % en peso en agua destilada presentan una turbidez lo más reducida posible. Mediante el uso de desemulsionantes hidrosolubles se impide que estos lleguen al producto. Más bien, los desemulsionantes se separan en el marco del procedimiento según la invención con la fase acuosa.

Los copolímeros aniónicos anfífilos preferentes presentan un peso molecular promedio en número de 5.000 a 20.000 g/mol. Los copolímeros anfílicos preferentes presentan también un valor de K según la norma ISO 1628-1 (1 % en peso de sustancia sólida en agua destilada) de 25 a 50.

Los copolímeros aniónicos anfífilos correspondientes son conocidos por el experto de por sí. Se pueden obtener especialmente mediante copolimerización de ácido acrílico y/o ácido maleico con unidades monoméricas hidrófilas, por ejemplo monómero vinílicos u olefinas.

La elección de desemulsionantes (D) adecuados la realiza el experto según el perfil de propiedades siguiente: los desemulsionantes adecuados son activos en concentraciones reducidas, en particular en el intervalo de 1 a 100 ppm; son químicamente inertes, no interfieren en el producto, por ejemplo porque no son relevantes en el agua residual o no llegan a alcanzarla.

Las unidades de ácido maleico que contienen copolímeros, especialmente copolímeros a base de ácido maleico y al menos una olefina, son particularmente preferentes como desemulsionantes (D).

El presente procedimiento es adecuado especialmente para el tratamiento de aguas residuales que se producen en la purificación de mononitrobenceno bruto, que se ha obtenido mediante nitración de benceno. Por este motivo, el procedimiento se explica ejemplarmente por medio de esta purificación especial. El experto puede transferir, no obstante, las formas de realización mencionadas sin dificultades a otros compuestos de partida aromáticos como benceno o a otros productos como mononitrobenceno.

Los compuestos nitro aromáticos, que se pueden purificar con el procedimiento según la invención, proceden preferentemente de instalaciones de nitración para la nitración de compuestos aromáticos tales como, por ejemplo, instalaciones de nitrobenceno, instalaciones de dinitrotolueno e instalaciones de nitrotolueno y nitroxileno. Preferentemente, el compuesto nitro aromático bruto es mononitrobenceno bruto, que se obtiene mediante nitración de benceno.

La nitración de compuestos de partida aromáticos (particularmente benceno) para dar compuestos nitro aromáticos (particularmente mononitrobenceno) puede realizarse según los procedimientos conocidos por el estado de la técnica. Procedimientos adecuados se describen, por ejemplo, en el documento EP 043 6 443 A2 y por Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, "Nitrobenzene and Nitro-toluenes", publicada en línea el 14-10-2005.

Una vez los productos líquidos han abandonado el reactor de nitración, se efectúa en primer lugar una separación de fases en la que se produce una fase orgánica, que contiene principalmente mononitrobenceno, así como benceno sin reaccionar y trazas de subcomponentes orgánicos, particularmente nitrofenoles. La fase acuosa contienen esencialmente agua y ácido sulfúrico. Después de la separación del agua de reacción se alimenta de nuevo habitualmente la fase acuosa al proceso, mientras que la fase orgánica de producto valiosa (el compuesto nitro aromático bruto) se trata según la invención. Con ello se eliminan particularmente nitrofenoles.

En una forma de realización preferente, el procedimiento de purificación de compuestos nitro aromáticos brutos, procedentes de la nitración de compuestos aromáticos, comprende las etapas de lavado siguientes (a1) y (a2), pudiendo realizarse cada una de las etapas (a1) y (a2) una o varias veces sucesivamente:

(a1) puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto (N1-ein) con una fase acuosa (W1-ein) que comprende al menos una base (B) y posterior separación de las fases obteniendo una fase orgánica (N1-res) y una fase acuosa (W1-res),

(a2) puesta en contacto la fase orgánica (N1-res) obtenida en la etapa (a1) con una segunda fase acuosa (W2-ein) y posterior separación de las fases obteniendo una fase orgánica (N2-res) purificada y al menos una fase acuosa (W2-res), presentando la fase acuosa (W2-ein) un valor del pH de 6 a 9.

Las etapas de lavado (a1) y (a2) de la forma de realización preferente se explican con más detalle a continuación. Para el experto está claro, no obstante, que puede usar las formas de realización explicadas más adelante también en formas de realización con menos o más de dos etapas de lavado, por ejemplo tres.

Etapas de lavado (a1)

La etapa de lavado (a1) explicada a continuación se denomina también lavados alcalinos. El compuesto nitro aromático bruto N1-ein usado en la etapa (a1) se denomina también fase orgánica N1-ein. La etapa de lavado (a1) puede llevarse a cabo según la invención varias veces sucesivamente.

En el marco de esta forma de realización preferente se realiza según la etapa de lavado (a1) una puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto (N1-ein) con una primera fase acuosa (W1-ein) que comprende al menos una base (B) y una separación de fases posterior obteniendo una fase orgánica (N1-res) y una fase acuosa (W1-res),

Los dispositivos para la realización de la etapa (a1) son conocidos por el experto. Preferentemente se lleva a cabo en un primer dispositivo, un dispositivo de mezclado, en primer lugar un mezclado intenso de ambas fases, para acelerar la formación de fenolatos y la transferencia de fenolatos de la fase orgánica (N1-ein) a la fase acuosa (W1-ein). Se ha demostrado que es ventajoso llevar a cabo el mezclado con agitación. A continuación se realiza preferente en un segundo dispositivo, un aparato de separación de fases, la separación de ambas fases. También es posible, no obstante, unir ambos dispositivos mencionados en un dispositivo. Como aparato de separación de fases pueden considerarse en principio todos los aparatos conocidos por el experto para ello, particularmente sedimentadores y centrífugas.

El valor del pH de la primera fase acuosa (W1-ein) que contiene al menos una fase (B) es en la forma usado preferentemente de 9 a 14, de modo particularmente preferente de 9 a 12,5, especialmente de 9,5 a 11.

Las bases adecuadas (B) son particularmente amoníaco e hidróxidos de metales alcalinos. Son preferentes hidróxidos de metales alcalinos, particularmente hidróxido de litio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio y/o hidróxido de rubidio. Como base (B) es particularmente preferente el hidróxido de sodio.

La adición de la base (B) se realiza preferentemente en forma de soluciones acuosas de la base, es decir, al menos partes de la solución acuosa usada en la etapa (a) que contienen la base (B) mencionada. La base (B) usada preferentemente en exceso produce fenolatos a partir de los compuestos orgánicos fenólicos y neutraliza el ácido nitrosulfúrico que se encuentra en la fase orgánica con formación de sales solubles. El valor del pH que resulta del agua residual (W1-res) es preferentemente de 8 a 14, de modo particularmente preferente de 9 a 13, especialmente de 9 a 11.

Como ya se ha indicado anteriormente, la etapa de lavado (a1) puede realizarse varias veces sucesivamente, preferentemente en dos o tres subpasos (repeticiones), preferentemente en una secuencia de dispositivos de mezclado y de separación de fases. A este respecto, es ventajoso conducir la fase acuosa (W1-ein) en el marco de la etapa de lavado (a1) en contracorriente con respecto a la fase orgánica (N1-ein). Con ello se pone la fase orgánica prepurificada con la fase acuosa (W1-ein), que aún no ha sido sometida a ningún subpaso. Con ello pueden extraerse los fenolatos de forma particular totalmente y transferirse a la fase acuosa.

Básicamente se consideran numerosas fases acuosas (W1-ein), siempre que cumplan las exigencias con respecto a la base (B). Preferentemente se usan aguas residuales que contienen nitrofenol procedentes de la purificación del ácido nitrosulfúrico como fase acuosa. Con ello es posible reunir distintas aguas residuales que contienen nitrofenol y, así, minimizar la cantidad de agua residual de la que debe eliminarse nitrofenoles mediante termólisis u ozonólisis.

El agua residual resultante de la etapa (a1) contiene habitualmente, además de agua, también cantidades residuales de benceno y nitrobenceno, así como nitrofenoles. El agua residual resultante de la etapa (a) contiene normalmente benceno en concentraciones de 10 a 3000 ppm, preferentemente de 100 a 1000 ppm y nitrobenceno en concentraciones de 500 a 10000 ppm, preferentemente de 1200 a 8000 ppm. El agua residual contiene también habitualmente nitrofenolatos en una concentración de 1000 a 20000 ppm, particularmente de 2000 a 8000 ppm. La unidad ppm se refiere en el marco de la presente invención básicamente a proporciones en peso.

Particularmente se pueden mencionar los nitrofenoles siguientes, que pueden estar presentes en forma de sus sales hidrosolubles: mono-, di- y trinitrofenoles, mono-, di- y trinitrocresoles, mono-, di- y trinitroresorcinas, mono-, di- y trixilenoles.

Etapa de lavado (a2)

En el marco de la forma de realización preferente se realiza según la etapa de lavado (a2) una puesta en contacto de la fase orgánica (N1-res) obtenida en la etapa (a1) con una segunda fase acuosa (W2-ein) y la separación de fases posterior, obteniendo una fase orgánica (N2-res) purificada y al menos una fase acuosa (W2-res), presentando la fase acuosa (W2-ein) un valor del pH de 6 a 9. Preferentemente la etapa (a2) se lleva a cabo en ausencia de una base (B) en la fase acuosa (W2-ein). Estas etapas de lavado (a2) repetidas secuencialmente una o varias veces se denominan también lavados neutros.

Los dispositivos para la realización de la etapa (a2) son conocidos por el experto. Se pueden usar los mismos dispositivos que en la etapa (a1). Preferentemente se lleva a cabo en un primer dispositivo, un dispositivo de mezclado, en primer lugar un mezclado intenso de ambas fases, para acelerar la transferencia de sales de la fase orgánica (N2-ein) a la fase acuosa (W2-ein). Se ha demostrado que es ventajoso llevar a cabo el mezclado con agitación. A continuación se realiza preferente en un segundo dispositivo, un aparato de separación de fases, la separación de ambas fases. También es posible, no obstante, unir ambos dispositivos mencionados en un dispositivo.

Como ya se ha indicado anteriormente, la etapa de lavado (a2) puede realizarse varias veces sucesivamente, preferentemente en uno o dos subpasos (repeticiones), preferentemente en una secuencia de dispositivos de mezclado y de separación de fases. A este respecto, es ventajoso conducir la fase acuosa (W2-ein) en el marco de la etapa de lavado (a2) en contracorriente con respecto a la fase orgánica (N2-ein). Con ello se pone la fase orgánica purificada (N2-res) con fase acuosa, que aún no ha sido sometida a ningún subpaso. Con ello pueden extraerse las sales de forma particular totalmente y transferirse a la fase acuosa.

En una forma de realización preferente, la etapa (a2) se lleva a cabo en al menos dos subpasos (repeticiones) y la fase acuosa (W2-ein) usada a este respecto en el marco de la etapa de lavado (a2) se conduce en contracorriente con respecto a la fase orgánica (N2-ein).

Básicamente se consideran numerosas fases acuosas (W2-ein), siempre que cumplan las exigencias según la invención. Preferentemente se usan aguas residuales que están esencialmente exentas de nitrofenoles. Una fase acuosa se dice que está esencialmente exenta de nitrofenoles cuando contiene como máximo 30 ppm, especialmente menos de 20 ppm de nitrofenoles. De modo particularmente preferente, la fase acuosa W2-ein presenta un contenido de nitrofenoles de como máximo 5 ppm, especialmente de como máximo 3 ppm. De forma correspondiente se usan aguas residuales preferentemente procedentes de otro proceso de producción que están esencialmente exentas de nitrofenoles. Preferentemente como fase acuosa (W2-ein) se usa un agua residual que se obtiene de la hidrogenación de mononitrobenceno para la producción de anilina. Con ello es posible tratar varias aguas residuales procedentes de diferentes procesos de producción conjuntamente y, por lo tanto, de un modo económico. La cantidad de agua residual en el proceso combinado, a este respecto, se reduce en total.

En una forma de realización preferente, que puede realizarse de forma independiente a las formas de realización preferentes mencionadas, se separa al finalizar la etapa (a) y antes de la realización de la etapa (b) o la etapa (c) del agua residual benceno y/o nitrobenceno aún presente en forma no disuelta.

La separación del nitrobenceno presente en forma no disuelta puede realizarse a este respecto mediante separadores, recipientes de sedimentación u otros aparatos de separación de fases. Preferentemente se usa un recipiente de sedimentación. La separación mencionada puede llevarse a cabo alternativamente en forma de una extracción, tal como se describe en el documento WO 2009/027416. El benceno y/o el nitrobenceno separados de este modo se alimentan preferentemente de nuevo al proceso de nitración o al nitrobenceno bruto.

La fase acuosa W2-res resultante de la etapa de lavado (a2) presenta preferente un contenido de nitrofenoles de como máximo 20 ppm, particularmente de 0,001 a 20 ppm. De modo particularmente preferente el contenido de nitrofenoles en W2-res es como máximo de 10 ppm, particularmente de 0,001 a 10 ppm, de modo muy particularmente preferente de como máximo 5 ppm, especialmente de 0,001 a 5 ppm.

En una forma de realización preferente, el procedimiento según la invención comprende etapas de tratamiento adicionales de las fases acuosas W1-res y W2-res resultantes del procedimiento.

En una forma de realización preferente, que puede realizarse de forma independiente a las formas de realización preferentes mencionadas, la fase acuosa (W1-res) se somete a las etapas de procedimiento adicionales siguientes:

(b) eliminación opcional de componentes orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa (W1-res) obtenida en la etapa (a) mediante evaporación por arrastre, preferentemente con vapor de agua,

(c) eliminación de compuestos orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa (W1-res) resultante de la etapa (a) o de la etapa (b) mediante degradación térmica y/o oxidativa,

(d) empobrecimiento por destilación de amoníaco de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (c) y

(e) alimentación opcional de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (d) a un tratamiento de aguas residuales biológico.

En otra forma de realización preferente, que puede realizarse de forma independiente a las formas de realización preferentes mencionadas, siempre que las fases acuosas resultantes no se combinen, la fase acuosa (W2-res) se somete a las etapas de procedimiento adicionales siguientes:

b) eliminación opcional de componentes orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa (W2-res) obtenida en la etapa (a) mediante evaporación por arrastre, preferentemente con vapor de agua,

d) empobrecimiento opcional por destilación de amoníaco de al menos una parte de la fase acuosa o las fases acuosas resultantes de la etapa (c) y

e) alimentación opcional de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (d) a un tratamiento de aguas residuales biológico,

no sometándose la fase acuosa (W1-res) resultante de la etapa (a) o de la etapa (b) a ninguna degradación térmica y/u oxidativa.

Las etapas de tratamiento mencionadas anteriormente se explican con más detalle a continuación.

Etapas (b)

- 5 En una forma de realización preferente según la etapa (b) la eliminación de componentes orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa o las fases acuosas obtenidas en la etapa (a) se realiza mediante evaporación por arrastre.

Por evaporación por arrastre se entiende la eliminación de determinados componentes volátiles de líquidos mediante el paso de gases (nitrógeno, vapor de agua, etc.), transfiriéndose los componentes mencionados a la fase gaseosa o descargándose los mismos con la fase gaseosa desde el líquido.

- 10 Preferentemente la evaporación por arrastre se lleva a cabo en el marco de la presente invención con vapor de agua. La evaporación por arrastre se realiza preferentemente en una columna de evaporación por arrastre, separándose los componentes orgánicos, particularmente benceno y nitrobenceno, a través de la cabeza. La columna de evaporación por arrastre es preferentemente un dispositivo tubular con un intercambio de materia intenso de fase gaseosa a líquida. Preferentemente, el líquido se conduce en contracorriente, es decir, contra la
15 dirección de flujo del gas, a través de la columna de evaporación por arrastre. Los procedimientos y las columnas correspondientes son conocidos por el experto y se describen, por ejemplo, por W. Meier, Sulzer, Kolonnen für Rektifikation und Absorption, en: Technische Rundschau Sulzer, 2 (1979), páginas 49 y siguientes.

- 20 Son procedimientos preferentes, por ejemplo, la evaporación por arrastre en una columna, que preferentemente está rellena con lechos de cuerpos de relleno, con empaquetamientos estructurados con suelos de intercambio de sustancias, por ejemplo suelos perforados, suelos de campana, suelos de túnel o suelos de Thormann. Preferentemente, la evaporación por arrastre según la etapa (b) se lleva a cabo a una presión de 10 a 1000 kPa, particularmente de 100 a 500 kPa y una temperatura de 35 a 180 °C, particularmente de 100 a 160 °C.

- 25 El compuesto de partida aromático producido en el marco de la etapa (b) y el condensado que contiene compuesto nitro aromático, así como los compuestos orgánicos no aromáticos se alimentan posteriormente a un separador de gases, reciclándose la fase orgánica preferentemente a los lavados en la etapa (a) y alimentando la fase acuosa de nuevo a la etapa (b). En una forma de realización preferente el vapor de agua obtenido en la cabeza de la columna, incluidos los componentes orgánicos, se usa como medio de transferencia de calor de la etapa (d) y el condensado obtenido a este respecto se alimenta a un separador de fases, reciclándose la fase orgánica preferentemente a los lavados en la etapa (a) y alimentando la fase acuosa de nuevo a la etapa (b). Esta forma de de realización
30 preferente se explica posteriormente en el marco de la etapa (d).

Por motivos de seguridad es deseable un funcionamiento sin fallos en la etapa (b). Un funcionamiento con fallos de la columna de evaporación por arrastre puede controlarse, por ejemplo, mediante un dispositivo de seguridad redundante.

- 35 Si se obtiene en la etapa (b) un agua residual alcalina, el benceno está contenido solo en concentraciones de como máximo 30 ppm, particularmente de como máximo 5 ppm, y el nitrobenceno en concentraciones de como máximo 50 ppm, particularmente de como máximo 20 ppm.

Etapas (c)

- 40 En el marco de la presente invención se realiza en el marco de la etapa (c) la eliminación de compuestos orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa o las fases acuosas resultantes de la etapa (a) o la etapa (b) mediante degradación térmica y/u oxidativa.

La eliminación de compuestos orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa o las fases acuosas resultantes de la etapa (a) o de la etapa (b) mediante degradación térmica se denomina a continuación termólisis. Como alternativa se realiza la degradación oxidativo, particularmente mediante ozono (ozonólisis).

- 45 Preferentemente, en la etapa (c) el agua residual obtenida en la etapa (a) o (b), que aún está cargada con sales orgánicas de compuestos nitrohidroxiaromáticos, se calienta con exclusión de oxígeno a temperaturas de 150 a 500 °C, preferentemente de 250 a 350 °C, de modo particularmente preferente de 250 a 300 °C con sobrepresión. También es posible calentar las aguas residuales en atmósfera de gas inerte o en una presión previa de gas inerte de por ejemplo 10 a 10.000 kPa. Como gas inerte son adecuados, por ejemplo, nitrógeno y/o argón. Según la temperatura y dado el caso la presión previa de gas inerte se ajustan en el calentamiento de las aguas residuales
50 preferentemente presiones absolutas de 5000 a 35.000 kPa, de modo particularmente preferente de 5000 a 20.000 kPa, de modo muy particularmente preferente de 7000 a 13.000 kPa. El calentamiento del agua residual alcalina y la descomposición térmica a presión de nitrofenoles se realiza, a este respecto, durante un periodo de 5 a 120 min, preferentemente de 20 a 45 min.

El agua residual se termolisa en un recipiente a presión a una temperatura de 150 °C a 350 °C, preferentemente de 250 °C a 300 °C, una presión de 1000 kPa a 20.000 kPa, preferentemente de 7000 kPa a 15.000 kPa y un valor del pH del agua residual de 8 a 14, preferentemente de 9 a 13.

- 5 Como recipiente a presión pueden usarse todos los recipientes a presión conocidos del estado de la técnica que soporten las temperaturas y las presiones mencionadas anteriormente. Para un modo de procedimiento en continuo son adecuados, por ejemplo, reactores tubulares y autoclaves conectados en cascada.

- 10 En una realización preferente el agua residual se transporta con una bomba a través de un intercambiador de calor, en la que se calienta previamente, por ejemplo, a 280 °C. A continuación el agua residual precalentada se calienta mediante una alimentación directa de 10000 kPa de vapor o mediante un calentamiento indirecto a 300 °C. Después de un tiempo de permanencia de 20 min a 60 min la mezcla de reacción se enfría a contracorriente con la alimentación y se despresuriza.

Para una realización en continuo del procedimiento se usa preferentemente un reactor tubular, en el que la corriente de líquido se ajusta de modo que tenga lugar un retromezclado.

- 15 Preferentemente, la etapa (c) se lleva a cabo como termólisis en ausencia de un gas inerte a una presión absoluta de 5000 a 35.000 kPa y una temperatura de 150 a 500 °C.

En una forma de realización alternativa la eliminación de compuestos orgánicos, particularmente de nitrofenoles, se realiza al menos en una parte de la fase acuosa o de las fases acuosas resultantes de la etapa (a) o la etapa (b) mediante degradación oxidativa, preferentemente mediante ozonólisis.

- 20 Los procedimientos de ozonólisis de aguas residuales procedentes de la nitración de compuestos aromáticos son también conocidos por el experto. Preferentemente, la degradación oxidativa se realiza mediante tratamiento con ozono a de 20 a 100 °C, a una presión de 150 a 1000 kPa y un valor del pH de 3 a 12. La ozonólisis se lleva a cabo preferentemente en continuo en una cascada de reactores que está conectados en contracorriente. De este modo se elimina el ozono totalmente de la corriente de gas de modo que puede evitarse generalmente una destrucción del ozono residual. Los procedimientos correspondientes se describen, en particular, en el documento EP 0 378 994 A1, a cuyo contenido se hace referencia con el presente documento en su totalidad.

- 25 Después de finalizar la etapa (c), el contenido de nitrofenoles en el agua residual es preferentemente como máximo de 100 ppm, particularmente como máximo de 30 ppm. El contenido de amoníaco en el agua residual que es resultado de la etapa (c) es habitualmente de 100 a 3000 ppm, particularmente de 500 a 1500 ppm. El contenido de nitrito en el agua residual que es resultado de la etapa (c) es habitualmente de 5 a 500 ppm, particularmente de 20 a 300 ppm. El contenido de nitrito en el agua residual que es resultado de la etapa (c) es habitualmente de 200 a 10.000 ppm, particularmente de 500 a 3000 ppm. El contenido de nitrógeno unido de forma orgánica (calculado atómicamente) en el agua residual que es resultado de la etapa (c) es habitualmente de 5 a 200 ppm, particularmente de 20 a 40 ppm.

Etapas (d)

- 35 Según la presente invención se realiza en el marco de la etapa (d) el empobrecimiento por destilación de amoníaco de la fase acuosa o las fases acuosas resultantes de la etapa (b) o (c). La destilación de la fase o las fases acuosas puede realizarse, a este respecto, según procedimientos conocidos de por sí.

Preferentemente, la destilación según la etapa (d) se lleva a cabo a una presión absoluta de 10 a 1000 kPa, particularmente de 100 a 500 kPa, existiendo la presión mencionada en la cabeza del aparato de destilación.

- 40 Preferentemente, la eliminación por destilación de amoníaco según la etapa (d) se lleva a cabo a una temperatura de 80 a 140 °C, existiendo la temperatura mencionada en la cabeza del aparato de destilación.

- 45 Preferentemente, el contenido de amoníaco en la fase acuosa al finalizar la etapa (d) es como máximo de 100 ppm, particularmente como máximo de 20 ppm, de modo particularmente preferente como máximo de 10 ppm. El empobrecimiento por destilación de amoníaco de la fase o las fases acuosas resultantes de la etapa (b) se realiza preferentemente a temperaturas de 50 a 160 °C y presiones absolutas de 10 a 1000 kPa, particularmente de 100 a 500 kPa.

- 50 El empobrecimiento de amoníaco por destilación puede realizarse en aparatos conocidos. La evaporación de amoníaco se realiza de un modo adecuado en una columna de destilación. A este respecto la columna está rellena con empaquetamientos no estructurados conocidos por el experto tales como, por ejemplo lechos de cuerpos de relleno, con empaquetamientos estructurados o como suelos de intercambio de sustancia tales como, por ejemplo, suelos perforados, suelos de campana, suelos de túnel o suelos de Thormann. En una forma de realización particularmente preferente se combinan empaquetamientos no estructurados y estructuras y suelos de intercambio de materia de modo que se logre un efecto de separación óptimo.

La introducción de calor en la columna de destilación se realiza preferentemente por medio de un evaporador acoplado. Con ello se puede integrar la etapa (d) de un modo energéticamente particularmente adecuado en el procedimiento.

Un evaporador es en la técnica del procedimiento un aparato para transformar un líquido en un estado de vapor. Para evaporar el líquido es necesario un aporte de energía térmica. El evaporador generalmente consiste, por lo tanto, en una superficie a través de la que se transfiere el calor de un portador de calor, preferentemente un líquido, al líquido que se va a evaporar. En el marco de la presente invención son evaporadores que transfieren el calor necesario indirectamente (ningún contacto directo entre portador de calor y el líquido que se va a evaporar). Los evaporadores correspondientes son conocidos de por sí por el experto. Los evaporadores adecuados son particularmente evaporadores de circulación natural, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de caldera, caldera de evaporación, evaporadores moleculares por gravedad y evaporadores de capa fina. Son particularmente preferentes evaporadores a base de haces tubulares. Son particularmente preferentes los evaporadores moleculares por gravedad.

En una forma de realización particularmente preferente se realiza el acoplamiento técnico de calor de la etapa (d) en el menos una etapa anterior, en particular en la etapa (b).

A este respecto la fase vapor resultante de la etapa (b) se usa preferentemente para la transferencia indirecta de calor en la etapa (d). De modo particularmente preferente la fase vapor resultante de la etapa (b) se introduce como medio de transferencia de calor en una evaporadora en el marco de la etapa (d).

Preferentemente el medio de intercambio de calor se recircula al finalizar la etapa (d) al menos parcialmente a la etapa (a). En una forma de realización particularmente preferente se somete el intercambiador de calor al finalizar la etapa (d) una separación de fases con obtención de una fase orgánica y una fase acuosa, recirculándose la fase orgánica obtenida en la etapa (a). Preferentemente, la fase acuosa obtenida se alimenta a la etapa (b).

El agua residual liberada total o parcialmente de amoníaco obtenida mediante el procedimiento según la invención puede alimentarse directamente, es decir, sin una etapa de separación adicional, a un procesamiento biológico de agua residual, particularmente una planta de depuración. El producto de cabeza obtenido a este respecto que contiene amoníaco se condensa preferentemente según procedimientos conocidos por el experto y preferentemente se recircula parcialmente como retorno de condensado en la columna de destilación en el marco de la etapa (d) y parcialmente se alimenta a un procesamiento adicional, preferentemente una combustión. Los componentes condensados pueden alimentarse a un tratamiento de gases residual adicional.

Etapa (e)

En el marco de la etapa (e) se realiza preferentemente la alimentación de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (d) a una etapa de tratamiento de aguas residuales biológico.

Los procedimientos correspondientes de tratamiento biológico de aguas residuales son conocidos también por el experto de por sí y se describen con detalle en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 7ª edición (capítulo "Waste Water"), 2005 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.

Ejemplos

Ejemplo 1:

Etapa a1, subpaso 1: A 21 t/h de nitrobenceno bruto procedente de la nitración de benceno que contenía 1000 ppm en peso de ácido pícrico y 2300 ppm en peso de dinitrofenol se añadieron 0,19 t/h de lejía de sodio al 25 % y la fase acuosa de la etapa a1, subpaso 2 y se mezcló intensamente en una caldera con agitación a 130 min⁻¹.

Etapa a1, subpaso 2: Después de la separación de fases posterior en un aparato de separación de fases posterior se añadió a la fase orgánica procedente de la etapa a1, subpaso 1 8 t/h de condensado alcalinizado con NaOH procedente de la destilación al vacío de una concentración de ácido sulfúrico y el 0,001 % en peso del emulsionante D1 con respecto a la cantidad en peso de nitrobenceno y se mezcló de nuevo intensamente a 100 min⁻¹. Después de la separación de fases se recirculó la fase acuosa a la etapa a1, subpaso 1. La fase orgánica se alimentó a la etapa a2. La fase acuosa procedente de la etapa a1, subpaso 2 contenía 6000 ppm en peso de nitrofenolatos.

Etapa a2: A la fase orgánica procedente de la etapa a1, subpaso 2 se añadieron 6 t/h de agua residual procedente de la producción de anilina (0,2 % en peso de mononitrobenceno y 200 ppm de amoníaco, pH 9) y también el 0,001 % en peso de desemulsionante D1 y se mezcló en una caldera con agitación a 90 min⁻¹. Después de la separación de fases posterior en un aparato de separación de fases posterior se obtuvieron 21 t/h de mononitrobenceno, que estaba exento de nitrofenoles (contenido inferior al límite de detección). El agua residual procedente de la etapa a2 contenía al menos 10 ppm en peso de nitrofenolatos. La fase acuosa puede someterse a un tratamiento de aguas residuales termolítico u ozonolítico.

- 5 Como desulsionante D1 se usó un copolímero aniónico anfífilo que contenía olefina y unidades de ácido maleico (sal de Na) como solución acuosa al 25 % en peso con un valor del pH según la norma DIN 19268 a 23 °C de 11, un índice de yodo según la norma DIN EN 1557 a 23°C de 2 y un valor de K según la norma ISO 1628-1 como solución al 1 % de agua de 35. El contenido de maleato de sodio, calculado como ácido maleico, en el copolímero, determinado según HPLC, fue del 0,3 % en peso.

El contenido de agua de la fase orgánica fue en la etapa a1, subpaso 2 del 0,4 % en peso (a 50 °C), las interfases fueron en todos los casos agudas.

Ejemplo comparativo 2

- 10 Se realizó el mismo ensayo que el ejemplo sin desulsionante. A este respecto no pudo lograrse en todas las etapas una interfase aguda, el contenido de agua fue en las fases orgánicas de la etapa de lavado a1 de hasta el 8,5 %.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de purificación de compuestos nitro aromáticos brutos procedentes de la nitración de compuestos aromáticos, que comprende la realización sencilla o múltiple de la etapa de lavado (a) siguiente:
 - (a) puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto (N-ein) con una fase acuosa (W-ein) y posterior separación de las fases obteniendo una fase orgánica (N-res) y una fase acuosa (W-res),
añadiendo en una o varias de las etapas de lavado (a) al menos un desemulsionante (D), que es un compuesto anfifílico.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el desemulsionante (D) se añade en una cantidad de 1 a 100 ppm con respecto a la cantidad en peso de la fase acuosa (W-ein).
3. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 2, en el que el desemulsionante (D) es un copolímero aniónico.
4. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el desemulsionante (D) es un copolímero que contiene grupos carboxilato.
5. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el desemulsionante (D) es un copolímero que contiene unidades de ácido maleico.
6. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el desemulsionante (D) es un copolímero que contiene unidades de ácido maleico y unidades de olefina.
7. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de lavado (a) se lleva a cabo al menos dos veces y comprende las etapas de lavado (a1) y (a2) siguientes, pudiendo llevarse a cabo cada una de las etapas (a1) y (a2) una o varias veces sucesivamente:
 - (a1) puesta en contacto del compuesto nitro aromático bruto (N1-ein) con una primera fase acuosa (W1-ein) que comprende al menos una base (B) y separación posterior de las fases obteniendo una fase orgánica (N1-res) y una fase acuosa (W1-res), y a continuación
 - (a2) puesta en contacto de la fase orgánica (N1-res) obtenida en la etapa (a1) con una segunda fase acuosa (W2-ein) y separación posterior de las fases obteniendo una fase orgánica (N2-res) purificada y al menos una fase acuosa (W2-res), presentando la fase acuosa (W2-ein) un valor del pH de 6 a 9.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que el valor del pH de la primera fase acuosa (W1-ein) que contiene al menos una base (B) es de 10 a 14.
9. Procedimiento según las reivindicaciones 7 u 8, en el que la primera fase acuosa (W1-ein) contiene hidróxido de sodio como base (B).
10. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 9, en el que la etapa (a1) se lleva a cabo en al menos dos repeticiones y la fase acuosa (W1-ein) usada a este respecto en el marco de la etapa de lavado (a1) se conduce en contracorriente a la fase orgánica (N1-ein).
11. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 10, en el que la etapa (a2) se lleva a cabo en al menos dos repeticiones y la fase acuosa (W2-ein) usada a este respecto en el marco de la etapa de lavado (a2) se conduce en contracorriente a la fase orgánica (N2-ein).
12. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 11, en el que la fase acuosa (W1-res) se somete a las etapas de procesamiento adicionales siguientes:
 - (b) eliminación opcional de componentes orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa (W1-res) obtenida en la etapa (a) mediante evaporación por arrastre, preferentemente con vapor de agua,
 - (c) eliminación de compuestos orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa (W1-res) resultante de la etapa (a) o de la etapa (b) mediante degradación térmica y/u oxidativa,
 - (d) empobrecimiento por destilación de amoniaco de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (c) y
 - (e) alimentación opcional de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (d) a un tratamiento biológico de aguas residuales.
13. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 12, en el que la fase acuosa (W2-res) se somete a las etapas de procesamiento adicionales siguientes:

- (b) eliminación opcional de componentes orgánicos de al menos una parte de la fase acuosa (W2-res) obtenida en la etapa (a) mediante evaporación por arrastre, preferentemente con vapor de agua,
- (d) empobrecimiento por destilación de amoníaco de al menos una parte de la fase acuosa o de las fases acuosas resultantes de la etapa (c) y
- 5 (e) alimentación opcional de al menos una parte de la fase acuosa resultante de la etapa (d) a un tratamiento biológico de aguas residuales.
14. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 13, en el que como fase acuosa (W2-ein) se usa un agua residual procedente de otro proceso de producción que no contiene nitrofenoles.
- 10 15. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 14, en el que como fase acuosa (W2-ein) se usa un agua residual procedente de la hidratación de mononitrobenceno.
16. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 15, en el que en la etapa (a1) se añade un desemulsionante (D).
17. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 7 a 16, en el que en la etapa (a2) se añade un desemulsionante (D).