

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 633 799**

51 Int. Cl.:

B01J 14/00 (2006.01)

C07C 201/16 (2006.01)

C07C 205/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.05.2012 E 13005208 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.05.2017 EP 2772304**

54 Título: **Aparato 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:

25.09.2017

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:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 633 799 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

Aparato para la purificación de productos de nitración

La presente invención se refiere al campo técnico de la nitración, en particular a la producción de compuestos orgánicos aromáticos nitrados (en adelante denominados también, de forma sinónima, "compuestos nitroaromáticos", "productos de nitración" o similares) y a su purificación después de su producción.

En particular, la presente invención se refiere a un aparato o una instalación para la eliminación de impurezas (tales como, por ejemplo, en particular materiales de partida sin reaccionar, subproductos de reacción, ácido sulfonítrico y sus productos de reacción, tales como óxidos de nitrógeno o ácido nitroso, etc.) de productos brutos nitrados producidos en 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 aparato o una instalación para la purificación de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante.

El aparato o la instalación según la invención es adecuado, en particular, para llevar a cabo un procedimiento correspondiente para eliminar impurezas de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado.

Los compuestos nitroaromáticos, tales como, por ejemplo, nitrobenzoceno (MNB), mononitrotolueno (MNT), dinitrotolueno (DNT), trinitrotolueno (TNT), nitroclorobenceno (MNCB) etc., que se producen mediante reacción de un compuesto aromático correspondiente, tal como, por ejemplo, benzoceno, 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 posterior a un lavado de varias etapas y a etapas de purificación adicionales para eliminar las impurezas aún disueltas o suspendidas en los compuestos nitroaromáticos brutos, tales como, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido nítrico, compuestos nitrosos, nitrofenoles, nitrocresoles, etc., que pueden estar presentes, por ejemplo, como mono-, di- y trinitrocompuestos, y otros productos de oxidación, tales 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, tales como, por ejemplo, en la producción de TNT, en la mezcla bruta de los compuestos nitroaromáticos.

Habitualmente, el lavado de los compuestos nitroaromáticos brutos para la eliminación de los ácidos disueltos o suspendidos en los mismos de la mezcla de nitración, de los nitrofenoles y otras impurezas ácidas y que por lo demás también pueden extraerse con el agente de lavado consiste en tres etapas (véase, por ejemplo, *F. Meissner 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, Editores: 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 usa para ello habitualmente agua, llevándose a cabo el lavado habitualmente como lavado líquido/líquido (es decir, a temperaturas en las que el compuesto nitroaromático que va a lavarse está presente en forma líquida).

Este lavado de tres etapas comprende habitualmente las etapas siguientes:

1. Un lavado ácido con agua para eliminar los ácidos minerales disueltos y suspendidos, tales como, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido nítrico y compuestos nitrosos ("lavado ácido").
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. (véanse, por ejemplo, los documentos US 4 482 769 A, US 4 597 875 A o US 6 288 289 B1), para eliminar las impurezas débilmente ácidas disueltas en los compuestos nitroaromáticos puros, tales como los nitrofenoles, nitrocresoles, ácidos nitrobenzoicos, productos de degradación de la descomposición oxidativa de los fenoles o de hidrocarburos alifáticos o cíclicos, etc., tales como, por ejemplo, ácido oxálico, etc., o de los isómeros asimétricos en caso de TNT ("lavado básico").
3. Un lavado neutro para eliminar trazas residuales de álcali y la reducción adicional de impurezas aún remanentes en trazas en el producto ("lavado neutro").

El objetivo de estas etapas de lavado es obtener, además de un producto puro, la cantidad más reducida posible de agua residual por tonelada de producto, en la que están presentes las impurezas separadas por lavado, de forma que pueda llevarse a cabo su eliminación de una forma económica.

Para minimizar las cantidades de agua necesarias para este lavado, puede realizarse el lavado, por ejemplo, a contracorriente, de forma que el agua usada para el lavado neutro se use después de la adición de bases en el lavado alcalino (véase, por ejemplo, *A. B. Quakenbush et al.*, *The Olin Dinitrotoluene (DNT) Process*, *Polyurethanes World Congress 1993*, Publish.: Technomic Lancaster, páginas 484 bis 488) o si no de forma que en el lavado ácido se realice con una cantidad mínima de agua de forma que se obtenga un ácido concentrado, que puede recircularse directamente o después de concentrarlo adicionalmente a la nitración.

- Así, 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 forma selectiva y se recirculan a la nitración los ácidos minerales aún suspendidos y disueltos en los compuestos nitroaromáticos después de la nitración, tales como ácido sulfúrico, ácido nítrico y compuestos nitrosos, de forma que no se produce ni debe eliminarse más agua residual a partir del lavado ácido.
- No obstante, se han dado a conocer 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 solo un lavado alcalino y neutro, tal como se describe, por ejemplo, en Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 4ª Ed., Vol. 17, páginas 136 a 138, o en el documento US 4 091 042 A.
- Además de minimizar las corrientes de residuos, el objetivo es además minimizar el gasto técnico necesario para el lavado (por ejemplo, adaptando específicamente la tecnología usada para los lavados no solo a la etapa de lavado, sino también al producto que va a lavarse).
- Como aparatos de lavado para el lavado de compuestos nitroaromáticos que van a purificarse en las etapas de lavado individuales se usan habitualmente los denominados mixer-settler (mezclador-separador) (véase, por ejemplo, el documento EP 1 593 654 A1), en los que la unidad 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, ya en el documento de patente alemana DE 1 135 425 se describe una disposición de mezclador y separador que permite, también a temperatura ambiente, lavar de forma líquida compuestos nitroaromáticos, tales como, por ejemplo, DNT, TNT o NCB, a temperaturas elevadas minimizando el gasto en calentamiento. También se han usado bombas centrífugas y mezcladores estáticos como mezcladores (véanse, por ejemplo, los documentos US 3 221 064 A o EP 1 816 117 B1).
- El uso de tecnología de mixer/settler (tecnología de mezcladores/separadores) (véase, por ejemplo, la figura 1) también es complejo y caro. Por medio del deslizamiento inevitable en tanques de agitación que operan en continuo como mixer o mezclador es necesario, sobre todo en la eliminación de nitrofenoles o nitrocresoles, cuando estos están presentes en concentraciones elevadas en los compuestos aromáticos brutos, operar en varias etapas, y si es posible a contracorriente, para obtener la baja cantidad de impurezas deseada para el procesamiento posterior de los compuestos nitroaromáticos (por ejemplo, un contenido de nitrofenoles inferior a 10 ppm, preferentemente de 2 a 3 ppm). También un lavado en columnas de extracción de varias etapas es técnicamente complejo y caro y no es muy eficaz. Además, no se puede realizar la generación de grandes superficies de intercambio para una mezcla de dos fases en corto tiempo para una transferencia de masa eficaz ("*mass transfer*"), seguida de una reacción química rápida, ni en un tanque de agitación ni en columnas de extracción.
- 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 una lavadora de tipo Holley-Mott (mixer/settler), llevándose a cabo el lavado ácido y el alcalino en, en cada caso, al menos dos etapas a contracorriente, para lograr una eliminación suficiente de los ácidos y nitrocresoles disueltos o suspendidos en el MNT.
- En la publicación de patente canadiense CA 1 034 603 se propone un lavado ácido de cuatro etapas a contracorriente para separar por lavado el ácido nítrico y el ácido sulfúrico disueltos o suspendidos en el DNT bruto.
- En el documento US 4 091 042 A se describe para la eliminación de todos los componentes ácidos de nitrobenzono bruto, tales como ácido sulfúrico arrastrado y dinitrofenoles y ácido pícrico disueltos en el compuesto nitroaromático de hasta 2.000 ppm, un lavado de cuatro etapas con sosa a contracorriente, para obtener la pureza deseada.
- En el documento EP 1 816 117 A1 se describe un lavado neutro de cuatro etapas a contracorriente usando cuatro tanques con agitador y los aparatos de separación asociados (la denominada "tecnología de mixer/settler") para reducir el contenido aún demasiado elevado de nitrofenoles después del lavado alcalino de aproximadamente 50 ppm a un contenido residual de aproximadamente 2 ppm. Pero también en caso de reemplazar el tanque con agitador por bombas centrífugas como unidad de mezclado todavía son necesarias siempre tres etapas para obtener un contenido residual de nitrofenoles en el nitrobenzono resultante de 3 ppm.
- El documento US 4 994 242 A da a conocer que los mezcladores estáticos a escala técnica solos como unidad de mezclado en sistemas de dos fases no son adecuados para producir una dispersión óptima de las dos fases no miscibles entre sí. Así, el documento EP 1 816 117 B1 describe el uso de un mezclador estático para el lavado alcalino; el nitrobenzono tratado con el mismo contiene aún más de 50 ppm de nitrofenoles, que deben reducirse por medio de un lavado neutro de varias etapas complejo a aproximadamente 2 ppm.
- Tal como se ha explicado ya 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 lo suficientemente grande entre fase orgánica y fase de lavado (habitualmente agua), para lograr una transferencia óptima de las impurezas que van a eliminarse de la fase orgánica, la eficacia de una etapa de lavado depende de los equilibrios de distribución de las impurezas entre fase orgánica y medio de lavado y también depende de si la

impureza extraída de la fase orgánica es estable como tal en el medio de lavado o se extrae por medio de una reacción posterior al equilibrio de distribución.

Así, los compuestos nitrosos reaccionan después de la transferencia de la fase orgánica a la fase acuosa con agua con dismutación dando ácido nítrico y NO según la ecuación (1):



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

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



Mediante esta neutralización rápida de sustancias formadoras de aniones en el medio de lavado alcalino debe esperarse que la extracción de estas sustancias de la fase orgánica discorra de forma que se controle esencialmente la transferencia de masa y el lavado sigue esencialmente las mismas leyes cinéticas que una mononitración, por ejemplo que la nitración de benceno para dar nitrobenzoceno.

Los procedimientos e instalaciones conocidos por el estado de la técnica para la purificación de productos brutos nitrados no operan en su mayor parte con una eficacia elevada ni tampoco, no obstante, de un modo satisfactorio. A veces se asocian a los mismos también procesos de procedimiento o procesos de operación exageradamente complejos, y no se logran a menudo las puridades deseadas, al menos no con un gasto asumible.

25 El documento DE 21 51 206 A1 se refiere a un procedimiento y a un aparato para el mezclado de líquidos, en los que el mezclado de líquidos se lleva a cabo usando boquillas de chorro que sobresalen en un reactor de mezclado.

El documento DE 12 22 904 B se refiere a un procedimiento para la purificación de compuestos nitroaromáticos que contienen nitrofenol, en el que los compuestos nitroaromáticos que van a purificarse se someten a un lavado con agua y posteriormente, o bien directamente o bien después del mezclado, se añade a los mismos el mismo volumen de una solución acuosa de hidróxido de sodio del 0,1 al 2 por ciento en peso y a continuación se conducen a través de una resina de intercambio aniónico ajustada de forma alcalina.

El documento US 3 221 064 A se refiere a un procedimiento para la purificación de dinitrotoluenos, en el que el dinitrotolueno se emulsiona en una bomba centrífuga con agua, así como solución acuosa de hidróxido de sodio y después de cada etapa de lavado se realiza la separación del medio de lavado correspondiente.

35 El documento EP 0 279 312 A se refiere a un procedimiento para la separación de ácido sulfúrico y ácido nítrico de mezclas de dinitrotolueno obtenidas en la nitración de tolueno, en el que el dinitrotolueno se mezcla con agua y se separa la fase acuosa que contiene ácido sulfúrico y ácido nítrico que se precipitará posteriormente.

El documento US 4 597 875 A se refiere a un procedimiento para la eliminación de impurezas de nitrocresol y ácido pícrico producidas en la producción de compuestos nitroaromáticos de aguas residuales, en el que las impurezas se acumulan por medio de varias etapas de lavado, se tratan con ácido y a continuación los residuos orgánicos resultantes se queman.

El documento US 4 492 860 A se refiere a un procedimiento de purificación de dinitrotolueno, en el que el dinitrotolueno se lava con una fase básica acuosa, para eliminar los compuestos de dinitroortocresol, pero dejando el dinitroortocresol en la fase orgánica.

45 La presente invención, por lo tanto, se basa en el objetivo de proporcionar un aparato o una instalación para la eliminación de impurezas de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante, en el que los problemas y las desventajas que aparecen en relación con el estado de la técnica planteados anteriormente se evitarán al menos ampliamente o, si no, al menos se atenuarán.

50 En particular, un objetivo de la presente invención consiste en proporcionar un aparato, o instalación, adecuado para la realización de un procedimiento correspondiente con el que se posibilite una purificación eficaz de los productos brutos nitrados que se producen en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación de los ácidos nitrantes mencionados.

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 estar presentes cantidades significativas de impurezas, tales como, por ejemplo ácido nitrante aún arrastrado, ácido sulfúrico disuelto, ácido nítrico, compuestos 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 forma que la cantidad de nitrofenoles en el compuesto nitroaromático lavado sea lo más reducida posible (por ejemplo, en el caso de nitrobenzoceno procedente de una nitración adiabática con un contenido inicial de aproximadamente 2.000 ppm de di- y trinitrofenoles, el contenido en nitrofenoles después del lavado alcalino sea inferior a 50 ppm, preferentemente inferior a 10 ppm y después del lavado neutro sea inferior a 2 ppm) y que el gasto y los costes para ello sean claramente más reducidos que en los procedimientos y los aparatos del estado de la técnica usados hasta la fecha.

El planteamiento de objetivos expuesto anteriormente se resuelve según la invención mediante un aparato o instalación según la reivindicación 1; otras mejoras y otras configuraciones ventajosas de este aspecto de la invención son objeto de las reivindicaciones subordinadas correspondientes.

Se sobreentiende que las configuraciones o formas de realización, ventajas o similares, que a continuación – a fin de evitar una repetición innecesaria – solo se indican en un aspecto de la invención, naturalmente, tienen validez también de forma correspondiente con relación a los aspectos restantes de la invención.

Además, se sobreentiende que en los datos siguientes de valores, cifras e intervalos los datos de valores, cifras e intervalos a este respecto no se deben interpretar de forma limitante; se sobreentiende por parte del experto que puede desviarse dependiendo del caso individual o respecto al uso de los intervalos o los datos indicados sin que se abandone el marco de la presente invención.

Además, se considera que todos los datos de valores o parámetros o similares mencionados a continuación pueden obtenerse o determinarse básicamente con procedimientos de determinación normalizados o estandarizados o indicados explícitamente o, si no, con procedimientos de determinación habituales para el experto en este campo.

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

Con el aparato o la instalación según la invención puede llevarse a cabo, por lo tanto, un procedimiento de eliminación de impurezas de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado, comprendiendo el procedimiento las etapas de procedimiento siguientes:

– En una primera etapa del procedimiento (a) se ponen en contacto en primer lugar 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 modo que se obtenga una dispersión, en particular una emulsión (es decir, en otras palabras, en esta primera etapa de procedimiento (a) se produce una dispersión o una emulsión de productos brutos nitrados por una parte y medio de lavado por otra parte) y

– en una segunda etapa del procedimiento (b) a continuación, la dispersión resultante, en particular una emulsión, se alimenta a un reactor tubular, de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se eliminen las impureza presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se transfieran las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados al medio de lavado o se neutralicen con ello.

El procedimiento anterior es adecuado, por lo tanto, de un modo excelente, para la purificación de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrados después de la separación del ácido nitrante.

El principio del procedimiento anterior consiste, por lo tanto, en poner en contacto en primer lugar compuestos nitroaromáticos brutos que contienen aún cantidades significativas de impurezas procedentes de la nitración – después de la separación del ácido nitrante (por ejemplo en un separador) – con un medio de lavado y transformar la mezcla de compuestos nitroaromáticos que van a purificarse y el medio de lavado en una emulsión o dispersión y a continuación alimentar la emulsión o la dispersión resultante a un reactor tubular, para que las impurezas presentes inicialmente en los compuestos aromáticos que van a purificarse se transfieran al medio de lavado o se neutralicen con ello y de este modo se produzca un compuesto nitroaromático purificado.

Después, tal como ha descubierto de un modo absolutamente sorprendente la solicitante, el uso de un reactor tubular – en combinación con un dispositivo de dispersión o de emulsión dispuesto aguas arriba del mismo – conduce a que pueda lograrse un mezclado particularmente bueno y una distribución particularmente íntima y fina del medio de lavado por una parte y compuestos nitroaromáticos que van a purificarse por otra parte, de modo que de esta forma puedan eliminarse de forma completa o al menos esencialmente completa las impurezas, por así decirlo, en una etapa de procedimiento individual (es decir, en el marco del tratamiento del reactor tubular) .

A diferencia del estado de la técnica se evitan por lo tanto etapas de procedimiento complejas adicionales para la purificación de los compuestos nitroaromáticos brutos de una forma eficaz sin que se produzcan pérdidas de calidad en la purificación del compuesto nitroaromático bruto.

- Sorprendentemente, el reactor tubular utilizado según la invención para el tratamiento del compuesto nitroaromático bruto con el medio de lavado garantiza una distribución íntima y fina de este tipo de compuesto nitroaromático bruto por una parte y medio de lavado por otra parte, que en el marco del tratamiento del reactor tubular según la etapa de procedimiento (b), todas o al menos esencialmente todas las impurezas se transfieren al medio de lavado o se neutralizan con ello, de forma que a continuación (es decir, después de finalizar la etapa del procedimiento (b)) puedan separarse conjuntamente con el medio de lavado del compuesto nitroaromático que va a purificarse.
- Se ha demostrado concretamente de un modo sorprendente que en el marco de la presente invención es posible llevar a cabo un lavado de compuestos nitroaromáticos exitosamente casi en una etapa – también en el caso de una carga elevada de impurezas, tales como ácido sulfonítrico, nitrofenoles y nitrocresoles – y concretamente mediante una combinación sencilla y económica de mezcladores de chorro, pero también otros elementos de dispersión, tales como, por ejemplo, bombas centrífugas, con dispositivos adicionales, tales como mezcladores estáticos, obturadores, etc., en reactores tubulares solos o si no en conexión con tanques de agitación, que permiten el suministro de una energía de mezclado definida de forma precisa en la mezcla de las fases no miscibles entre sí. Las emulsiones preparadas de este modo constituidas por la fase orgánica que va a purificarse en el medio de lavado (tipo O/W) o del medio de lavado en la fase orgánica (tipo W/O) proporcionan la interfase necesaria para una transferencia de masa eficaz y óptima entre el compuesto nitroaromático que va a lavarse y el medio de lavado.
- Por lo que se refiere a la preparación de la emulsión o la dispersión en la etapa del procedimiento (a), ésta se realiza 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 marco de la presente invención puede usarse como dispositivo de dispersión o de emulsión (es decir, en particular como preferentemente primer dispositivo de dispersión o emulsión), en particular como unidad de mezclado, por ejemplo, un tanque de agitación, un mezclador de chorro (*Jet-mixer* o *Jet-Mixing-Device*) o una bomba, en particular una bomba centrífuga.
- Según una forma de realización, como dispositivo de dispersión o de emulsión, en particular como unidad de mezclado, se usa una bomba, en particular una bomba centrífuga, en el marco de la etapa del procedimiento (a).
- Según una forma de realización preferida alternativa, en el marco de la etapa del procedimiento (a) se usa como dispositivo de dispersión o de emulsión, en particular como unidad de mezclado, un denominado mezclador de chorro (que se denomina también de forma sinónima "*Jet-Mixer*" o "*Jet-Mixing-Device*"). El mezclador de chorro que se usa según la invención es en particular un dispositivo que genera un chorro de propulsión (central) en un medio que rodea el chorro de propulsión (central) (por ejemplo, un chorro anular).
- Como mezcladores de chorro pueden usarse todos los tipos de mezcladores de chorro que permiten, por medio del chorro de propulsión central como chorro libre, que puede estar constituido tanto por el medio de lavado como también por el compuesto nitroaromático que va a lavarse, con una velocidad relativa elevada, inyectar el compuesto nitroaromático que va a lavarse o el medio de lavado de forma que el compuesto nitroaromático que va a lavarse se distribuya en el medio de lavado o que el medio de lavado se distribuya en el compuesto nitroaromático que va a lavarse como una emulsión con una interfase amplia. Los dispositivos de este tipo se describen, por ejemplo, en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2003, 5. 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 el documento alemán abierto a inspección pública DE 2 151 206.
- A este respecto, el chorro de propulsión (central) en el mezclador de chorro puede ser el medio de lavado y el medio circundante del compuesto aromático bruto nitrado que va a purificarse; como alternativa, si no, el chorro de propulsión (central) puede estar formado también 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 proporcionan el resultado deseado.
- Se obtienen resultados particularmente buenos con respecto a la purificación del compuesto nitroaromático bruto que va a purificarse (independientemente de si el chorro de propulsión central está constituido por el medio de lavado o, en cambio, por el producto bruto nitrado que va a purificarse) cuando la relación de velocidades entre el chorro de propulsión central, por una parte, y el medio que rodea al chorro de propulsión central (por ejemplo, un chorro anular) en el mezclador de chorro se ajusta a un intervalo de 1 : 5 a 30 : 1, particularmente en el intervalo de 1 : 2 a 20 : 1, de modo particularmente preferente en el intervalo de 1 : 1 a 10 : 1. De esta forma se logra una distribución particularmente íntima y fina del medio de lavado, por una parte, y del producto bruto, por otra parte, y en consecuencia, una purificación particularmente eficaz.
- La velocidad de flujo de la emulsión de lavado después del mezclador de chorro en el reactor tubular subsiguiente se encuentra particularmente en el intervalo de 0,1 a 15,0 m/s, particularmente en el intervalo de 0,5 a 10 m/s.
- Según una forma de realización de la presente invención, puede preverse que el dispositivo de dispersión usado en la etapa del procedimiento (a), en particular la unidad de mezclado, esté dispuesta aguas arriba, en particular dispuesta inmediatamente aguas arriba, del reactor tubular. Según una realización particular de esta forma de

realización puede estar previsto que el dispositivo de dispersión o de emulsión, en particular la unidad de mezclado, se prolongue dentro del reactor tubular.

5 Del mismo modo también es posible que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, esté integrado en el reactor tubular o sea componente del reactor tubular. A este fin, el dispositivo de dispersión puede estar dispuesto, por ejemplo, en la parte superior del reactor tubular o la que se encuentra aguas arriba del mismo. Una forma de realización de este tipo es particularmente posible cuando el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está diseñada como el mencionado mezclador de chorro.

10 Según una forma de realización particularmente preferida, puede estar previsto que el reactor tubular para la realización de la etapa del procedimiento (b) esté equipado con elementos de mezclado, en particular para el suministro de energía de mezclado adicional; de este modo pueden lograrse resultados de purificación particularmente buenos, dado que por medio de los elementos de mezclado adicionales se logra una distribución aún más mejorada, particularmente íntima de medio de lavado por una parte y compuestos aromáticos que van a purificarse por otra parte. Los elementos de mezclado pueden ser en particular una placa, en particular una placa de desviación o de deflexión, obturadores, mezcladores estáticos, divisores de corriente o similares. Según la invención se prefiere que estén presentes en el reactor tubular de 1 a 15, en particular de 2 a 15, preferentemente de 2 a 10, de forma particularmente preferida de 2 a 5, elementos de mezclado.

20 Según esta forma de realización se prefiere que se introduzca mediante los elementos de mezclado previstos en el reactor tubular 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 forma particularmente preferida de 20 a 200 julios/litro. En otras palabras, según esta forma de realización se suministra 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 forma particularmente preferida de 20 a 200 julios/litro, en total.

25 Se logran unos resultados particularmente buenos, en particular, también cuando los elementos de mezclado están diseñados de forma que la caída de presión por elemento de mezclado sea 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 forma particularmente preferida de 0,03 a 0,08 MPa (de 0,3 a 0,8 bar).

30 Con respecto al tiempo de permanencia de la emulsión de medio de lavado por una parte y compuesto aromático bruto por otra parte en el reactor tubular en el marco de la etapa del procedimiento (b), éste puede variar en intervalos amplios. Se prefiere particularmente que el tiempo de permanencia en el reactor tubular sea de 0,1 a 120 segundos, preferentemente de 0,1 a 60 segundos, de forma particularmente preferida de 1 a 30 segundos. De este modo se logran resultados de lavado particularmente buenos, dado que se garantiza por una parte un tiempo de permanencia mínimo suficiente, pero por otra parte también un rendimiento económico.

35 En el marco de la purificación tienen importancia también la relación de masas y la relación de fases entre los productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y el medio de lavado por otra parte, que pueden variar en intervalos amplios en cada caso.

Se obtienen una resultados particularmente buenos cuando la relación en masa entre los productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y el medio de lavado por otra parte (es decir, el medio de lavado recién dosificado) se ajusta en el intervalo de 200 : 1 a 1 : 10, particularmente en el intervalo de 100 : 1 a 1 : 5, de forma particularmente preferida en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2.

40 De forma similar, se obtienen resultados particularmente buenos cuando la relación de fases (es decir, en particular la relación de fases en el aparato de lavado) entre los productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y el medio de lavado por otra parte se ajusta en el intervalo de 25 : 1 a 1 : 5, particularmente en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2, de forma particularmente preferida en el intervalo de 5 : 1 a 1 : 1. El ajuste de la relación de fases puede lograrse en particularmente mediante la conducción circular del medio de lavado después de la separación de fases. Esto garantiza por una parte una superficie de intercambio entre la fase orgánica y el medio de lavado y por otra parte un tiempo lo más corto posible para la separación de fases en el aparato de separación de fases.

El lavado de los compuestos nitroaromáticos se lleva a cabo habitualmente como lavado líquido/líquido (es decir, a temperaturas en las que el compuesto nitroaromático que va a lavarse o a purificarse – así como el medio de lavado – están presentes como líquidos).

50 En lo que se refiere al medio de lavado usado, éste está preparado para que sea líquido en las condiciones de operación, en particular a temperaturas a partir de 5°C, en particular a temperatura a partir de 25°C, y a presión atmosférica. Preferentemente, se usa un medio de lavado de base acuosa, preferentemente agua.

55 Según la relación de fases en el aparato de lavado, a este respecto, se dispersa 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).

- La eficacia del medio de lavado puede aumentarse aún más al poder añadir al medio de lavado al menos una base. La base puede seleccionarse particularmente 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.
- La cantidad usada de álcali en caso de un lavado alcalino deberá ser, en particular, elevada, de forma que no solo puedan reaccionar todos los ácidos cuantitativamente dando sus sales, sino que deberá usarse en particular un exceso de base para que el valor del pH en el licor de lavado sea tan elevado que también pueden separarse mediante lavado cuantitativamente ácidos débiles, tales como mononitrofenoles.
- El contenido en álcali puede ser, en particular, de 0,01 mol/l a 0,4 mol/l, preferentemente de 0,02 mol/l a 0,2 mol/l, pero al menos el doble de la cantidad necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles.
- Se obtienen unos resultados particularmente buenos cuando el contenido de base en el medio de lavado es de 0,01 a 0,4 mol/l, preferentemente de 0,02 a 0,2 mol/l.
- En particular, el contenido de base en el medio de lavado deberá ser al menos el doble de la cantidad teórica de álcali necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles contenidos como impurezas.
- Como se ha indicado anteriormente, la relación de fases del compuesto nitroaromático que va a lavarse y el medio de lavado recién dosificado también deberá ser ventajosamente de 200 : 1 a 1 : 10, preferentemente de 100 : 1 a 1 : 5, de modo particularmente preferente de 10 : 1 a 1 : 2. Mediante la conducción circular del medio de lavado después de la separación de fases puede ajustarse en el aparato de lavado una relación de fases entre el compuesto nitroaromático que va a lavarse y el medio de lavado de 25 : 1 a 1 : 5, en particular de 10 : 1 a 1 : 2, de modo particularmente preferente de 5 : 1 a 1 : 1, para por una parte producir una superficie de intercambio óptima entre la fase orgánica y el medio de lavado y por otra parte mantener el tiempo para la separación de fases en el aparato de separación de fases lo más corto posible.
- Según la relación de fases en el aparato de lavado, a este respecto, se dispersa 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).
- Como chorro de propulsión sirve, a este respecto, en función de la relación de fases elegida, o bien el compuesto aromático que va a lavarse o bien el medio de lavado, para ajustar el tipo de emulsión deseado.
- La velocidad de flujo de la emulsión de lavado después del mezclador de chorro en el reactor tubular subsiguiente 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 el chorro central y el medio circundante varía, a este respecto, – tal como se ha indicado anteriormente – de 1 : 5 a 30 : 1, preferentemente de 1 : 2 a 20 : 1 y de modo particularmente preferente de 1 : 1 a 10 : 1.
- Para impedir la coalescencia de la emulsión de lavado después de un periodo de tiempo corto y, con ello, una extracción no completa de las impurezas que van a eliminarse del compuesto nitroaromático que va a purificarse, es ventajoso mantener estable la emulsión de lavado mediante el suministro adicional de energía de mezclado hasta que se hayan separado por lavado todas las impurezas del compuesto nitroaromático y se impida mediante otras reacciones en el medio de lavado la retroextracción al compuesto nitroaromático que va a lavarse. Esta energía de mezclado adicional puede introducirse en la mezcla de las dos fases no miscibles entre sí mediante alimentación a un reactor con dispositivos de mezclado adicionales, preferentemente a un reactor tubular sin retomezclado, manteniéndose en el reactor tubular mediante elementos de mezclado adicionales distribuidos a lo largo del reactor tubular, tales como obturadores, placas de desviación, deflectores, mezcladores estáticos u otros elementos de mezclado estáticos, la emulsión de tipo O/W o W/O. Preferentemente pueden estar presentes de 1 a 15, en particular de 2 a 15, preferentemente de 2 a 10 y de forma particularmente preferida de 2 a 5 elementos de mezclado en el reactor tubular, contando el mezclador de chorro como elemento de mezclado.
- La energía de mezclado total con respecto al volumen que se va a introducir deberá ser de 10 a 1000 J/l, preferentemente de 10 a 500 J/l y de forma particularmente preferente de 20 a 200 J/l.
- La caída de presión por unidad de mezclado deberá ser 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 forma particularmente preferida de 0,02 a 0,08 MPa (de 0,2 a 0,8 bar), para mantener la cantidad de elementos de mezclado adicionales necesarios en el reactor tubular lo más reducida posible y el tiempo de permanencia en el dispositivo de separación de fases lo más corto posible.
- 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, de los compuestos nitroaromáticos que van a lavarse, tales como

ácido nítrico, ácido sulfúrico, mono-, di- y trinitrofenoles y cresoles, ácidos nitrobenzoicos, etc., en un lavado con álcali, tal como, por ejemplo, hidróxido de sodio, sosa, bicarbonato, amoníaco, hidróxido de potasio, etc., deberá no ascender a más de 0,1 a 120 segundos, preferentemente de 0,1 a 60 segundos, de modo particularmente preferente de 1 a 30 segundos.

5 Para eliminar impurezas del compuesto nitroaromático que va a lavarse con coeficientes de distribución elevados en beneficio del compuesto nitroaromático que va a lavarse, resistencias de transferencia de masa en la fase orgánica elevadas y reacciones adicionales lentas de la impureza extraída en el medio de lavado, tal como, por ejemplo, compuestos nitrosos o dióxido de nitrógeno, el tiempo de permanencia en el reactor siguiente debería adaptarse a estas relaciones (como, por ejemplo, mediante una combinación de los dispositivos descritos anteriormente para generar una emulsión de lavado óptima con tanques de agitación, para generar el tiempo de permanencia necesario). Según una forma de realización particular del procedimiento anterior, esto se logra, en particular, mediante una combinación de los dispositivos descritos anteriormente para generar una emulsión de lavado óptima con tanques de agitación para asegurar el tiempo de permanencia necesario para la transferencia de fase y la reacción subsiguiente.

15 Como se ha indicado ya anteriormente, la cantidad de álcali usada en un lavado alcalino deberá ser tan elevada que no solo puedan reaccionar todos los ácidos dando sus sales cuantitativamente, sino que deberá usarse un exceso de base, para que el valor del pH en el licor de lavado sea tan elevado que también puedan separarse por lavado cuantitativamente ácidos débiles, tales como mononitrofenoles. Como se ha indicado anteriormente, el contenido de álcali, a este respecto, deberá ser de 0,01 mol/l a 0,4 mol/l, preferentemente de 0,02 mol/l a 0,2 mol/l, no obstante al menos el doble de la cantidad necesaria para la neutralización de todos los nitrofenoles.

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

25 El compuesto nitroaromático lavado puede o bien alimentarse a la etapa de lavado subsiguiente o bien transferirse al final del lavado directamente al procesamiento posterior o a un almacenamiento intermedio.

Como aparato de separación de fases pueden usarse todos los tipos de separadores estáticos, pero también separadores dinámicos, tales 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 suministrada, adicionalmente también del exceso de base en el medio de lavado que no es necesaria para la neutralización. Con el suministro de la misma energía de mezclado, el tiempo de separación se reduce claramente con una concentración de base creciente en el medio de lavado. Para acelerar la separación de fases también pueden usarse, sin embargo, agentes tensioactivos o también medio auxiliares mecánicos de separación, tales como empaquetamientos, placas de separación, etc. También mediante una distancia adaptada al compuesto nitroaromático y al tipo de emulsión entre los elementos de mezclado individuales puede acelerarse la separación de fases.

En lo que se refiere a los productos brutos nitrados que van a purificarse, estos están preparados en general para que sean líquidos en las condiciones de operación, en particular a temperaturas a partir de 5°C, en particular a temperaturas a partir de 25°C, y a presión atmosférica. En particular, los productos brutos nitrados que van a purificarse proceden de la nitración de compuestos aromáticos mononucleares o polinucleares, en particular proceden de la nitración de benceno, tolueno, xileno o compuestos aromáticos halogenados, tales como, en particular, bencenos clorados.

Los productos brutos nitrados que van a purificarse son en particular compuestos mono-, di- y trinitroaromáticos dado el caso halogenados, tales como, por ejemplo, nitrobenzono (MNB), mononitrotolueno (MNT), dinitrotolueno (DNT), trinitrotolueno (TNT), nitroclorobenceno (MNCB) o similares.

En general, la etapa del procedimiento (b) incluye una separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado. Esta separación se realiza en general por medio de un dispositivo de separación adecuado (separador o settler).

Además, según una forma de realización particular del procedimiento anterior 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, se transfiera a un tanque de agitación. De esta forma se prolonga el tiempo de contacto y/o de permanencia entre productos de nitración que van a purificarse por una parte y medio de lavado por otra parte de una forma eficaz, de forma que se transfieran al medio de lavado impurezas dado el caso aún no separadas por lavado o se neutralicen con ello.

55 Según una forma de realización ventajosa del procedimiento anterior está previsto que se recicle el medio de lavado, en particular después de la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado. De esta forma se posibilita un lavado o una conducción circular eficaz y la cantidad de medio de lavado se reduce a un mínimo.

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 cantidades residuales o trazas dado el caso aún presentes de agua, en particular agua suspendida y/o disuelta, mediante secado a partir del compuesto nitroaromático purificado.

5 El procedimiento anterior es adecuado para la realización del lavado ácido y/o del lavado básico y/o del lavado neutro de los productos brutos nitrados. El procedimiento anterior también puede usarse en las tres etapas de lavado mencionadas anteriormente. De forma similar también es posible usar el procedimiento anterior solo para una o dos etapas de lavado, por ejemplo solo para el lavado ácido o también solo para el lavado básico o también solo para el lavado neutro. Desde este punto de vista, el procedimiento anterior puede usarse de forma flexible.

10 Como se ha indicado anteriormente, el procedimiento anterior está asociado con una pluralidad de ventajas y particularidades, de las que a continuación se indicarán algunas ventajas y particularidades – pero no de forma concluyente ni de forma limitante –:

15 En particular, el procedimiento anterior posibilita una purificación eficaz de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante con una complejidad solo reducida y una economía de procedimiento elevada como eficacia de procedimiento.

20 El reactor tubular usado según la invención posibilita una distribución eficaz e íntima de medio de lavado por una parte y compuestos aromáticos brutos nitrados por otra parte uno en otro, de forma que no son necesarias etapas de lavado adicionales o etapas de tratamiento de otro tipo. La eficacia de lavado o de tratamiento puede aumentarse más porque en el reactor tubular están previstos elementos de mezclado adicionales, como se ha indicado anteriormente, que mejoran el mezclado aún más.

El reactor tubular que se usa para la purificación según la invención puede usarse del mismo modo en la nitración anterior como recipiente de reacción, de forma que no se precisa usar ningún aparato adicional para la purificación de los productos brutos nitrados.

25 El reactor tubular que se usa para la purificación de los productos de nitración brutos según la invención posibilita la generación de superficies de intercambio grandes para una mezcla de dos fases constituida por medio de lavado por una parte y compuestos aromáticos brutos nitrados por otra parte, de forma que de este modo se garantice una transferencia de masa eficaz y una transferencia rápida de las impurezas al medio de lavado o en el caso de compuestos ácidos una neutralización rápida.

30 Además, la realización del procedimiento anterior posibilita una eliminación rápida y, por así decirlo, eficaz de las impurezas procedentes de la nitración de los productos brutos nitrados, pudiendo reciclarse o conducirse en circuito el medio de lavado después del tratamiento de los compuestos aromáticos brutos nitrados sin más.

35 Un objeto de la presente invención es un aparato (instalación) para eliminar impurezas de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado, siendo el aparato según la invención, en particular, adecuado para realizar un procedimiento como el indicado anteriormente,

presentando el aparato los dispositivos siguientes:

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

40 (b) dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para alimentar la emulsión producida en el dispositivo de dispersión de productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y medio de lavado por otra parte, estando diseñado el reactor tubular de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se posibilite una eliminación de las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se transfieran las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados al medio de lavado y/o se neutralicen con ello; y

45 (c) dispuesto aguas abajo del reactor tubular, un dispositivo de separación (separador) para separar los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado.

50 Tal como se ha indicado en relación con el procedimiento anterior, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, es un tanque de agitación, un mezclador de chorro (Jet-Mixer) o una bomba, en particular una bomba centrífuga, preferentemente una bomba, en particular una bomba centrífuga, o un mezclador de chorro (Jet-Mixer), de forma particularmente preferida un mezclador de chorro (Jet-Mixer).

Tal como se ha descrito anteriormente en el marco del procedimiento anterior, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede estar dispuesta aguas arriba, en particular dispuesta inmediatamente aguas arriba, del reactor tubular. En particular, en este contexto, puede estar previsto que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, se prolongue dentro del reactor tubular.

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

- 5 Como se ha explicado anteriormente en la descripción del procedimiento anterior, el reactor tubular puede estar equipado con elementos de mezclado, en particular para la introducción de energía de mezclado adicional. Como se ha descrito anteriormente, los elementos de mezclado pueden estar diseñados como placas, en particular placas de derivación o de deflexión, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente.

En el marco del aparato según la invención puede llevarse a cabo un lavado de una, dos o tres etapas del producto de nitración bruto (es decir, un lavado ácido y/o un lavado básico y/o un lavado neutro).

- 10 Además, está previsto según la invención que – dispuesto aguas abajo del reactor tubular – esté dispuesto un dispositivo de separación, es decir un dispositivo de separación (separador o settler y/o separador dinámico o separador centrífugo) para separar los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado.

- 15 Además, en el marco del aparato según 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 el reactor tubular y el dispositivo de separación) – esté dispuesto un tanque de agitación y/o un reactor tubular. En particular, de este modo se prolonga el tiempo de contacto y/o de permanencia entre productos nitrados por una parte y el medio de lavado por otra parte.

Para detalles adicionales del aparato o la instalación según la invención puede remitirse a las realizaciones anteriores del procedimiento indicado anteriormente, que tienen validez correspondientemente con respecto al aparato o la instalación según la invención.

- 20 El aparato o la instalación según la invención puede usarse en una instalación de producción para la nitración de compuestos aromáticos nitrables con purificación posterior de los productos brutos nitrados producidos en la nitración,

comprendiendo la instalación de producción las unidades siguientes:

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

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

- 30 (c) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de nitración y al dispositivo de separación, dado el caso presente, al menos un dispositivo de lavado para la realización de un primer 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 una parte y medio de lavado por otra parte; y

- 35 – dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para alimentar la emulsión producida en el dispositivo de dispersión de productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y medio de lavado por otra parte, estando diseñado el reactor tubular de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se posibilite una eliminación de las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se transfieran las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados al medio de lavado y/o se neutralicen con ello; y

- 40 (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 o de permanencia entre productos nitrados por una parte y el medio de lavado por otra parte;

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

- 45 En otras palabras, el aparato o la instalación descrito anteriormente en la instalación de producción anterior para la purificación, es decir, la eliminación de impurezas, es componente de esta instalación de producción, en concreto en forma de unidad de lavado o de dispositivo de lavado (c), del dispositivo de lavado opcional (d), así como del dispositivo de separación (e).

- 50 Tal como se ha indicado anteriormente, en la instalación de producción anterior el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado puede ser un tanque de agitación, un mezclador de chorro (Jet-Mixer) o una bomba, en particular una bomba centrífuga, preferentemente una bomba, en particular una bomba centrífuga, o un mezclador de chorro (Jet-Mixer), de forma particularmente preferida un mezclador de chorro (Jet-Mixer).

Según una realización particular de la instalación de producción anterior, – tal como se ha indicado anteriormente – el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede estar dispuesta aguas arriba, en particular dispuesta inmediatamente aguas arriba, del reactor. En particular en esta forma de realización, el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, puede prolongarse dentro del reactor tubular.

- 5 De forma similar, puede estar previsto según la invención que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, esté integrada en el reactor tubular y/o sea componente del reactor tubular. En relación con esta forma de realización – para evitar repeticiones innecesarias – puede remitirse a las realizaciones arriba mencionadas.

10 Tal como se ha indicado anteriormente en relación al procedimiento anterior y en relación al aparato o la instalación según la invención para la purificación, el reactor tubular puede estar equipado con elementos de mezclado, en particular para la introducción de energía de mezclado adicional. En particular en esta forma de realización, los elementos de mezclado pueden estar diseñados como placas, en particular placas de derivación o de deflexión, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente.

15 El procedimiento anterior es adecuado, en particular, para la realización de un lavado ácido y/o un lavado básico y/o un lavado neutro de productos brutos nitrados. El procedimiento anterior también puede usarse en las tres etapas de lavado de un dispositivo de lavado mencionadas anteriormente. De forma similar, también es posible, no obstante, que el procedimiento anterior solo se use para una o para dos etapas de lavado, por ejemplo solo para un lavado ácido o también solo para un lavado básico o también solo para un lavado neutro. Desde este punto de vista, el procedimiento anterior puede usarse de una forma flexible.

20 Para detalles adicionales con respecto a la instalación de producción anterior puede remitirse a las realizaciones arriba mencionadas para el procedimiento anterior y para el aparato o la instalación según la invención, que tienen validez de forma correspondiente con respecto a la instalación de producción anterior.

El procedimiento anterior y el aparato o la instalación según la invención para la purificación, así como la instalación de producción anterior para la nitración se representan en las representaciones de figuras adjuntas a modo de ejemplo y de una forma no limitante.

- 25 Otras ventajas, propiedades, aspectos y características de la presente invención se indican en la descripción siguiente de las formas de realización preferidas según la invención representadas en los dibujos. Muestran:

Fig. 1: una representación esquemática de un lavado de compuestos nitroaromáticos según el estado de la técnica por medio de una tecnología de mixer/settler para las tres etapas de lavado habituales de un lavado de compuestos nitroaromáticos;

- 30 Fig. 2: una representación esquemática de un lavado de una etapa para compuestos nitroaromáticos según del procedimiento anterior o con el aparato o instalación según la invención;

Fig. 3: una representación esquemática de un desarrollo del procedimiento anterior o una representación esquemática del aparato o instalación según la invención según un ejemplo de realización preferido de la invención para las tres etapas de lavado habituales de un lavado de compuestos nitroaromáticos;

- 35 Fig. 4: una representación esquemática de una instalación de producción anterior para la nitración de compuestos aromáticos nitrables con lavado posterior de los compuestos nitroaromáticos obtenidos según un ejemplo de realización preferido de la invención.

La figura 1 muestra un ejemplo de un lavado de compuestos nitroaromáticos en tres etapas según el estado de la técnica:

- 40 a) En la etapa 1 se separan por lavado en un lavado ácido (WS) en continuo de varias etapas el ácido sulfúrico y el ácido nítrico suspendidos o disueltos en el compuesto nitroaromático bruto (NA 10) por medio de lavado con agua nueva (WW 10) El compuesto nitroaromático (NA 10) que va a lavarse 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
45 la eliminación total de los ácidos minerales disueltos y suspendidos pueden usarse hasta 4 unidades de mixer/settler ($n = 3$), conduciéndose el medio de lavado y el compuesto nitroaromático que va a lavarse a contracorriente. El medio de lavado, después de la separación de fases, o bien se elimina inmediatamente de forma completa como agua residual (WW 11) o bien una cantidad parcial se conduce en circuito adicionalmente, para ajustar una relación de fases predeterminada y, con ello, un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo de separación de las
50 fases. El compuesto nitroaromático (NA 11) liberado de ácidos minerales se alimenta a la etapa de lavado 2, el lavado alcalino (WA).

- b) En la etapa 2 se eliminan en un lavado alcalino (WA) en continuo de varias etapas todos los nitrofenoles disueltos, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos del compuesto nitroaromático (por ejemplo, TNT). El compuesto
55 nitroaromático (NA 11) que va a lavarse y el agua de lavado (WW 10 o WW13) se alimentan, conjuntamente 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 procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos disueltos en el compuesto nitroaromático pueden usarse hasta 4 unidades de Mixer/Settler ($n = 3$), conduciéndose el medio de lavado y el compuesto nitroaromático que va a lavarse a contracorriente. El medio de lavado, después de la separación de fases, o bien se elimina inmediatamente de forma completa como agua residual (WW 12) o bien una cantidad parcial se conduce en circuito adicionalmente, para ajustar una relación de fases predeterminada y, con ello, un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo de separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 12) liberado de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos se alimenta a 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 en el medio de lavado procedentes del lavado alcalino (WA). El compuesto nitroaromático (NA 12) que va a lavarse 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 total de las trazas de base aún suspendidas o disueltas en el compuesto nitroaromático, pueden usarse hasta 4 unidades de Mixer/Settler ($n = 3$), conduciéndose el medio de lavado y el compuesto nitroaromático que va a lavarse a contracorriente. La fase acuosa o bien se alimenta como medio de lavado (WW 13) inmediatamente de forma completa al lavado alcalino (WA) o bien una cantidad parcial se conduce en circuito adicionalmente, para ajustar una relación de fases predeterminada y, con ello, un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo de separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 13) ya liberado de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas, compuestos nitroaromáticos isoméricos y trazas residuales de álcali se proporciona directamente a un procesamiento posterior o a un almacenamiento intermedio.

La figura 2 muestra una forma de realización de una etapa de lavado según el procedimiento anterior o con el aparato o la instalación según la invención para el lavado de compuestos nitroaromáticos con el medio de lavado como chorro de propulsión.

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, el ácido nítrico y compuestos 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 procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos disueltos en el compuesto nitroaromático del compuesto nitroaromático (por ejemplo, TNT) en presencia de bases en un lavado alcalino (WA con $n = 3$), se reúne en un mezclador de chorro (SM) con el medio de lavado WW1 ($n-1$), que en el caso representado sirve como chorro de propulsión, y se introduce directamente a un reactor tubular (C) que contiene elementos de mezclado (Mm) adicionales.

Para ajustar un tiempo de permanencia prolongado, con el fin de permitir reacciones que discurran de forma lenta de las impurezas que van a separarse por lavado en el medio de lavado, tales como compuestos nitrosos, puede alimentarse la emulsión de lavado procedente 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 procedente del reactor tubular se separa directamente o después de un tiempo de permanencia prolongados en el tanque de agitación en un dispositivo de separación en las fases.

El compuesto nitroaromático (NA1 n con $n = 1$ a 3) que va a lavarse se proporciona o bien a la etapa de lavado siguiente o como producto lavado ya listo (NA13) al procesamiento posterior. El medio de lavado (WW1 n con $n = 1$ a 3) cargado o bien se suministra 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 conjuntamente con el agua de lavado recién añadida como chorro de propulsión o bien como corriente circulante directamente al reactor tubular.

La figura 3 muestra un ejemplo del procedimiento anterior 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 procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos disueltos en presencia de bases en el intervalo alcalino por medio de lavado alcalino (WA) y un lavado neutro (WN).

a) En la etapa 1 se eliminan en un lavado ácido (WS) de una etapa el ácido sulfúrico y el ácido nítrico suspendidos o disueltos en el compuesto nitroaromático bruto (NA 10) por medio de lavado con agua nueva (WW 10) El compuesto nitroaromático (NA 10) que va a lavarse y el agua de lavado (WW 10) se alimentan por medio de una bomba (P) a través de un mezclador de chorro o directamente a un reactor tubular, que contiene elementos de mezclado (Mn) adicionales. Después del paso a través del reactor tubular, la emulsión formada se separa en un separador (S). El medio de lavado, después de la separación de fases, o bien se elimina directamente como agua residual (WW 11) o bien una cantidad parcial se conduce en circuito adicionalmente, para ajustar una relación de fases predeterminada y, con ello, un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo de separación de las fases. El

compuesto nitroaromático (NA 11) liberado de ácidos minerales se alimenta a la etapa de lavado 2, el lavado alcalino (WA).

5 b) En la etapa 2 se eliminan en un lavado alcalino (WA) en una etapa todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos disueltos del compuesto nitroaromático. El compuesto nitroaromático (NA 11) que va a lavarse después del lavado ácido (WS) y el agua de lavado (WW 10 o WW13 procedente del lavado neutro) y una base se alimentan por medio de bombas (P) a través de un mezclador de chorro o directamente a un reactor tubular, que contiene elementos de mezclado (Mn) adicionales. Después del paso a través del reactor tubular, la emulsión formada se separa en un separador. El medio de lavado, que contiene todos los nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos extraídos (disueltos como sal) disueltos, o bien se elimina directamente después de la separación de fases como agua residual (WW 12) o bien una cantidad parcial se conduce en circuito para ajustar una relación de fases predeterminada y, con ello, un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo de separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 12) liberado de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas y compuestos nitroaromáticos isoméricos se alimenta a la etapa de lavado 3, el lavado neutro (WN).

20 c) En la etapa 3 se eliminan en un lavado neutro (WN) de una etapa las trazas arrastradas en el medio de lavado procedentes del lavado alcalino. El compuesto nitroaromático (NA 12) que va a lavarse y el agua de lavado (WW 10) se alimentan por medio de bombas (P) a través de un mezclador de chorro o directamente a un reactor tubular, que contiene elementos de mezclado (Mn) adicionales. Después del paso a través del reactor tubular, la emulsión formada se separa en un separador (S). El medio de lavado, que contiene las trazas residuales de álcali e impurezas, o bien se introduce directamente como agua residual (WW 13) en la etapa de lavado 2 (WA) o bien una cantidad parcial se conduce en circuito adicionalmente, para ajustar una relación de fases predeterminada y, con ello, un tipo de emulsión definido y para minimizar el tiempo de separación de las fases. El compuesto nitroaromático (NA 13) ya liberado de ácidos minerales, nitrofenoles, ácidos nitrobenzoicos y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidativa de impurezas, compuestos nitroaromáticos isoméricos y trazas residuales de álcali se proporciona directamente a un procesamiento posterior o a un almacenamiento intermedio.

30 La figura 4 muestra un ejemplo de una instalación de producción para la fabricación de compuestos nitroaromáticos con lavado según la invención integrado de los compuestos nitroaromáticos brutos procedentes de una nitración isoterma o adiabática. El compuesto nitroaromático bruto (NA 10) 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 nitrante en el separador (S), en el lavado ácido (WS) con agua (WW 10) en la forma según la invención. Después de la separación de fases, el agua residual (WW 11) resultante, que contiene todo el ácido nítrico y ácido sulfúrico separado por lavado, conjuntamente con el ácido nítrico (WNA) obtenido a partir del tratamiento de desgasificado de la instalación de nitración en una instalación de absorbedor (A), o bien se recircula de nuevo directamente o después de concentración a una instalación SAC (SAC), conjuntamente con el ácido final (AS) procedente de la nitración o bien se suministra como agua residual que va a tratarse.

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

45 El compuesto nitroaromático (NA 12) procedente del lavado alcalino (WA) se alimenta a un lavado neutro (WN) y se lava con agua (WW 10) según el procedimiento anterior casi en una etapa. Después de la separación de fases, el agua residual (WW 13) procedente del lavado neutro (WN) se alimenta a la etapa de lavado 2 (WA) conjuntamente con una base. El compuesto nitroaromático (NA 13) lavado se suministra a un procesamiento posterior, tal como, por ejemplo, a una separación de isómeros, la reducción dando la amina correspondiente o a un almacenamiento intermedio.

50 Otras realizaciones, desviaciones, variaciones de la presente invención son reconocibles y realizables por parte de un experto al leer la descripción sin más, sin que se abandone el marco de la presente invención.

La presente invención se explicará mediante los ejemplos de realización siguientes, sin que, no obstante, se vea limitada la presente invención a los mismos.

55 Incluso cuando en los ejemplos de realización siguientes el procedimiento anterior o el aparato según la invención se explique con nitrobenzeno como compuesto nitroaromático que va a purificarse, el procedimiento o el aparato según la presente invención no están de ningún modo limitados al mismo, sino que también puede aplicarse a cualquier otro compuesto nitroaromático, por ejemplo, a los procedentes de la nitración de tolueno, clorobenzenos, xilenos, nitrobenzenos, etc., y a cualquier otra base tal como hidróxido de sodio.

Ejemplos de realización:

Ejemplo 1: Lavado alcalino en una etapa (ejemplo comparativo)

Se alimentaron 12 kg/h de un nitrobenceno 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)) conjuntamente con un licor de lavado con 0,8 g de NaOH/l (exceso de dos veces, con respecto a todos los nitrofenoles) correspondiente a una relación en peso de 1 : 1 a un tanque de agitación a 60°C. La frecuencia de giro del agitador se ajustó de modo que en el tanque de agitación hubiera presencia de una emulsión O/W con la relación de fases dosificada. El tiempo de permanencia en el tanque de agitación fue de 6 minutos. Después de la separación de fases (aproximadamente 40 minutos) el valor del pH en el licor de lavado, que contenía 1.850 ppm de nitrofenoles, era de aproximadamente 11,7. En el nitrobenceno lavado se encontraron 60 ppm de nitrofenoles. Usando un licor de lavado con 4 g/l de sosa cáustica en condiciones por lo demás iguales, pudo acortarse el tiempo de separación casi en un factor de 4 a aproximadamente 15 minutos.

Ejemplo 2: Lavado alcalino de una etapa (según la invención)

Se alimentaron 12 kg/h de un nitrobenceno 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-nitrofenoles (2-NP), 1.346 ppm de 2,4-dinitrofenoles (2,4-DNP) y 203 ppm de 2,6-dinitrofenoles (2,6-DNP) y 360 ppm de ácido pícrico (2,4,6-TNP)), con un licor de lavado con 0,8 g de NaOH/l (exceso de dos veces, con respecto a todos los nitrofenoles) en una relación en peso de 1 : 1 por medio de un mezclador de chorro con el medio de lavado como chorro central a 60°C a un reactor tubular que contenía aún adicionalmente 5 elementos de mezclados estáticos. La velocidad relativa entre el chorro central y el nitrobenceno que va a lavarse fue de 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no fue superior a 5 segundos. La caída de presión a lo largo de la totalidad de la longitud del reactor tubular fue de 0,16 MPa (1,6 bar). Después de la separación de fases de la emulsión O/W (aproximadamente 40 minutos) el valor del pH en el licor de lavado, que contenía 1.908 ppm de nitrofenoles, era de aproximadamente 11,6. En el nitrobenceno lavado se encontraron 2 ppm de nitrofenoles. Usando un licor de lavado con 4 g/l de sosa cáustica en condiciones por lo demás iguales pudo acortarse el tiempo de separación casi en un factor de 4 a aproximadamente 10 minutos. Con el compuesto nitroaromático que va a lavarse como chorro central en el mezclador de chorro se lograron los mismos resultados.

Ejemplo 3: Lavado neutro de una etapa (según la invención)

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

Ejemplo 4: Lavado alcalino de una etapa (según la invención)

Se lavaron directamente 20 kg/h de un nitrobenceno 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-nitrofenoles (2-NP), 1.346 ppm de 2,4-dinitrofenoles (2,4-DNP) y 203 ppm de 2,6-dinitrofenoles (2,6-DNP) y 360 ppm de ácido pícrico (2,4,6-TNP)), con 4 kg/h de un licor de lavado con 4 g de NaOH/l (exceso de dos veces, con respecto a todos los nitrofenoles) correspondiente a una relación en peso de compuesto nitroaromático con respecto al licor de lavado de 5 : 1, alimentándose el medio de lavado por medio de un mezclador de chorro y el compuesto nitroaromático que va a lavarse a 60°C a un reactor tubular, que contenía aún adicionalmente 5 elementos de mezclados estáticos. La velocidad relativa entre el chorro central y el nitrobenceno que va a lavarse es de 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no fue superior a 5 segundos. La caída de presión a lo largo de la totalidad de la longitud del reactor tubular fue de 0,16 MPa (1,6 bar). Después de la separación de fases de la emulsión de tipo W/O (aproximadamente 5 minutos) el valor del pH en el licor de lavado, que contenía 9.552 ppm de nitrofenoles, era de aproximadamente 12,3. En el nitrobenceno lavado aún turbio se encontraron aproximadamente 8 ppm de nitrofenoles.

Ejemplo 5: Lavado neutro de una etapa (según la invención)

Se alimentaron 20 kg/h de un nitrobenceno procedente de una nitración adiabática, que contenía después de lavado con álcali (véase, por ejemplo, el ejemplo 2, lavado alcalino) aún en total de 5 a 8 ppm de nitrofenoles en una relación en peso de 5 : 1 por medio de un mezclador de chorro con agua como chorro central a 60°C a un reactor tubular que contenía aún adicionalmente 2 elementos de mezclados estáticos. La velocidad relativa entre el chorro

5 central y el nitrobenzeno que va a lavarse es de 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular fue de aproximadamente 5 segundos. La caída de presión a lo largo de la totalidad de la longitud del reactor tubular fue de 0,06 MPa (0,6 bar). Después de la separación de fases (aproximadamente 20 minutos) el valor del pH en el agua de lavado con aproximadamente 1,5 a 4,5 ppm de nitrofenoles, era de aproximadamente 9,0. En el nitrobenzeno lavado se encontraron aún 0,5 ppm de nitrofenoles. Con el compuesto nitroaromático que va a lavarse como chorro central en el mezclador de chorro se lograron los mismos resultados.

REIVINDICACIONES

1. Aparato (instalación) para eliminar impurezas de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado,
- 5 presentando el aparato los dispositivos siguientes:
- (a) al menos un dispositivo de dispersión, en particular al menos una unidad de mezclado, para poner en contacto y emulsionar productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y medio de lavado por otra parte;
- (b) dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para alimentar la emulsión producida en el dispositivo de dispersión de productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y medio de lavado por otra parte, estando diseñado el reactor tubular de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se posibilite una eliminación de las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se transfieran las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados al medio de lavado y/o se neutralicen; y
- (c) dispuesto aguas abajo del reactor tubular, un dispositivo de separación (separador) para separar los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado.
2. Aparato según la reivindicación 1, caracterizado por que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado es un tanque de agitación, un mezclador de chorro (Jet-mixer) o una bomba, en particular una bomba centrífuga, preferentemente una bomba, en particular una bomba centrífuga, o un mezclador de chorro (Jet-mixer), de forma particularmente preferida un mezclador de chorro (Jet-mixer).
3. Aparato según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está dispuesta aguas arriba, en particular dispuesta inmediatamente aguas arriba, del reactor, en particular prolongándose el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, dentro del reactor tubular.
4. Aparato según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que el dispositivo de dispersión, en particular la unidad de mezclado, está integrado en el reactor tubular y/o es componente del reactor tubular.
5. Aparato según la reivindicación 2, caracterizado por que el mezclador de chorro produce un chorro de propulsión preferentemente central y un medio que rodea el chorro de propulsión, en particular en forma de un chorro anular.
6. Aparato según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el reactor tubular está equipado con elementos de mezclado, en particular para el suministro de energía de mezclado adicional, estando diseñados, en particular, los elementos de mezclado como placas, en particular placas de desviación o de deflexión, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente.
7. Aparato según la reivindicación 6, caracterizado por que la caída de presión por elemento de mezclado es 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 forma particularmente preferida de 0,03 a 0,08 MPa (de 0,3 a 0,8 bar)., y/o por que a través del elemento de mezclado se suministra una energía de mezclado de 10 a 1000 julios/litro, preferentemente de 10 a 500 julios/litro, de forma particularmente preferida de 20 a 200 julios/litro.
8. Aparato según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que aguas abajo del reactor tubular y aguas arriba del dispositivo de separación y/o entre el reactor tubular y el dispositivo de separación está dispuesto un tanque de agitación, en particular para aumentar el tiempo de contacto y/o de permanencia entre productos nitrados por una parte y medio de lavado por otra parte.
9. Uso de un aparato según una de las reivindicaciones 1 a 8 para llevar a cabo un procedimiento para eliminar impurezas de productos brutos nitrados producidos en la nitración de compuestos aromáticos nitrables después de la separación del ácido nitrante mediante tratamiento con un medio de lavado, en el que en el procedimiento
- (a) se ponen en contacto en primer lugar 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 modo que se produzca una emulsión,
- (b) a continuación, la emulsión resultante se alimenta a un reactor tubular, de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se eliminen las impureza presentes inicialmente en los productos brutos nitrados y/o de forma que durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular se transfieran las impurezas presentes inicialmente en los productos brutos nitrados al medio de lavado y/o se neutralicen con ello, y
- (c) a la etapa del procedimiento (b) le sigue una separación de los productos nitrados liberados de las impurezas del medio de lavado en un dispositivo de separación (separador).
10. Uso según la reivindicación 9, caracterizado por que como dispositivo de dispersión, en particular como unidad de mezclado, se usa un mezclador de chorro (Jet-mixer), en particular produciendo el mezclador 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.

5 11. Uso según la reivindicación 10, caracterizado por que el chorro de propulsión en el mezclador de chorro es el medio de lavado o si no el producto bruto nitrado que va a purificarse y/o por que la relación de velocidades entre el chorro de propulsión central y el medio que rodea el chorro de propulsión central, en particular un chorro anular, en el mezclador de chorro se ajusta en el intervalo de 1 : 5 a 30 : 1, particularmente en el intervalo de 1 : 2 a 20 : 1, de forma particularmente preferida en el intervalo de 1 : 1 a 10 : 1.

10 12. Uso según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el tiempo de permanencia en el reactor tubular es de 0,1 a 120 segundos, preferentemente de 0,1 a 60 segundos, de forma particularmente preferida de 1 a 30 segundos.

15 13. Uso según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la relación en masa entre los productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y el medio de lavado por otra parte se ajusta en el intervalo de 200 : 1 a 1 : 10, particularmente en el intervalo de 100 : 1 a 1 : 5, de forma particularmente preferida en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2, y/o por que la relación de fases entre los productos brutos nitrados que van a purificarse por una parte y el medio de lavado por otra parte se ajusta en el intervalo de 25 : 1 a 1 : 5, particularmente en el intervalo de 10 : 1 a 1 : 2, de forma particularmente preferida en el intervalo de 5 : 1 a 1 : 1.

20 14. Uso según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el medio de lavado en condiciones de operación, en particular a temperaturas a partir de 5°C, en particular a temperaturas a partir de 25°C, y a presión atmosférica, es líquido y preferentemente de base acuosa, siendo preferentemente agua, y/o por que los productos brutos nitrados que van a purificarse en condiciones de operación, en particular a temperaturas a partir de 5°C, en particular a temperaturas a partir de 25°C, y a 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 compuestos mono-, di- o trinitroaromáticos dado el caso halogenados.

25

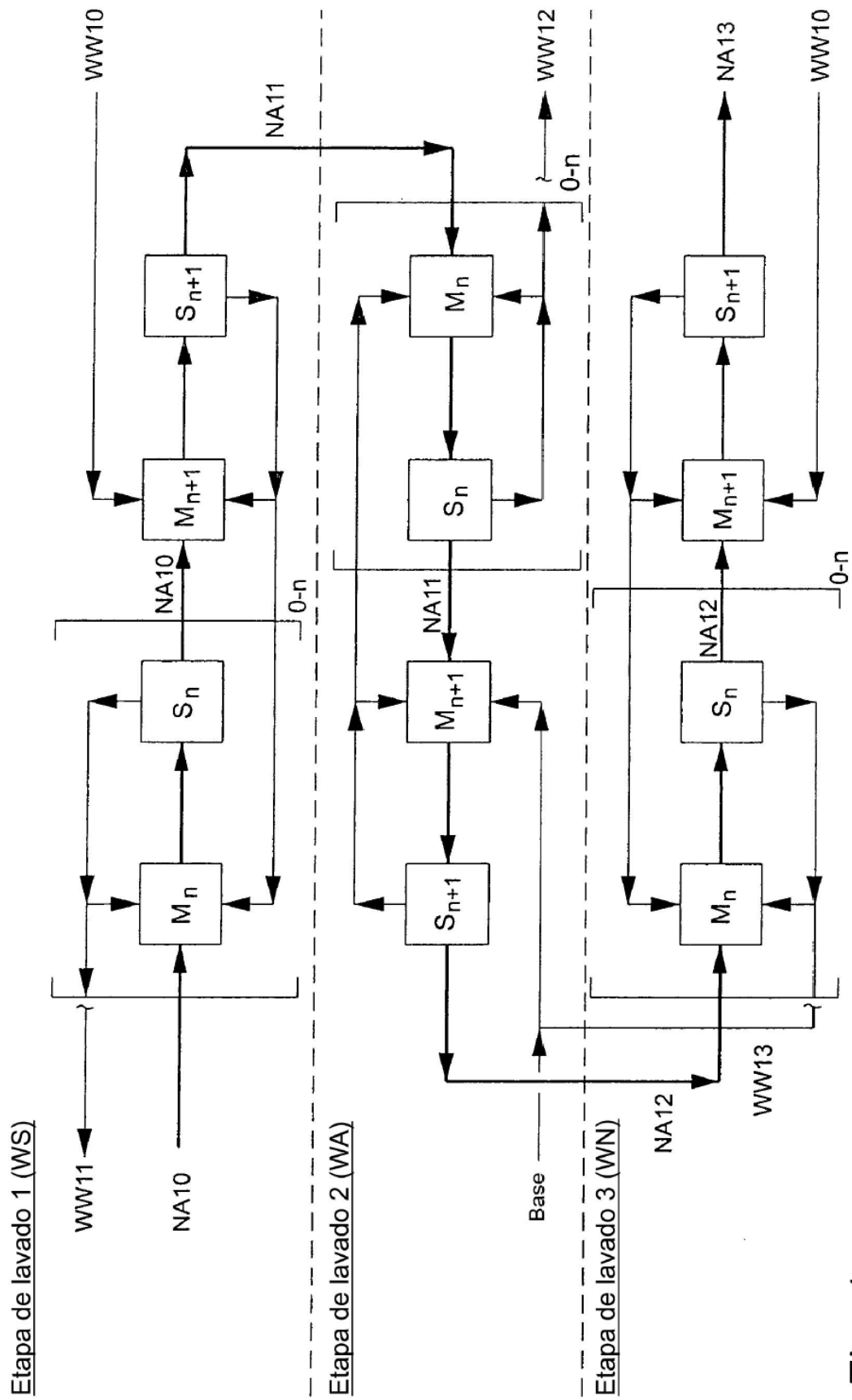


Fig. 1

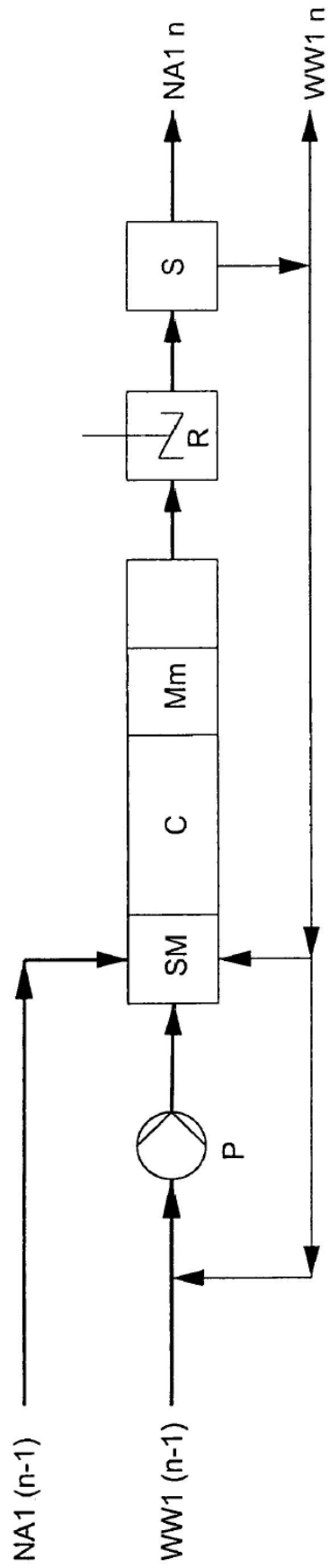


Fig. 2

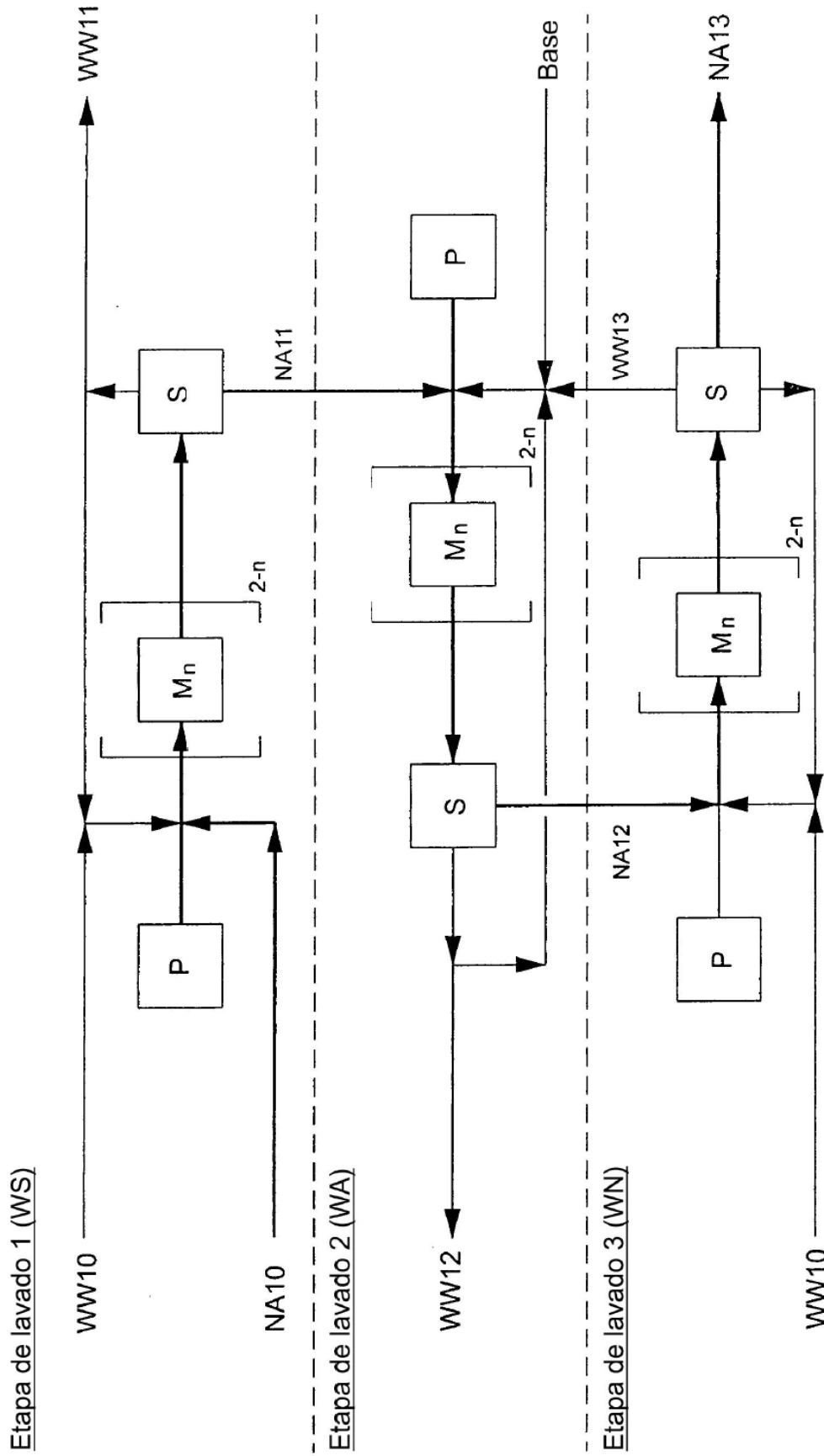


Fig. 3

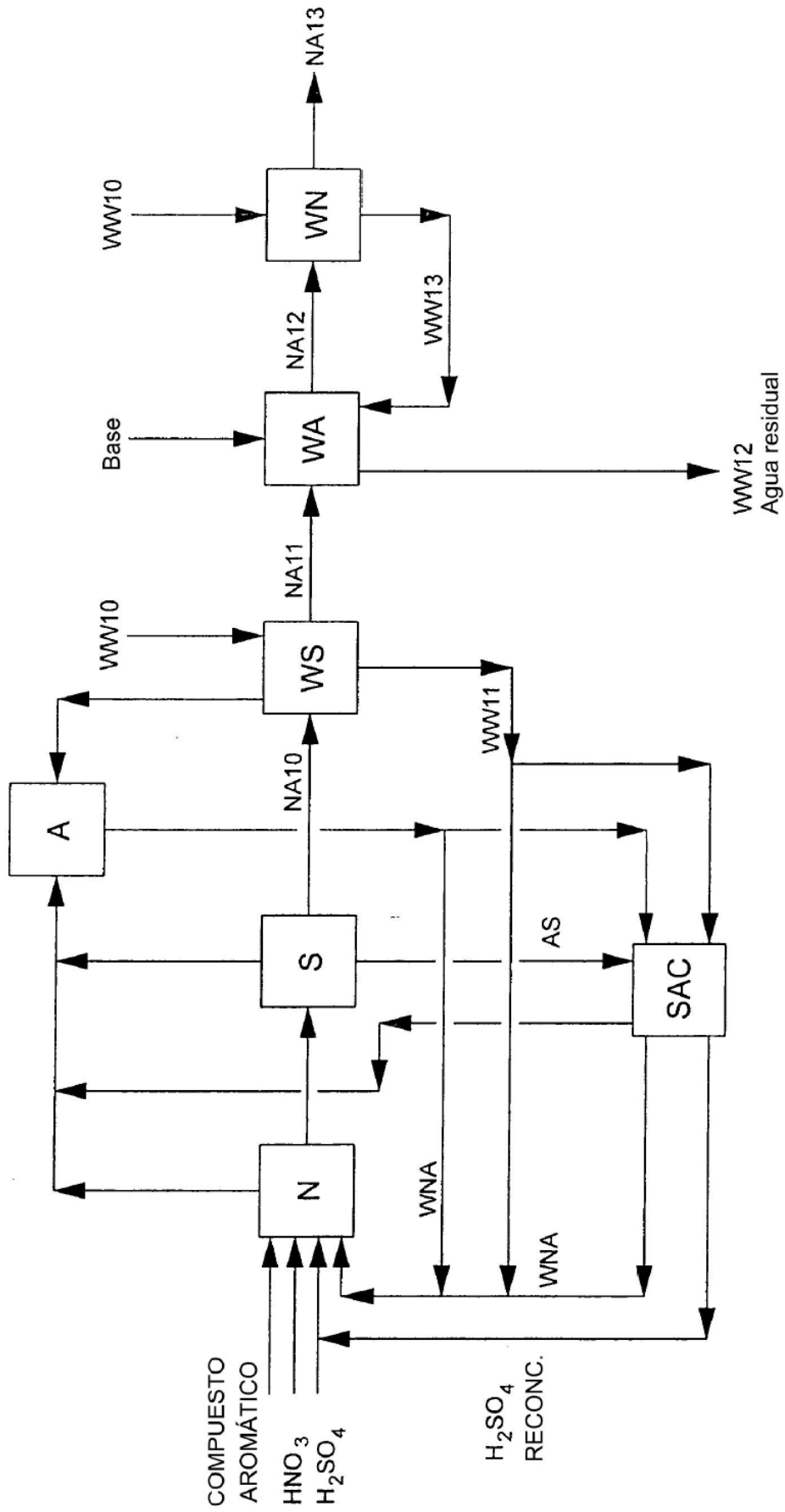


Fig. 4