

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 470**

51 Int. Cl.:

**B01D 11/04** (2006.01)

**B01J 19/18** (2006.01)

**C07C 201/02** (2006.01)

**C07C 203/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.06.2014 PCT/EP2014/063334**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.02.2015 WO15022110**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.06.2014 E 14733160 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.08.2017 EP 3008036**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para separar las impurezas producidas en la preparación de ésteres de nitrato alifáticos**

30 Prioridad:

**15.08.2013 DE 102013013474**  
**02.10.2013 DE 102013110952**

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

**29.11.2017**

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 2 644 470 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para separar las impurezas producidas en la preparación de ésteres de nitrato alifáticos

La presente invención se refiere al sector técnico de la preparación de ésteres de ácido nítrico (sinónimo designado también como ésteres de nitrato o ésteres de nitrato) de alcoholes (ciclo)alifáticos mono o polivalentes (es decir, con  
5 otras palabras la nitración de alcoholes mono o polivalentes alifáticos o cicloalifáticos para dar los correspondientes ésteres de ácido nítrico), especialmente la purificación de los ésteres de ácido nítrico brutos, nitrados, obtenidos después de la separación del ácido nitrificante.

La presente invención se refiere especialmente a un procedimiento para la separación de impurezas generadas en la preparación de ésteres de ácido nítrico alifáticos o cicloalifáticos (como, por ejemplo, en particular eductos que no  
10 han reaccionado, productos de reacción secundarios, ácido nitrante y sus productos de reacción, tales como óxidos de nitrógeno o ácido nitroso, etc.), en particular a un procedimiento para la separación de impurezas procedentes de la nitración de alcoholes nitrables alifáticos o cicloalifáticos, mono- o poli-valentes después de la separación del ácido nitrante de los ésteres de ácido nítrico brutos nitrados, obtenidos.

Por otra parte, la presente invención se refiere a la utilización de un dispositivo, respectivamente instalación, para la separación de las impurezas producidas en la preparación de ésteres de ácido nítrico alifáticos o cicloalifáticos, en particular a la utilización de un dispositivo, respectivamente instalación para la separación de las impurezas procedentes de la nitración de alcoholes nitrables, mono- o poli-valentes, alifáticos o cicloalifáticos después de la separación del ácido nitrante, de los ésteres de ácido nítrico brutos, nitrados, obtenidos.

Por último, la presente invención se refiere a la utilización de una planta de producción para la nitración de alcoholes nitrables alifáticos o cicloalifáticos, con subsiguiente purificación de los productos nitrados brutos (es decir, con subsiguiente purificación de los ésteres de ácido nítrico brutos resultantes), respectivamente a la utilización de una planta de producción para la obtención de ésteres de ácido nítrico de alcoholes mono o polivalentes, alifáticos o cicloalifáticos, con subsiguiente purificación de los productos nitrados brutos.

Ésteres de nitrato alifáticos (designados también como ésteres de ácido nítrico alifáticos, ésteres alifáticos de nitratos o similares), como por ejemplo pentaeritrita tetranitrato (PETN), trinitrato de glicerina (NGL), dinitrato de etilenglicol (EGDN), etilhexilnitrato (EHN) etc., se preparan en general en una planta de producción de trabajo continuo (por ejemplo en el caso de NGL, EGDN o de sus mezclas según el procedimiento según Schmid-Meissner o Biazzì, según el procedimiento de inyección o según el proceso N.A.B. de Nielsen y Brunnberg o en el caso de EHN según un procedimiento modificado según el documento EP 1 792 891 A1) por reacción del correspondiente alcohol (como, por ejemplo, pentaeritrita, glicerina, etilenglicol, etilhexiletanol, etc.) con ácido nítrico directamente, respectivamente solo, pero también en presencia de ácido sulfúrico como catalizador y agentes ligantes de agua. La nitración de los alcoholes (es decir, su reacción para dar ésteres de ácido nítrico) tiene lugar en general en fase líquida, esto es o bien como sustancia pura o también como mezcla, pero también en solución en disolventes inertes no miscibles con agua.

Los ésteres de nitrato brutos resultantes (a continuación designados también con el sinónimo de ésteres brutos de ácido nítrico, ésteres de nitrato brutos, productos brutos nitrados o similares) antes de continuar su elaboración tienen que ser sometidos a un lavado en varias etapas y a adicionales etapas de purificación, para separar las impurezas aun disueltas o suspendidas en los ésteres de nitrato brutos como, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido nítrico, compuestos nitrosos etc. y productos secundarios procedentes de la degradación oxidante de los alcoholes de partida, y para mejorar con ello la estabilidad de los ésteres de nitrato, los cuales en su mayor parte representan sustancias explosivas muy sensibles.

Habitualmente, el lavado de los ésteres de nitrato brutos, para separar de la mezcla de nitración los ácidos disueltos o suspendidos en ella u otros ácidos u otras impurezas extraíbles con los agentes de lavado, consta de tres etapas (véase, por ejemplo, T. Urbanski, vol. 2, páginas 97 y siguientes, en particular figuras 43, 44, 59 y 60, Pergamon Press, reimpresión 1985). Como medio de lavado se emplea habitualmente agua. Por lo general, el lavado se lleva a cabo como lavado líquido/líquido con el éster de nitrato líquido a la temperatura de lavado o como solución del mismo en un disolvente adecuado.

Este lavado en tres etapas de los productos brutos nitrados (es decir, de los ésteres de nitrato, respectivamente ésteres de ácido nítrico brutos) habitualmente comprende las siguientes etapas:

1. un lavado ácido ("lavado ácido") con agua para separar los ácidos minerales disueltos y suspendidos, como por ejemplo ácido sulfúrico, ácido nítrico y compuestos nitrosos;
2. un lavado básico, respectivamente alcalino, ("lavado básico" o "lavado alcalino") en presencia de una base, como por ejemplo carbonato de sodio (soda), bicarbonato de sodio, amoníaco, hidróxido sódico, hidróxido de potasio etc., en particular para separar los ácidos minerales y restos de compuestos nitrosos todavía presentes en el éster de nitrato después del primer lavado, y otras impurezas débilmente ácidas procedentes de una degradación oxidante del alcohol utilizado, u otros hidrocarburos alifáticos o cíclicos presentes como trazas en el alcohol de partida;

3. un lavado con agua ("lavado neutro") para separar las trazas residuales de álcali y de la posterior reducción de las impurezas aun remanentes en el producto como trazas.

Pero también se practica en parte un lavado de los ésteres de nitrato brutos directamente con solución de carbonato sódico, es decir bajo supresión de la etapa de lavado "lavado ácido", y es estado de la técnica (véase por ejemplo T. Urbanski, vol. 2, Biazzzi-Process, páginas 107 y siguientes, en particular figura 48, Pergamon Press, reimpresión 1985; T. Urbanski, Vol. 4, página 328, Pergamon Press 1984; B. Brunnberg, Industrial and Laboratory Nitration, ACS Symposium Series N° 22 (Editores: L.F. Albright and H.J.T. Hanson), página 341, Washington D.C. 1976).

El objeto de estas etapas de lavado es obtener junto a un producto puro con alta estabilidad la menor agua residual posible por tonelada de producto, debiendo estar presentes en el agua residual las impurezas extraídas por lavado y las trazas de ésteres de nitrato aun existentes correspondientes a su solubilidad, de tal modo, que su desecho se pueda llevar a cabo a un coste favorable.

Para minimizar las cantidades de agua necesarias para estos lavados y para la recuperación de las considerables cantidades de ácidos, sobre todo de ácido nítrico, disueltos en los ésteres de nitrato brutos, se puede llevar a cabo el lavado – como, por ejemplo, se describe en los documentos DE-PS 505 424 y DE-PS 546 718 – con una reducida cantidad de agua en la primera etapa de lavado ("lavado ácido"), de tal modo que se obtenga un ácido de lavado con un contenido de ácido nítrico de fuerza 20 a 60%, respectivamente de 35% a 55% y de hasta 15% de ácido sulfúrico. Este ácido de lavado se puede elaborar directamente o junto con el ácido nitrante.

Por otra parte, el lavado se puede llevar a cabo, por ejemplo a contracorriente, de tal modo que el agua de lavado procedente de la tercera etapa de lavado ("lavado neutro") se pueda emplear, directamente o después de la adición de bases en el lavado del éster de nitrato, en la segunda etapa de lavado ("lavado alcalino") y esta agua de lavado procedente de la segunda etapa de lavado (es decir de la etapa de lavado alcalino) se lleve a la primera etapa de lavado (es decir el lavado ácido) (véase DE-PS 505 424 y DE-AS 1 135 876).

Es habitual, que por motivos de seguridad en el caso de estas tres etapas de lavado se prefieran inyectores (bombas de chorro) como transportadores con el medio de lavado como agente propulsor entre cada una de las etapas de lavado y que el lavado propiamente dicho se lleve a cabo en columnas de lavado accionadas con aire. Una vez terminado el lavado el éster de nitrato limpio se transporta como emulsión en agua a un almacén o a continuar su elaboración.

En el documento DE-PS 710 826 se describe un procedimiento, en el cual el lavado en tres etapas de ésteres de nitrato de alcoholes polivalentes se lleva a cabo a contracorriente en columnas de lavado agitadas por aire, en este caso los ésteres de nitrato se mezclan previamente con el líquido de lavado en inyectores y con esta emulsión previamente mezclada se alimenta la columna de lavado con ayuda de inyectores de aire. Al final del lavado el éster de nitrato lavado, después de la separación de fases, se transporta al almacén por medio de inyectores que son accionados con agua de transporte movida en circuito cerrado. También en el procedimiento de lavado documentado en T. Urbanski, Volumen 2, páginas 97 y siguientes, en particular figuras 59 y 60, Pergamon Press, Reimpresión 1985, se aplica el procedimiento de lavado descrito en el documento DE-PS 710 826 junto con el procedimiento con inyectores.

Para la separación de un material de una mezcla de sustancias por extracción/lavado en un material no miscible con esta mezcla de sustancias, como en el caso presente de la mezcla de éster de nitrato líquido/impurezas, con agua, es necesario para una extracción con éxito de las impurezas de la mezcla de sustancias, distribuir entre sí las dos fases no miscibles – sea como emulsión-aceite-en-agua (emulsión O/W) sea como emulsión-agua-en-aceite (emulsión W/O) – de tal modo, que durante un tiempo suficientemente largo exista una superficie de intercambio entre las fases no miscibles, de tal orden, que se alcance el equilibrio de distribución para las sustancias a extraer y que en la fase extracto, por reacciones subsiguientes, las sustancias extraídas aún se puedan transformar, de modo que ya no sea posible una extracción de retorno.

Es sabido, que inyectores o aspiradores de chorro son adecuados para mezclar entre sí líquidos miscibles, pero que los inyectores no son adecuados como órganos de dispersión para dos líquidos no mezclables entre sí. Para un buen lavado los tamaños de gotas generados en el inyector no son suficientemente pequeños. La estabilidad de la emulsión generada es demasiado baja y la superficie de intercambio para el intercambio de sustancias – unida al corto tiempo de permanencia en el tubo de mezclado del inyector (aproximadamente 1 segundo) – es por ello demasiado pequeña.

Las emulsiones poco estables de ésteres de nitrato en agua generadas con inyectores tienden por tanto a una rápida separación de fases. Esto es particularmente problemático para el transporte de tales emulsiones a distancias largas. Como claramente se describe en el documento DE-PS 973 718, en las tuberías de transporte largas, poco adecuadas – siempre que se transporta una sola emulsión – se produce fácilmente una separación de aceite explosivo y agua. Se puede formar una capa consistente de aceite explosivo, la cual hace posible una detonación destructiva.

Para atajar la coalescencia de los ésteres de nitrato una vez que han abandonado el inyector y especialmente en el transporte de la emulsión para evitar una detonación destructiva por el aceite segregado, se proponen procedimientos – como se describen por ejemplo en el documento US 2 140 897 A, el DE-PS 820 575, el DE-PS 973 718, el DE-AS 1 058 093, el DE-OS 1571 221 o el DE-OS 2 055 093 - los cuales permiten estabilizar la emulsión del éster de nitrato en agua, respectivamente atajar la formación de láminas de fluido de ésteres de nitrato segregados capaces de una detonación destructiva. Esto tiene lugar preferentemente por la adición por mezcla de aire o por nueva emulsión con aire, pero también por la interrupción de la corriente de emulsión con agua o aire.

Pero también es conocido, que burbujas de aire en el éster de nitrato líquido pueden elevar esencialmente no solo su sensibilidad a los golpes, provocada por compresión adiabática (véase DE-OS 1 571 221), sino que la mezcla de dos fases de aire adicional absorbido, como ya se describe en el documento DE-AS 1 058 039, puede dar lugar a emulsiones tan estables que únicamente es posible una separación de fases empleando separadores centrífugos.

Este peligro de una inclusión de aire en el éster de nitrato líquido se puede atajar por medio de las medidas descritas en los documentos DE-OS 1 571 221 y DE-OS 2 055 093. Interrumpiendo la columna de emulsión homogénea en la tubería de transporte por medio de una columna de agua libre de ésteres de nitrato se ataja eficazmente la formación de un hilo explosivo apta para una detonación destructiva, por la rápida coalescencia del éster de nitrato emulsionado en el inyector.

Las dispersiones de éster de nitrato en agua de lavado, poco estables, generadas por el inyector, con su efecto dispersor relativamente bajo o al contrario, y como consecuencia de su superficie de intercambio no óptima para un lavado efectivo (además junto con el muy corto tiempo de permanencia en la zona de mezcla del inyector) únicamente permiten una separación incompleta de las impurezas en el éster de nitrato a purificar. Por ello, para alcanzar los grados de purificación deseados, los inyectores se acoplan a recipientes de tiempo de permanencia con dispersión activa.

Por ello, para el lavado de los ésteres de nitrato a purificar se utilizan habitualmente como aparatos de lavado en cada una de las etapas de lavado columnas de lavado habitualmente accionadas por aire (DE-PS 710 826) en unión con inyectores como medio de transporte, o cascadas de calderas de agitación junto con inyectores (T. Urbanski, Volumen 4, página 328, en particular figura 46, Pergamon Press 1984). La utilización de columnas de lavado agitadas con aire es complicada y cara y ya no corresponde a los conceptos actuales de seguridad, según los cuales se debe evitar la presencia de burbujas de aire en el éster de nitrato (DE-OS 1 571 221). También son complicadas y caras las cascadas de calderas de agitación.

También es complicada y cara la utilización solo de inyectores, es decir sin recipientes de permanencia, como se propone en el documento DE-AS 1 039 049. Para alcanzar una purificación óptima con inyectores, sin recipientes de permanencia y dispositivos de dispersión adicionales, hay que trabajar en varios pasos en cada etapa de lavado, para que se pueda obtener la pureza y estabilidad deseadas para la posterior elaboración del éster de nitrato.

El transporte de la emulsión de ésteres de nitrato como se describe en los documentos DE-OS 1 571 221 y en el DE-OS 2 055 093, es poco adecuado como etapa de lavado adicional para separar las trazas de agente de lavado, que procedentes de las etapas de lavado dispuestas previamente aún fueron arrastradas como micro emulsión, puesto que debido a su emulsión poco estable generada por un inyector, con gotas relativamente gruesas, únicamente posee a los sumo una acción de pulido.

El documento DE 10 39 049 B se refiere a un procedimiento continuo para la preparación de ésteres de ácido nítrico y nitrocompuestos orgánicos por nitración con ácido nitrante, en el cual los componentes de la reacción se aportan con un contenido calórico adecuado a la débil reacción de nitración, se mezclan y se hacen reaccionar en un inyector, después de lo cual la mezcla de reacción se lleva a un separador, en el cual se separan los productos nitrados formados del exceso de ácido, llevándose a cabo la mezcla en un inyector, en el cual el ácido nitrante se introduce a presión, succionando al inyector el otro componente de reacción desde un depósito, y por cierto en unas condiciones tales, que la mezcla de los componentes de la reacción y la reacción tiene lugar momentánea y esencialmente por completo en el reactor y, por lo tanto, en un espacio muy limitado.

El documento WO 2012/156095 A1 se refiere a un procedimiento para la separación de impurezas de los productos nitrados brutos generados en la nitración de compuestos aromáticos nitrables, después de la separación del ácido nitrante por tratamiento con un medio de lavado, así como a una instalación, respectivamente dispositivo, adecuado para llevar a cabo este procedimiento, y a una instalación correspondiente para la nitración de compuestos aromáticos nitrables, con la subsiguiente purificación de los productos nitrados.

En resumen, los procedimientos e instalaciones para la purificación de ésteres de nitrato conocidos según el estado actual de la técnica, o no trabajan con alta eficiencia o bien ya no son satisfactorios desde el punto de vista de las normativas modernas de seguridad técnica.

Por consiguiente la presente invención tiene como fundamento la misión de poner a disposición un procedimiento y una instalación para la separación de impurezas generadas en la preparación de ésteres de nitrato alifáticos, en particular para la separación de impurezas producidas en la nitración de alcoholes alifáticos nitrables, mono o

5 polivalentes, después de la separación de los ácidos nitrantes, con subsiguiente purificación de los ésteres de nitrato brutos nitrados, así como una planta (de producción) para la nitración de alcoholes alifáticos nitrables mono o polivalentes con subsiguiente purificación de los ésteres de ácido nítrico nitrados, que debe en gran medida al menos los problemas y desventajas anteriormente descritos que se presentan en relación con el estado actual de la técnica.

En particular se considera una misión de la presente invención poner a disposición un procedimiento y un dispositivo, respectivamente una instalación adecuados para la ejecución de este procedimiento, con los cuales pueda ser posible una purificación eficiente de los ésteres de nitrato tal como resultan de la nitración de alcoholes mono o polivalentes después de la separación de los denominados ácidos nitrantes.

10 Por otra parte, existe una misión en la presente invención de que el lavado en medios disolventes inertes de los ésteres de nitrato brutos resultantes después de la separación del ácido nitrante o de sus soluciones, en los cuales pueden estar presentes cantidades significativas de impurezas, como por ejemplo, todavía ácido nitrante arrastrado, ácido sulfúrico disuelto, ácido nítrico, compuestos nitrosos, productos de degradación procedentes de la degradación oxidante de los alcoholes de partida etc., por así decirlo se lleve a cabo en una sola etapa en cada paso de lavado, de forma que los ésteres de nitrato lavados estén libres de ácidos y de restos de sustancias ácidas y solubles en agua procedentes de la degradación oxidante del alcohol de partida a nitrar y/o del producto, para que el producto tratado de este modo satisfaga las respectivas exigencias en cuanto a su estabilidad, otras exigencias relevantes en seguridad y cualquier otra especificación sobre el producto, y para que por mayor reducción de las cantidades de éster de nitrato en la instalación aumente la seguridad en la instalación y, finalmente, para que la complejidad y los costes para ello sean manifiestamente menores que en los procedimientos y dispositivos del estado actual de la técnica, utilizados hasta ahora.

La fijación de cometidos anteriormente descrita se resuelve conforme a la invención por medio de un procedimiento conforme a la reivindicación 1; otros ventajosos desarrollos y variantes del procedimiento conforme a la invención son objeto de las reivindicaciones subordinadas relativas a ello.

25 Otro objeto más de la presente invención es la utilización de un dispositivo, respectivamente una planta, conforme a la correspondiente reivindicación independiente subordinada (reivindicación secundaria); otros desarrollos y variantes ventajosas de este aspecto conforme a la invención son objeto de las reivindicaciones subordinadas relativas a ello.

30 Además, es objeto de la presente invención la utilización de una planta de producción según la correspondiente reivindicación subordinada (reivindicación secundaria); otros ventajosos desarrollos y variantes de este aspecto conforme a la invención son objeto de las reivindicaciones subordinadas relativas a ello.

Se sobreentiende, que las variantes, formas de ejecución y ventajas o similares que a continuación se expondrán para un solo aspecto de la invención con objeto de evitar repeticiones innecesarias, por supuesto son también correspondientemente válidas para los restantes aspectos de la invención.

35 Por otra parte, se sobreentiende, que en el caso de los siguientes datos de valores, cifras e intervalos los correspondientes datos de valores, cifras e intervalos no se deben entender como delimitantes; para el experto en la materia se entiende, que condicionado por el caso particular o en relación a la aplicación, puede haber discrepancias de los intervalos, respectivamente de los datos dados, sin haber salido del marco de aplicación de la presente invención.

40 Además, tiene validez, que todos los datos de valores, respectivamente parámetros, o similares que se mencionan a continuación básicamente se pueden determinar con procedimientos de determinación normalizados, respectivamente estandarizados, o son dados explícitamente o bien se determinan con métodos de determinación en sí habituales para el experto en este sector.

Dicho esto por adelantado, a continuación se describirá la presente invención con mayor detalle.

45 Objeto de la presente invención – conforme a un primer aspecto de la presente invención – es por lo tanto un procedimiento para separar las impurezas que se producen en la preparación de ésteres alifáticos o cicloalifáticos del ácido nítrico (ésteres de nitrato, respectivamente ésteres de nitrato), especialmente un procedimiento para la separación de impurezas que se producen en la nitración de alcoholes nitrables, mono o polivalentes alifáticos o cicloalifáticos, después de la separación de los ésteres de ácido nítrico brutos producidos, del ácido nitrante, por tratamiento con al menos un medio de lavado, comprendiendo el procedimiento los siguientes pasos:

50 (a) primero los ésteres de ácido nítrico brutos (es decir, los productos brutos nitrado obtenidos después de la separación del ácido nitrante) se ponen en contacto con un medio de lavado, distribuyéndose íntimamente entre sí los ésteres de ácido nítrico brutos y el medio de lavado de tal modo, que resulta una emulsión (es decir, con otras palabras, en esta primera etapa del procedimiento se prepara (a) una emulsión, respectivamente dispersión de los productos brutos nitrados por un lado y el medio de lavado, por otro); y

(b) a continuación, la emulsión resultante se aporta a un reactor tubular, estando equipado el reactor tubular con elementos de mezcladura, especialmente para el aporte adicional de energía de mezcladura, de modo que durante el paso de la emulsión por el reactor tubular las impurezas presentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se separan al menos en parte, y/o que durante el paso de la emulsión por el reactor tubular las impurezas presentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se transfieren al menos en parte al medio de lavado y/o, por ello, se neutralizan.

Por lo tanto, el procedimiento conforme a la invención es excelentemente adecuado para la purificación de los productos brutos nitrados que se producen en la nitración de alcoholes nitrables mono o polivalentes alifáticos o cicloalifáticos – después de la separación del ácido nitrante – (es decir, por lo tanto, con otras palabras, para la purificación de los ésteres de ácido nítrico brutos resultantes).

Por lo tanto, el principio de la presente invención consiste primero, entre otras cosas, en poner en contacto con un medio de lavado la cantidad de impurezas aún significativas contenidas en los ésteres de nitrato brutos, procedentes de la nitración - después de la separación del ácido nitrante (por ejemplo en un separador), y convertir la mezcla de ésteres de nitrato a purificar y el medio de lavado en una emulsión, respectivamente dispersión y, a continuación, introducir la emulsión o dispersión en un reactor tubular para que las impurezas contenidas al principio en los ésteres de nitrato a purificar pasen al medio de lavado, respectivamente se neutralicen por ello y, de este modo, se origine un éster de nitrato purificado.

Las típicas impurezas a separar comprenden, por ejemplo, eductos sin reaccionar (es decir especialmente alcoholes mono o polivalentes alifáticos o cicloalifáticos de partida sin reaccionar y ácidos minerales de partida sin reaccionar, sobre todo ácido nítrico y eventualmente ácido sulfúrico, siempre que se utilice como educto) y productos secundarios de reacción (especialmente productos de reacción del ácido nítrico, tales como, por ejemplo, ácido nitroso, compuestos nitrosos, etc. y productos de reacción secundarios de los alcoholes de partida tales como productos de oxidación, tales como, por ejemplo, ácidos carboxílicos, aldehídos, cetonas, productos de degradación o de escisión, dióxido de carbono, etc.).

Tal como ha descubierto la firma solicitante de forma totalmente sorprendente, la utilización de un reactor tubular con elementos de mezcladura adicionales – en combinación de un dispositivo de dispersión, respectivamente emulsión antepuesto – lleva a que se pueda conseguir un entremezclado particularmente bueno y una distribución particularmente íntima y fina del medio de lavado, por un lado, y de los ésteres de nitrato a purificar o de sus soluciones, por otro, de modo que de esta manera se pueden separar las impurezas, por así decir en una sola etapa del procedimiento (a saber en el marco del tratamiento en el reactor tubular) totalmente o al menos esencialmente de forma completa.

A diferencia con el estado de la técnica, se evitan por lo tanto de forma eficiente las ulteriores etapas complejas del procedimiento para la purificación del éster de nitrato bruto sin que haya que aceptar mermas de calidad en la purificación de los ésteres de nitrato brutos. Por el procedimiento conforme a la invención se garantizan también los estándares de seguridad requeridos.

Sorprendentemente, el reactor tubular con los elementos de mezcladura adicionales, empleado conforme a la invención para el tratamiento del éster de nitrato bruto - en combinación con el dispositivo de dispersión antepuesto para la creación de la dispersión de partida de medio de lavado y éster de nitrato bruto – garantiza una dispersión de tal modo íntima y fina del éster de nitrato bruto, por un lado, y medio de lavado, por otro, que en el marco del tratamiento en el reactor tubular conforme a la etapa (b) del procedimiento se transfieren al menos esencialmente todas las impurezas al medio de lavado, o respectivamente son neutralizadas por este, de manera que a continuación (es decir, después de finalizar la etapa (b) del procedimiento, se pueden separar junto con el medio de lavado del éster de nitrato entonces purificado).

A saber, de manera sorprendente se ha puesto de manifiesto que, en el marco de la presente invención es posible llevar a cabo un lavado de los ésteres de nitrato con éxito en casi una sola etapa – pero también en el caso de una elevada carga de impurezas tales como ácido nitrante, ácido nítrico, etc. – y, por cierto, por una sencilla y barata combinación de bombas de chorro (inyectores) o mezcladores de chorros (mezcladores-jet, respectivamente *Jet-Mixing-Devices*), pero también por otros órganos de dispersión, en combinación con dispositivos adicionales tales como mezcladores estáticos, obturadores, etc., en el reactor tubular conectado detrás, lo que permite no solo introducir una energía de mezcladura exactamente definida en la mezcla de las fases no miscibles entre sí, sino que asegurar también un tiempo de permanencia que permita también el transcurso de lentas reacciones posteriores, a ser posible cuantitativamente. Las emulsiones de la fase orgánica a purificar en el medio de lavado (tipo O/W) o el medio de lavado en la fase orgánica (tipo W/O), que se pueden obtener por ello, proporcionan la superficie límite entre ésteres de nitrato a lavar y medio de lavado, necesaria para una transferencia de masas efectiva y óptima.

Una particularidad de la presente invención se puede ver también, en que el reactor tubular está equipado con elementos de mezcladura, especialmente elementos de mezcladura estáticos, para el aporte adicional de energía de mezcladura, pudiendo estar diseñados los elementos de mezcladura por ejemplo en forma de chapas, especialmente pantallas de choque o de cambio de dirección, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente). Esto lleva a que la distribución por tamaños de gota existente originariamente no sólo

se mantiene, sino que se ajusta de tal manera que durante el paso de la emulsión por el reactor tubular las impurezas existentes al principio en los productos brutos nitrados se transfieren totalmente al medio de lavado y/o son neutralizadas por este.

5 En lo que concierne al éster de ácido nítrico alifático (éster de nitrato) a purificar, este se puede seleccionar a partir de ésteres de nitrato arbitrarios de alcoholes alifáticos mono o polivalentes. Especialmente, el éster de ácido nítrico a purificar se puede seleccionar a partir de (i) ésteres de ácido nítrico de monoalcoholes alifáticos o cicloalifáticos, especialmente de monoalcoholes alifáticos o cicloalifáticos lineales o ramificados, especialmente de hexanoles, heptanoles, octanoles, etilhexilalcohol y ciclohexanol; (ii) ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos bivalentes, especialmente de etilenglicol y propilenglicol y sus oligómeros y polímeros tales como etilen- o propilen-diglicol, etilen- o propilen-triglicol y polietilenglicol o polipropilenglicol; (iii) ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos trivalentes, especialmente de trimetiletano y glicerina; (iv) ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos tetra- o poli-valentes, especialmente de pentaeritrita y dipentaeritrita.

15 Tal como se ha expuesto anteriormente, el reactor tubular empleado en la etapa (b) del procedimiento está equipado con elementos de mezcladura para el aporte adicional de energía de mezcladura. De esta manera no solo se puede mantener la distribución por tamaño de gota existente originalmente, sino que se puede ajustar de tal manera que, durante el paso de la emulsión a través del reactor tubular, las impurezas existentes en un principio en los productos brutos nitrados se transfieren al medio de lavado, respectivamente se neutralizan por este.

Especialmente, los elementos de mezcladura presentes en el reactor tubular son elementos estáticos, es decir que los elementos de mezcladura están diseñados especialmente como elementos de mezcladura estáticos.

20 Conforme a una forma de ejecución particular los elementos de mezcladura, especialmente los elementos de mezcladura estáticos, pueden estar fijados en la pared interior del mezclador tubular, especialmente pueden estar unidos a las paredes internas del reactor tubular, preferentemente de forma permanente o también disoluble.

25 Conforme a otra forma particular de ejecución, alternativa, los elementos de mezcladura pueden estar configurados como elementos insertables. En este caso, los elementos insertables, según sea necesario, se pueden insertar en el reactor tubular en función del número y/o posición, respectivamente se pueden posicionar en el reactor tubular.

Especialmente, los elementos de mezcladura pueden estar configurados en forma de chapas, especialmente pantallas de choque o de cambio de dirección, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente.

30 Conforme a otra forma de ejecución ulterior en el reactor se disponen 1 a 15 elementos de mezcladura, especialmente 2 a 15 elementos de mezcladura, preferentemente 2 a 10 elementos de mezcladura y de modo particularmente preferido 2 a 5 elementos de mezcladura. Esto lleva a una emulsión particularmente buena de los productos brutos a purificar y del medio de lavado.

35 En este sentido es, además, ventajoso que a través de los elementos de mezcladura se disponga en el reactor tubular de una energía de mezcladura suficiente para el entremezclado de los productos brutos y el medio de lavado. En este sentido, es particularmente ventajoso que en total se aporte al reactor tubular una energía de mezcladura (es decir energía de mezcladura referida a volumen) de 20 a 1000 Julios/litro, preferentemente 25 a 500 Julios/litro, de modo particularmente preferido 30 a 200 Julios/litro.

En este sentido, la caída de presión por elemento de mezcladura debería ser 0,2 bar a 3,0 bar, preferentemente 0,3 a 1,5 bar, de modo particularmente preferido 0,3 a 0,8 bar.

40 Como elementos de mezcladura son preferentemente adecuados elementos de mezcladura estáticos, especialmente en forma de los denominados mezcladores estáticos o mezcladores estáticos. En este caso, se trata de dispositivos para mezclar fluidos, en los cuales solo el movimiento de la corriente provoca la mezcladura, y los cuales no disponen de elementos móviles. Están constituidos por elementos influenciados por la corriente en un tubo; éstos dividen alternativamente la corriente de sustancia y la reúnen después de nuevo, por lo que se consigue la mezcladura.

45 Por lo tanto, conforme a la invención, para evitar la coalescencia de la emulsión de lavado después de un corto tiempo y, por ello, una extracción incompleta de las impurezas a retirar del éster de nitrato a purificar, se ha previsto que el reactor tubular para llevar a cabo la etapa (b) del procedimiento esté equipado con elementos de mezcladura, especialmente para el aporte adicional de energía de mezcladura; de esta manera se pueden conseguir resultados de limpieza particularmente buenos, puesto que por los elementos de mezcladura adicionales se consigue, por un lado una distribución aún mejor, particularmente íntima del medio de lavado y éster de nitrato a purificar, por otro, y que se pueda mantener en toda la longitud del reactor tubular. En el caso de los elementos de mezcladura adicionales distribuidos ventajosamente a lo largo del reactor, se puede tratar especialmente de chapas, especialmente pantallas de choque o de cambio de dirección, obturadores, mezcladores estáticos, divisores de corriente o análogos, para mantener la emulsión de tipo O/W o W/O. Conforme a la invención, se prefiere que el reactor tubular disponga de 1 a 15 elementos de mezcladura, especialmente 2 a 15 elementos de mezcladura, preferentemente 2 a 10 elementos de mezcladura, de modo particularmente preferido 2 a 5 elementos de

mezcladura; estos elementos de mezcladura pueden estar distribuidos sobre toda la longitud del reactor tubular. Preferentemente, los elementos de mezcladura se pueden insertar, según se requiera, como elemento de inserción en el reactor tubular.

5 En lo que concierne a la preparación de la emulsión, respectivamente dispersión en la etapa (a) del procedimiento, ésta tiene lugar en general mediante un dispositivo de dispersión, respectivamente de emulsión adecuado, especialmente mediante un órgano de mezcladura adecuado.

En el marco de la presente invención, como dispositivo de dispersión, respectivamente de emulsión, especialmente como órgano de mezcladura, se puede emplear, por ejemplo, un mezclador de chorro (mezclador-jet) o una bomba de chorro, especialmente una bomba de chorro (inyector).

10 Una bomba de chorro (inyector) es una bomba en la cual la acción de bombeo se crea por un chorro de fluido ("medio de propulsión"), el cual por cambio de impulso aspira otro medio ("medio de succión"), lo acelera y lo compacta/transporta, siempre que se encuentre a una suficiente presión. Como inyector se designa habitualmente una bomba de chorro que crea una sobrepresión, lo que tiene predominantemente un efecto compactante.

15 En el marco de la presente invención el dispositivo de dispersión respectivamente de emulsión, especialmente el órgano de mezcladura, puede crear especialmente un chorro de propulsión (chorro central) y un chorro anular que rodea el chorro de propulsión. En este caso, el chorro de propulsión se forma por el medio de lavado y el chorro anular por el éster de ácido nítrico bruto a purificar.

20 Conforme a una forma de ejecución particular, se puede haber previsto que, como dispositivo de dispersión, respectivamente emulsión, especialmente como órgano de mezcladura, se emplee un mezclador de chorro (mezclador-jet) o una bomba de chorro (inyector). En este caso, especialmente el mezclador de chorro o la bomba de chorro puede crear un chorro propulsor preferentemente central y un medio que circunde el chorro propulsor, especialmente en forma de chorro anular, pudiendo estar formado el chorro propulsor preferentemente por el medio de lavado y el chorro anular por el éster de ácido nítrico bruto a purificar (fundamentalmente, pudiendo ser también posible el funcionamiento en sentido inverso, es decir el éster de ácido nítrico bruto a purificar como chorro propulsor y el medio de lavado como chorro anular, aunque esta forma de realización es menos preferida).

25 Como mezclador de chorro o bomba de chorro se pueden emplear fundamentalmente todo tipo de mezcladores de chorro o bombas de chorro, que mediante el chorro propulsor central como chorro libre, el cual puede estar constituido fundamentalmente o bien por el medio de lavado o por el éster de nitrato a lavar, permitan inyectar con elevada velocidad relativa el éster de nitrato a lavar o el medio de lavado, de tal manera que, o bien el éster de nitrato a lavar en el medio de lavado o el medio de lavado en el éster de nitrato a lavar se distribuyan en forma de emulsión con gran superficie límite. Dispositivos de este tipo se describen, por ejemplo, en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2003, 5ª edición, vol. B4, páginas 87/88 y 565 a 571, pero también en Perry's Chemical Engineers' Handbook, McGraw-Hill Book Company, 1984, 6ª edición, páginas 5-21 a 5-23, o también en la solicitud de patente alemana DE 2 151 206.

30 Tal como se ha expuesto anteriormente, el chorro propulsor (central) en el mezclador de chorro puede ser en este caso el medio de lavado y el medio circundante, el éster de nitrato a purificar; pero alternativamente el chorro propulsor (central) también puede estar formado por el producto bruto nitrado a purificar, y el medio que circunda el chorro propulsor (central), por el medio de lavado. Las dos formas de ejecución alternativas llevan al resultado deseado. Sin embargo, conforme a la invención se prefiere que el chorro propulsor (central) en el mezclador de chorro sea el medio de lavado, y el medio circundante sea el éster de nitrato bruto a purificar.

35 Resultados particularmente buenos en relación a la purificación de los productos brutos a purificar se consiguen cuando el dispositivo de dispersión, respectivamente de emulsión, especialmente el órgano de mezcladura, forma un chorro propulsor (chorro central) y un chorro anular que circunda el chorro propulsor (formándose en este caso, preferentemente el chorro propulsor por el medio de lavado, y el chorro anular por el éster de ácido nítrico a purificar), de modo que la relación de velocidades entre el chorro propulsor por un lado, y el chorro anular circundante del chorro propulsor, por otro, se ajuste en un intervalo de 1 : 6 a 35 : 1, preferentemente en el intervalo de 1 : 2 a 25 : 1, de modo particularmente preferido en el intervalo de 1 : 1 a 12 : 1. De esta manera se consigue una distribución particularmente íntima y fina de medio de lavado, por un lado, y producto bruto a purificar, por otro y, por consiguiente, una purificación particularmente eficiente.

40 La velocidad de fluencia de la emulsión, respectivamente de dispersión de medio de lavado y productos brutos en el reactor tubular (es decir detrás del dispositivo de dispersión) se debería ajustar en el intervalo de 0,1 a 15,0 m/s, preferentemente 0,5 a 10 m/s.

45 Conforme a una forma de ejecución de la presente invención, se puede prever que el dispositivo de dispersión, respectivamente de emulsión empleado en la etapa (a) del procedimiento, especialmente el órgano de mezcladura, se coloque delante del reactor tubular, especialmente inmediatamente delante. Conforme a una disposición particular de esta forma de ejecución, puede estar previsto que el dispositivo de dispersión, respectivamente emulsión, especialmente el órgano de mezcladura penetre en el reactor tubular.



- 5 Pero del mismo modo, también es posible que el dispositivo de dispersión, respectivamente de emulsión, especialmente el órgano de mezcladura esté integrado en el reactor tubular, respectivamente sea parte componente del reactor tubular. Para este fin, el dispositivo de dispersión, respectivamente de emulsión se puede disponer, por ejemplo, en la parte superior situada respectivamente aguas arriba del reactor. Una forma de ejecución de este tipo es especialmente posible cuando el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura está configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o como bomba de chorro (inyector).
- 10 En lo que concierne al tiempo de permanencia de la emulsión de medio de lavado, por un lado, y éster de nitrato, por otro, en el reactor tubular (aparato de lavado) en el marco de la etapa (b) del procedimiento, este puede variar en amplios intervalos. Particularmente ventajoso es que el tiempo de permanencia en el reactor tubular sea 0,05 a 130 segundos, preferentemente 0,1 a 70 segundos, de modo particularmente preferido 1 a 35 segundos. De esta manera se consiguen resultados de lavado particularmente buenos, puesto que por un lado se garantiza un suficiente tiempo de permanencia mínimo, pero por otra parte también un rendimiento económico.
- 15 En el marco de la purificación son también importantes la relación de masas y fases entre los productos brutos nitrados a purificar por un lado, y el medio de lavado, por otro, la cual puede variar en amplios intervalos.
- Resultados particularmente buenos se consiguen, cuando la relación de masa entre ésteres de ácido nítrico brutos a purificar por un lado, y medio de lavado, especialmente medio de lavado recién añadido, por otro, se ajusta en el intervalo de 250 : 1 a 1 : 20, preferentemente en el intervalo de 120 : 1 a 1 : 8, de modo particularmente preferido en el intervalo de 12 : 1 a 1 : 3.
- 20 Igualmente, resultados particularmente buenos se consiguen cuando la relación de masa entre ésteres de ácido nítrico brutos a purificar y medio de lavado en el reactor tubular y/o aparato de lavado, se ajusta en el intervalo de 30 : 1 a 1 : 6, preferentemente en el intervalo de 15 : 1 a 1 : 5, de modo particularmente preferido en el intervalo de 6 : 1 a 1 : 3.
- 25 El ajuste de la relación de masas, respectivamente fases, se consigue haciendo circular el medio de lavado después de la separación de las fases. Esto garantiza, por un lado, una óptima superficie de intercambio entre fase orgánica y medio de lavado y, por otro, un tiempo a ser posible corto para la separación de fases en el aparato de separación de fases.
- 30 El lavado de los ésteres de nitrato brutos se puede llevar a cabo habitualmente como lavado líquido/líquido en forma pura, pero también en mezcla con un disolvente inerte adicional. Estos disolventes adicionales o bien se pueden separar antes de su ulterior utilización o se pueden seguir utilizando directamente como mezcla de disolvente/éster de nitrato.
- 35 El medio de lavado empleado conforme a la invención bajo condiciones del procedimiento, especialmente a temperaturas por encima de 5°C, preferentemente por encima de 25°C y a presión atmosférica, tiene conformación líquida. Conforme a la invención se prefiere que el medio de lavado sea de base líquida, preferentemente es agua.
- Según la relación de masas, respectivamente de fases en el reactor tubular (aparato de lavado), el éster de nitrato a lavar en el medio de lavado se dispersa como emulsión de aceite en agua (emulsión O/W), pero también el medio de lavado en el éster de nitrato a lavar, como emulsión de agua en aceite (emulsión W/O).
- 40 Conforme a una forma de ejecución preferida, el procedimiento conforme a la invención se puede llevar a cabo de forma continua (aunque fundamentalmente también sea posible una forma de procedimiento discontinuo). En cualquier caso, en un gran proceso técnico se prefiere un funcionamiento continuo.
- El procedimiento conforme a la invención se puede emplear fundamentalmente para llevar a cabo un lavado ácido y/o un lavado básico y/o un lavado neutro de los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar.
- 45 Con otras palabras, el procedimiento conforme a la invención es adecuado fundamentalmente para llevar a cabo el lavado ácido y/o el lavado básico y/o del lavado neutro de los productos nitrados brutos, respectivamente de los ésteres de ácido nítrico brutos. Por lo tanto, el procedimiento conforme a la invención se puede emplear en las tres etapas de lavado anteriormente citadas. Pero, de igual manera, es también posible que el procedimiento conforme a la invención se utilice 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. Así, por ejemplo, el típico transporte de emulsión para ésteres de nitrato entre las diferentes etapas del procedimiento de una planta de producción de ésteres de nitrato y/o para el ulterior tratamiento después del lavado, se puede configurar de forma correspondiente al procedimiento conforme a la invención. A este respecto, el procedimiento conforme a la invención se puede emplear de forma flexible.
- 50 Conforme a una forma de ejecución particular de la presente invención, el procedimiento conforme a la invención, especialmente las etapas (a) y (b) se puede llevar a cabo repetidas veces, respectivamente realizar múltiples veces. En este caso, los ésteres de ácido nítrico bruto (parcialmente) purificados, resultantes en cada caso de un recorrido por el proceso, se pueden aportar de nuevo al siguiente recorrido del proceso.
- 55

En esta forma de ejecución particular, puede estar previsto que al menos un recorrido por el proceso se lleve a cabo como lavado básico y/o con un medio de lavado de carácter básico, y que se lleve a cabo al menos un subsiguiente recorrido por el proceso como lavado neutro y/o con un medio de lavado neutro.

- 5 Pero, alternativamente, también puede estar previsto que se lleven a cabo dos, preferentemente tres recorridos por el proceso, conectados uno tras otro, los cuales eventualmente comprenden un primer lavado con un medio de lavado ácido ("lavado ácido"), conectado a continuación un segundo lavado con un medio básico ("lavado básico") y de nuevo conectado a continuación un tercer lavado con un medio de lavado neutro ("lavado neutro").

La eficacia del medio de lavado se puede incrementar más añadiendo al medio de lavado al menos una base, tal como se describirá más adelante.

- 10 Con otras palabras, puede estar previsto que al medio de lavado se añada al menos una base, especialmente para llevar a cabo un lavado básico. Esta base se puede seleccionar especialmente a partir del grupo de hidróxidos inorgánicos, carbonatos, hidrógenocarbonatos y amoníaco, así como sus mezclas o combinaciones.

- 15 La cantidad de álcali empleado en un lavado alcalino debería ser tan elevada para que no solo todos los ácidos se puedan transformar cuantitativamente en sus sales, sino que se debería emplear un exceso de base para que el valor del pH en la lejía de lavado sea tan elevado para que también los ácidos débiles se puedan extraer por lavado cuantitativamente. En relación a esto, es ventajoso especialmente, que el contenido de base en el medio de lavado sea 0,01 a 0,4 mol/l, preferentemente 0,02 a 0,2 mol/l. El contenido de base en el medio de lavado debería ser, especialmente, al menos el doble de la cantidad de álcali necesaria para la neutralización de todas las sustancias contenidas como impurezas, que formen sales con bases.

- 20 Tal como se ha expuesto anteriormente, los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, en condiciones del procedimiento, están en forma líquida. Eventualmente, los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, se pueden presentar disueltos en un disolvente inerte, así, por ejemplo, en hidrocarburos que contengan halógenos, especialmente cloruro de metileno, dicloroetano, etc., o en otros disolventes que no perturben la elaboración ulterior o que se empleen en la elaboración ulterior.

- 25 A la etapa (b) del procedimiento le puede seguir entonces una separación de los ésteres de ácido nítrico liberados de las impurezas, del medio de lavado, preferentemente en un dispositivo de separación de fases (separador).

- 30 Como dispositivo de separación de fases, respectivamente aparato separador de fases, se pueden emplear todo tipo de separadores estáticos, pero también separadores dinámicos tales como separadores centrifugos. El tiempo de separación de la emulsión de éster de nitrato/medio de lavado depende, junto de la diferencia de densidad entre las dos fases, del tipo de emulsión (W/O u O/W) y de la energía de mezclado aportada, también del exceso de base en el medio de lavado que no se necesite para la neutralización. A igual aporte de energía, el tiempo de separación baja claramente al ir aumentando la concentración de base en el medio de lavado. Sin embargo, para acelerar la separación de las fases se pueden emplear, además, medios superficialmente activos o también medios de separación mecánicos tales como empaquetamientos, paneles separadores, etc. También se puede acelerar la separación de fases mediante una separación prefijada entre los diferentes elementos de mezclado, adaptada al éster de nitrato y al tipo de emulsión.

- 40 Conforme a una forma ventajosa de la invención de la presente invención se ha previsto que el medio de lavado se recicle, especialmente después de la separación del medio de lavado de los ésteres de ácido nítrico nitrados liberados de las impurezas. De esta manera se posibilita un lavado eficiente y se reduce a un mínimo la cantidad de medio de lavado.

- 45 Para la separación de las impurezas con elevados coeficientes de reparto a favor del éster de nitrato a lavar, elevadas resistencias en la transferencia de masas en la fase orgánica y lentas reacciones subsiguientes de las impurezas extraídas en el medio de lavado, tales como nitrosas o dióxido de nitrógeno, se debería adaptar a estas condiciones el tiempo de permanencia en el siguiente reactor. Conforme a una ejecución particular del procedimiento conforme a la invención, esto se puede conseguir, por ejemplo, mediante una combinación de los dispositivos anteriormente descritos para la creación de una óptima emulsión de lavado junto con, por ejemplo, recipientes con agitación, para asegurar el necesario tiempo de permanencia para la transferencia de fases y la subsiguiente transformación

- 50 La dispersión/emulsión presente al final del tramo de mezclado se puede separar de nuevo en las fases individuales en un aparato de separación de fases (separador, respectivamente sedimentador). El medio de lavado con las impurezas contenidas en él, se puede llevar como agua residual, o bien a un tratamiento de aguas residuales, o se puede introducir en contracorriente en la etapa de lavado precedente.

El éster de nitrato lavado, o bien se puede introducir en la siguiente etapa de lavado, o al final del lavado se puede transferir directamente a una ulterior elaboración o a un depósito intermedio.

- 55 Eventualmente, si se desea, después del lavado, respectivamente después de la separación del medio de lavado (por ejemplo, después de la separación de la emulsión de lavado en un separador estático o por un separador

centrífugo) se pueden separar las trazas de agua suspendidas o disueltas en el éster de nitrato purificado mediante un secado adicional del éster de nitrato.

5 Tal como se expuso anteriormente, el procedimiento conforme a la invención está ligado a un gran número de ventajas y particularidades, de las cuales se expondrán a continuación algunas ventajas y particularidades – sin embargo, no de forma concluyente ni tampoco de manera limitativa.

El procedimiento conforme a la invención posibilita especialmente una purificación eficiente de los productos nitrados brutos obtenidos en la nitración de alcoholes (ciclo)alifáticos mono y polivalentes nitrables, después de la separación del ácido nitrante, con solo una escasa complejidad y gran economía del proceso.

10 El reactor tubular que se emplea para la purificación de los productos de nitración brutos posibilita la creación de grandes superficies de intercambio para una mezcla bifásica de medio de lavado, por un lado, y éster de nitrato bruto, por otro, de modo que de esta manera se garantiza una eficiente transferencia de masas y un rápido traslado de las impurezas al medio de lavado, respectivamente en el caso de compuestos ácidos, una rápida neutralización.

15 La ejecución del procedimiento conforme a la invención permite una rápida e igualmente eficiente separación de las impurezas procedentes de la nitración de los productos brutos nitrados, de modo que el medio de lavado después del tratamiento de los ésteres de nitrato se puede reciclar, sin más o, respectivamente, se puede llevar al circuito.

Además de esto, por el empleo consecuente del procedimiento conforme a la invención se mejora aún más la seguridad general en el trato de los ésteres de nitrato varias veces nitrados, altamente sensibles, tales como NGL o EGDN, etc. Las cantidades de explosivo presentes se reducen más en la planta.

20 El reactor tubular con elementos de mezcladura adicionales empleado conforme a la invención no solo permite una distribución íntima y eficiente entre sí del medio de lavado por una parte, y alcohol(ciclo)alifático nitrado, por otra, sino que por el preciso ajuste de una dispersión definida del éster de nitrato a lavar en el medio de lavado en toda la longitud del reactor tubular, teniendo en cuenta las secciones transversales del tubo admitidas, se impide con seguridad una coalescencia parcial del éster de nitrato disperso en el reactor tubular y, con ello, la formación de hilos de corriente en el éster de nitrato sedimentado, los cuales podrían transmitir una detonación.

25 El procedimiento conforme a la invención es adecuado para llevar a cabo el lavado ácido y/o el lavado básico y/o el lavado neutro de los productos nitrados brutos. Por lo tanto, el procedimiento conforme a la invención se puede emplear en las tres etapas de lavado antes mencionadas. Pero, de igual modo también es posible utilizar el procedimiento conforme a la invención para solo una o dos etapas de lavado, especialmente solo para el lavado ácido, pero también solo para el lavado básico, pero también solo para el lavado neutro. Así, por ejemplo, el transporte típico para ésteres de nitrato de los ésteres de nitrato entre las diferentes etapas del proceso de una planta de producción, y/o para la ulterior elaboración después del lavado, se puede configurar de forma correspondiente al procedimiento conforme a la invención. En este sentido, el procedimiento conforme a la invención se puede emplear de forma flexible.

35 Otro objeto de la presente invención – conforme a un segundo aspecto de la presente invención – es la utilización de un dispositivo (planta) para la separación de las impurezas producidas en la preparación de ésteres de ácido nítrico alifáticos o (ciclo)alifáticos (ésteres de nitrato), especialmente para la separación de impurezas de los ésteres de ácido nítrico brutos producidos en la nitración de alcoholes nitrables alifáticos o (ciclo)alifáticos mono o polivalentes, después de la separación del ácido nitrante, por tratamiento con al menos un medio de lavado, siendo especialmente adecuado el dispositivo empleado conforme a la invención para llevar a cabo uno de los procedimientos antes citados,

40 presentando la instalación los siguientes dispositivos:

- (a) al menos un dispositivo de dispersión, al menos especialmente un órgano de mezcladura, para poner en contacto y emulsionar los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, por un lado, y el medio de lavado, por otro; y,
- 45 (b) dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para la introducción de la emulsión de ésteres de ácido nítrico brutos a purificar formada en el dispositivo de dispersión, por un lado, y medio de lavado, por otro, estando el reactor tubular equipado con elementos de mezcladura, especialmente para el aporte de energía de mezcladura adicional, de modo que durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular se eliminan al menos en parte las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos, y/o de modo que durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se transfieren al menos en parte al medio de lavado y/o se neutralizan por este;
- 50 (c) dispuesto aguas abajo del reactor, un dispositivo de separación, especialmente un dispositivo separador (separador) para la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas, del medio de lavado.

Tal como se expuso anteriormente en relación con el procedimiento conforme a la invención, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, puede estar configurado en como mezclador de chorro (mezclador-jet) o como bomba, especialmente como bomba de chorro (inyector).

5 Igualmente, tal como se describió anteriormente en el marco del procedimiento conforme a la invención, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, puede estar configurado de tal modo que forme un chorro de propulsor (chorro central) y un chorro anular que circunde el chorro central.

10 Igualmente, como se expuso anteriormente en relación con el procedimiento conforme a la invención, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, puede estar configurado en como mezclador de chorro (mezclador-jet) o como bomba de chorro (inyector). En este caso, el mezclador de chorro o la bomba de chorro puede estar configurada especialmente de tal modo que se pueda formar un chorro propulsor preferentemente central, y rodeando el chorro propulsor, un medio especialmente en forma de un chorro anular.

15 Tal como ya se describió anteriormente en relación con el procedimiento conforme a la invención, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, puede estar antepuesto al reactor tubular, especialmente inmediatamente antepuesto, de manera que conforme a una forma de ejecución especial el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, pueda penetrar en el reactor tubular.

Conforme a una forma de ejecución alternativa el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, puede estar integrado en el reactor tubular y/o ser parte componente del reactor tubular. A este respecto, se puede hacer referencia a las exposiciones precedentes en relación con el procedimiento conforme a la invención.

20 Tal como se mencionó en la exposición del procedimiento conforme a la invención, el reactor tubular está equipado con elementos de mezcladura, especialmente para el aporte adicional de energía de mezcladura. En cuanto a ulteriores detalles se puede hacer referencia al procedimiento conforme a la invención.

En el marco del dispositivo empleado conforme a la invención se pueden llevar a cabo un lavado de un, dos o tres etapas del producto nitrado bruto (es decir, lavado ácido y/o lavado básico y/o lavado neutro).

25 Además de esto, se ha previsto que – dispuesto aguas abajo del reactor tubular – se ha dispuesto un dispositivo de separación, especialmente un dispositivo separador (separador), para la separación de los productos nitrados liberados de las impurezas, del medio de lavado.

30 Además, en el marco del dispositivo empleado conforme a la invención, existe la posibilidad de que – aguas abajo del reactor tubular y aguas arriba del dispositivo separador (es decir, con otras palabras, entre el reactor tubular y el dispositivo separador) – esté dispuesto un recipiente con agitación y/o un reactor con agitación. De esta manera se prolonga especialmente el contacto y/o el tiempo de permanencia entre los productos nitrados (ésteres de ácido nítrico) por un lado y el medio de lavado, por otro.

35 Para ulteriores particularidades en cuanto al dispositivo, respectivamente planta empleado conforme a la invención, para evitar repeticiones innecesarias se puede remitir a las explicaciones referentes al procedimiento conforme a la invención, las cuales, en relación al dispositivo, respectivamente la planta empleada conforme a la invención, tienen la correspondiente validez.

Finalmente, otro objeto de la presente invención – conforme a un tercer aspecto de la presente invención – es la utilización de una planta de producción para la preparación de ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes y/o para la nitración de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes con la subsiguiente purificación de los productos nitrados brutos formados en la nitración,

40 comprendiendo la planta de producción las siguientes unidades:

- (a) una unidad de nitración para la preparación de ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes, y/o para la nitración de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes, especialmente con uno o varios recipientes de reacción correspondientes para llevar a cabo la o las reaccion(es) de nitración;
- 45 (b) eventualmente, en la línea de producción, dispuesto aguas abajo de la unidad de nitración, un dispositivo de separación, especialmente un dispositivo separador (separador), especialmente para la separación del ácido nitrante de los productos brutos nitrados (ésteres de ácido nítrico brutos);
- (c) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de nitración y del dispositivo de separación eventualmente presente, un dispositivo de lavado para llevar a cabo un lavado de los productos brutos nitrados, comprendiendo la unidad de lavado:
- 50 - al menos un dispositivo de dispersión, especialmente al menos un órgano de mezcladura, para la puesta en contacto y la emulsión de ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, por un lado, y medio de lavado, por otro; y,

- dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para la introducción de la emulsión de ésteres de ácido nítrico brutos a purificar creada en el dispositivo de dispersión, por un lado, y medio de lavado, por otro, estando equipado el reactor tubular con elementos de mezclado especialmente para el aporte adicional de energía de mezclado, de manera que durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular se separen al menos en parte las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos y/o, de esta manera, durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se transfieran al menos en parte al medio de lavado y/o sean neutralizadas por este;
- (d) dispuesto eventualmente en la línea de producción aguas abajo del dispositivo de lavado, un recipiente con agitación, especialmente para incrementar el tiempo de contacto y el tiempo de permanencia entre los ésteres de ácido nítrico brutos, por un lado, y el medio de lavado, por otro;
- (e) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de lavado y del recipiente con agitación eventualmente presente, un dispositivo de separación, especialmente un dispositivo separador (separador), especialmente para la separación de los ésteres de ácido nítrico liberados de las impurezas, del medio de lavado.

Con otras palabras, en la planta de producción empleada conforme a la invención, el dispositivo, respectivamente la planta anteriormente descrita para la purificación, es decir para la separación de impurezas, es parte componente de esta planta de producción, a saber en forma de unidad de lavado, respectivamente dispositivo de lavado (c).

Como ya se ha expuesto anteriormente, los elementos de mezclado en el reactor tubular pueden ser elementos de mezclado estáticos, respectivamente pueden estar configurados como elementos estáticos.

Conforme a otra forma de ejecución particular, los elementos de mezclado, especialmente los elementos de mezclado estáticos pueden estar fijados en la pared interna del reactor tubular, especialmente pueden estar unidos a las paredes internas del reactor tubular de forma permanente o disoluble.

Pero alternativamente, los elementos de mezclado pueden estar configurados también como elementos de inserción. En este caso, los elementos de inserción según su número y/o posición en el reactor tubular se pueden insertar, respectivamente posicionar en el reactor tubular según sea necesario.

Tal como se mencionó anteriormente, los elementos de mezclado pueden estar configurados en forma de chapas, especialmente pantallas de choque o de cambio de dirección, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente.

Se pueden disponer en el reactor tubular especialmente 1 a 15 elementos de mezclado, especialmente 2 a 15 elementos de mezclado, preferentemente 2 a 10 elementos de mezclado, de modo particularmente preferido 2 a 5 elementos de mezclado.

Tal como se expuso anteriormente, es ventajoso si a través de los elementos de mezclado se aporta al reactor tubular una energía de mezclado (es decir energía de mezclado referida a volumen) de 20 a 1000 julios/litro, preferentemente 25 a 500 julios/litro, de modo particularmente preferido 30 a 200 julios/litro, y/o si la caída de presión por elemento de mezclado es 0,2 bar a 3,0 bar, preferentemente 0,3 a 1,5 bar, de modo particularmente preferido 0,3 a 0,8.

Tal como ya se ha explicado anteriormente en relación con el procedimiento conforme a la invención y con el dispositivo, respectivamente planta conforme a la invención, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado puede estar configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o bomba, especialmente como bomba de chorro (inyector).

Además de esto, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado puede estar configurado de manera que forme un chorro propulsor (chorro central) y un chorro anular que circunde el chorro propulsor.

Conforme a una forma de ejecución particular, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado puede estar configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o como bomba de chorro (inyector). En este caso, el mezclador de chorro o la bomba de chorro puede estar configurada de tal manera que se pueda formar un chorro propulsor preferentemente central y circundando el chorro propulsor, un medio especialmente en forma de un chorro anular.

Tal como ya se ha mencionado anteriormente, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado puede estar antepuesto, especialmente inmediatamente antepuesto al reactor. En esta forma de ejecución el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado, puede penetrar en el del reactor tubular.

Sin embargo, conforme a una forma de ejecución alternativa, el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado también puede estar integrado en el reactor tubular, respectivamente ser parte componente del reactor tubular.

Para ulteriores detalles en relación a la planta de producción empleada conforme a la invención, se puede remitir a las explicaciones anteriores referentes al procedimiento conforme a la invención y al dispositivo, respectivamente planta conforme a la invención, los cuales son correspondientemente válidos en relación a la planta de producción empleada conforme a la invención.

- 5 El procedimiento conforme a la invención y el dispositivo, respectivamente instalación utilizada conforme a la invención para la purificación, así como la planta de producción utilizada para la nitración conforme a la invención, se pueden ver a modo de ejemplo y de manera no limitativa en las representaciones de las figuras anexas.

Otras ventajas, propiedades, aspectos y características de la presente invención se deducen de la siguiente descripción de las formas de ejecución particularmente preferidas conformes a la invención, representadas en los dibujos. Estas muestran:

- 10 Fig. 1 una representación esquemática de un lavado de una sola etapa de ésteres de nitrato brutos según el procedimiento conforme a la invención, respectivamente con el dispositivo empleado conforme a la invención;
- 15 Fig. 2 una representación detallada de partes individuales del dispositivo según la representación esquemática del procedimiento conforme a la invención conforme a la Fig. 1;
- Fig. 3 una representación esquemática del transcurso del procedimiento conforme a la invención, respectivamente una representación esquemática del dispositivo, respectivamente planta empleada conforme a la invención, conforme a un ejemplo de ejecución preferido de la invención, de las tres etapas habituales de un lavado de ésteres de nitrato;
- 20 Fig. 4 una representación esquemática de una planta de producción empleada conforme a la invención para la nitración de alcoholes mono o polivalentes nitrables, con subsiguiente lavado de los ésteres de nitrato obtenidos, conforme a un ejemplo de ejecución preferido de la invención.

La Fig. 1 muestra – en representación esquemática – una forma de ejecución de una etapa de lavado según el procedimiento conforme a la invención, respectivamente con el dispositivo, respectivamente la planta empleada para el lavado de ésteres de nitrato brutos con el medio de lavado como chorro propulsor.

El éster de nitrato bruto a lavar NE1(n-1) con  $n = 1-3$ , después de la separación del ácido nitrante en un lavado WW1(n-1) con  $n = 1-3$  – es decir en un lavado ácido WS con  $n = 1$ , o después de la separación de todas las demás sustancias ligeramente ácidas aún disueltas en el éster de nitrato procedentes de la degradación oxidante de las impurezas en presencia de bases en un lavado alcalino WA con  $n = 2$ , o en un lavado neutro WN con  $n = 3$  – en un dispositivo de mezcladura SMn, 1 con  $n = 1-3$ , preferentemente en una bomba de chorro (inyector) o en un mezclador de chorro, se reúne con el medio de lavado WW10 (agua reciente) respectivamente WW1n con  $n = 1-3$ , el cual en el caso representado sirve de chorro propulsor, y se introduce directamente en un reactor tubular C, el cual contiene los elementos de mezcladura adicionales Mn,m+1 con  $n = 1-3$  y con  $m = 1-15$ .

La emulsión de lavado procedente del reactor tubular se separa en sus fases directamente o, siempre que sea necesario, después de un prolongado tiempo de permanencia en un recipiente de permanencia (por ejemplo, en un recipiente con agitación R etc.) en un dispositivo de separación Sn con  $n = 1-3$ .

El éster de nitrato lavado NE1n con  $n = 1-3$  se lleva o bien a la siguiente etapa de lavado, respectivamente como producto acabado, lavado, NE13 para su subsiguiente elaboración. El medio de lavado cargado WW1n con  $n = 1-3$  o bien se evacúa directamente como agua residual o también se recicla como corriente parcial para establecer una relación de fases definida entre éster de nitrato y medio de lavado. Esta corriente parcial de lavado reciclada se introduce, o bien junto con el agua de lavado recién aportada como chorro propulsor o como corriente circundante directamente en el reactor tubular.

Las representaciones de las figuras conforme a la Fig. 2a-2c muestran en la Fig. 1, representadas esquemáticamente, dispositivos de mezcladura SMn,1 con  $n = 1-3$  en forma de bomba de chorro (Fig. 2a) y como mezclador de chorro (Fig. 2b), representando V1 el chorro propulsor (preferentemente medio de lavado) y V2 el éster de nitrato. En la Fig. 2c se representa adicionalmente una posible disposición de los elementos estáticos Mn,2, Mn,3, Mn,4, Mn,m-1, Mn,m y Mn, m+1 en el reactor tubular y distribuidos ciertamente en toda la longitud del reactor tubular.

La fig. 3 muestra un ejemplo del procedimiento en tres etapas conforme a la invención para la separación, aislada, de los ácidos minerales mediante un lavado ácido (WS), para la separación de todas las sustancias ligeramente ácidas aún presentes procedentes de la degradación oxidante de impurezas en presencia de bases en intervalo básico mediante un lavado básico (WA) y para la eliminación se trazas de la lejía de lavado alcalina arrastrada, mediante un lavado neutro (WN):

- a) en la etapa 1, en un lavado ácido WS de una sola etapa se separan el ácido sulfúrico y el ácido nítrico, suspendidos y disueltos en el éster de nitrato bruto NE 10, por lavado con agua fresca WW 10. El agua de

lavado WW 10 y el agua de lavado WW 11 retornado como chorro propulsor, se introducen mediante la bomba P junto con el éster de nitrato a lavar NE 10, con una bomba de chorro (inyector) o a través de un mezclador de chorro, directamente en un reactor tubular, el cual contiene adicionales elementos de  
 5 mezcladura M1, m+1. Después de recorrer el reactor tubular, la emulsión formada se separa en un separador S1. El medio de lavado, después de la separación de fases, se evacúa directamente como agua residual WW 11 o, alternativamente a esto, una parte se hace circular para ajustar una relación de fases previamente dada y ajustar así un tipo de emulsión definido. El éster de nitrato NA 11 liberado de ácidos minerales se introduce en la etapa de lavado 2, el lavado alcalino WA.

b) En la etapa 2, en un lavado alcalino WA de una sola etapa se separan todos los ácidos minerales y otras sustancias ácidas aún disueltas procedentes de la degradación oxidante de las impurezas. El agua de lavado WW 13 del lavado neutro y el agua de lavado WW12 reciclado como chorro propulsor se introducen bajo la adición de una base mediante la bomba P junto con el éster de nitrato NE 11 a lavar procedente del lavado ácido WS con una bomba de chorro (inyector) o a través de un mezclador de chorro, directamente  
 10 en un reactor tubular, el cual contiene adicionalmente elementos de mezcladura M2, m+1. Después de recorrer el reactor tubular, la emulsión formada se separa en un separador S2. El agua residual WW 12 con un pH superior a 7,5, o bien se desecha directamente, o alternativamente a esto, una parte se hace circular para ajustar una relación de fases dada y, con ello, ajustar un tipo de emulsión definido. El éster de nitrato NA 12 liberado de todos los ácidos minerales y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidante de las impurezas se introduce en la etapa de lavado 3, el lavado neutro WN.

c) En la etapa 3, en un lavado neutro WN de una sola etapa se separan las trazas de medio de lavado arrastradas del lavado alcalino. El agua de lavado WW 10 y el agua de lavado WW 13 reciclado como chorro propulsor se introducen mediante la bomba P junto con el éster de nitrato NE 12 a lavar con una bomba de chorro (inyector) o a través de un mezclador de chorro, directamente en un reactor tubular, el cual contiene adicionalmente elementos de mezcladura M3, m+1. Después de recorrer el reactor tubular, la emulsión formada se separa en un separador S3. El aguade lavado que contiene trazas residuales de álcali e impurezas, o bien se aporta directamente como agua residual WW 13 a la segunda etapa de lavado WA o  
 20 alternativamente a esto, una parte se hace circular adicionalmente, para ajustar una relación de fases dada y, con ello, ajustar un tipo de emulsión definido. El éster de nitrato NA 13 liberado de los ácidos minerales y otras sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidante de impurezas, y trazas residuales de álcali, se lleva directamente a su elaboración posterior o, después de la separación de disolventes inertes posiblemente presentes, se lleva a un depósito intermedio.

La fig. 4 muestra un ejemplo de una planta de producción empleada conforme a la invención para la preparación de ésteres de nitrato con lavado integral conforme a la invención de los ésteres de nitrato brutos procedentes de una nitración isotérmica o adiabática. El éster de nitrato NE 10 bruto formado en la unidad de nitración N por reacción del alcohol a nitrar con ácido nítrico en presencia de ácido sulfúrico, después de la separación del ácido nitrante en el separador S se lava en el lavado ácido WS con agua WW 10 de manera conforme a la invención. Después de la separación de fases el agua residual WW 11 resultante, el cual contiene todo el ácido sulfúrico y ácido nítrico extraído por lavado, junto con el ácido nítrico WNA obtenido a partir del tratamiento del gas de escape de la planta de nitración en una planta de absorción A, o bien se lleva de nuevo directamente a la nitración, después de su concentración en una planta SAC, junto con el ácido final AS procedente de la nitración, o se evacúa como agua residual a tratar.

El éster de nitrato NE 11 liberado de ácidos minerales se lava en la etapa de lavado 2 (es decir, lavado alcalino WA) en presencia de bases según el procedimiento conforme a la invención, por así decir, de una sola etapa. Después de la separación de fases, el agua residual WW12, procedente del lavado alcalino, con un valor de pH de 7,5 a 13, el cual contiene todavía todas las demás sustancias ácidas procedentes de la degradación oxidante de impurezas, se lleva a un tratamiento adicional antes de su entrega a un tanque de desagüe. El éster de nitrato NA 12 procedente del lavado alcalino WA se lleva al lavado neutro WN y con agua WW 10 se lava según el procedimiento conforme a la invención, por así decir, de una sola etapa. Después de la separación de fases el agua residual WW 13 procedente del lavado neutro WN se lleva a la etapa 2 de lavado alcalino (WA) junto con la base. El éster de nitrato lavado NA 13 se lleva directamente al tratamiento subsiguiente o a un depósito intermedio.

Otras configuraciones, modificaciones, variaciones de la presente invención son reconocibles y realizables, sin más, por el experto en la materia en la lectura de la descripción, sin por ello abandonar el marco de la presente invención.

La presente invención se ilustra con ayuda de los siguientes ejemplos de ejecución, sin embargo, sin limitar a ellos la presente invención.

## 55 Ejemplos de ejecución:

### Lavado de etilhexilnitrato (EHN):

En los siguientes ejemplos de ejecución se describe el lavado de un etilhexilnitrato bruto impurificado, procedente de la nitración, es decir todavía no lavado y con los productos secundarios procedentes de la nitración y los productos

químicos que no han reaccionado. El objeto es, entre otros, obtener un contenido total de ácido de menos de 30 ppm, calculado como ácido nítrico (especificación del producto habitual en el mercado).

5 Aunque en los siguientes ejemplos de ejecución el procedimiento conforme a la invención, respectivamente el dispositivo empleado conforme a la invención se ilustra con etilhexilnitrato (EHN) como éster de nitrato a purificar, el procedimiento, respectivamente el dispositivo según la presente invención no se limita de ningún modo a ello, sino que es transferible también a otros ésteres de nitrato cualesquiera, por ejemplo, a ésteres de nitrato procedentes de la nitración de glicerina, trimetilolpropano, propanodiol, etilenglicol, di- y tri-etilenglicol, etc., y a otras bases cualesquiera para el lavado alcalino, como hidróxido de sodio.

### Ejemplo 1: lavado de EHN en tres etapas (conforme a la invención)

10 Ejemplo 1.1: lavado ácido en una etapa

Etilhexilnitrato (EHN) no lavado (134,7 g/min) procedente de una nitración continua de etilhexanol conforme al documento EP 1 792 891 A1, con un contenido residual de ácido sulfúrico (0,13%), ácido nítrico (0,84%) y etilhexanol (aproximadamente 0,4%) se introdujo junto con 67 g/min de agua desmineralizada y ácido de lavado circulante en la relación 1 : 1 mediante un mezclador de chorro (inyector), con el medio de lavado como chorro central, a la temperatura ambiente (aproximadamente 21°C) en un reactor tubular, el cual adicionalmente contenía tres elementos de mezcladura estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y EHN a lavar era aproximadamente 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no era superior a 5 segundos. La caída de presión en toda la longitud del reactor tubular era aproximadamente 0,9 bar (correspondiente a una energía de mezcladura de aproximadamente 90 julios/l). Después de la separación de fases el ETH contenía aún aproximadamente 2.700 ppm de ácido (indicado como ácido nítrico); el agua de lavado contenía aproximadamente 0,25% de ácido sulfúrico y aproximadamente 1,65% de ácido nítrico.

Ejemplo 1.2: lavado alcalino en una etapa

25 El etilhexilnitrato (EHN) (133,3 g/min) procedente del lavado ácido conforme al ejemplo 1.1 con un contenido residual de ácido de aproximadamente 2.700 ppm (indicado como ácido nítrico) se introdujo junto con 67 g/min de una solución acuosa que contenía amoníaco (0,16%, es decir 10% en exceso) y lejía de lavado circulante en la relación 1 : 1 mediante un mezclador de chorro (inyector), con el medio de lavado como chorro central, a la temperatura ambiente (aproximadamente 21°C) en un reactor tubular, el cual adicionalmente contenía tres elementos de mezcladura estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y EHN a lavar era aproximadamente 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no era superior a 5 segundos. La caída de presión en toda la longitud del reactor tubular era aproximadamente 0,9 bar (correspondiente a una energía de mezcladura de aproximadamente 90 julios/l). Después de la separación de fases el ETH contenía aún aproximadamente 29 ppm de ácido (indicado como ácido nítrico).

Ejemplo 1.3: lavado neutro en una etapa

35 El etilhexilnitrato (EHN) (133,3 g/min) procedente del lavado alcalino conforme al ejemplo 1.2 con un contenido residual de ácido de aproximadamente 29 ppm (indicado como ácido nítrico) se introdujo junto con 67 g/min de agua desmineralizada y agua de lavado circulante en la relación 1 : 1 mediante un mezclador de chorro (inyector), con el medio de lavado como chorro central, a la temperatura ambiente (aproximadamente 21°C) en un reactor tubular, el cual adicionalmente contenía tres elementos de mezcladura estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y EHN a lavar era aproximadamente 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no era superior a 5 segundos. La caída de presión en toda la longitud del reactor tubular era aproximadamente 0,9 bar (correspondiente a una energía de mezcladura de aproximadamente 90 julios/l). Después de la separación de fases el ETH contenía aún aproximadamente 0,1 ppm de ácido (indicado como ácido nítrico).

### Ejemplo 2: lavado de EHN (comparación)

Ejemplo 2.1: lavado alcalino en una etapa

45 Etilhexilnitrato (EHN) (133,3 g/min) procedente de un lavado ácido, tal como se ha descrito en el ejemplo 1.1 con un contenido residual de ácido de aproximadamente 2.700 ppm (indicado como ácido nítrico) se introdujo junto con 67 g/min de una solución acuosa que contenía amoníaco (0,16%, es decir 10% en exceso) y lejía de lavado circulante en la relación 1 : 1 mediante un mezclador de chorro (inyector), con el medio de lavado como chorro central, a la temperatura ambiente (aproximadamente 21°C) en un reactor tubular, el cual sin embargo no contenía elementos de mezcladura estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y EHN a lavar era aproximadamente 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no era superior a 5 segundos. La caída de presión en toda la longitud del reactor tubular era aproximadamente 0,10 bar (correspondiente a una energía de mezcladura de aproximadamente 10 julios/l). Después de la separación de fases el ETH contenía aun aproximadamente 1.200 ppm de ácido (indicado como ácido nítrico).

55



**Ejemplo 2.2: lavado neutro en una etapa**

5 El etilhexilnitrato (EHN) (133,3 g/min) procedente del lavado alcalino conforme al ejemplo 2.1 con un contenido residual de ácido de aproximadamente 1.200 ppm (indicado como ácido nítrico) se introdujo junto con 67 g/min de agua desmineralizada y agua de lavado circulante en la relación 1 : 1 mediante un mezclador de chorro (inyector), con el medio de lavado como chorro central, a la temperatura ambiente (aproximadamente 21°C) en un reactor tubular, el cual no contenía elementos de mezcladura estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y EHN a lavar era aproximadamente 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no era superior a 5 segundos. La caída de presión en toda la longitud del reactor tubular era aproximadamente 0,10 bar (correspondiente a una energía de mezcladura de aproximadamente 10 julios/l). Después de la separación de fases el ETH contenía aun  
10 aproximadamente 456 ppm de ácido (indicado como ácido nítrico).

**Ejemplo 3: lavado de EHN en una etapa (conforme a la invención)**

15 Etilhexilnitrato (EHN) no lavado (134,7 g/min) procedente de una nitración continua de etilhexanol conforme al documento EP 1 792 891 A1, con un contenido residual de ácido sulfúrico (0,13%), ácido nítrico (0,84%) y etilhexanol (aproximadamente 0,4%) se introdujo junto con 67 g/min de una solución acuosa que contenía amoniaco (0,6%) y lejía de lavado circulante en la relación 1 : 1 mediante un mezclador de chorro (inyector), con el medio de lavado como chorro central, a la temperatura ambiente (aproximadamente 21°C) en un reactor tubular, el cual adicionalmente contenía seis elementos de mezcladura estáticos. La velocidad relativa entre chorro central y EHN a lavar era aproximadamente 8 : 1. El tiempo de permanencia en el reactor tubular no era superior a 5 segundos. La caída de presión en toda la longitud del reactor tubular era aproximadamente 1,8 bar (correspondiente a una energía de mezcladura de aproximadamente 180 julios/l). Después de la separación de fases el ETH contenía aun  
20 aproximadamente 26 ppm de ácido (indicado como ácido nítrico).

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la separación de las impurezas que se producen en la preparación de ésteres alifáticos o cicloalifáticos del ácido nítrico (ésteres de nitrato), especialmente para la separación de impurezas que se producen en la nitración de alcoholes nitrables, mono o polivalentes alifáticos o cicloalifáticos, después de la separación del ácido nitrante, por tratamiento con al menos un medio de lavado, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas:
- 5 a) primero los ésteres de ácido nítrico brutos se ponen en contacto con un medio de lavado, distribuyéndose entre sí los ésteres de ácido nítrico brutos y el medio de lavado de tal modo, que resulta una emulsión; y
- 10 b) a continuación, la emulsión resultante se introduce en un reactor tubular, estando equipado el reactor tubular con elementos de mezcladura, especialmente para el aporte adicional de energía de mezcladura, de modo que durante el paso de la emulsión por el reactor tubular las impurezas presentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se separan al menos en parte, y/o que durante el paso de la emulsión por el reactor tubular las impurezas presentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se transfieren al medio de lavado y/o se neutralizan por este.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los ésteres de ácido nítrico a purificar se seleccionan a partir de (i) ésteres de ácido nítrico de monoalcoholes alifáticos o cicloalifáticos, especialmente de monoalcoholes alifáticos o cicloalifáticos lineales o ramificados, especialmente de hexanoles, heptanoles, octanoles, etilhexilalcohol y ciclohexanol; (ii) ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos bivalentes, especialmente de etilenglicol y propilenglicol y sus oligómeros y polímeros tales como etilen- o propilen-diglicol, etilen- o propilen-triglicol y polietilen- o polipropilenglicol; (iii) ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos trivalentes, especialmente de trimetiloetano y glicerina; (iv) ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos tetra- o poli-valentes, especialmente de pentaeritrita y dipentaeritrita.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado
- 25 porque los elementos de mezcladura estáticos son y/o están configurados como unidades de mezcladura estáticos; y/o
- porque los elementos de mezcladura, especialmente los elementos de mezcladura estáticos están fijados en la parte interna del reactor tubular, preferentemente están unidos con las paredes internas del reactor tubular (permanentemente o de forma disoluble); y/o
- 30 porque los elementos de mezcladura están configurados como elementos de inserción, especialmente de modo que los elementos de inserción, en caso necesario según su número y/o posición, están insertados en el reactor tubular y/o se pueden posicionar en el reactor tubular; y/o
- porque los elementos de mezcladura están configurados como chapas, especialmente paneles de choque o de cambio de dirección, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente; y/o
- 35 porque en el reactor tubular se disponen 1 a 15 elementos de mezcladura, especialmente 2 a 15 elementos de mezcladura, preferentemente 2 a 10 elementos de mezcladura, de modo particularmente preferido 2 a 5 elementos de mezcladura; y/o
- porque, especialmente por los elementos de mezcladura, se aporta al reactor una energía de mezcladura (referida a volumen) de 20 a 1000 julios/litro, preferentemente 25 a 500 julios/litro, de modo particularmente preferido 30 a 200 julios/litro; y/o
- 40 porque la caída de presión por elemento de mezcladura es 0,2 bar a 3,0 bar, preferentemente 0,3 a 1,5 bar, de modo particularmente preferido 0,3 a 0,8 bar.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la preparación de la emulsión en la etapa (a) tiene lugar mediante un dispositivo de dispersión, especialmente mediante un órgano de mezcladura;
- 45 especialmente porque como dispositivo de dispersión, especialmente como órgano de mezcladura, se emplea un mezclador de chorro (mezclador-jet) o una bomba, especialmente una bomba de chorro (inyector); y/o
- especialmente porque el dispositivo de mezcladura, especialmente el órgano de mezcladura crea un chorro propulsor (chorro central) y un chorro anular que circunda el chorro propulsor, especialmente porque el chorro propulsor se forma por el medio de lavado y el chorro anular, por el éster de ácido nítrico bruto a purificar; y/o
- 50 especialmente porque como dispositivo de dispersión, especialmente como órgano de mezcladura, se emplea un mezclador de chorro (mezclador-jet) o una bomba de chorro (inyector), especialmente porque el mezclador de chorro o la bomba de chorro crea un chorro propulsor preferentemente central y un medio que circunda el chorro

- propulsor, especialmente en forma de un chorro anular, especialmente porque el chorro propulsor se forma por el medio de lavado y el chorro anular, por el éster de ácido nítrico bruto a purificar; y/o
- 5 especialmente porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura crea un chorro propulsor (chorro central) y un chorro anular que circunda el chorro propulsor, especialmente porque el chorro propulsor se forma por el medio de lavado y el chorro anular por el éster de ácido nítrico a purificar; y/o porque la relación de velocidades entre el chorro propulsor por un lado y el del chorro anular que circunda el chorro propulsor, por otro, se ajusta en el intervalo de 1 : 6 a 35 : 1, preferentemente en el intervalo de 1 : 2 a 25 : 1, de modo particularmente preferido en el intervalo de 1 : 1 a 12 : 1; y/o
- 10 especialmente porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura está antepuesto al reactor tubular, especialmente inmediatamente antepuesto, especialmente porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura penetra en el reactor tubular; y/o
- especialmente porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura está integrado en el reactor tubular y/o es parte componente del reactor tubular.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado
- 15 porque el tiempo de permanencia del éster de ácido nítrico a purificar en el reactor tubular es 0,05 a 130 segundos, preferentemente 0,1 a 70 segundos, de modo particularmente preferido 1 a 35 segundos; y/o.
- porque la relación de masas entre ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, por un lado, y medio de lavado, especialmente medio de lavado recién añadido, por otro, se ajusta en el intervalo de 250 : 1 a 1 : 20, preferentemente en el intervalo de 120 : 1 a 1 : 8, de modo particularmente preferido en el intervalo de 12 : 1 a 1 : 3; y/o
- 20 porque la relación de masas entre ésteres de ácido nítrico brutos a purificar y medio de lavado en el reactor tubular y/o en el aparato de lavado se ajusta en el intervalo de 30 : 1 a 1 : 6, preferentemente en el intervalo de 15 : 1 a 1 : 5, de modo particularmente preferido en el intervalo de 6 : 1 a 1 : 3, y/o
- 25 porque el medio de lavado bajo condiciones de proceso, especialmente a temperaturas a partir de 5°C, preferentemente a temperaturas a partir de 25°C, y a presión atmosférica es líquido y preferentemente es de base acuosa, preferentemente es agua; y/o
- porque el procedimiento se lleva a cabo de forma continua; y/o
- porque el procedimiento se emplea para llevar a cabo un lavado ácido y/o un lavado básico y/o un lavado neutro de los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque al medio de lavado, especialmente para llevar a cabo un lavado básico, se añade al menos una base, seleccionándose especialmente la base del grupo de hidróxidos inorgánicos, carbonatos, hidrógenocarbonatos y amoníaco, así como de sus mezclas o combinaciones, preferentemente del grupo de la lejía de sodio, lejía de potasio, carbonato sódico, carbonato potásico, hidrógenocarbonato de sodio, hidrógenocarbonato de potasio, amoníaco, carbonato amónico, así como
- 35 sus mezclas o combinaciones, y/o especialmente de modo que el contenido de base en el medio de lavado sea 0,01 a 0,4 mol/l, preferentemente 0,02 a 0,2 mol/l y/o (especialmente de modo que el contenido de base en el medio de lavado sea al menos el doble de la cantidad de álcali necesaria para la neutralización de todas las sustancias contenidas como impurezas, que formen sales con bases.
- 40 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el procedimiento, especialmente las etapas (a) y (b) del proceso se llevan a cabo de forma repetida y/o se realizan varias veces, de modo los ésteres de ácido nítrico brutos (parcialmente) purificados resultantes después de respectivamente un recorrido por el proceso, se introducen nuevamente en el siguiente recorrido del procedimiento;
- especialmente porque se lleva a cabo al menos un recorrido del procedimiento como lavado básico y/o con un medio de lavado básico, y al menos un subsiguiente recorrido del procedimiento como lavado neutro y/o que se lleva a
- 45 cabo con un medio de lavado neutro; y/o
- especialmente porque se llevan a cabo dos, preferentemente tres recorridos del procedimiento conectados uno tras otro, los cuales comprenden eventualmente un primer lavado con un medio ácido ("lavado ácido"), conectado a continuación un segundo lavado con un medio de lavado básico ("lavado básico") y nuevamente conectado a éste un tercer lavado con un medio de lavado neutro ("lavado neutro").
- 50 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado
- porque los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar son líquidos bajo las condiciones del procedimiento y/o

porque los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar eventualmente se presentan disueltos en un disolvente inerte; y/o

porque la etapa (b) del procedimiento va seguida de una separación de los ésteres de ácido nítrico liberados de impurezas, del medio de lavado, preferentemente en una instalación de separación de fases (separador); y/o

5 porque el medio de lavado se recicla especialmente después de la separación de los ésteres de ácido nítrico liberados de impurezas, del medio de lavado.

9. Utilización de una instalación (planta) para la separación de las impurezas que se producen en la preparación de ésteres del ácido nítrico (ésteres de nitrato) alifáticos o cicloalifáticos, especialmente para la separación de impurezas que se producen en la nitración de alcoholes nitrables, mono o polivalentes alifáticos o cicloalifáticos, después de la separación del ácido nitrante de los ésteres de ácido nítrico brutos producidos, por tratamiento con al menos un medio de lavado, especialmente para llevar a cabo un procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes,

10

presentando la instalación los siguientes dispositivos

(a) al menos un dispositivo de dispersión, al menos especialmente un órgano de mezcladura, para poner en contacto y emulsionar los ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, por un lado, y medio de lavado, por otro;

15

(b) dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para la introducción de la emulsión formada por ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, por un lado y medio de lavado, por otro, estando equipado el reactor tubular con elementos de mezcladura para el aporte de energía de mezcladura adicional, de modo que durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular se eliminan al menos en parte las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos, y/o de modo que durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se transfieren al menos en parte al medio de lavado y/o se neutralizan por este;

20

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

25 10. Utilización según la reivindicación 9, caracterizada

porque los elementos de mezcladura son elementos de mezcladura estáticos y/o están configurados como elementos de mezcladura estáticos; y/o

porque los elementos de mezcladura, especialmente los elementos de mezcladura estáticos, están fijados en el lado interior del reactor tubular, especialmente están unidos a las paredes internas del reactor tubular; y/o

30 porque los elementos de mezcladura están configurados como elementos de inserción, especialmente de modo que los elementos de inserción, en caso necesario según su número y/o posición, están insertados en el reactor tubular y/o se pueden posicionar en el reactor tubular; y/o

porque los elementos de mezcladura están configurados como chapas, especialmente paneles de choque o de cambio de dirección, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente; y/o

35 porque en el reactor tubular se disponen 1 a 15 elementos de mezcladura, especialmente 2 a 15 elementos de mezcladura, preferentemente 2 a 10 elementos de mezcladura, de modo particularmente preferido 2 a 5 elementos de mezcladura; y/o

40 porque, especialmente por los elementos de mezcladura, en el reactor se aporta una energía de mezcladura (referida a volumen) de 20 a 1000 julios/litro, preferentemente 25 a 500 julios/litro, de modo particularmente preferido 30 a 200 julios/litro; y/o

porque la caída de presión por elemento de mezcladura es 0,2 bar a 3,0 bar, preferentemente 0,3 a 1,5 bar, de modo particularmente preferido 0,3 a 0,8 bar.

11. Utilización según la reivindicación 9 o 10, caracterizada

45 porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura está configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o como bomba, especialmente bomba de chorro (inyector); y/o

porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura, está configurado de tal modo para que forme un chorro propulsor (chorro central) y un chorro anular circundante del chorro propulsor; y/o

porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcladura está configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o bomba de chorro (inyector), estando configurado el mezclador de chorro o la bomba de

chorro de tal modo que se pueda crear un chorro propulsor, preferentemente central y un medio especialmente en forma de chorro anular que circunde el chorro propulsor.

12. Utilización según una de las reivindicaciones 9 a 11, caracterizada

5 porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado, está antepuesto al reactor tubular, especialmente inmediatamente antepuesto, de modo que el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado penetra en el reactor; o también

porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezclado está integrado en el reactor tubular y/o es parte integrante del reactor tubular.

10 13. Utilización de una planta de producción para la preparación de ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes y/o para la nitración de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes con subsiguiente purificación de los productos nitrados brutos formados en la nitración,

comprendiendo la planta de producción las siguientes unidades:

15 (a) una unidad de nitración para la preparación de ésteres de ácido nítrico de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes, y/o para la nitración de alcoholes alifáticos o cicloalifáticos, mono o polivalentes, especialmente con uno o varios recipientes de reacción correspondientes para llevar a cabo la o las reacción(es) de nitración;

(b) eventualmente, dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de nitración, un dispositivo de separación, especialmente un dispositivo separador (separador), especialmente para la separación del ácido nítrico de los productos brutos nitrados (ésteres de ácido nítrico brutos);

20 (c) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de nitración y del dispositivo de separación eventualmente presente, un dispositivo de lavado para llevar a cabo un lavado de los productos brutos nitrados, comprendiendo la unidad de lavado:

- al menos un dispositivo de dispersión, especialmente al menos un órgano de mezclado, para la puesta en contacto y el emulsionado de ésteres de ácido nítrico brutos, a purificar, por un lado, y medio de lavado, por otro; y,

25 - dispuesto aguas abajo del dispositivo de dispersión, un reactor tubular para la introducción de la emulsión de ésteres de ácido nítrico brutos a purificar, creada en el dispositivo de dispersión por un lado, y medio de lavado, por otro, estando equipado el reactor tubular con elementos de mezclado para el aporte adicional de energía de mezclado, de manera que durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular se separen al menos en parte las impurezas existentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos y/o que de esta manera, durante el recorrido de la emulsión por el reactor tubular las impurezas presentes al principio en los ésteres de ácido nítrico brutos se transfieran al menos en parte al medio de lavado y/o sean neutralizadas por este;

30

(d) dispuesto eventualmente en la línea de producción aguas abajo del dispositivo de lavado, un recipiente con agitación, especialmente para incrementar el tiempo de contacto y/o el tiempo de permanencia entre los ésteres de ácido nítrico, por un lado, y el medio de lavado, por otro;

35 (e) dispuesto en la línea de producción aguas abajo de la unidad de lavado y del recipiente con agitación eventualmente presente, un dispositivo de separación, especialmente un dispositivo separador (separador), especialmente para la separación de los ésteres de ácido nítrico liberados de las impurezas, del medio de lavado.

14. Utilización según la reivindicación 13, caracterizada

porque los elementos de mezclado son y/o están configurados como elementos de mezclado estáticos; y/o

40 porque los elementos de mezclado, especialmente los elementos de mezclado estáticos, están fijados en el lado interior del reactor tubular, especialmente están unidos a las paredes internas del reactor tubular; y/o

porque los elementos de mezclado están configurados como elementos de inserción, especialmente de modo que los elementos de inserción, en caso necesario, según su número y/o posición, están insertados en el reactor tubular y/o se pueden posicionar en el reactor tubular; y/o

45 porque los elementos de mezclado están configurados como chapas, especialmente paneles de choque o de cambio de dirección, como obturadores, como mezcladores estáticos o como divisores de corriente; y/o

porque en el reactor tubular se disponen 1 a 15 elementos de mezclado, especialmente 2 a 15 elementos de mezclado, preferentemente 2 a 10 elementos de mezclado, de modo particularmente preferido 2 a 5 elementos de mezclado; y/o

porque, especialmente por los elementos de mezcla se aporta al reactor una energía de mezcla (referida a volumen) de 20 a 1000 julios/litro, preferentemente 25 a 500 julios/litro, de modo particularmente preferido 30 a 200 julios/litro; y/o

5 porque la caída de presión por elemento de mezcla es 0,2 bar a 3,0 bar, preferentemente 0,3 a 1,5 bar, de modo particularmente preferido 0,3 a 0,8 bar.

15. Utilización según la reivindicación 13 o 14, caracterizada

porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcla está configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o como bomba, especialmente como bomba de chorro (inyector); y/o

10 porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcla, está configurado de tal modo para que forme un chorro propulsor (chorro central) y un chorro anular circundante del chorro propulsor; y/o

porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcla está configurado como mezclador de chorro (mezclador-jet) o bomba de chorro (inyector), estando configurado el mezclador de chorro o la bomba de chorro de tal modo que se pueda crear un chorro propulsor, preferentemente central y un medio especialmente en forma de chorro anular que circunde el chorro propulsor; y/o

15 porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcla, está antepuesto al reactor tubular, especialmente inmediatamente antepuesto, especialmente de modo que el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcla penetra en el reactor tubular; y/o

porque el dispositivo de dispersión, especialmente el órgano de mezcla, está integrado en el reactor tubular y/o es parte componente del reactor tubular.

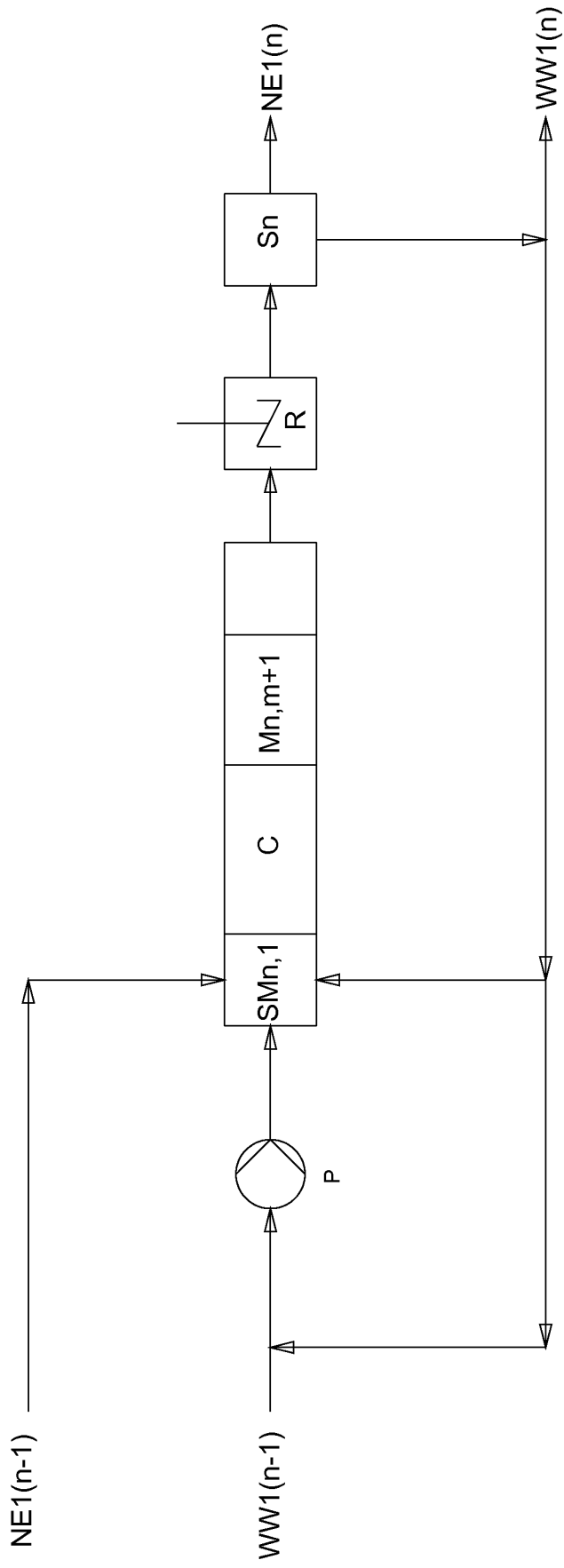


Fig. 1

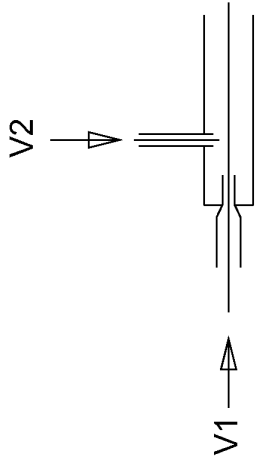


Fig. 2a

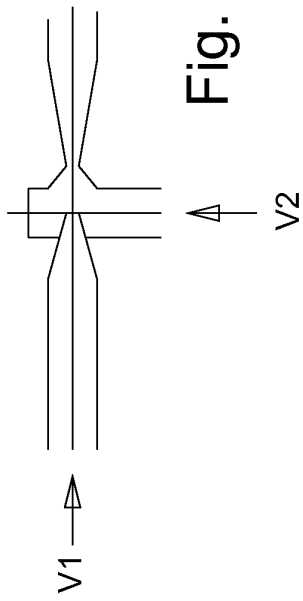


Fig. 2b

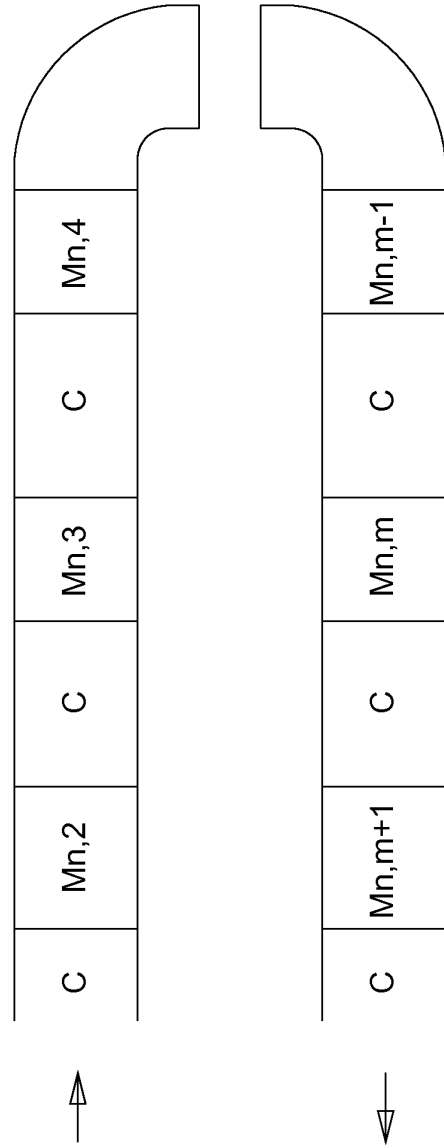


Fig. 2c



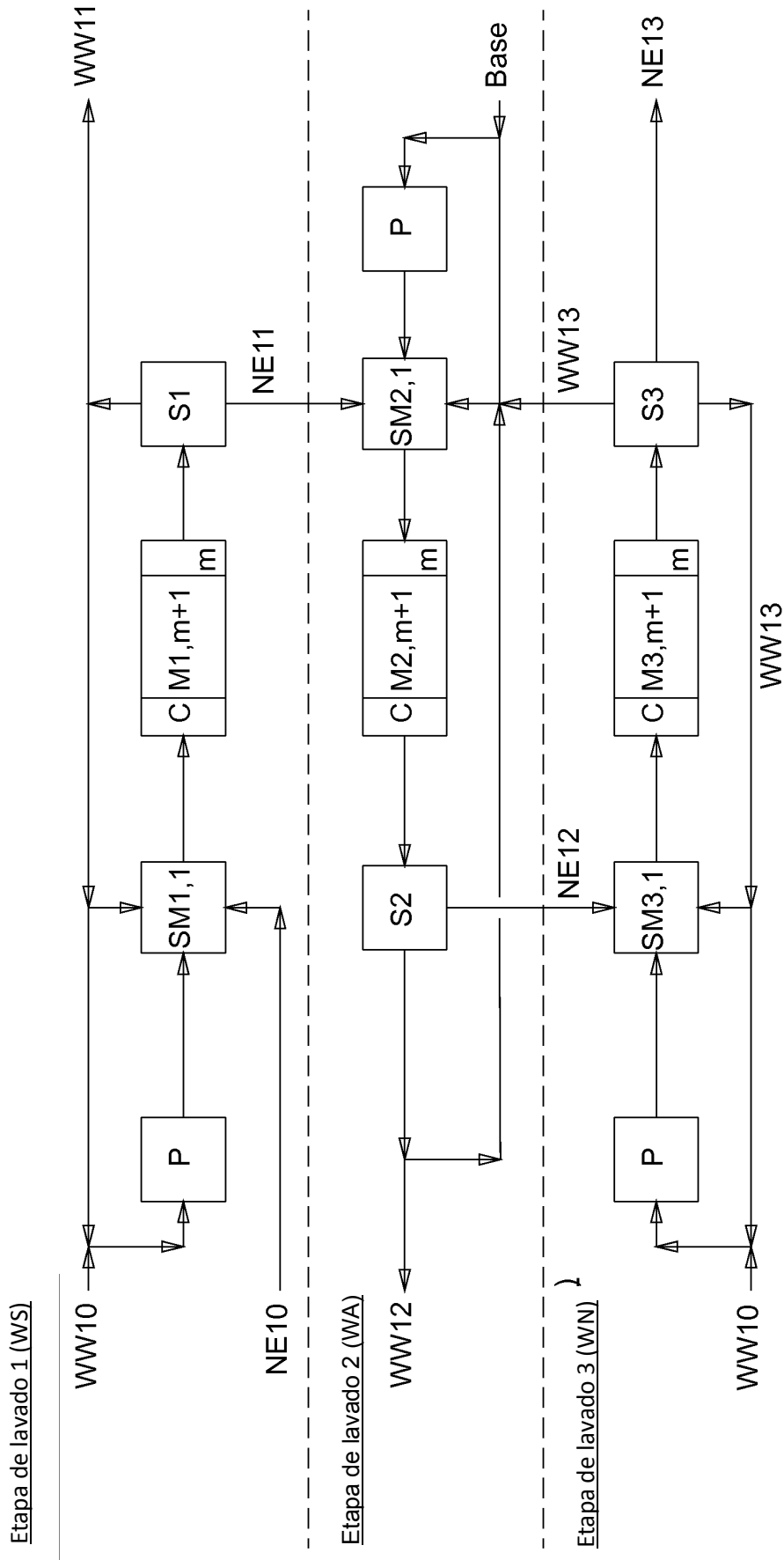


Fig. 3

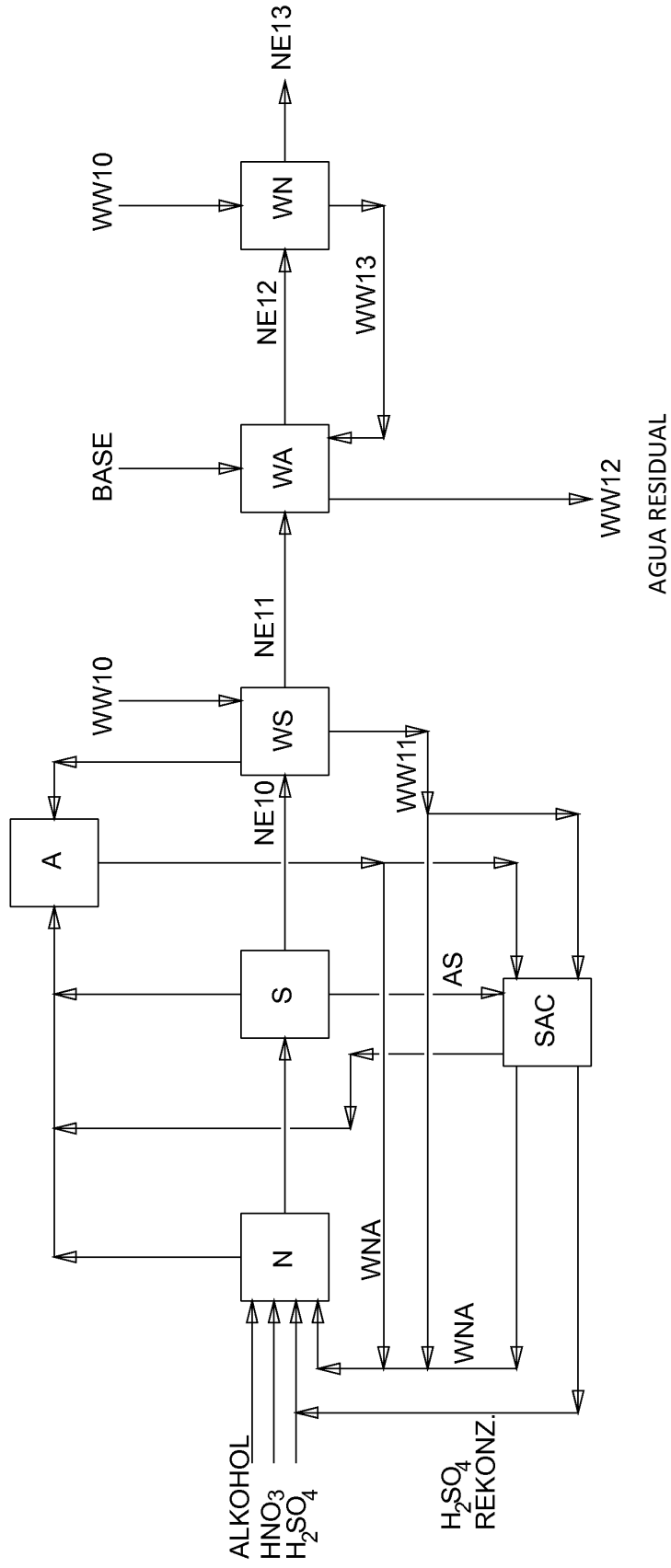


Fig. 4