

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 753 526**

51 Int. Cl.:

C07C 209/36 (2006.01)

C07C 211/50 (2006.01)

B01J 19/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.02.2015** **PCT/EP2015/052392**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.08.2015** **WO15118059**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2015** **E 15705530 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2019** **EP 3102559**

54 Título: **Procedimiento de hidrogenación de nitrocompuestos aromáticos para la producción de aminas aromáticas, y un sistema para el mismo**

30 Prioridad:

06.02.2014 SE 1450124

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

13.04.2020

73 Titular/es:

CHEMATUR TECHNOLOGIES AB (100.0%)
Box 430
691 27 Karlskoga, SE

72 Inventor/es:

STENMARK, LARS

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 753 526 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de hidrogenación de nitrocompuestos aromáticos para la producción de aminas aromáticas, y un sistema para el mismo

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere a un proceso continuo para la preparación de aminas aromáticas mediante hidrogenación catalítica de los nitrocompuestos correspondientes en los que se basan las aminas.

Antecedentes de la invención

- 10 La hidrogenación catalítica de nitrocompuestos aromáticos para producir las aminas correspondientes en un modo continuo es un proceso industrial muy importante. Los ejemplos de dichos procesos son la hidrogenación de nitrobenzono (NB) para producir anilina (AN) y la hidrogenación de dinitrotolueno (DNT) para producir toluendiamina (TDA). En la preparación de aminas aromáticas mediante reacción de nitrocompuestos con hidrógeno, que se conoce en la técnica, se libera una cantidad de calor considerable.

El catalizador usado en el proceso de hidrogenación puede ser, por ejemplo, un metal precioso, tal como paladio (Pd) o platino (Pt) sobre un vehículo o un catalizador basado en níquel.

- 15 Una manera bien conocida y conveniente de llevar a cabo un proceso de hidrogenación en fase líquida es usar un reactor de tanque agitado continuo (CSTR) bien agitado con adición continua del nitrocompuesto e hidrógeno alimentados y una recuperación continua de la mezcla de producto obtenida. El catalizador presente en el proceso se filtra y se devuelve al hidrogenador.

- 20 Para procesos a gran escala, en muchos casos es ventajoso no usar un disolvente en el proceso, ya que eso implicaría etapas de proceso adicionales tales como una destilación para eliminar, purificar y reciclar el disolvente con el fin de obtener un producto puro. En cambio, la propia mezcla de producto se usa como un medio solubilizante, ya que un CSTR, por definición, siempre funciona en las condiciones de salida. El tiempo de residencia promedio de los componentes en el CSTR es típicamente de varias horas.

- 25 Durante un proceso de hidrogenación continuo, puede ser difícil conseguir una hidrogenación completa del material alimentado y los productos intermedios, ya que se añade constantemente material nuevo de la alimentación a un único hidrogenador CSTR.

- 30 Debido al modo continuo, siempre existe el riesgo de que una pequeña parte del material de alimentación experimente un tiempo de residencia demasiado corto en el tanque de reacción bien agitado para ser completamente hidrogenado. Una contramedida normal para minimizar cualquier material de alimentación residual y cualquier producto intermedio es aumentar la cantidad de catalizador añadida, aumentar el tiempo de residencia, aumentar la presión de hidrógeno y/o la temperatura de reacción para conseguir una mayor velocidad de reacción y, de esa manera, optimizar la salida de producto y la contaminación desde el material de alimentación y los productos intermedios. Un inconveniente de esta contramedida es que existe el riesgo de que el producto se sobrehidrogene y/o que se produzca alguna reacción secundaria no deseada. Las reacciones secundarias que resultan frecuentemente en la formación de sustancias interferentes, por ejemplo, componentes similares al alquitrán y, de esta manera, en la reducción del rendimiento, son un problema en muchos procesos usados hasta ahora.

- 40 Otras formas de aumentar la producción del producto es usar varios reactores en serie. Se conoce el uso de reactores en serie que se alimentan con hidrógeno fresco para conducir la reacción adicionalmente hacia una hidrogenación más completa. Puede situarse un reactor posterior para completar la reacción entre la salida de la mezcla de reacción y una unidad de separación posterior. Dicho reactor posterior puede tener el mismo diseño que el reactor principal. Puede usarse un reactor agitado o un tubo de flujo como un reactor posterior.

Además, cuando se realiza un proceso de hidrogenación, si la reacción se lleva demasiado lejos, esto podría dar como resultado que los componentes entrantes reaccionen adicionalmente y formen subproductos no deseados que conduzcan a una disminución del rendimiento de los productos deseados.

- 45 El documento CN102952022 divulga un procedimiento para preparar diamino tolueno a partir de dinitrotolueno con una suspensión de catalizador que comprende paladio. Después de la hidrogenación del material de alimentación, el material se envía a un reactor tubular para su posterior reacción, a través de un mezclador venturi en el que se añade hidrógeno adicional.

- 50 El documento US2012/0289745 divulga un proceso para la preparación de aminas aromáticas en fase líquida mediante hidrogenación catalítica de los compuestos nitroaromáticos correspondientes en al menos dos espacios de reacción conectados en serie, en el que al menos un espacio de reacción se opera isotérmicamente y al menos el espacio de

reacción conectado aguas abajo del mismo se opera adiabáticamente

De esta manera, existe la necesidad de nuevas posibilidades para mantener o mejorar la calidad del producto obtenido y la cantidad producida. Además, existe la necesidad de procesos y sistemas más simples y económicos.

Sumario de la invención

5 La presente invención se refiere a proporcionar un procedimiento para aumentar la producción de un producto de alta calidad sin la necesidad de una entrada adicional de ningún material de alimentación fresco. Al realizar la hidrogenación en reactores posteriores equipados con medios de distribución específicos, se obtiene una hidrogenación completa y un producto final de alta calidad.

10 La presente invención supera los inconvenientes de los procedimientos y sistemas conocidos mediante la introducción de un reactor de pulido después de un reactor de hidrogenación principal. El desbordamiento desde el reactor de hidrogenación principal entra a un reactor de pulido, que puede ser considerablemente más pequeño en tamaño. El reactor de pulido está equipado con un dispositivo de recirculación de gas, que recircula y distribuye la fase gaseosa que contiene hidrógeno en el líquido de desbordamiento, la fase líquida. Como no hay adición de material de alimentación fresco en el líquido de desbordamiento, las pequeñas cantidades residuales de material de alimentación y productos intermedios presentes se hidrogenarán completamente.

15 Un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para la preparación de aminas mediante hidrogenación de nitrocompuestos aromáticos en fase líquida, que comprende suministrar a un primer reactor de hidrogenación que comprende al menos un catalizador una alimentación de hidrógeno gaseoso y una alimentación de nitrocompuestos aromáticos líquidos; hidrogenar en el primer reactor poniendo en contacto la fase gaseosa con la fase líquida para obtener un producto que contiene aminas aromáticas; reenviar las fases líquida y gaseosa presentes en el primer reactor a un segundo reactor de pulido; y poner en contacto el material en fase gaseosa presente en el reactor de pulido con la fase líquida para permitir una hidrogenación adicional de cualquier nitrocompuesto aromático y/o producto intermedio restantes; en el que el reactor de pulido solo se alimenta con material desde el primer reactor.

20 Según una realización, el reactor de pulido incluye una etapa de recirculación y de distribución de gas de la fase gaseosa a la fase líquida.

Según una realización, el reactor de pulido comprende un dispositivo agitador que tiene un eje de agitador hueco, que está dispuesto para la recirculación y la distribución de gas de la fase gaseosa a la fase líquida.

25 Según una realización, el reactor de pulido comprende una línea de recirculación para la fase gaseosa que reenvía la fase gaseosa presente en la parte superior del reactor de pulido e introduce dicha fase gaseosa por debajo de un nivel de líquido gasificado del reactor de pulido, preferentemente en una posición debajo del dispositivo de agitación.

Según una realización, el proceso comprende además una etapa de desacoplamiento de la fase gaseosa desde la fase líquida.

Según una realización, el proceso comprende además una etapa de separación para separar las aminas preparadas desde el al menos un catalizador presente durante la hidrogenación.

30 Un objeto de la presente invención es proporcionar el uso de un sistema para la preparación de aminas mediante la hidrogenación de nitrocompuestos aromáticos en fase líquida, que comprende

un reactor de hidrogenación,

un primer dispositivo agitador dispuesto en el primer reactor,

una entrada para compuestos nitroaromáticos dispuesta en el primer reactor,

40 una entrada para hidrógeno dispuesta en el primer reactor,

un reactor de pulido, que tiene como máximo 1/20 del volumen del reactor de hidrogenación,

un dispositivo de conexión que conecta dichos reactores de hidrogenación y de pulido, que es una entrada para dicho reactor de pulido, y una salida para dicho reactor de hidrogenación,

45 en el que el dispositivo de conexión es la única entrada para dicho reactor de pulido y está dispuesto adyacente a, o alrededor de, un nivel de líquido gasificado de los reactores.

Según una realización, el reactor de pulido incluye disposiciones para la recirculación y la distribución de gas.

Según una realización, el reactor de pulido comprende una línea de recirculación para la fase gaseosa conectada a la parte superior del reactor de pulido y debajo de un nivel de líquido gasificado del reactor de pulido, preferentemente en una posición debajo del dispositivo de agitación.

5 Según una realización, el reactor de pulido comprende un dispositivo de agitación que tiene un eje de agitador hueco, que está dispuesto para la recirculación y la distribución de gas.

Según una realización, el sistema comprende además un dispositivo de desacoplamiento posterior al reactor de pulido.

Según una realización, el sistema comprende además un filtro.

Breve descripción de los dibujos

10 La Figura 1 muestra una configuración de un sistema de reactor para la producción de aminas aromáticas a partir de nitrocompuestos aromáticos con un dispositivo de recirculación de gas interno.

La Figura 2 muestra una configuración de un sistema de reactor para la producción de aminas aromáticas a partir de nitrocompuestos aromáticos con un dispositivo de recirculación de gas externo.

En las figuras, las siguientes unidades o partes se presentan con números de referencia.

- 1 Sistema de hidrogenación
- 2 Reactor de hidrogenación principal
- 3 Dispositivo de agitación 1
- 4 Eje de agitador
- 5 Agitador superior
- 6 Agitador inferior
- 7 Motor de dispositivo de agitación
- 8 Entrada de compuestos nitroaromáticos
- 9 Entrada de hidrógeno
- 10 Dispositivo de enfriamiento
- 11 Medios de conexión
- 12 Nivel de líquido gasificado
- 13 Reactor de pulido
- 14 Dispositivo de agitación 2
- 15 Agitador
- 16 Eje de agitador
- 17 Motor de dispositivo de agitación
- 18 Recipiente de desacoplamiento
- 19 Bomba
- 20 Filtro
- 21 Salida de producto
- 22 Línea de recirculación para suspensión de catalizador
- 23 Línea de recirculación para fase gaseosa
- 24 Dispositivo de reenvío

Las figuras solo representan posibles realizaciones específicas de los diferentes aspectos de la invención y solo deberían considerarse como ejemplos.

Descripción detallada

El presente proceso implica la reacción de nitrocompuestos aromáticos e hidrógeno.

5 Los materiales de alimentación entrantes pueden ser nitrocompuestos aromáticos que tienen uno o más grupos nitro y de 6 a 18 átomos de carbono, por ejemplo, nitrobencenos, por ejemplo, nitrobenceno, 1,3-dinitrobenceno, nitrotoluenos, por ejemplo 2,4- o 2,6-dinitrotolueno, 2,4,6-trinitrotolueno, nitroxilenos, por ejemplo 1,2-dimetil-3-, 1,2-dimetil-4-, 1,4-dimetil-2-, 1,3-dimetil-2-, 2,4-dimetil-1- y 1,3-dimetil-5-nitrobenceno, nitronaftalenos, por ejemplo, 1-, 2-nitronaftaleno, 1,5- y 1,8-dinitronaftaleno, cloronitrobencenos, por ejemplo, 2-cloro-1-, 3- y 1-cloro-2,4-dinitrobenceno, o-, m- y p-cloronitrobenceno, 10 1,2-dicloro-4-, 1,4-dicloro-2-, 2,4-dicloro-1- y 1,2-dicloro-3-nitrobenceno, cloro-nitrotoluenos, por ejemplo, 4-cloro-2-, 4-cloro-3-, 2-cloro-4- y 2-cloro-6-nitrotolueno, nitroanilinas, por ejemplo, o-, m- y p-nitroanilina; nitroalcoholes, por ejemplo, tris(hidroximetil)-nitrometano, 2-nitro-2-metil- y 2-nitro-2-etil-1,3-propanodiol, 2-nitro-1-butanol y 2-nitro-2-metil-1-propanol, y cualquier combinación deseada de los mismos.

15 Como ejemplo, la alimentación de nitrocompuesto puede incluir nitrobenceno, nitrotolueno o dinitrotolueno, por ejemplo, 2,4-dinitrotolueno y/o 2,6-dinitrotolueno.

El presente proceso es particularmente ventajoso en la hidrogenación de dinitrotolueno a la toluendiamina correspondiente (TDA) y en la hidrogenación de nitrobenceno a anilina. Más preferente es el uso del presente proceso en la hidrogenación de dinitrotolueno.

20 La preparación de aminas aromáticas según el presente procedimiento se realiza a las temperaturas y presiones habituales para la preparación de aminas aromáticas.

La hidrogenación de los compuestos nitroaromáticos a las aminas correspondientes se produce con hidrógeno o mezclas de hidrógeno y gases inertes como reactivo de hidrogenación. Los catalizadores adecuados son todos ellos catalizadores convencionales para las hidrogenaciones catalíticas. Preferentemente, se usan catalizadores que contienen metales nobles tales como Pt, Pd, Rh, Ru o metales no ferrosos tales como Ni, Co o Cu o mezclas de los mismos. De manera 25 particularmente preferente, se usan catalizadores que contienen Pt, Pd, Ni o Cu, concretamente, en forma de una suspensión en agua. En el caso de catalizadores de metales nobles, estos se aplican a soportes tales como, por ejemplo, negro de carbón, carbón activado, SiO₂ o Al₂O₃.

El presente procedimiento y uso del sistema implica una reacción de hidrogenación que tiene lugar en un primer reactor de hidrogenación principal que está conectado por medios de conexión a un segundo reactor de pulido. El segundo 30 reactor puede ser considerablemente más pequeño que el primer reactor. En el primer reactor, se produce la parte principal de la hidrogenación y cualquier material de alimentación de nitrocompuesto y/o productos intermedios restantes se hidrogenan en el reactor de pulido posterior. El reactor de hidrogenación principal y el reactor de pulido están conectados por medios de conexión. Los medios de conexión pueden tener la forma de al menos una tubería. Los medios de conexión pueden reenviar tanto la fase líquida como la fase gaseosa en una única tubería, desde el primer reactor 35 hasta el segundo reactor. Además, puede usarse una tubería adicional que conecta la fase gaseosa, desde el primer reactor al segundo reactor, para asegurar la igualación de presión entre los dos reactores. Los dos reactores están dispuestos de manera que los medios de conexión reenvíen tanto la fase líquida como la fase gaseosa entre los reactores. Preferentemente, los medios de conexión están dispuestos adyacentes a o alrededor del nivel de líquido gasificado de los reactores. El nivel de líquido gasificado está aproximadamente al mismo nivel en ambos reactores y los medios de conexión son un dispositivo que conecta los reactores y permite que la fase líquida en el primer reactor sea reenviada continuamente al segundo reactor a través de dichos medios de conexión. El nivel de líquido gasificado en el segundo reactor puede controlarse a un nivel ligeramente debajo del tubo de conexión para garantizar que siempre sea posible el 40 desbordamiento por gravedad desde el primer reactor. De manera similar, la fase gaseosa se reenvía también de un reactor al otro. En el reactor de pulido, la fase gaseosa que contiene hidrógeno sin reaccionar desde el primer reactor principal se pone en contacto con cualquier material de alimentación de nitrocompuesto y/o productos intermedios restantes de la fase líquida del reactor de pulido. Cualquier catalizador usado para el proceso de hidrogenación se añade preferentemente solo al primer reactor de hidrogenación principal. El reactor de pulido solo se alimenta con material desde el reactor precedente. Por lo tanto, no se añade material fresco u otros materiales adicionales desde otras fuentes. Tanto el material gaseoso como el líquido se reenvían desde el reactor anterior al reactor de pulido. De esta manera, el reactor 45 de pulido solo recibe cualquier catalizador restante en la alimentación desde el primer reactor de hidrogenación principal. El gas hidrógeno en el reactor de pulido puede ponerse en contacto con cualquier material de alimentación de nitrocompuesto y/o productos intermedios restantes de la fase líquida a través de un dispositivo de recirculación de gas. El dispositivo de recirculación de gas recoge y transporta la fase gaseosa que comprende hidrógeno y la pone en contacto con la fase líquida. El dispositivo de recirculación de gas puede ser un dispositivo externo o interno del reactor de pulido.

Como una fase gaseosa del dispositivo externo de recirculación de gas puede retirarse de la parte que contiene gas del reactor de pulido y/o la parte que contiene gas del reactor anterior, y la fase gaseosa puede reintroducirse y/o introducirse a continuación al reactor de pulido en la parte que contiene líquido del reactor de pulido. La recirculación puede facilitarse mediante el uso de un dispositivo de reenvío, tal como compresor(es), bomba(s), ventilador(es), por ejemplo, ventiladores

5

El dispositivo de recirculación de gas puede contener una sección de distribución, por ejemplo, un rociador, esparcidor, difusor, etc., para facilitar la distribución de la fase gaseosa en la fase líquida.

10

En una realización, hay preferentemente un dispositivo de agitación presente en el reactor de pulido, tal como se ha divulgado anteriormente. El dispositivo de agitación es operado por un motor. El dispositivo de agitación está construido de manera que el motor esté conectado a un eje del agitador, que a su vez está conectado a un agitador. El agitador es el dispositivo en el fluido que realiza el mezclado, y puede incluir deflectores y hélices o palas de turbina, etc.

15

De manera alternativa, el dispositivo de recirculación de gas puede ser un dispositivo interno del reactor de pulido. El dispositivo de agitación puede estar dispuesto para la recirculación y la distribución de gas. El eje del agitador puede ser un eje hueco con orificios que colocados en el espacio de gas por encima del nivel de líquido gasificado del reactor de pulido. A través de estos orificios, el hidrógeno puede transportarse al interior del eje del agitador hasta una sección de distribución del dispositivo de agitación que está colocada en el espacio de líquido debajo del nivel de líquido gasificado del reactor de pulido, y desde la cual el hidrógeno se reenvía o alimenta a la fase líquida. En la sección inferior del dispositivo de agitación que incluye el agitador, el eje hueco y/o dicho agitador pueden contener una sección de distribución. La sección de distribución está en las proximidades del agitador. Dicha sección de distribución puede incluir aberturas u orificios del eje hueco adyacente al agitador (tales como las palas del agitador). Además, partes del agitador, tales como las palas del agitador, pueden ser huecas. De esta manera, dicha sección de distribución puede incluir aberturas u orificios del agitador (tales como aberturas u orificios en las palas del agitador). Según una realización preferente, las aberturas u orificios de la sección de distribución pueden colocarse en la parte exterior de las palas agitadoras, es decir, el borde exterior a una distancia desde el eje (en la periferia de las palas). Más preferentemente, dichas aberturas u orificios están colocados en el lado trasero o posterior de la pala, con relación a la dirección de rotación cuando el agitador está en uso. Cuando el agitador está girando, esta disposición creará un efecto de bombeo para la fase gaseosa, permitiendo una recirculación de gas eficiente. Con la construcción de un agitador de eje hueco, el hidrógeno y los nitrocompuestos y/o productos intermedios pueden ponerse en contacto entre sí para asegurar una hidrogenación completa de cualquier nitrocompuesto y/o producto intermedio de la reacción o del sistema.

20

25

30

Además, el grado de reacción en el reactor de pulido, es decir, la reacción de pulido, que se consigue, puede optimizarse alterando la intensidad de la agitación en el reactor. Cuanto mayor sea la velocidad de agitación, mayor será la velocidad de pulido (es decir, la conversión final de cualquier material de alimentación o producto intermedio presentes). De esta manera, mediante el presente procedimiento y el uso del presente sistema puede hidrogenarse material de alimentación residual y productos intermedios sin reacciones secundarias excesivas.

35

El reactor de pulido es preferentemente de un tamaño considerablemente más pequeño en comparación con el reactor de hidrogenación principal. La diferencia en el volumen de reacción entre los dos puede ser, por ejemplo, como máximo 1:20, es decir, el reactor de pulido es como máximo 1/20 del volumen del reactor de hidrogenación principal. En otras realizaciones, el reactor de pulido es como máximo 1/25, por ejemplo, como máximo 1/30, como máximo 1/35, como máximo 1/40 o como máximo 1/50 del volumen del reactor de hidrogenación principal.

40

El tiempo de residencia en el reactor de pulido, donde ocurre la reacción, es normalmente corto. El tiempo de residencia puede ser de unos minutos, por ejemplo, desde menos de un minuto hasta 10 minutos, tal como 0,5 - 7 minutos, 0,5 - 5 minutos, dependiendo de la aplicación.

45

Las realizaciones de la presente invención permiten una diferencia de tamaño entre el reactor de hidrogenación principal y el reactor de pulido posterior. Relacionada con lo descrito anteriormente está también la capacidad de conseguir un tiempo de residencia corto. El contacto del material en fase gaseosa con el material en fase líquida del reactor de pulido consigue una hidrogenación deseada.

50

La Figura 1 muestra una configuración de la presente invención. El sistema 1 de hidrogenación divulgado comprende un reactor 2 de hidrogenación principal, por ejemplo, un hidrogenador de reactor de tanque agitado continuo (CSTR), con un dispositivo 10 de enfriamiento, un primer dispositivo 3 de agitación, medios 11 de conexión, un segundo reactor que es un reactor 13 de pulido y un segundo dispositivo 14 de agitación.

El primer dispositivo 3 de agitación comprende un motor 7 de dispositivo de agitación, un eje 4 de agitador, un agitador 5 superior y un agitador 6 inferior, preferentemente situados cerca del fondo del reactor. El eje 4 del agitador se puede hacer como un eje hueco con orificios perforados en el espacio de gas por encima del nivel 12 de líquido gasificado y los orificios correspondientes en el agitador 5 superior. Si el agitador está diseñado correctamente, esta configuración permitirá una recirculación interna de la fase gaseosa en la fase líquida para asegurar un mezclado íntimo del gas hidrógeno con el líquido que contiene el nitrocompuesto a hidrogenar. El hidrógeno fresco se introduce típicamente en la parte inferior del reactor de hidrogenación a través de una entrada 9 de hidrógeno y se dispersa. La dispersión del hidrógeno puede ser realizada por el agitador 6 inferior. La entrada 9 de hidrógeno fresco puede estar situada en el agitador 6 inferior o adyacente al agitador 6 inferior. El hidrógeno fresco se introduce a una velocidad suficiente para mantener la presión de funcionamiento constante al nivel deseado. En o adyacente al agitador 5 superior indicado, los nitrocompuestos aromáticos frescos pueden introducirse en el reactor 2 de hidrogenación principal a través de una entrada 8.

El segundo dispositivo 14 de agitación comprende un motor 17 de dispositivo de agitación, un eje 17 de agitador y un agitador 15. Tal como se ha indicado para el primer dispositivo 3 de agitación anterior, el segundo dispositivo 14 de agitación tiene también un eje 16 de agitador que puede fabricarse como un eje hueco con orificios o aberturas colocadas en el espacio de gas por encima del nivel de líquido gasificado y las aberturas/orificios correspondientes en el agitador 15. De esta manera, aquí se consigue también una recirculación interna de la fase gaseosa en la fase líquida para garantizar un mezclado íntimo del gas hidrógeno con el líquido que contiene los nitrocompuestos aromáticos o productos intermedios restantes a hidrogenar. Es preferente que las aberturas u orificios presentes en el dispositivo 14 de agitación a estar en el espacio líquido debajo del nivel de líquido gasificado estén colocados en el agitador 15, tal como en las palas del agitador 15, y más preferentemente dichas aberturas u orificios están situados detrás, es decir, en la parte posterior de, las palas con respecto a la dirección de rotación del agitador 15, para crear una presión más baja en la salida de los orificios, permitiendo la recirculación de gas desde la fase gaseosa.

La reacción de hidrogenación es muy exotérmica y el calor de reacción es eliminado mediante líquido refrigerante por medio de intercambiadores de calor internos o externos o una combinación de ambos. Si es posible, es ventajoso usar el exceso de calor para producir, por ejemplo, vapor, realizando la reacción a una temperatura de reacción suficientemente alta o actualizando la energía térmica para dichos procesos.

La mezcla de producto formada se desborda constantemente a través de los medios 11 de conexión al interior del reactor 13 de pulido. Los medios 11 de conexión pueden incluir también una corriente adicional (no mostrada) de fase gaseosa entre el reactor 2 de hidrogenación principal y el reactor 13 de pulido para garantizar la igualación de presión. En el reactor 13 de pulido, cualquier nitrocompuesto aromático y producto intermedio restantes se hacen reaccionar con el hidrógeno presente en la fase gaseosa por encima del nivel 12 de líquido gasificado, a medida que el gas hidrógeno es enviado a la fase líquida a través del eje 16 de agitador hueco y es distribuido por el agitador 15. De esta manera, los nitrocompuestos y productos intermedios residuales se convierten en los productos finales deseados, las aminas aromáticas. Además, el proceso se ejecuta en las mismas condiciones que el reactor de hidrogenación principal debido al carácter abierto de los medios de conexión. Después del reactor 13 de pulido, la mezcla de producto formada se envía a un recipiente 18 de desacoplamiento donde las burbujas de gas de hidrógeno se separan del líquido para permitir el bombeo de la suspensión de producto sin cavitación. El desacoplamiento significa también que la hidrogenación catalítica se detendrá debido a la falta de hidrógeno y a la pobre transferencia de masa desde el gas a la fase líquida. El reactor 13 de pulido y el recipiente 18 de desacoplamiento pueden construirse como unidades separadas, una aguas abajo de la otra, o pueden ser partes separadas de una única unidad de aparato, solo partes subsiguientes, una a la otra, dentro de la misma construcción de aparato. Desde el fondo del recipiente 18 de desacoplamiento, la mezcla se bombea a través de una bomba 19, por ejemplo, una bomba de alimentación de espesante de catalizador, a un filtro 20, por ejemplo, un filtro de espesante de catalizador, donde el catalizador se retiene y se devuelve al reactor 2 de hidrogenación principal a través de la línea 22 de recirculación y la mezcla de producto libre de catalizador, que contiene la amina y el agua producida en la reacción, se envía aguas abajo para un procesamiento adicional a través de la línea 21.

La Figura 2 muestra una configuración de la presente invención. La realización divulgada en la Figura 2 es similar a la divulgada en la Figura 1, excepto que el dispositivo de recirculación de gas de la Figura 1 es interno e implica un agitador de eje hueco y en la Figura 2 el dispositivo de recirculación de gas es externo sin un agitador de eje hueco. De esta manera, la parte principal es similar a la divulgada para la Figura 1. En la Figura 2, la recirculación de gas se realiza usando una línea de recirculación para la fase 23 gaseosa, que es facilitada por un dispositivo 24 de reenvío. Es preferente que la línea 23 de recirculación entre al reactor 13 de pulido en una posición debajo del agitador 15 del dispositivo 14 de agitación.

Ejemplos

Se realizaron ensayos para observar el efecto de incluir un reactor de pulido después de un reactor de tanque agitado continuo principal (CSTR). Los ensayos se realizaron para una hidrogenación continua de DNT para producir TDA.

Los diferentes números de prueba representan diferentes pruebas realizadas a una temperatura de 115°C y una presión del sistema de 8,5 bar. Se usó un catalizador patentado basado en Pd y Pt en un vehículo de carbón activado. La única diferencia entre las pruebas fue el tipo de portador de carbón activado usado. En estos ejemplos, el tiempo de pulido fue de aproximadamente 1 minuto en condiciones de mezclado intensivo.

Ensayo	Prueba	Punto muestral	TDA (%)	DNT (%)	Productos intermedios (%)	Alquitrán (%)
1	A	contenido en CSTR	95,97	0,0102	0,0388	0,93
2	A	contenido después del pulido	96,16	0	0	0,79
3	B	contenido en CSTR	96,24	0,0037	0,014	0,92
4	B	contenido después del pulido	96,43	0	0	0,78
5	C	contenido en CSTR	96,4	0,0021	0,0099	0,87
6	C	contenido después del pulido	96,51	0	0	0,76

5

Los datos obtenidos de los ensayos muestran claramente un beneficio de usar una etapa de pulido. Después de la etapa de hidrogenación principal en el CSTR, todavía queda algo de material de alimentación de nitrocompuestos y productos intermedios en la mezcla de producto. Después de la etapa de pulido, no hay presente material de alimentación de nitrocompuestos ni productos intermedios en la mezcla del producto, con un mayor rendimiento del producto como resultado. Es todavía más importante que la pureza del producto después del pulido se mejora mucho, haciéndolo más adecuado para su uso como materia prima para la producción de productos posteriores.

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de aminas mediante hidrogenación de nitrocompuestos aromáticos en fase líquida, que comprende suministrar un primer reactor (2) de hidrogenación que comprende al menos un catalizador con una alimentación (9) de hidrógeno gaseoso y una alimentación (8) de nitrocompuestos aromáticos líquidos; realizar la hidrogenación en el primer reactor (2) poniendo en contacto la fase gaseosa con la fase líquida para obtener un producto que contiene aminas aromáticas; reenviar las fases líquida y gaseosa presentes en el primer reactor (2) a un segundo reactor (13) de pulido; y poner en contacto el material en fase gaseosa presente en el reactor (13) de pulido con la fase líquida para permitir una hidrogenación adicional de cualquier nitrocompuesto aromático y/o producto intermedio restantes,
- 5 en el que el reactor (13) de pulido se alimenta solo con material desde el primer reactor.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el reactor (13) de pulido incluye una etapa de recirculación de gas y de distribución de la fase gaseosa a la fase líquida.
3. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el reactor (13) de pulido comprende un dispositivo (14) agitador que tiene un eje (16) de agitador hueco, que está dispuesto para la recirculación de gas y la distribución de la fase gaseosa a la fase líquida.
- 15 4. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el reactor (13) de pulido comprende una línea de recirculación para la fase (23) gaseosa que reenvía la fase gaseosa presente en la parte superior del reactor (13) de pulido e introduce dicha fase gaseosa debajo de un nivel (12) de líquido gasificado del reactor (13) de pulido, preferentemente en una posición debajo del dispositivo (14) de agitación.
- 20 5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, que comprende además una etapa de desacoplamiento de la fase gaseosa de la fase líquida.
6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, que comprende además una etapa de separación para separar las aminas preparadas del al menos un catalizador presente durante la hidrogenación.
7. Uso de un sistema que comprende
 - 25 un reactor (2) de hidrogenación,
 - un primer dispositivo (3) agitador dispuesto en el primer reactor (2),
 - una entrada (8) para compuestos nitroaromáticos dispuesta en el primer reactor (2),
 - una entrada (9) de hidrógeno dispuesta en el primer reactor (2),
 - un reactor (13) de pulido, que tiene como máximo 1/20 del volumen del reactor (2) de hidrogenación,
 - 30 un dispositivo (11) de conexión, que conecta dichos reactores (2, 13) de hidrogenación y de pulido, que es una entrada para dicho reactor (13) de pulido, y una salida para dicho reactor (2) de hidrogenación,
 - en el que el dispositivo (11) de conexión es la única entrada para dicho reactor (13) de pulido y está dispuesto adyacente a, o alrededor de, un nivel de líquido gasificado de los reactores (2, 13)
 - 35 para la preparación de aminas mediante hidrogenación de nitrocompuestos aromáticos en fase líquida según la reivindicación 1.
8. El uso según la reivindicación 7, en el que el reactor (13) de pulido incluye disposiciones para la circulación y la distribución de gas.
9. El uso según las reivindicaciones 7 u 8, en el que el reactor (13) de pulido comprende un dispositivo (14) de agitación que tiene un eje (16) de agitador hueco, que está dispuesto para la recirculación y la distribución de gas.
- 40 10. El uso según las reivindicaciones 7 u 8, en el que el reactor (13) de pulido comprende una línea de recirculación para la fase (23) gaseosa conectada a la parte superior del reactor (13) de pulido y debajo de un nivel (12) de líquido gasificado del reactor (13) de pulido, preferentemente en una posición debajo del dispositivo (14) de agitación.
11. El uso según una cualquiera de las reivindicaciones 7-10, que comprende además un dispositivo (18) de desacoplamiento posterior al reactor (13) de pulido.
- 45 12. El uso según una cualquiera de las reivindicaciones 7-11, que comprende además un filtro (20).

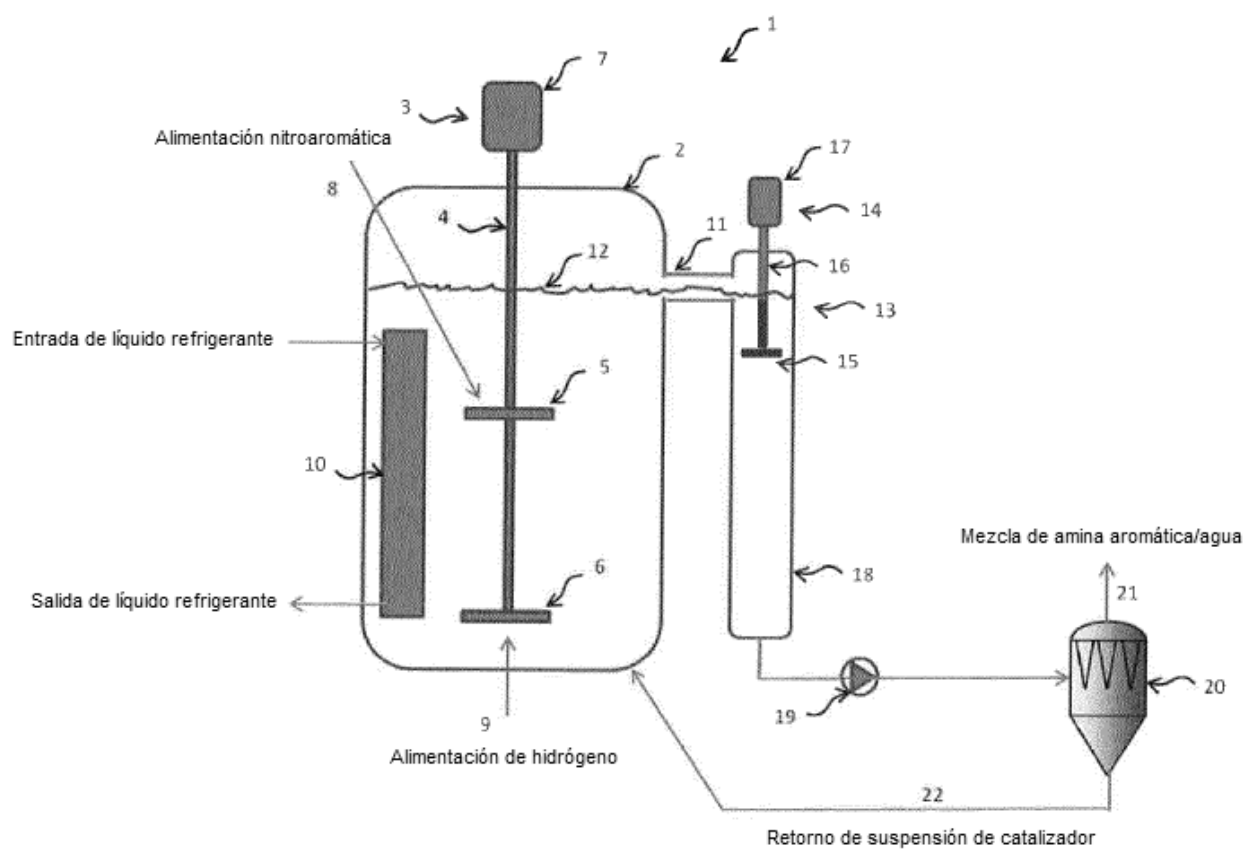


Figura 1

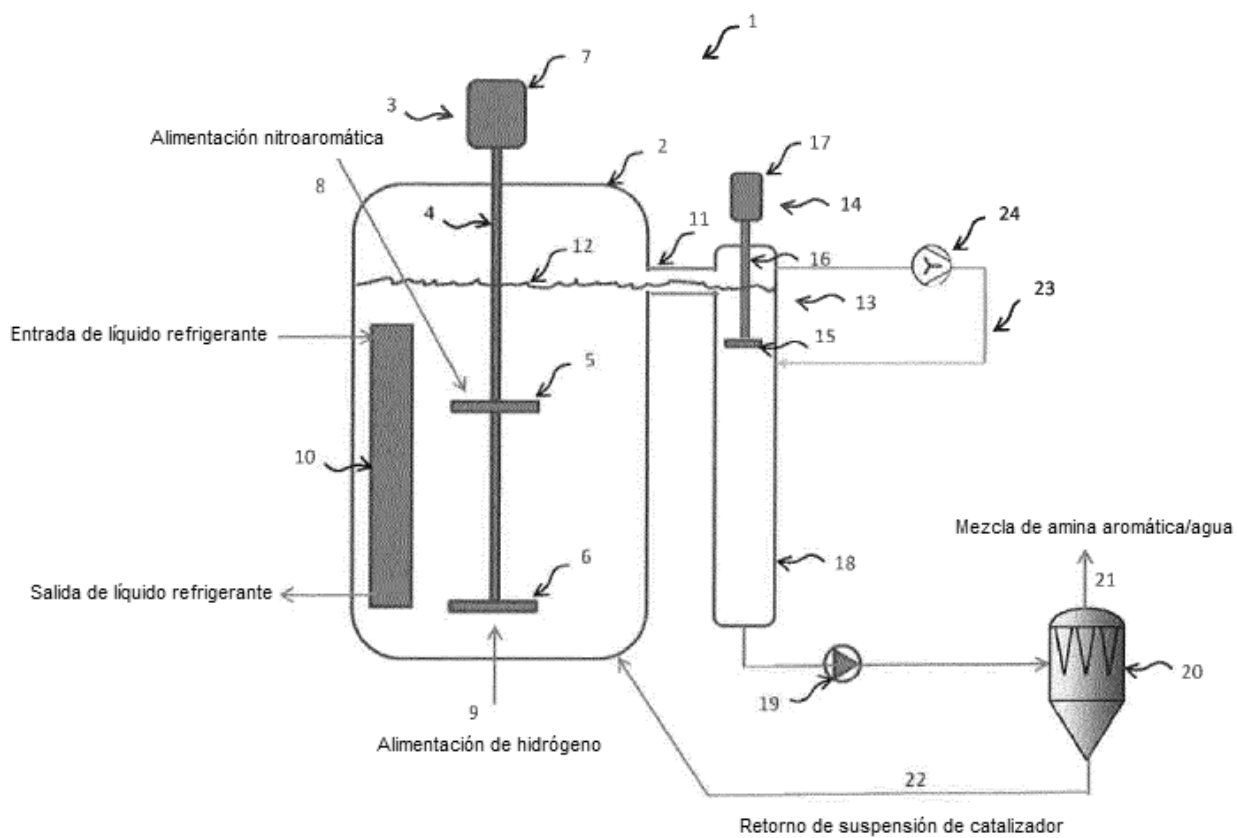


Figura 2