

MÉTODO Y DISPOSITIVO PARA ELABORAR SOLUCIONES DE SAL DE LEUCOÍNDIGO

LIBRES DE ANILINA

CAMPO DE LA INVENCION

La invención se relaciona con un método para elaborar soluciones de sal de leucoíndigo libres de anilina e índigo obtenido de estas, y con una solución de leucoíndigo libre de anilina como tal. La invención además se relaciona con un aparato integrado y con el uso de un dispositivo particular para elaborar soluciones de sal de leucoíndigo libres de anilina.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Índigo es un colorante de cuba usado para teñir materiales textiles que contienen celulosa.

Dado que el índigo tiene baja solubilidad en agua se lo somete a reducción antes de aplicarlo sobre un material textil, donde se forma una sal de leucoíndigo soluble en agua. Esta sal luego se aplica en solución acuosa al material textil. La oxidación de la sal de leucoíndigo resulta en la formación de índigo, de donde se obtiene el material textil teñido.

El índigo producido sintéticamente contiene impurezas basadas en aminas aromáticas debido a los procesos de producción comúnmente utilizados, en particular anilina y/o N-metilanilina. Por ejemplo, el índigo producido sintéticamente puede contener hasta 6.000 ppm de anilina y hasta 4.000 ppm de N-metilanilina. Las aminas aromáticas tales como anilina y N-metilanilina no son deseables en las aplicaciones textiles. Por lo tanto, en lo posible, se deben eliminar estas impurezas del índigo, y de la sal de leucoíndigo elaborada a partir de este, antes de la aplicación sobre el material textil.

El documento DE 43 36 032 A1 divulga en el Ejemplo 1 un proceso para purificar índigo que comprende extraer una solución acuosa de sal de sodio de leucoíndigo con un disolvente inerte en condiciones que excluyen el oxígeno y regenerar de

modo convencional el índigo por oxidación. El índigo obtenido está libre de anilina y N-metilanilina.

El documento WO 2004/024826 A2 sugiere eliminar las impurezas de aminas aromáticas en la etapa de la solución acuosa de sal de leucoíndigo por destilación, destilación por vapor de agua, extracción o extracción por arrastre con gas inerte. Esta técnica conocida divulga que se puede reducir la concentración de aminas aromáticas por debajo de una concentración de 200 ppm aplicando los métodos de purificación definidos en ella. La solución de sal de leucoíndigo purificada luego se puede someter a oxidación a fin de obtener índigo que contiene dichas bajas cantidades de aminas aromáticas, en caso de contenerlas. El leucoíndigo purificado puede estar presente en un material textil antes de la oxidación. Específicamente, el documento WO 2004/024826 A2 divulga lo siguiente:

El Ejemplo 1 del documento WO 2004/024826 A2 divulga una solución que contiene 55 % en peso de leucoíndigo en forma de una mezcla de sal de sodio y potasio obtenida de una solución de sal de leucoíndigo no purificada que tiene una concentración de sal de 23 % por destilación bajo presión normal, donde en la solución purificada la concentración de anilina es menor que 200 ppm, y la concentración de N-metilanilina es menor que 20 ppm.

El Ejemplo 2 divulga una solución que contiene 23 % en peso de leucoíndigo en forma de una mezcla de sal de sodio y potasio obtenida a partir de una solución de sal de leucoíndigo no purificada mediante extracción al triple, donde en la solución purificada la concentración de anilina es 147 ppm. La N-metilanilina ya no es detectable.

El Ejemplo 3 divulga una solución que contiene 23 % en peso de leucoíndigo en forma de una mezcla de sal de sodio y potasio obtenida a partir de una solución de sal de leucoíndigo no purificada mediante extracción con nitrógeno, donde en

la solución purificada la concentración de anilina es 113 ppm. La N-metilanilina ya no es detectable.

El Ejemplo 4 divulga una solución de leucoíndigo en forma de una mezcla de sal de sodio y potasio obtenida mediante destilación por vapor de agua de una solución de sal de leucoíndigo sin purificar. La anilina y la N-metilanilina ya no son detectables. La solución tiene una concentración de leucoíndigo de 7 % en peso. No obstante, esta solución con baja concentración no es aplicable a la obtención de tonos medios o intensos. En consecuencia, dicha solución de leucoíndigo carecería de interés para las aplicaciones a escala industrial.

Se sabe además que para el transporte y la aplicación, una solución acuosa de sal de leucoíndigo deberá ser tan estable como sea posible a fin de evitar la indeseada cristalización y/o precipitación de la sal. Esto es particularmente importante si la sal de leucoíndigo está presente en el medio acuoso con una concentración relativamente alta. Las soluciones de sal de leucoíndigo concentradas son ventajosas en los procesos de teñido en cuba debido a la reducida contaminación de aguas residuales.

Al respecto, el documento WO 00/04100 sugiere proporcionar una solución acuosa de leucoíndigo en forma de una mezcla de sal de sodio y potasio, donde el % en moles de sodio está comprendido dentro del rango de 70 a 30, y el % en moles de potasio, de forma correspondiente, está comprendido dentro del rango de 30 a 70. Esto corresponde a una relación molar de sodio con respecto a potasio dentro del rango 2,33 : 1 a 1 : 2,33. Dentro de dicho rango, a pesar de una concentración relativamente alta de sal de leucoíndigo de 25 a 40 % en peso, dicha solución de sal de leucoíndigo disuelta es estable a temperatura ambiente, o es estable a una temperatura aumentada en el rango de 40 a 60 °C en el caso de una concentración entre 50 y 55 % en peso, es decir la sal no es proclive a cristalización ni precipitación. Esta técnica conocida además divulga una relación

molar de sodio con respecto a potasio dentro del rango de 3 : 1 a 1 : 3, que corresponde a un % en moles de sodio entre 75 y 25, y potasio entre 25 y 75.

El documento WO 00/04100 además divulga con referencia al documento WO 94/23114 que una solución de leucoíndigo en forma de una sal de sodio es estable hasta una concentración de 20 % en peso a temperatura ambiente.

El documento WO 00/04100 además divulga que se puede destilar el agua de soluciones diluidas de leucoíndigo a fin de concentrarlas. Por ejemplo, de una solución que tiene una concentración de 25 % en peso de leucoíndigo, se puede destilar aproximadamente 44 % en peso de agua a fin de concentrar la solución hasta 38 % en peso (Ejemplo 4).

El Ejemplo 5 del documento WO 00/04100 divulga que de una solución acuosa que contiene 20 % en peso de leucoíndigo se destila aproximadamente 34 % de agua a fin de concentrar la solución a 27 % en peso.

El documento WO 00/04100 nada dice respecto a las concentraciones de anilina y N-metilanilina.

OBJETOS DE LA INVENCION

Existe una necesidad creciente en la industria de proporcionar soluciones de sal de leucoíndigo concentradas que estén libres de anilina o libres de anilina y libres de N-metilanilina. Por lo tanto, el problema a resolver mediante la presente invención es proporcionar soluciones de sal de leucoíndigo libres de anilina e índigo libre de anilina.

SINTESIS DE LA INVENCION

La invención se relaciona con los siguientes ítems:

1. Método para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO (por sus siglas en

inglés: *International Organization for Standardization* - Organización Internacional de Normalización) 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, el método comprende al menos los pasos (A) a (C):

- (A) proporcionar una corriente líquida que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s);
- (B) proporcionar una corriente de purificación;
- (C) poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación.

2. El método del ítem 1, donde el paso (C) comprende los pasos (C1) y (C2), y el método además comprende los pasos (D) y (E):

- (C1) alimentar con dicha corriente líquida y
- (C2) alimentar con dicha corriente de purificación
un dispositivo configurado para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación;
- (D) descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida; y
- (E) descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación.

3. El método del ítem 1 o 2, donde la corriente líquida y la corriente de purificación fluyen contracorriente.

4. El método de cualquiera de los ítems precedentes, donde la corriente de purificación es una corriente de vapor.

5. El método del ítem 4, donde dicha corriente de vapor comprende un gas inerte, un disolvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua, o vapor de agua, o dos o tres de estos.

6. El método de cualquiera de los ítems 2 a 5, donde el dispositivo se selecciona entre el grupo que consiste en una columna de placas, una columna

empacada o una columna de burbujeo, o dos o tres de estas, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.

7. El método de cualquiera de los ítems 5 a 6, donde dicho vapor de agua se genera calentando al menos una porción de dicha corriente líquida que ha sido descargada del dispositivo de acuerdo con el paso (E).

8. El método de cualquiera de los ítems 2 a 7, donde los pasos (A) a (E) se realizan simultáneamente.

9. Solución estable acuosa de leucoíndigo, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; donde la solución está libre de anilina o está libre de anilina y está libre de N-metilanilina según se determina conforme a la norma ISO 14362-1:2017(E); y

donde la concentración de la sal de leucoíndigo está comprendida dentro del rango de concentración de 10 a 45 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C; o

donde la concentración de la sal de leucoíndigo tiene un rango de concentración comprendido entre 45 y 65 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 60 °C.

10. Método para elaborar índigo, que comprende el paso (II):

(II) oxidar la solución acuosa de leucoíndigo como se define en el ítem 9.

11. El método del ítem 10, que comprende el paso (I) antes del paso (II):

(I) tratar un material textil con la solución de leucoíndigo para que se oxide.

12. Aparato integrado que comprende:

un aparato de reducción configurado para reducir índigo que comprende

anilina o anilina y N-metilanilina a fin de elaborar una solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; y

un aparato de purificación configurado para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, dicho aparato de purificación comprende:

(α) un primer medio configurado para proporcionar una corriente líquida que comprende una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino;

(β) un segundo medio configurado para proporcionar una corriente de purificación;

(γ) un tercer medio que comprende un dispositivo configurado

($\gamma 1$) para alimentar dicho dispositivo con dicha corriente líquida y dicha corriente de purificación;

($\gamma 2$) configurado además para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación; y

($\gamma 3$) configurado además para descargar de dicho dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida, y descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación;

(δ) un cuarto medio configurado para recibir al menos una porción de la

corriente líquida que se ha descargado del dispositivo,

13. Aparato integrado de acuerdo con el ítem 12, donde el dispositivo se selecciona entre el grupo que consiste en una columna de placas, una columna empacada y una columna de burbujeo, o dos o tres de estas, o más de tres de estos dispositivos.

14. Uso del dispositivo configurado

(y1) alimentar dicho dispositivo con una corriente líquida que comprende una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, y con una corriente de purificación;

(y2) configurado además para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación; y

(y3) configurado además para descargar de dicho dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida, y descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación;

para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino.

15. Uso del ítem 14, donde el dispositivo se selecciona entre el grupo que consiste en una columna de placas, una columna empacada y una columna de burbujeo, o dos o tres de estas, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.

16. Método para elaborar índigo, que comprende los pasos (I) y (III):

- (I) aplicar un método como se definió en cualquiera de los ítems 1 a 8; preferentemente en el ítem 6, 7 u 8.
 - (III) oxidar la solución de leucoíndigo obtenida en el paso (I).
17. El método del ítem 16, que comprende el paso (II) antes del paso (III):
- (II) tratar un material textil con la solución de leucoíndigo obtenida en el paso (I).
18. Solución estable acuosa de leucoíndigo, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; donde la solución está libre de anilina o está libre de anilina y está libre de N-metilanilina según se determina conforme a la norma ISO 14362-1:2017(E); y
- donde la concentración de la sal de leucoíndigo tiene una concentración comprendida dentro del rango de 28 a 32 % en peso o 29 a 31 % en peso o en una concentración de 30 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C; y
- donde la sal comprende una mezcla de sal de sodio y de potasio o está en forma de una mezcla de sal de sodio y de potasio, donde el sodio y el potasio están presentes con una relación molar entre 2,33 : 1 a 1 : 2,33.
19. Solución estable acuosa de leucoíndigo, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; donde la solución está libre de anilina o está libre de anilina y está libre de N-metilanilina según se determina conforme a la norma ISO 14362-1:2017(E); y
- donde la concentración de la sal de leucoíndigo tiene una concentración comprendida dentro del rango de 38 a 42 % en peso o 39 a 41 % en peso o en una concentración de 40 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C; y

donde la sal comprende una mezcla de sal de sodio y de potasio o está en forma de una mezcla de sal de sodio y de potasio, donde el sodio y el potasio están presentes con una relación molar entre 2,33 : 1 a 1 : 2,33.

Una particular ventaja del método de acuerdo con la invención es que se pueden preparar soluciones de sal de leucoíndigo en solución concentrada, preferentemente dentro del rango de 10 a 65 % en peso tal como 15 a 60 % en peso o 20 a 55 % en peso o 25 a 50 % en peso, lo cual cumple los requisitos de teñido en términos de tonos medios y profundos, y que están libres de anilina o libres de anilina y N-metilanilina. Además se pueden cumplir los requisitos de reducción de contaminación de agua residual en las fábricas de teñidos.

Asimismo, el método no solo proporciona soluciones de leucoíndigo libres de anilina y libres de N-metilanilina y altamente concentradas y el índigo realizado a partir de estas, sino que proporciona la ventaja del siguiente beneficio adicional:

Como es ampliamente conocido, los métodos de purificación de soluciones de leucoíndigo basados en destilación y extracción como se describió anteriormente en la técnica conocida están generalmente acompañados por la formación de espuma. Esta formación de espuma puede perjudicar seriamente la realización económica a escala industrial debido a los modestos rendimientos del espacio. Asimismo, la espuma puede resultar en la formación de costras en los equipos utilizados lo cual también puede afectar negativamente tanto el proceso como la calidad del producto formado.

Por el contrario, los inventores de la presente invención descubrieron que el método de acuerdo con la invención, respectivamente, el aparato integrado de la invención y el dispositivo usado para realizar el método, permiten reducir la formación de espuma en tal medida que es posible una realización económica ventajosa a escala industrial lo que da por resultado un alto rendimiento del espacio y un producto de calidad superior.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La expresión "libre de anilina" como se usa en esta divulgación define una concentración de anilina menor que 100 ppm, preferentemente menor que 80 ppm, más preferentemente menor que 60 ppm, de forma aún más preferida menor que 40 ppm, en particular menor que 30 ppm o menor que 20 ppm, y particularmente preferida menor que 10 ppm o menor que 5 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

La expresión "libre de anilina y libre de N-metilanilina" como se usa en esta divulgación define una concentración de anilina y una concentración de N-metilanilina menor que 100 ppm, preferentemente menor que 80 ppm, más preferentemente menor que 60 ppm, de forma aún más preferida menor que 40 ppm, en particular menor que 30 ppm o menor que 20 ppm, y particularmente preferida menor que 10 ppm o menor que 5 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

Método de acuerdo con la invención

De acuerdo con un **primer aspecto**, la invención está relacionada con un método para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, el método comprende al menos los pasos (A) a (C):

- (A) proporcionar una corriente líquida que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s);
- (B) proporcionar una corriente de purificación;
- (C) poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación.

En una realización, la invención está relacionada con un método para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, el método comprende al menos los pasos (A) a (E):

- (A) proporcionar una corriente líquida que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s);
- (B) proporcionar una corriente de purificación;
- (C1) alimentar dicha corriente líquida y
- (C2) alimentar dicha corriente de purificación
un dispositivo configurado para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación;
- (D) descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida; y
- (E) descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación.

De acuerdo con la invención, el paso (A) requiere suministrar una corriente líquida que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s). Dicho suministro preferentemente se realiza al descargar una solución de sal de leucoíndigo desde un respectivo recipiente de almacenamiento o directamente desde un dispositivo de reducción en el cual la solución de sal de leucoíndigo se elabora por la reducción del índigo. La solución descargada está en condiciones de fluir, por ejemplo, ya sea bajo la influencia de presión, por gravedad o mediante una bomba, y así forma una corriente. Preferentemente, el flujo de la solución está dirigido mediante una tubería hacia el dispositivo usado

en el paso (C1).

Asimismo, de acuerdo con la invención, el paso (B) requiere proporcionar una corriente de purificación. Dicho suministro preferentemente se realiza mediante la descarga de un líquido de purificación o vapor de purificación adecuado desde un respectivo recipiente de almacenamiento. El líquido o vapor de purificación descargado está en condiciones de fluir, por ejemplo, ya sea bajo la influencia de presión, por gravedad o mediante una bomba, y así forma una corriente. Preferentemente, el flujo de la solución o el vapor está dirigido mediante una tubería hacia el dispositivo usado en el paso (C2).

La expresión "corriente de purificación" proporcionada en el paso (B) denota cualquier sustancia que es adecuada para eliminar o al menos reducir el contenido de anilina o anilina y N-metilanilina en una solución de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal. En una realización preferida, dicha corriente de purificación está generada por vapor, el cual también luego se puede denominar vapor de purificación.

Dicho vapor se puede generar y mantener bajo presión en un recipiente adecuado, donde luego de la liberación del vapor desde dicho recipiente, dicho vapor está en condiciones de fluir, formando así una corriente. Preferentemente, el vapor liberado es dirigido a través de una tubería hasta el dispositivo usado en el paso (C2).

El término "vapor" como se usa en la presente abarca o denota una sustancia o un compuesto en la fase gaseosa. Generalmente, dicho vapor es producido al calentar una sustancia o un compuesto por encima de su punto de ebullición. El término "vapor" también comprende un compuesto o una sustancia que está presente en forma de gotitas pequeñas dispersas en una fase gaseosa, y así forma un aerosol.

En una realización, dicho vapor o corriente de vapor es o comprende un gas

inerte.

En otra realización, dicho vapor o corriente de vapor es o comprende un disolvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua.

En aún otra realización, dicho vapor o corriente de vapor es o comprende vapor de agua.

Por consiguiente, en una realización, dicho vapor o corriente de vapor es o comprende un gas inerte, un disolvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua, o vapor de agua, o dos o tres de estos.

Un gas inerte adecuado es nitrógeno.

Un disolvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua se puede seleccionar de un hidrocarburo.

El término "vapor de agua" como se usa en la presente denota agua vaporizada.

En una realización preferida, dicho vapor o corriente de vapor comprende vapor de agua o es vapor de agua.

En una realización, dicho vapor o corriente de vapor comprende vapor de agua y nitrógeno o consiste en vapor de agua y nitrógeno.

En una realización, dicho vapor de agua es generado por el calentamiento de agua en un recipiente a presión hasta una temperatura de 100 °C o superior a 100 °C. En el método de acuerdo con la invención se puede usar vapor de agua a alta presión a aproximadamente 10 bares y 200 °C, o vapor de agua a baja presión a aproximadamente 0,5 bares y 100 °C.

En una realización preferida, dicho vapor de agua es adicional o alternativamente generado por el calentamiento de al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha descargado del dispositivo de acuerdo con el paso (E). Para el calentamiento se puede usar, por ejemplo, un intercambiador de calor.

En una realización, la cantidad de calor que ingresa al dispositivo generada por la alimentación de la corriente de purificación de acuerdo con el paso (C2) y el calor

que ingresa con la alimentación de la corriente líquida de acuerdo con el paso (C1) es controlada de forma tal que esta iguale la cantidad de calor eliminada en los pasos (D) y (E) dado que el agregado de calor en exceso o en forma insuficiente al dispositivo puede llevar a la formación de espuma o provocar inundación. Por consiguiente, el método se realiza de forma tal que se obtienen condiciones adiabáticas.

En otra realización, la cantidad de calor que ingresa al dispositivo generada por la porción calentada de dicha corriente líquida que ha sido descargada del dispositivo de acuerdo con el paso (E) y el calor que ingresa con la alimentación de la corriente líquida de acuerdo con el paso (C1) es controlada de forma tal que esta iguale la cantidad de calor eliminada en los pasos (D) y (E) dado que el agregado de calor en exceso o en forma insuficiente al dispositivo puede llevar a la formación de espuma o provocar inundación. Por consiguiente, el método se realiza de forma tal que se obtienen condiciones adiabáticas.

Además, de acuerdo con la invención, los pasos (C1) y C(2) requieren alimentar con dicha corriente líquida y dicha corriente de purificación un dispositivo configurado para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor.

En una realización, dicho dispositivo comprende una entrada para corriente líquida o entradas para corrientes líquidas para alimentar la corriente líquida, y una entrada para corriente de purificación o entradas para corrientes de purificación tal como una entrada para corriente de vapor o entradas para corrientes de vapor para alimentar la corriente de purificación tal como una corriente de vapor.

Las entradas pueden estar provistas en cualquier ubicación en el dispositivo, es decir, las entradas pueden proporcionarse en la parte inferior o la parte superior o en las paredes laterales del dispositivo.

En una realización, la o las entradas para corrientes líquidas se proporcionan en la parte inferior del dispositivo, y la o las entradas para corrientes de purificación en la parte superior o a la inversa.

En otra realización, la o las entradas para corrientes líquidas se proporcionan en las paredes laterales del dispositivo, y la o las entradas para corrientes de purificación en la parte inferior o superior del dispositivo.

En otra realización, la o las entradas para corrientes de purificación se proporcionan en las paredes laterales del dispositivo, y la o las entradas para corrientes líquidas en la parte inferior o superior del dispositivo.

Preferentemente, la o las entradas para corrientes de purificación y/o la o las entradas para corrientes líquidas están diseñadas con la forma de un aspersor o aspersores. También es posible el uso de láminas perforadas como entradas para corrientes de purificación y/o entradas para corrientes líquidas.

En una realización, la puesta en contacto se realiza de forma tal que el dispositivo está parcial o completamente lleno con el líquido originado desde la corriente líquida, y la entrada o entradas para corrientes de purificación están dispuestas de forma tal que la alimentación de la corriente de purificación necesariamente debe fluir a través del líquido.

En otra realización, la o las entradas para corrientes líquidas y corrientes de purificación están dispuestas de forma tal que las corrientes se cruzan entre sí.

En otra realización, la puesta en contacto de las corrientes se puede realizar en una forma contra-corriente.

En otra realización, la puesta en contacto de las corrientes se puede realizar en forma concurrente, por ejemplo, cuando la o las entradas de corrientes líquidas y de purificación son idénticas, es decir, las corrientes se alimentan mediante una entrada común o entradas comunes.

En otra realización, el dispositivo contiene medios para guiar la corriente líquida y

la corriente de purificación de forma tal que están en contacto entre sí. Tales medios se conocen en la técnica. A modo de ejemplo se mencionan placas y materiales de relleno tales como anillos de Raschig.

El término "placa" como se usa en la presente se usa como sinónimo del término "plato".

La expresión "material de relleno" como se usa en la presente se usa como sinónimo del término "empacado".

De acuerdo con la invención, el paso (D) requiere descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida.

Por consiguiente, en una realización, dicho dispositivo comprende una salida para corriente de purificación o salidas para corrientes de purificación para descargar al menos una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida.

Asimismo, de acuerdo con la invención, el paso (E) requiere descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor.

Por consiguiente, en una realización, dicho dispositivo comprende una salida de corriente líquida o salidas de corrientes líquidas para descargar al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor.

Básicamente, las salidas pueden estar dispuestas en una manera como la que se expuso con respecto a las entradas para corriente de purificación y corriente líquida, es decir, en la parte inferior, en la parte superior, o en las paredes laterales del dispositivo.

En una realización preferida, la o las entradas para corrientes de purificación están dispuestas en una porción inferior del dispositivo, y la o las entradas para

corrientes líquidas están dispuestas en una porción superior del dispositivo.

En una realización preferida correspondiente, la o las salidas para corrientes de purificación tales como salidas de vapor están dispuestas en una porción superior del dispositivo, y la o las salidas para corrientes líquidas están dispuestas en una porción inferior del dispositivo.

En una realización particularmente preferida, la o las entradas para corrientes de purificación están dispuestas en la parte inferior del dispositivo, y la o las entradas para corrientes líquidas están dispuestas en la parte superior del dispositivo.

En una realización particularmente preferida correspondiente, la o las salidas para corrientes de purificación están dispuestas en la parte superior del dispositivo, y la o las salidas para corrientes líquidas están dispuestas en la parte inferior del dispositivo.

Por consiguiente, en una realización preferida, dicha corriente líquida y dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor fluyen contra-corriente.

En una realización preferida adicional, dicha corriente líquida y dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor son corrientes que fluyen contra-corriente, donde la corriente líquida fluye hacia abajo, y la corriente de purificación fluye hacia arriba.

La corriente de purificación tal como una corriente de vapor descargada de la o las salidas de purificación tales como salidas de vapor comprende anilina y anilina y N-metilanilina.

El resultado del método de acuerdo con la invención es que la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina de la corriente líquida descargada de acuerdo con el paso (E) de la salida o las salidas de corrientes líquidas es menor que la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina de la corriente líquida con que se alimenta el dispositivo de acuerdo con el paso (C1) mediante la o las entradas para corrientes líquidas.

En una realización, la temperatura y el caudal de la corriente de purificación tal como una corriente de vapor que alimenta al dispositivo de acuerdo con el paso (C2) se seleccionan de tal forma que la relación de separación es menor que 70 %.

La expresión "relación de separación" como se usa en la presente denota la relación entre la cantidad total de la corriente de purificación tal como una corriente de vapor descargada del dispositivo de acuerdo con el paso (D) y la cantidad total de la corriente líquida que alimenta al dispositivo de acuerdo con el paso (C1) expresada en porcentaje (corriente líquida que alimenta al dispositivo de acuerdo con el paso (C1) = 100 %).

En una realización preferida, la relación de separación es menor que 60 %, más preferentemente menor que 40 %, aún más preferentemente menor que 30 % o menor que 20 % o menor que 10 %.

En otra realización preferida, la relación de separación está comprendida dentro del rango de 60 a 5 %, más preferentemente 50 a 5 % o 40 a 5 % o 30 a 5 % o 20 a 5 % o 10 a 5 %.

En una realización preferida, los pasos (A) a (E) se realizan simultáneamente, es decir, el proceso es un proceso continuo.

En otra realización, el proceso se puede realizar de forma discontinua, es decir, como un proceso por lotes. En una realización, el dispositivo se rellena con líquido proporcionado por la corriente líquida de acuerdo con el paso (C1). A continuación, se realizan los pasos (C2) y (D). Luego de la puesta en contacto de acuerdo con el paso (D), la solución leucoíndigo purificada se descarga del dispositivo de acuerdo con el paso (E). El método se puede repetir.

En una realización preferida, el dispositivo usado en el método de acuerdo con la invención es una columna o comprende una columna.

Columnas

El término "columna" como se usa en la presente abarca un elemento con estructura hueca, preferentemente un elemento cilíndrico hueco, donde la longitud excede al diámetro. Ni el diámetro ni la longitud están limitados.

En una realización, la longitud y el diámetro o la relación entre la longitud y el diámetro de la columna se pueden seleccionar libremente o se pueden optimizar en vista del resultado a obtener.

Preferentemente, el diámetro está comprendido dentro del rango de 0,1 a 4 metros.

Preferentemente, la longitud está comprendida dentro del rango de 1 a 50 metros, tal como 1 a 30 metros.

En otra realización, el diámetro está comprendido dentro del rango de 0,1 a 4 metros y la longitud está comprendida dentro del rango de 1 a 30 metros.

En una realización, la columna como se define en la presente está diseñada para que sea recta.

En otra realización, la columna como se define en la presente está diseñada para que no sea recta.

En otra realización, la columna está dispuesta en forma horizontal.

En otra realización, la columna está dispuesta en forma perpendicular.

En otra realización, la columna se proporciona en forma de espiral.

Se prefiere la disposición de forma perpendicular.

La columna usada en el método de la invención comprende n etapas teóricas. La expresión "etapa teórica" como se usa en la presente abarca una zona o etapa hipotética en la cual dos fases, tales como la fase líquida que se origina desde la corriente líquida y la fase de purificación tal como una fase de vapor que se origina desde la corriente de purificación según se define en la presente, establecen en la columna un equilibrio entre sí. Tales etapas de equilibrio también se pueden denominar una etapa de equilibrio o una etapa ideal.

La cantidad de etapas teóricas requeridas en el método de acuerdo con la invención puede depender del tipo particular de columna usado. Este se puede determinar de acuerdo con los métodos conocidos en la técnica, considerando el grado deseado de separación de anilina o anilina y N-metilanilina en la(s) fracción(es) de salida, es decir, obtenidas en los pasos (D) y (E). También puede depender de la cantidad de reflujo utilizado.

La elección del diseño final del número de etapas que se ha de aplicar en una realización industrial se puede seleccionar entonces sobre la base de un equilibrio económico entre el costo de etapas adicionales y el costo de usar una tasa de reflujo más alta

En una realización, la columna puede tener de 5 a 50 etapas teóricas.

En otra realización, la columna puede tener de 10 a 40 etapas teóricas.

En una realización, la columna puede operarse con presión reducida.

En otra realización, la columna puede operarse con una presión sustancialmente igual a la presión atmosférica.

En aun otra realización, la columna puede operarse con una presión por encima de la presión atmosférica.

En una realización, la columna puede trabajar con una presión reducida tal como una presión dentro del rango de $0,1 \cdot 10^5$ Pa absoluta (0,10 bara) a $0,95 \cdot 10^5$ Pa absoluta (0,95 bara). En tales condiciones, la temperatura de la columna se puede establecer dentro del rango de 40 °C a 95 °C.

En otra realización, la columna puede trabajar con una presión sustancialmente igual a la presión atmosférica, es decir, dentro del rango de $0,95 \cdot 10^5$ Pa absoluta (0,95 bara) a $1,2 \cdot 10^5$ Pa absoluta (1,2 bara). En tales condiciones, la temperatura de la columna generalmente se establece dentro del rango de 95 °C a 110 °C.

En una realización adicional, la columna se puede operar usando presiones superiores a la presión atmosférica, opcionalmente bajo una presión de $1,2 \cdot 10^5$

Pa absoluta (1,2 bara) a $11 \cdot 10^5$ Pa absoluta (11 bara), por ejemplo, a $7 \cdot 10^5$ Pa absoluta (7 bara). La temperatura de la columna luego se puede establecer dentro del rango de 110 °C a 190 °C, por ejemplo, dentro del rango de 160 °C a 170 °C. Las temperaturas citadas se miden en la parte inferior de la columna y dependen de la cantidad de vapor que sale de la columna en la parte superior.

Para el calentamiento, en una realización, se utiliza un calentador. La expresión "calentador" como se usa en la presente abarca un dispositivo usado para calentar solo un área pequeña, por ejemplo, la región de la parte inferior de la columna. Por consiguiente, dicho calentador está dispuesto preferentemente en la parte inferior de la columna o cerca de esta.

En otra realización, se calientan regiones superiores de la columna.

En otra realización, se calienta la parte inferior como así también las regiones superiores de la columna.

Si se usa vapor de agua como purificación o vapor de alimentación de acuerdo con el paso (C2), la anilina está acompañada con agua cuando sale de la columna en la fase de vapor de acuerdo con el paso (D). El vapor que comprende anilina y el vapor de agua proveniente de la columna se pueden condensar y enfriar. El condensado posteriormente se puede separar en una fase acuosa, que comprende agua y anilina.

Una parte del condensado se puede devolver a la parte superior de la columna, donde se utiliza para romper las gotitas y opcionalmente los sólidos en la fase de vapor, que ha de salir de la columna. Esta rotura se puede realizar usando preferentemente una sección con platos, aunque también se podría usar una sección con estructura empacada.

El dispositivo se puede proporcionar con medios desespumantes tales como deflectores, preferentemente instalados en la parte baja de la columna utilizada, de ser necesario.

En otra realización, el desespumado se puede reforzar añadiendo un desespumante a la solución de leucoíndigo que se ha de purificar. Si bien se pueden usar desespumantes heterogéneos tales como aceites de silicio, es preferible usar desespumantes homogéneos que se disuelven en la solución de leucoíndigo, y que no afectan negativamente la oxidación posterior del leucoíndigo purificado a índigo.

Específicamente, de acuerdo con la invención, el dispositivo usado en los pasos (C1) y (C2) se selecciona entre el grupo que consiste en una columna de placas, una columna empacada y una columna de burbujeo, o dos o tres de estas, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.

La expresión "columna de placas" como se usa en la presente es sinónimo de la expresión "torre con platos" o "columna con platos".

Las columnas de placas, las columnas empacadas y las columnas de burbujeo se conocen en la técnica.

En una realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de placas y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna empacada a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de placas y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna empacada y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de burbujeo a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de placas y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de burbujeo a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna empacada y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de burbujeo a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, se conectan en serie varias columnas de placas, columnas empacadas o columnas de burbujeo, respectivamente, a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, una columna de placas está conectada con una columna empacada o una columna de burbujeo a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, una columna empacada está conectada con una columna de burbujeo a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, una columna de placas está conectada con una columna empacada a fin de optimizar aún más el método.

En otra realización, una columna de placas está conectada con una columna empacada y una columna de burbujeo a fin de optimizar aún más el método.

En aún otra realización, se realiza una pre-purificación según se divulga en la técnica conocida, donde la purificación final se realiza con el método de acuerdo con la invención.

La expresión "pre-purificación" como se usa en la presente abarca destilar el agua de una respectiva solución de sal de leucoíndigo, la extracción con un disolvente orgánico adecuado, una destilación con vapor de agua o la extracción con nitrógeno, o dos o más de estas formas.

Naturalmente, en el método de acuerdo con la invención se ha de excluir la presencia de oxígeno a fin de evitar la prematura oxidación de leucoíndigo a índigo.

A continuación se expone con mayor detalle sobre las columnas utilizadas.

Columna de placas

En una realización, el dispositivo es una columna de placas.

En una realización preferida, la columna de placas está dispuesta en forma de torre, es decir, está dispuesta en forma perpendicular.

En una realización, la altura de la columna es mayor a 5 metros, preferentemente

5 a 50 metros, y más preferentemente 10 a 40 metros.

En conexión con una columna de placas, las etapas teóricas también se denominan platos teóricos o placas teóricas.

Los platos o placas preferentemente están fabricados con placas circulares de acero y usualmente están instalados dentro de la columna a intervalos de aproximadamente 60 a 75 cm hacia lo alto de la columna.

En una realización, el plato es un plato con campanas de burbujeo o un plato de válvulas.

La expresión "plato con campanas de burbujeo" como se usa en la presente abarca una campana ranurada sobre un elevador central, donde el gas fluye hacia arriba a través del elevador, y el flujo inverso que está debajo de la campana, pasa hacia abajo a través del espacio anular entre el elevador y la campana, y finalmente pasa hacia el líquido a través de una serie de aberturas o ranuras en la parte inferior de la campana.

La expresión "plato con válvulas" como se usa en la presente abarca un plato con perforaciones que están cubiertas por tapas que se pueden levantar. El flujo de vapor levanta las tapas, creando por sí solo un área de flujo para el paso de vapor. Las tapas que se levantan dirigen el flujo de vapor horizontalmente hacia el líquido.

En una realización, el plato es plato perforado, es decir, un plato de tamiz. La expresión "plato de tamiz" abarca un plato en el cual el contacto buscado entre el vapor y el líquido se produce cuando el vapor, que fluye hacia arriba a través de las perforaciones, entra en contacto con el líquido que fluye hacia abajo a través de las perforaciones.

En una realización, el contacto se logra por la instalación de campanas de burbujeo o platos con válvulas en cada perforación para promover la formación de burbujas de vapor que fluyan a través de una capa delgada de líquido mantenida

por una represa en cada plato.

Por consiguiente, en una realización, los platos se pueden seleccionar entre platos perforados, platos con campanas de burbujeo o platos con válvulas, o dos o tres de estos.

Los platos perforados, los platos con campanas de burbujeo o los platos con válvulas son conocidos en la técnica.

En una realización, la alimentación hacia la columna de placas comprende o es una corriente líquida proporcionada de acuerdo con el paso (A) y una corriente de purificación tal como una corriente de vapor proporcionada de acuerdo con el paso (B), con las que se alimenta la columna de acuerdo con los pasos (C1) y (C2). Por lo tanto, dos fases prevalecen en el interior de la columna, a saber, una fase de vapor generada por la corriente de purificación, y una fase líquida generada por la corriente líquida. La fase líquida fluye preferentemente hacia abajo a través de la columna por gravedad, mientras que la fase de vapor fluye hacia arriba. Estas dos fases entran en contacto en correspondencia con los orificios, las válvulas o las campanas de burbujeo que cubren el área de los platos. El vapor se desplaza hacia el plato más elevado a través de estos dispositivos, mientras que el líquido se desplaza hacia la parte inferior a través, por ejemplo, de un conducto de bajada.

El líquido es recolectado en la parte inferior de la columna mientras que el vapor es recolectado en la parte superior. El líquido y el vapor producidos en la parte superior e inferior se puede recircular.

El vapor recolectado en la parte superior de acuerdo con el paso (D) contiene anilina o anilina y N-metilanilina que fueron extraídas de la solución de leucoíndigo.

El líquido recolectado en la parte inferior de acuerdo con el paso (E) contiene la solución de leucoíndigo purificada.

Columna empacada

En una realización, las placas de la columna de placas como se divulgó anteriormente están reemplazadas por secciones de empacado, es decir, por secciones que comprenden un material de relleno. Por consiguiente, el dispositivo utilizado para purificación es una columna empacada.

En una realización, las empaquetaduras pueden tener una geometría regular tal como anillos apilados, rejillas, o anillos estructurados de diseño propio, o monturas.

Los anillos son, por ejemplo, anillos Raschig o anillos tipo Pall.

Las monturas pueden ser, por ejemplo, monturas Intalox®.

En una realización, las empaquetaduras pueden tener una forma irregular.

Las empaquetaduras pueden estar dispuestas aleatoriamente en la columna, donde los anillos, las monturas y las tonalidades propias se vuelcan en la columna y adoptan una disposición aleatoria.

En otra realización, las empaquetaduras pueden estar dispuestas en la columna de forma regular.

Los anillos, las monturas o las tonalidades propias estructuradas pueden estar realizadas con una variedad de materiales tales como cerámicos, metales, plásticos y carbono.

En una realización, también es posible el uso de empaquetaduras estructuradas tales como mallas de alambre o láminas perforadas.

La altura necesaria de la empaquetadura se puede determinar de acuerdo con métodos conocidos en la técnica.

En una realización, la alimentación hacia la columna empacada comprende o es una corriente líquida proporcionada de acuerdo con el paso (A) y una corriente de purificación tal como una corriente de vapor proporcionada de acuerdo con el paso (B), con las que se alimenta la columna de acuerdo con los pasos (C1) y

(C2). Por lo tanto, dos fases prevalecen en el interior de la columna, a saber, una fase de vapor generada por la corriente de purificación, y una fase líquida generada por la corriente líquida. La fase líquida fluye preferentemente hacia abajo a través de la columna por gravedad, mientras que la fase de vapor fluye hacia arriba. Estas dos fases entran en contacto en correspondencia con las empaquetaduras o los materiales de relleno de la columna empacada. El vapor se desplaza hacia las empaquetaduras más elevadas a través de estos dispositivos, mientras que el líquido se desplaza hacia las empaquetaduras inferiores a través, por ejemplo, de un conducto de bajada.

El líquido es recolectado en la parte inferior de la columna empacada mientras que el vapor es recolectado en la parte superior. El líquido y el vapor producidos en la parte superior e inferior se puede recircular.

El vapor recolectado en la parte superior de acuerdo con el paso (D) contiene anilina o anilina y N-metilanilina que fueron extraídas de la solución de leucoíndigo.

El líquido recolectado en la parte inferior de acuerdo con el paso (E) contiene la solución de leucoíndigo purificada.

Columna de burbujeo

En una realización, las placas o las empaquetaduras divulgadas en conexión con una columna de placas o una columna empacada se retiran de la columna.

Por consiguiente, el dispositivo se puede denominar una columna de burbujeo.

La expresión "columna de burbujeo" como se usa en la presente es sinónimo de la expresión "reactor de columna de burbujeo".

En su forma más simple, una columna de burbujeo como se usa en el método de acuerdo con la invención consiste en un cilindro vertical con un distribuidor de vapor en la entrada de la corriente de purificación. Dicha columna de burbujeo se puede diseñar como una columna de burbujeo de una sola etapa.

La fase de vapor proporcionada por la corriente de purificación o la corriente de vapor de acuerdo con el paso (B) es dispersada por el distribuidor en burbujas que ingresan en la fase líquida.

La fase líquida proporcionada por la corriente líquida de acuerdo con el paso (A) se puede desplazar a favor de la corriente o contra-corriente hacia el flujo de la corriente de vapor.

En una realización, la alimentación hacia la columna de burbujas comprende o es una corriente líquida proporcionada de acuerdo con el paso (A) y una corriente de purificación tal como una corriente de vapor proporcionada de acuerdo con el paso (B), con las que se alimenta la columna de acuerdo con los pasos (C1) y (C2). Por lo tanto, dos fases prevalecen en el interior de la columna, a saber, una fase de vapor generada por la corriente de purificación, y una fase líquida generada por la corriente líquida. La fase líquida fluye preferentemente hacia abajo a través de la columna por gravedad, mientras que la fase de vapor fluye hacia arriba.

El líquido es recolectado en la parte inferior de la columna de burbujas mientras que el vapor es recolectado en la parte superior. El líquido y el vapor producidos en la parte superior e inferior se puede recircular.

El vapor recolectado en la parte superior de acuerdo con el paso (D) contiene anilina o anilina y N-metilanilina que fueron extraídas de la solución de leucoíndigo.

El líquido recolectado en la parte inferior de acuerdo con el paso (E) contiene la solución de leucoíndigo purificada.

Es sabido que la eficacia de una columna de burbujas puede depender de la forma y la velocidad de las burbujas. En una realización, los rangos de las velocidades superficiales de líquido y vapor, sobre la base del área de la sección transversal del reactor vacío, se seleccionan para que estén comprendidos dentro

de la región de 0 a 3 cm/s y 3 a 25 cm/s, respectivamente.

En una realización, dicha columna de burbujas preferentemente contiene medios para controlar las burbujas, es decir, preferentemente contiene un sistema de control de flujo.

Asimismo, propiedades tales como la velocidad, la forma y el área de las burbujas se pueden estudiar mediante técnicas de procesamiento de imágenes conocidas a fin de optimizar la eficacia de la columna de burbujeo.

En una realización, la relación entre la longitud y el diámetro del reactor de burbujas es entre 3 y 10.

En otras realizaciones, el diseño de una columna de burbujeo de una sola etapa puede variar de acuerdo con las respectivas columnas conocidas en la técnica.

En una realización, la columna de burbujas se puede diseñar como una columna de burbujas de etapas múltiples, es decir, una columna de burbujas en cascada.

En una realización, dicha cascada puede comprender platos de tamiz.

En otra realización, la columna de burbujeo puede estar diseñada como un reactor de bucle gigante o un reactor de bucle de chorro.

Preparación del material de partida

La solución leucoíndigo usada en el método de acuerdo con la invención como se define en el **primer aspecto** se prepara de acuerdo con métodos conocidos en la técnica, es decir, sometiendo una composición acuosa que comprende índigo de varias fuentes o síntesis novedosas a un paso de reducción en presencia de hidróxido de metal alcalino.

Por consiguiente, el método de acuerdo con la invención comprende el paso (0) antes del paso (A):

(0) someter una composición acuosa que comprende índigo que contiene anilina o anilina y N-metilanilina, a reducción en presencia de un hidróxido de metal alcalino a fin de generar una solución acuosa de leucoíndigo que

comprende dicha(s) amina(s), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino.

Preferentemente, la reducción se realiza como hidrogenación. La hidrogenación se puede realizar por métodos conocidos en la técnica.

Una reducción preferida es la hidrogenación que utiliza Raney-Nickel como catalizador.

Otros métodos conocidos son, por ejemplo, reducción usando ditionito de sodio, reducción por electrólisis tal como electrólisis indirecta usando complejos de trietanolamina de hierro como mediadores, y reducción usando indoxilo. Se deberá entender que la reducción no se limita a los métodos de reducción mencionados.

De acuerdo con la invención, dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino.

El término "metal alcalino" abarca litio, sodio y potasio y combinaciones de dos o tres de estos.

Por consiguiente, en una realización, el metal alcalino puede ser litio o sodio o potasio.

En otra realización, el metal alcalino puede ser litio y sodio, o litio y potasio, o sodio y potasio.

En otra realización, el metal alcalino puede ser litio, sodio y potasio.

La expresión "litio, sodio y potasio" significa los respectivos cationes de estos.

La cantidad de metal alcalino en la sal de leucoíndigo esencialmente corresponde a una cantidad que corresponde estequiométricamente a la cantidad que es necesaria para la formación completa de la sal de leucoíndigo. Preferentemente, la sal y/o la solución contienen entre 1,5 y 2,5 moles alcalinos por mol de leucoíndigo, más preferentemente entre 2,0 y 2,5 moles alcalinos, aún más preferentemente entre 2,1 y 2,5 moles alcalinos.

En una realización, la sal es una sal de sodio, por ejemplo, la sal definida en el documento WO 94/23114.

En una realización, la sal está en forma de una mezcla de sal de metales alcalinos tal como una mezcla de sal de sodio y potasio.

En una realización, el sodio y el potasio están presentes con una relación molar según se define en el documento WO 00/004100, por ejemplo, con una relación molar entre 2,33 : 1 a 1 : 2,33.

Dicha relación molar entre sodio y potasio de 2,33 : 1 a 1 : 2,33 cubre, por ejemplo, una relación de 2 : 1 a 1 : 2, o 1,5 : 1 a 1 : 1,5 o una relación de 1 : 1.

En otra realización, el sodio y el potasio están presentes con una relación molar de más de 3 : 1 a 10 : 1 tal como 4 : 1 a 8 : 1 o 5 : 1 a 7 : 1.

El experto en la técnica es capaz de seleccionar rangos de concentración adecuados en los cuales las respectivas soluciones de leucoíndigo purificadas elaboradas a partir de soluciones de leucoíndigo sin purificar sean estables según las relaciones molares de los metales alcalinos empleados.

Por lo tanto, se pueden preparar soluciones concentradas y estables dentro de los rangos molares de sodio y potasio mencionados.

En una realización preferida, la sal de leucoíndigo se proporciona en forma de una mezcla de sal de metales alcalinos, preferentemente una mezcla de sal de sodio y potasio, además preferentemente con una relación molar entre sodio y potasio dentro de rango de 2,33 : 1 a 1 : 2,33.

Es posible proporcionar la cantidad requerida de hidróxido de metal alcalino de una vez antes de la hidrogenación o en porciones durante la hidrogenación, o antes y durante la hidrogenación. De ser necesario, también se puede agregar álcali adicional después de la hidrogenación.

La concentración de la sal obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A) se puede elegir dentro de límites amplios y no está restringida por requisitos

particulares.

En una realización, la concentración de sal de leucoíndigo en la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A) está dentro del rango de 5 a 65 % en peso, sobre la base del peso total de la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A) tal como 10 a 60 % en peso o 15 a 55 % en peso o 20 a 50 % en peso.

En otra realización, la concentración de sal de leucoíndigo en la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A) está dentro del rango de 10 a 35 % en peso, sobre la base del peso total de la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A).

Como se expuso anteriormente en la sección Antecedentes, una solución de sal de leucoíndigo obtenida por reducción de índigo contiene una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina proveniente de los procesos de producción de índigo comúnmente empleados.

En una realización, la concentración de dicha amina aromática en la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A) antes de la purificación está dentro del rango de 2.000 ppm a 10.000 ppm.

En una realización, la concentración de anilina está dentro del rango de 1.000 ppm a 3.000 ppm y la concentración de N-metilanilina está dentro del rango de 500 a 2.000 ppm.

Solución acuosa estable de leucoíndigo de acuerdo con la invención

Si se usa vapor de agua como corriente de purificación, la concentración de leucoíndigo en la corriente líquida purificada descargada del dispositivo de acuerdo con el paso (E) puede ser menor que la concentración de leucoíndigo en la corriente líquida proporcionada en el paso (A), respectivamente en la corriente líquida que alimenta al dispositivo de acuerdo con el paso (C1) debido al vapor de agua de condensación que alimenta al dispositivo de acuerdo al paso (C2)

La solución obtenida en el paso (E) se puede concentrar con respecto a la solución usada en el paso (A), por ejemplo, mediante la destilación del agua hasta lograr la concentración deseada.

En otra realización, cuando se usa vapor de agua en el paso (C2) que se genera calentando al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha descargado del dispositivo de acuerdo con el paso (E), también se puede producir la concentración del leucoíndigo.

La solución de leucoíndigo purificada obtenida en el paso (E) también se puede diluir añadiendo agua, si fuera necesario.

Por consiguiente, la concentración de la solución de leucoíndigo purificada obtenida en el paso (E) se puede ajustar de acuerdo con la aplicación deseada, ya sea mediante la destilación del agua o añadiendo agua.

En otra realización, el método de acuerdo con la invención se puede realizar de forma tal que la concentración de la solución de leucoíndigo purificada obtenida en el paso (E) es igual a la concentración de la solución de leucoíndigo sin purificar proporcionada en el paso (A).

En una realización, la concentración de la sal de leucoíndigo obtenida en la solución purificada de acuerdo con el paso (E) se ajusta a un rango entre 45 y 65 % en peso, sobre la base del peso total de la solución.

En una realización, la concentración de la sal de leucoíndigo en la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A) se ajusta hasta un rango de 5 a 65 % en peso tal como 10 a 60 % en peso o 15 a 55 % en peso o 20 a 50 % en peso, sobre la base del peso total de la solución obtenida en el paso (0) o proporcionada en el paso (A), y la concentración de la sal de leucoíndigo en la solución purificada está dentro del rango de 40 a 65 % en peso, sobre la base del peso total de la solución.

Por lo tanto, en una realización, la concentración de la sal de leucoíndigo en la

solución purificada está dentro de un rango de 40 a 65 % en peso, sobre la base del peso total de la solución.

Si resulta necesario, la solución obtenida después de la purificación se puede diluir hasta un rango de concentración adaptado a los requisitos de la aplicación o la estabilidad.

En una realización, la concentración se ajusta a un rango de 10 a 45 % en peso tal como 15 a 45 % en peso o tal como 10 a 40 % en peso, si es necesario mediante el agregado de agua. Otros rangos de concentración adecuados son, por ejemplo, 20 a 45 % en peso o 25 a 45 % en peso o 20 a 40 % en peso o 25 a 40 % en peso.

Naturalmente, luego de la dilución la concentración de amina aromática disminuye aún más.

En una realización, la concentración de la sal de leucoíndigo se ajusta a un rango de concentración de 10 a 45 % en peso sobre la base del peso total de la solución tal como 15 a 45 % en peso o 20 a 45 % en peso o 25 a 45 % en peso o 10 a 40 % en peso o 20 a 40 % en peso o 25 a 40 % en peso a fin de proporcionar una solución de sal de leucoíndigo estable, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C.

En una realización, la concentración de la sal de leucoíndigo se ajusta a un rango de concentración de 45 a 65 % en peso sobre la base del peso total de la solución a fin de proporcionar una solución de sal de leucoíndigo estable, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 60 °C.

La expresión "estabilidad de la solución" se refiere a una solución que no es proclive a cristalizarse o precipitar a la temperatura indicada.

En una realización, la concentración de la sal de leucoíndigo se ajusta a una concentración comprendida dentro del rango de 45 a 65 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una

temperatura de 60 °C.

De acuerdo con la invención, la anilina se elimina de la solución de leucoíndigo hasta una concentración de anilina menor que 100 ppm, preferentemente menor que 80 ppm, más preferentemente menor que 60 ppm, de forma aún más preferida menor que 50 ppm, en particular menor que 20 ppm, y de forma particularmente preferida menor que 10 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

Asimismo, de acuerdo con la invención, la anilina y la N-metilanilina se eliminan de la solución de leucoíndigo hasta una concentración de anilina y N-metilanilina menor que 100 ppm, preferentemente menor que 80 ppm, más preferentemente menor que 60 ppm.

En una realización particularmente preferida, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 40 ppm, en particular menor que 30 ppm o menor que 20 ppm, y en forma particularmente preferida menor que 10 ppm o menor que 5 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

De acuerdo con un **segundo aspecto**, la invención se relaciona con una solución estable acuosa de leucoíndigo que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino;

donde la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 100 ppm, preferentemente menor que 80 ppm, más preferentemente menor que 60 ppm, de forma aun más preferida menor que 40 ppm, en particular menor que 30 ppm o menor que 20 ppm, y en forma particularmente preferida menor que 10 ppm o menor que 5 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E); es decir, la solución de leucoíndigo está libre de anilina o libre de anilina y libre de N-metilanilina; y

donde la concentración de la sal de leucoíndigo tiene una concentración comprendida dentro del rango de 10 a 45 % en peso sobre la base del peso total de la solución tal como 15 a 45 % en peso o 20 a 45 % en peso o 25 a 45 % en peso, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C; o donde la concentración de la sal de leucoíndigo tiene una concentración comprendida dentro del rango de 45 a 65 % en peso tal como 45 a 60 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 60 °C.

En una realización particularmente preferida, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 40 ppm, en particular menor que 30 ppm o menor que 20 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

En una realización particularmente preferida, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 10 ppm o menor que 5 ppm.

En una realización particularmente preferida adicional, la invención se relaciona con un solución estable acuosa de leucoíndigo, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; donde la solución está libre de anilina o está libre de anilina y está libre de N-metilanilina según se determina conforme a la norma ISO 14362-1:2017(E); y

donde la concentración de la sal de leucoíndigo está comprendida dentro del rango de 28 a 32 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C;

y donde la sal comprende una mezcla de sal de sodio y de potasio o está en forma de una mezcla de sal de sodio y de potasio, donde el sodio y el potasio están presentes con una relación molar entre 2,33 : 1 a 1 : 2,33.

En otra realización particularmente preferida, la concentración de la sal de leucoíndigo está comprendida dentro del rango de 29 a 31 % en peso.

En inclusive otra realización particularmente preferida, la concentración de la sal de leucoíndigo es 30 % en peso.

En una realización particularmente preferida adicional, la invención se relaciona con un solución estable acuosa de leucoíndigo, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; donde la solución está libre de anilina o está libre de anilina y está libre de N-metilanilina según se determina conforme a la norma ISO 14362-1:2017(E); y

donde la concentración de la sal de leucoíndigo está comprendida dentro del rango de 38 a 42 % en peso sobre la base del peso total de la solución, y donde la estabilidad de la solución se mide a una temperatura de 23 °C;

y donde la sal comprende una mezcla de sal de sodio y de potasio o está en forma de una mezcla de sal de sodio y de potasio, donde el sodio y el potasio están presentes con una relación molar entre 2,33 : 1 a 1 : 2,33.

En otra realización particularmente preferida, la concentración de la sal de leucoíndigo está comprendida dentro del rango de 39 a 41 % en peso.

En inclusive otra realización particularmente preferida, la concentración de la sal de leucoíndigo es 40 % en peso.

En una realización particularmente preferida adicional, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 100 ppm, o menor que 80 ppm, o menor que 60 ppm, o menor que 40 ppm, determinándose la concentración de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

En otra realización particularmente preferida, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 30 ppm.

En otra realización particularmente preferida, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 20 ppm.

En una realización particularmente preferida adicional, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 10 ppm.

En una realización particularmente preferida adicional, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina es menor que 5 ppm.

En una realización, la solución acuosa de leucoíndigo de acuerdo con la invención se puede obtener mediante un método como se define en el **primer aspecto**.

La sal de leucoíndigo obtenida se puede convertir en índigo o se puede usar en un proceso de teñido en cuba para teñir un material textil.

Método para elaborar índigo de acuerdo con la invención

Por consiguiente, en un **tercer aspecto**, la invención se relaciona con un método para elaborar índigo que comprende el paso (II):

(II) oxidar la solución acuosa de leucoíndigo como se define en el **segundo aspecto**.

En una realización, el método comprende el paso (I) antes del paso (II):

(I) tratar un material textil con la solución de leucoíndigo para que se oxide.

En una alternativa, la invención se relaciona con un método para elaborar índigo, que comprende los pasos (I) y (III):

(I) realizar un método como se define en el **primer aspecto**;

(III) oxidar la solución de leucoíndigo obtenida en el paso (I).

En una realización, el método comprende el paso (II) antes del paso (III):

(II) tratar un material textil con la solución de leucoíndigo obtenida en el paso (I).

En una realización preferida, el dispositivo usado en el método del paso (I) se selecciona entre el grupo que consiste en una columna de placas, una columna empacada o una columna de burbujeo, o dos o tres de estas, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.

En otra realización preferida, dicho vapor de agua empleado en método del paso (I) se genera calentando al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha descargado del dispositivo de acuerdo con el paso (E).

En otra realización preferida, los pasos (A) a (E) usados en el método del paso (I) se realizan simultáneamente.

Aparato integrado de acuerdo con la invención

De acuerdo con un **cuarto aspecto**, la invención se relaciona con un aparato integrado, que comprende:

un aparato de reducción configurado para reducir índigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina a fin de elaborar una solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, y

un aparato de purificación configurado para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino; el aparato de purificación comprende:

(α) un primer medio configurado para proporcionar una corriente líquida que comprende una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino;

(β) un segundo medio configurado para proporcionar una corriente de purificación;

(γ) un tercer medio que comprende un dispositivo configurado

($\gamma 1$) para alimentar dicho dispositivo con dicha corriente líquida y dicha corriente de purificación;

($\gamma 2$) configurado además para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación; y

($\gamma 3$) configurado además para descargar de dicho dispositivo al menos

una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida, y descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación;

(δ) un cuarto medio configurado para recibir al menos una porción de la corriente líquida que se ha descargado del dispositivo.

La expresión "aparato de reducción configurado para reducir índigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina a fin de elaborar una solución acuosa de sal de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s)" abarca un aparato de reducción que comprende los medios respectivos de reducción tales como medios configurados para proporcionar hidrógeno.

En una realización, el primer medio (α) es un tanque de almacenamiento para la solución de sal de leucoíndigo que se ha de purificar.

En otra realización, el primer medio (α) es el dispositivo de reducción.

En otra realización, el segundo medio (β) es un recipiente que alberga el medio de purificación, tal como un gas inerte, un disolvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua, o vapor de agua, o dos o tres de estos.

En una realización, el dispositivo comprendido en dicho tercer medio (γ) se selecciona entre el grupo que consiste en una columna de placas, una columna empacada o una columna de burbujeo, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.

La configuración de acuerdo con (γ 1) preferentemente proporciona tuberías desde (α) y (β) hacia la(s) entrada(s) de vapor y la(s) entrada(s) de líquido del dispositivo, y la(s) entrada(s) de vapor y la(s) entrada(s) de líquido.

En una realización, la configuración de acuerdo con (γ 2) proporciona placas (platos) para materiales de relleno dentro del dispositivo.

La configuración de acuerdo con (γ 3) preferentemente proporciona salida(s) de

corriente líquida y salida(s) de corriente de purificación tales como salida(s) de vapor y tuberías hacia los respectivos recipientes de recolección o almacenamiento para albergar la anilina o la anilina y N-metilanilina extraídas y la solución de sal de leucoíndigo purificada.

En una realización, el cuarto medio (δ) es un recipiente de almacenamiento, que preferentemente puede ser calentado.

En una realización particularmente preferida, el cuarto medio comprende un segundo medio o es el segundo medio.

Uso del dispositivo

De acuerdo con un **quinto aspecto**, la invención se relaciona con el uso de un dispositivo configurado

($\gamma 1$) para alimentar una corriente líquida que comprende una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, y una corriente de purificación tal como una corriente de vapor en dicho dispositivo;

($\gamma 2$) configurado además para poner en contacto dicha corriente líquida con dicha corriente de purificación; y

($\gamma 3$) configurado además para descargar de dicho dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación que se ha puesto en contacto con dicha corriente líquida, y descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente líquida que se ha puesto en contacto con dicha corriente de purificación; para elaborar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina se determina de acuerdo con la norma ISO 14362-1:2017(E), donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino;

preferentemente, donde el dispositivo se selecciona entre el grupo que consiste

en una columna de placas, una columna empacada y una columna de burbujeo, o dos o tres de estas, o dos o más de cualquiera de estas columnas.

EJEMPLOS

Ejemplo 1 (Comparativo)

Se sometieron a destilación a presión ambiente 1.000 g de una solución de leucoíndigo 30 % en peso (que contenía 6,5 % en peso de metal alcalino, 2.495 ppm de anilina y 1.480 ppm de N-metilanilina). Después de la destilación de 470 ml de agua, se obtuvo una solución 57 % en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue 173 ppm y la concentración de N-metilanilina fue 9 ppm determinada de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

Ejemplo 2

Se añadieron 1.000 g de agua a 2.000 g de una solución de leucoíndigo 30 % en peso (que contenía 6,5 % en peso de metal alcalino, 2.356 ppm de anilina y 1.258 ppm de N-metilanilina). A continuación, la composición se sometió a destilación a temperatura ambiente. Después de la destilación de 2.000 ml de agua, se obtuvo una solución 60 % en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue 38 ppm y la concentración de N-metilanilina no fue detectable de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

Ejemplo 3

Se añadieron 2.000 g de agua a 2.000 g de una solución de leucoíndigo 30 % en peso (que contenía 6,5 % en peso de metal alcalino, 2.350 ppm de anilina y 1.335 ppm de N-metilanilina). A continuación, la composición se sometió a destilación a temperatura ambiente. Después de la destilación de 3.000 ml de agua, se obtuvo una solución 60 % en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue 16 ppm y la concentración de N-metilanilina no fue detectable de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

Ejemplo 4

Se añadieron 3.000 g de agua a 2.000 g de una solución de leucoíndigo 30 % en peso (que contenía 6,5 % en peso de metal alcalino, 2.164 ppm de anilina y 1.170 ppm de N-metilanilina). A continuación, la composición se sometió a destilación a temperatura ambiente. Después de la destilación de 4.000 ml de agua, se obtuvo una solución 60 % en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue 5 ppm determinada de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E). El contenido de N-metilanilina no fue detectable.

Ejemplo 5

Se diluyeron 1.000 g de la solución de leucoíndigo obtenida en el Ejemplo 4 con 500 g de agua para obtener una solución 40 % en peso. Esta solución tuvo un contenido de anilina menor que 5 ppm determinado de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E). La solución se usó en teñido en cuba y proporcionó tonalidades más oscuras.

Ejemplo 6

Se sometieron a destilación a presión ambiente 2.000 g de una solución de leucoíndigo 30 % en peso (que contenía 6,5 % en peso de metal alcalino, 2.164 ppm de anilina y 1.170 ppm de N-metilanilina). Simultáneamente con la destilación, se añadieron lentamente 3.000 ml de agua. Después de la destilación de 4.000 ml de agua, se obtuvo una solución 60 % en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue 5 ppm determinada de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E). El contenido de N-metilanilina no fue detectable.

Ejemplo 7

Una columna cilíndrica de placas múltiples con un diámetro de 0,10 m y una altura de 3 m y provista en la parte inferior con un calentador se llenó en condiciones inertes con 5-10 kg de la solución leucoíndigo usada como material de partida en el Ejemplo 6. El calentador se configuró de forma tal que el líquido en la parte

inferior de la columna se calentó hasta una temperatura de 95-110 °C. Luego, se inyectó en el líquido vapor de agua a alta presión mediante un aspersor en la parte inferior de la columna. El vapor de agua que salía de la columna en la parte superior se recolectó y se condensó. Después de 2-4 horas el contenido de la columna se descargó. La solución obtenida estaba libre de anilina y libre de N-metilanilina según se determinó de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).

Ejemplo 8

La columna usada en el Ejemplo 7 se purgó y se mantuvo en condiciones inertes. El calentador se configuró de forma tal que el líquido en la parte inferior de la columna se calentó hasta una temperatura de 95-110 °C. Durante el experimento se controló la temperatura. La columna se rellenoó con 5-10 kg de la solución de leucoíndigo usada en el Ejemplo 7. Solución de leucoíndigo adicional se transfirió a un recipiente de alimentación que se mantuvo a 25 °C. Se alimentó la columna con la solución mediante una bomba. Simultáneamente, se insertó vapor de agua a alta presión en la columna mediante un aspersor en la parte inferior de la columna. La solución purificada luego se recolectó continuamente desde la columna.

Las configuraciones de la purificación, tal como temperatura y caudal, se seleccionaron de forma tal que se obtuvieron varias separaciones en el rango de 10-60%. El equilibrio de masa y la separación se determinaron sobre la base de las cantidades de destilado y residuo recolectadas.

Se analizaron muestras de la parte inferior de la columna en términos de contenido de anilina/N-metilanilina (NMA) determinado de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E). La solución estaba libre de anilina y libre de N-metilanilina según se determinó de conformidad con la norma ISO 14362-1:2017(E).