

SOLUCIONES DE SAL DE LEUCOÍNDIGO ACUOSAS CONCENTRADAS PURIFICADAS

CAMPO DE LA INVENCION

La invención se encuentra en el campo de las soluciones de sal de leucoíndigo
5 acuosas concentradas purificadas y estables y el índigo obtenido a partir de las
mismas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El índigo es un colorante de tina utilizado para teñir materiales textiles que
contienen celulosa.

10 Para la aplicación sobre un material textil, el índigo se somete a reducción en
donde se forma una sal de leucoíndigo soluble en agua. Esta sal se aplica luego
en solución acuosa al material textil. La oxidación de la sal de leucoíndigo da
como resultado la formación de índigo, en donde se obtiene el material textil
teñido.

15 El índigo producido sintéticamente contiene impurezas atrapadas en él en base a
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
20 deseables en aplicaciones textiles. Por lo tanto, estas impurezas deberían
eliminarse lo más posible del índigo, respectivamente la sal de leucoíndigo
producida a partir de él, antes de la aplicación sobre el material textil.

El documento WO 2004/024826 sugiere eliminar impurezas de aminas aromáticas
en la etapa de la solución de sal de leucoíndigo acuosa por destilación, destilación
25 por vapor, extracción o mediante separación con un gas inerte. Esta técnica

anterior describe que la concentración de aminas aromáticas puede reducirse por debajo de una cantidad de 200 ppm. La solución de sal de leucoíndigo purificada puede luego someterse a oxidación para obtener índigo que contenga dichas bajas cantidades de aminas aromáticas, si las hay, en donde el leucoíndigo está
5 presente en un material textil antes de la oxidación.

Además, para el transporte y la aplicación, una solución de sal de leucoíndigo acuosa debe ser lo más estable posible para evitar la cristalización y/o precipitación indeseadas de la sal. Esto es particularmente importante si la sal de leucoíndigo está presente en el medio acuoso en una concentración relativamente
10 alta. Las soluciones concentradas de sal de leucoíndigo son ventajosas en el proceso de teñido de tina debido a una contaminación reducida del agua residual. El documento WO 00/04100 sugiere proporcionar una solución acuosa de leucoíndigo en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde el % en moles de sodio se encuentra en el intervalo de 70 a 30, y el % en moles de potasio se
15 encuentra correspondientemente en el rango de 30 a 70. Esto corresponde a una relación molar de sodio a potasio en el rango de 2,33:1 a 1: 2,33. Dentro de dicho intervalo, a pesar de una concentración relativamente alta de la 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 un aumento de temperatura en el intervalo
20 de 40 a 60°C en el caso de una concentración entre 50 y 55% en peso, es decir, la sal no es propensa a cristalización o precipitación. Esta técnica anterior describe además una relación molar de sodio a potasio en el intervalo de 3:1 a 1:3, que corresponde a un intervalo de % en moles de sodio de 75 a 25, y potasio de 25 a 75.

El documento WO 00/04100 enseña además con referencia al documento WO 94/23114 que una solución de leucoíndigo en forma de una sal de sodio es estable hasta una concentración del 20% en peso solamente. Esto significa nada más que el reemplazo de potasio por sodio en las sales de leucoíndigo definidas en el documento WO 00/04100 afecta negativamente a la estabilidad de una solución respectiva y promueve la cristalización.

OBJETIVOS DE LA INVENCION

Existe una necesidad continua en la industria para proporcionar soluciones de sal de leucoíndigo concentradas más estables y purificadas e índigo fabricado a partir de ellas.

SINTESIS DE LA INVENCION

A pesar de las enseñanzas de la técnica anterior tratada, es decir, que las soluciones concentradas de sal de leucoíndigo pueden proporcionarse en un intervalo molar de sodio a potasio en el intervalo de 2,33:1 a 1:2,33, y que el sodio afecta negativamente la estabilidad de soluciones de leucoíndigo, los inventores de la presente invención han investigado soluciones de sal de leucoíndigo que tienen una relación molar incrementada de sodio a potasio. Los inventores de la presente invención han descubierto sorprendentemente que pueden prepararse soluciones de sal de leucoíndigo más estables y concentradas que cumplen los requisitos industriales aumentando la relación molar de sodio a potasio conocida de la técnica anterior en el intervalo de 3:1 a 1:3 a una relación molar superior a 3:1. Se pueden preparar soluciones concentradas estables hasta una relación molar de sodio a potasio de 10:1, tal como de 3,5:1 a 10:1. Se pueden obtener soluciones con una concentración de sal de leucoíndigo de 25 a 45% en peso, tal como 30% en peso, basado en el peso total de la solución, que son estables a

temperatura ambiente o a temperatura elevada hasta 60°C. Este rango de concentración resultante es suficiente para lograr los tonos medios y profundos deseados en el proceso de teñido de tina. También se pueden cumplir los requisitos de una contaminación reducida de aguas residuales en las fábricas de

5 teñido.

Las soluciones de sal de leucoíndigo en bruto pueden someterse a una etapa de purificación tal como destilación con el fin de eliminar el exceso de aminas aromáticas no deseadas, en donde pueden obtenerse soluciones de sal de leucoíndigo concentradas purificadas y estables.

10 La invención se refiere a los siguientes ítems:

1. Método para preparar una solución acuosa de sal de leucoíndigo, método que comprende la etapa (A):

(A) someter una composición acuosa que comprende índigo que contiene una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, a reducción, de

15 modo preferente hidrogenación, en presencia de hidróxido sódico e hidróxido potásico para generar una solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha amina aromática, en donde dicho leucoíndigo se encuentra en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde la relación molar de sodio a potasio está en el intervalo de por encima de 3:1 a 10:1, tal como 3,5:1 a 10:1.

20 2. Método de purificación de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, en donde dicho leucoíndigo se encuentra en forma de una sal mixta de sodio y potasio, donde la relación molar de sodio a potasio está en el rango de más de 3:1 a 10:1, tal como 3,5:1 a 10:1, el método que comprende la etapa (B):

(B) someter la solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha amina aromática a una etapa de purificación seleccionada del grupo que consiste en:

(a) destilación;

(b) destilación al vapor;

5 (c) extracción;

(d) separación con un gas inerte;

(e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación;

(f) o a una combinación de dos o más de las mismas.

3. Método para fabricar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o
10 libre de anilina y de N-metilanilina a partir de una solución acuosa de leucoíndigo que comprende anilina o anilina y N-metilanilina, determinándose la concentración de anilina o anilina y N-metilanilina de acuerdo con ISO 14362-1:2017 (E), en donde dicho leucoíndigo se encuentra en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde la relación molar de sodio a potasio se encuentra en
15 el intervalo de por encima de 3:1 a 10:1, tal como 3,5:1 a 10:1, comprendiendo el método al menos la etapa (B):

(B) someter la solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s) aromática(s) a una etapa de purificación seleccionada del grupo que consiste en

(a) destilación;

20 (b) destilación al vapor;

(c) extracción líquido-líquido;

(d) separación con un gas inerte;

(e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación;

(f) o a una combinación de dos o más de las mismas.

25 4. Método del ítem 2 o 3, en donde

(a) la destilación se realiza utilizando una columna provista con bandejas o materiales de relleno;

(c) la extracción es una extracción líquido-líquido utilizando un extractor centrífugo;

- 5 (e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación comprende al menos las etapas (α) a (γ):

(α) proporcionar una corriente de líquido que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s);

(β) proporcionar una corriente de purificación;

- 10 (γ) poner en contacto dicha corriente de líquido con dicha corriente de purificación.

5. Método del ítem 4, en donde la etapa (γ) comprende las etapas ($\gamma 1$) y ($\gamma 2$), y el método comprende adicionalmente las etapas (δ) y (ϵ):

($\gamma 1$) alimentar dicha corriente de líquido y

- 15 ($\gamma 2$) alimentar dicha corriente de purificación

en un dispositivo configurado para poner en contacto dicha corriente de líquido con dicha corriente de purificación;

(δ) descargar del dispositivo al menos una parte de dicha corriente de purificación que ha contactado con dicha corriente de líquido; y

- 20 (ϵ) descargar del dispositivo al menos una parte de dicha corriente de líquido que se ha contactado por dicha corriente de purificación.

6. Método del ítem 5, en donde la corriente de líquido y la corriente de purificación son corrientes contracorriente.

7. Método de uno cualquiera de los ítems 4 a 6, en donde la corriente de
25 purificación es una corriente de vapor.

8. Método del ítem 7, en donde dicha corriente de vapor comprende un gas inerte, un solvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua, o vapor, o dos o tres de los mismos.
9. Método de uno cualquiera de los ítems 4 a 8, en donde el dispositivo se
5 selecciona del grupo que consiste en columna de placa, columna de relleno o columna de burbujas, o dos o tres de las mismas, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.
10. Método de uno cualquiera de los ítems 4 a 9, en donde dicho vapor se genera calentando al menos una porción de dicha corriente de líquido que se ha
10 descargado del dispositivo de acuerdo con la etapa (ϵ).
11. Método de uno cualquiera de los ítems 4 a 10, en el que las etapas (α) a (ϵ) se realizan simultáneamente.
12. Método de uno cualquiera de los ítems 2 a 11, que comprende la etapa (A) antes de la etapa (B):
- 15 (A) someter una composición acuosa que comprende índigo que contiene una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, a reducción, de modo preferente hidrogenación, en presencia de hidróxido sódico e hidróxido potásico para generar una solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha amina aromática, en donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal mixta de
20 sodio y potasio, en donde la relación molar de hidróxido de sodio a hidróxido de potasio se encuentra en el intervalo de más de 3:1 a 10:1, tal como 3,5:1 a 10:1.
13. Método de uno cualquiera de los ítems precedentes, en donde la relación molar de sodio a potasio está en el rango de 4:1 a 8:1 o en donde la relación molar de sodio a potasio está en el rango de 5:1 a 7:1.

14. Método del ítem 2 o 3 o uno cualquiera de los ítems 4 a 13 en función de los ítems 2 o 3, en donde la concentración de dicha amina aromática en la solución antes de la purificación o antes de la producción está por encima de 200 ppm determinada de acuerdo con ISO 14362–1:2017 (E), tal como 2.000 a 10.000 ppm.
15. Método del ítem 2 o 3 o cualquiera de los ítems 4 a 14 en función de los ítems 2 o 3, en donde la destilación realizada en la etapa (B) se selecciona del grupo que consiste en: destilación a presión normal, destilación bajo destilación al vacío y al vapor, o una combinación de dos o tres de las mismas.
16. Método del ítem 2 o 3 o cualquiera de los ítems 4 a 15 en función de los ítems 2 o 3, en donde el paso (B) se realiza tanto o tan a menudo como se requiera hasta después de la purificación o después de la concentración de la amina aromática en la solución está por debajo de 200 ppm determinado de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E).
17. Método del ítem 2 o 3 o cualquiera de los ítems 4 a 16 en función de los ítems 2 o 3, en donde la concentración de la sal de leucoíndigo en la solución después de la purificación o después de la fabricación se establece en 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 o 25 a 45% en peso, basado en el peso total de la solución.
18. Solución de sal de leucoíndigo acuosa que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N–metilanilina, en donde la concentración de dicha amina aromática es superior a 200 ppm determinada de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E), tal como 2.000 a 10.000 ppm, en donde el leucoíndigo está en forma de una sal mixta de sodio y potasio, y en donde la

relación molar de sodio a potasio se encuentra en el intervalo de por encima de 3:1 a 10:1, tal como 3,5:1 a 10:1.

19. Solución acuosa de sal de leucoíndigo del ítem 18, en donde la concentración de la sal en la solución está en el intervalo de 5 a 65% en peso, tal como de 10 a 60% en peso o de 15 a 55% en peso o 20 a 50% en peso o 25 a 45% en peso, basado en el peso total de la solución.

20. Solución acuosa de sal de leucoíndigo que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, en donde la concentración de la amina aromática es inferior a 200 ppm determinada de acuerdo con ISO 14362-1: 2017 (E), en donde dicho leucoíndigo se encuentra en forma de una sal mixta de sodio y potasio, y en donde la relación molar de sodio a potasio está en el intervalo de más de 3:1 a 10:1, tal como 3,5:1 a 10:1.

21. Solución acuosa de sal de leucoíndigo de acuerdo con la reivindicación 20, en donde la concentración de la sal en la solución se encuentra en el intervalo de 5 a 65% en peso tal como de 10 a 60% en peso o 15 a 55% en peso o 20 a 50% en peso o 25 a 45% en peso, basado en el peso total de la solución.

22. Solución acuosa de leucoíndigo tal como se define en el ítem 20 o 21, que puede obtenerse por un método tal como se define en el ítem 16 o en el ítem 17.

23. Método de fabricación de índigo, que comprende la etapa (D):

(D) oxidar la solución acuosa de leucoíndigo como se define en cualquiera de los ítems 20 a 22.

24. Método del ítem 23, que comprende la etapa (C) anterior a la etapa (D):

(C) tratar un textil con la solución de leucoíndigo como se define en cualquiera de los ítems 20 a 22.

25. Método de fabricación de índigo, que comprende las etapas (I) y (III):

(I) realizar un método como se define en cualquiera de los ítems 1 a 17, de modo preferente ítems 16 o 17;

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

26. Método del ítem 25, que comprende la etapa (II) anterior a la etapa (III):

5 (II) tratar un textil con la solución de leucoíndigo obtenida en la etapa (I).

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

El término "libre de anilina" tal como se utiliza en esta descripción define en su significado más amplio una concentración de anilina por debajo de 200 ppm, o por debajo de 100 ppm, de modo preferente por debajo de 80 ppm, de modo más
10 preferente por debajo de 60 ppm, aún más preferido por debajo de 40 ppm, en particular por debajo de 30 ppm o por debajo de 20 ppm, y particularmente preferido por debajo de 10 ppm o por debajo de 5 ppm, determinándose la concentración de acuerdo con ISO 14362-1: 2017 (E).

El término "libre de anilina y de N-metilanilina" como se utiliza en esta descripción
15 define una concentración de anilina y una concentración de N-metilanilina por debajo de 200 ppm o 100 ppm, de modo preferente por debajo de 80 ppm, de modo más preferente por debajo de 60 ppm, aún más preferido por debajo de 40 ppm, en particular por debajo de 30 ppm o por debajo de 20 ppm, y particularmente preferido por debajo de 10 ppm o por debajo de 5 ppm,
20 determinándose la concentración de acuerdo con ISO 14362-1: 2017 (E).

Métodos de acuerdo con la invención

De acuerdo con un **primer aspecto**, la invención se refiere a un método para preparar una solución acuosa de sal de leucoíndigo a partir de índigo que contiene una amina aromática, en particular anilina o anilina y N-metilanilina.

25 Para esto, el índigo se somete a reducción utilizando un agente de reducción

apropiado en presencia de cantidades apropiadas de hidróxido de sodio e hidróxido de potasio.

Por consiguiente, el método comprende la etapa (A):

- (A) someter una composición acuosa que comprende índigo que contiene una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, a reducción en presencia de hidróxido sódico e hidróxido potásico para generar una solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha amina aromática, en donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde la relación molar de hidróxido de sodio a hidróxido de potasio se encuentra en el intervalo de más de 3:1 a 10:1.

De modo preferente, la reducción se realiza como hidrogenación. La hidrogenación puede realizarse por métodos conocidos en la técnica.

Un método de reducción preferido es la hidrogenación utilizando Raney-Nickel como catalizador.

- Otros métodos conocidos son, por ejemplo reducción utilizando ditionito de sodio, reducción por electrólisis tal como electrólisis indirecta utilizando complejos de trietanolamina de hierro como mediadores, reducción utilizando indoxilo o hidroxiacetona. Debe entenderse que la reducción no se limita a los métodos de reducción mencionados.

- De acuerdo con la invención, la relación molar de hidróxido de sodio a hidróxido de potasio se encuentra en el intervalo de más de 3:1 a 10:1.

En una forma de realización preferida, la relación molar de hidróxido de sodio a hidróxido de potasio se encuentra en el intervalo de 4:1 a 8:1.

En una forma de realización preferida adicional, la relación molar es de 5:1 a 7:1.

Las relaciones anteriores también se encuentran en la sal de leucoíndigo purificada de acuerdo con el método de la invención como se define en el **segundo aspecto** y **tercer aspecto** a continuación, y utilizando la sal de leucoíndigo producida de acuerdo con el **primer aspecto**.

- 5 La cantidad de hidróxido de sodio e hidróxido de potasio utilizada en la etapa (A) corresponde esencialmente a una cantidad que corresponde estequiométricamente a la cantidad que es necesaria para la formación completa de la sal de leucoíndigo. De modo preferente, se utilizan 1,5 a 2,5 moles de álcalis por mol de leucoíndigo. De modo más preferente, se utilizan de 2,0 a 2,5 moles
- 10 de álcalis, aún más preferidos de 2,1 a 2,5 moles de álcalis.

Es posible proporcionar la cantidad requerida de álcali de una vez antes de la hidrogenación o en porciones durante la hidrogenación, o antes y durante la hidrogenación. Si es necesario, también se puede agregar álcali adicional después de la hidrogenación.

- 15 Posteriormente a la preparación de la solución acuosa de sal de leucoíndigo en bruto, la misma se puede purificar mediante un método de purificación adecuado. Se pueden utilizar los métodos conocidos de la técnica anterior mencionados en la sección de Antecedentes, es decir (a) destilación, (b) destilación por vapor, (c) extracción, (d) separación con un gas inerte, (e) someter a la solución acuosa de
- 20 sal de leucoíndigo a una corriente de purificación o (f) una combinación de dos o más de los mismos. Esto significa que dicha amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina puede eliminarse para generar una solución de sal de leucoíndigo acuosa purificada o una solución de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y de N-metilanilina.

De acuerdo con esto, en un **segundo aspecto**, la invención se refiere a un método para purificar una solución de sal de leucoíndigo acuosa que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, en donde dicho leucoíndigo se encuentra en forma de una mezcla de sodio y sal de potasio, en donde la relación molar de sodio a potasio se encuentra en el intervalo de por encima de 3:1 a 10:1, comprendiendo el método la etapa (B):

(B) someter dicha solución acuosa de sal de leucoíndigo que comprende dicha amina aromática a una etapa de purificación seleccionada del grupo que consiste en

- (a) destilación,
- (b) destilación al vapor,
- (c) extracción,
- (d) separación con un gas inerte,
- (e) someter la solución de sal de leucoíndigo a una corriente de purificación,
- (f) o a una combinación de dos o más de las mismas.

De acuerdo con un **tercer aspecto**, la invención se refiere a un método para fabricar una solución acuosa de leucoíndigo libre de anilina o libre de anilina y de 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 que se determina de acuerdo con ISO 14362-1:2017 (E), en donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, comprendiendo el método al menos la etapa (B):

(B) someter la solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s) aromática(s) a una etapa de purificación seleccionada del grupo que consiste en

- (a) destilación

(b) destilación de vapor

(c) extracción

(d) separación con un gas inerte

(e) someter la solución de sal de leucoíndigo a una corriente de purificación

5 (f) o a una combinación de dos o más de las mismas.

La purificación de acuerdo con la etapa (B) se realiza en ausencia de oxígeno para evitar una oxidación prematura de la sal de leucoíndigo a índigo.

En una forma de realización, el método requiere que antes de la etapa (B) se proporcione una solución acuosa de leucoíndigo que comprende una amina
10 aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina. Además, dicha sal de leucoíndigo debe proporcionarse en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde la relación molar de sodio a potasio se encuentra en el intervalo de más de 3:1 a 10:1.

En una forma de realización preferida, la relación es de 4: 1 a 8: 1.

15 Todavía más preferido es una relación de 5: 1 a 7: 1.

Como se usa en el presente documento, los términos "*sodio*" y "*potasio*" se refieren a los cationes de los mismos.

Dicha solución acuosa de sal de leucoíndigo utilizada en la etapa (B) puede producirse de acuerdo con el método definido en el **primer aspecto**.

20 De acuerdo con esto, el método puede comprender además la etapa (A) anterior a la etapa (B):

(A) someter una composición acuosa que comprende índigo que contiene una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, a reducción, de modo preferente hidrogenación, en presencia de hidróxido de sodio e hidróxido de
25 potasio, para generar una solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha

amina aromática, en donde dicho leucoíndigo está en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde la relación molar de hidróxido de sodio a hidróxido de potasio está en el intervalo de más de 3: 1 a 10: 1.

En una forma de realización del **primer aspecto**, el **segundo aspecto** y el **tercer**
5 **aspecto**, la concentración de la amina aromática en la solución acuosa en bruto de sal de leucoíndigo obtenida en la etapa (A) o utilizada en la etapa (B) antes de la purificación o antes de la fabricación está por encima de 200 ppm, basado en el peso total de la solución.

En otra forma de realización, la concentración de dicha amina aromática es
10 superior a 500 ppm o 1.000 ppm o 1.500 ppm o 2.000 ppm o 2.500 ppm o 3.000 ppm o 3.500 ppm o 4.000 ppm. En una forma de realización, la concentración antes de la destilación es de 2.000 a 10.000 ppm.

En una forma de realización, la concentración de anilina en la solución está en el intervalo de 2.000 ppm a 2.500 ppm, y la concentración de N-metil anilina está en
15 el intervalo de 1.000 ppm y 1.500 ppm.

En una forma de realización, la etapa (B) se realiza siempre y cuando sea necesario hasta que la concentración de la amina aromática después de la purificación o después de la fabricación sea inferior a 200 ppm, o inferior a 100 ppm o inferior a 50 ppm o inferior a 20 ppm o por debajo de 10 ppm o por debajo
20 de 5 ppm como se determina de acuerdo con ISO 14362-1: 2017 (E).

El término "*por debajo de 100 ppm o por debajo de 100 ppm o por debajo de 50 ppm o por debajo de 20 ppm o por debajo de 10 ppm o por debajo de 5 ppm*" abarca el límite inferior en el cual la amina aromática ya no es detectable, es decir, 0 ppm medida de acuerdo con ISO 14362-1: 2017 (E).

En una forma de realización, la etapa (B) se lleva a cabo siempre y cuando sea necesario hasta que la concentración de anilina sea inferior a 200 ppm.

En una forma de realización, la etapa (B) se lleva a cabo siempre y cuando sea necesario hasta que la concentración de N–metilanilina sea inferior a 20 ppm.

- 5 En una forma de realización, la etapa (B) se realiza siempre y cuando se requiera hasta que la concentración de anilina esté por debajo de 200 ppm, y la concentración de N–metilanilina esté por debajo de 20 ppm, donde el peso total de las aminas no excede 200 ppm

- En una forma de realización preferida, la etapa (B) se lleva a cabo siempre y
10 cuando sea necesario hasta que la concentración de anilina sea inferior a 40 ppm, y la concentración de N–metilanilina sea inferior a 5 ppm.

En una forma de realización preferida adicional, la etapa (B) se lleva a cabo siempre y cuando sea necesario hasta que la concentración de anilina sea inferior a 20 ppm, y la concentración de N–metilanilina ya no sea detectable.

- 15 En aún otra forma de realización preferida, la etapa (B) se lleva a cabo siempre y cuando sea necesario hasta que la concentración de anilina sea inferior a 10 ppm, y la concentración de N–metilanilina ya no sea detectable.

(a) Destilación

- En una forma de realización preferida, la purificación se realiza mediante (a)
20 destilación.

La destilación también puede realizarse en presencia de un flujo de un gas inerte tal como nitrógeno. Por lo tanto, la solución se destila y se separa simultáneamente.

- Durante la destilación, dicha amina aromática se elimina junto con agua como una
25 mezcla azeotrópica.

En una forma de realización preferida, la destilación se realiza a presión normal.

En otra forma de realización, la destilación se realiza al vacío.

En otra forma de realización, la destilación se realiza bajo presión.

En una forma de realización, la destilación se realiza utilizando una columna de
5 destilación.

El término "*columna de destilación*" tal como se utiliza en el presente documento se utiliza de forma sinónima con términos tales como "*torre de destilación*", "*columna de rectificación*" o "*torre de rectificación*", "*columna de fraccionamiento*" o "*torre de fraccionamiento*".

10 El término "*columna*" como se utiliza en el presente documento abarca una columna cilíndrica vertical. El diámetro de la columna no está restringido. Las columnas preferidas tienen un diámetro de 30 centímetros a 3 metros y alturas que varían de aproximadamente 6 metros a 60 metros.

En una forma de realización, la solución de leucoíndigo a purificar se alimenta en
15 la columna cerca de la sección central o en la sección central de la columna. Dentro de la columna, el líquido de reflujo que fluye hacia abajo proporciona enfriamiento y condensación de los vapores ascendentes, aumentando así la eficacia de la columna. Mientras más reflujo y/o más bandejas proporcionadas, mejor será la separación de la columna de los materiales de menor punto de
20 ebullición de los materiales de mayor punto de ebullición.

Durante la destilación, dicha amina aromática se elimina junto con agua en o cerca de la parte superior de la columna, es decir, por encima, en donde la amina y el agua o el vapor se condensan y recogen típicamente.

La solución de leucoíndigo purificada se recoge en el fondo de la columna.

En una forma de realización, dicha solución de leucoíndigo purificada se vuelve a alimentar a la columna y se vuelve a destilar.

En otra forma de realización, si es necesario, también se puede alimentar agua a la columna para reemplazar el agua que se ha destilado por encima.

- 5 En una forma de realización, se proporcionan "bandejas" o "placas" con tapa de burbuja como se conocen en la técnica dentro de la columna para proporcionar un buen contacto entre el vapor que fluye hacia arriba y el líquido que fluye hacia abajo dentro de la columna.

- En otra forma de realización, se utiliza un material de relleno en la columna en
10 lugar de bandejas, especialmente cuando se requieren bajas caídas de presión a lo largo de la columna, como cuando se opera al vacío. Este material de relleno puede ser un relleno de descarga aleatorio tal como anillos de Raschig o lámina de metal estructurado tal como se conoce en la técnica.

- En una forma de realización, la columna funciona en un estado constante
15 continuo. A menos que se altere por los cambios en la alimentación, el calor, la temperatura ambiente o la condensación, la cantidad de alimentación que se agrega normalmente es igual a la cantidad de producto que se elimina.

- En una forma de realización preferida, la cantidad de calor que entra en la columna con la alimentación se ajusta de manera que es igual a la cantidad de
20 calor eliminada por las fracciones aéreas superiores y con los productos. Si se ajusta cuidadosamente, se puede evitar la formación de espuma, el goteo, el arrastre o la inundación, o al menos reducirla a un nivel tolerable.

- En una forma de realización, antes de la purificación o antes de la realización en la etapa (B), la concentración de índigo que contiene una amina aromática en la
25 composición acuosa utilizada en la etapa (A) se selecciona de manera que dicha

sal de leucoíndigo se obtenga en la etapa (A) en una concentración por debajo del 25% en peso.

De acuerdo con esto, en una forma de realización, la concentración de la sal de leucoíndigo utilizada en la etapa (B) también es inferior al 25% en peso.

- 5 Una concentración por debajo del 25% en peso puede ser beneficiosa dado que si se selecciona la purificación por destilación, durante la destilación, el agua y dicha amina aromática se separan por destilación, así la solución de sal de leucoíndigo se purifica y al mismo tiempo se concentra la solución en donde se puede obtener una solución de sal de leucoíndigo concentrada estable y purificada.

10 (b) Destilación de vapor

En otra forma de realización preferida, la destilación se lleva a cabo como (b) destilación de vapor.

- Dado que las aminas aromáticas tales como anilina y N-metilanilina son vapor volátil debido a la formación de una mezcla azeotrópica, dicha amina aromática se
15 elimina en la etapa (B) a partir de solución de sal de leucoíndigo en bruto obtenida en la etapa (A) junto con el agua.

- Debido a la destilación a vapor, la solución de leucoíndigo se diluye comúnmente mediante vapor de condensación, en donde se obtiene una solución diluida adicional. Posteriormente, el agua en exceso se puede destilar para concentrar la
20 solución, en donde se puede eliminar más amina aromática.

En una forma de realización preferida, la concentración de la solución de sal de leucoíndigo obtenida en la etapa (B) se establece en un intervalo de 15 a 45% en peso, de modo preferente de 25 a 45% en peso, basado en el peso total de la solución, de modo más preferido de 25 a 35% en peso.

En una forma de realización, este ajuste se puede realizar añadiendo o eliminando agua, si es necesario, por ejemplo añadiendo agua a una solución que se ha concentrado por destilación a un intervalo superior al 45% en peso, o mediante destilación de una solución que se ha diluido debido a la destilación al vapor por debajo de una concentración del 25% en peso.

En una forma de realización, la etapa (B) se realiza de manera que la concentración de leucoíndigo en la forma de una sal mixta de sodio y potasio en la solución después de la purificación es superior al 15%, basado en el peso total de la solución, de modo preferente de 25 a 45% en peso, de modo más preferente de 25 a 35% en peso.

En otra forma de realización, la etapa (B) se realiza de manera que la concentración de la amina aromática después de la purificación o después de la fabricación sea inferior a 200 ppm, tal como inferior a 100 ppm o inferior a 50 ppm o inferior a 20 ppm o inferior a 10 ppm o inferior 5 ppm, basado en el peso total de la solución, y la concentración de leucoíndigo en la forma de una sal mixta de sodio y potasio en la solución es superior al 25%, basado en el peso total de la solución, de modo preferente de 25 a 45 % en peso, de modo más preferente de 25 a 35% en peso.

(c) Extracción

En otra forma de realización preferida, la purificación se realiza como (c) extracción.

El término "extracción" como se usa en el presente documento denota una extracción líquido-líquido por medio de la cual se extraen anilina o anilina y N-metilanilina de la solución de leucoíndigo.

Ejemplos de solventes adecuados para la extracción incluyen todos los solventes esencialmente insolubles en agua que son inertes en las condiciones de purificación, tales como hidrocarburos, halohidrocarburos, éteres o también alcoholes o mezclas de los mismos.

- 5 Los ejemplos específicos de solventes adecuados son cloroformo, dicloroetileno, percloroetileno, diclorofluoretileno, clorobenceno, metil isopropil éter, metil isobutil éter, éter n-butilo, éter diisoamílico, n-hexanol, n-octanol, 2-etilhexanol, n-nonanol, n-decanol, isononanol (mezcla de isómeros), isodecanol (mezcla de isómeros), hexano, ciclohexano, octano, decano, éter de petróleo de rango
10 adecuado de ebullición, tolueno, xileno, dietil cetona, metil isobutil cetona, di-n-butil cetona o ciclohexanona y también mezclas de los mismos.

Los solventes preferidos son en particular xilenos, tolueno y 2-etilhexanol.

- En una forma de realización, la solución de leucoíndigo alcalina acuosa obtenida después de la reducción del índigo se extrae a una temperatura de 25 a 100°C, de
15 modo preferente de 40 a 70°C, con un solvente orgánico inerte.

En una forma de realización, la relación de fase de solución de leucoíndigo a solvente es de 1: 1 a 1: 3.

En otra forma de realización, el período de extracción es de 10 a 30 minutos.

- El solvente empleado para la extracción, que contiene las impurezas extraíbles,
20 se puede volver a destilar y luego reutilizar como extractante.

El proceso puede llevarse a cabo por lotes o de forma continua.

En una forma de realización preferida, la extracción se realiza utilizando un extractor centrífugo.

El término "extractor centrífugo" tal como se utiliza en el presente documento se utiliza de forma sinónima con términos tales como "contactor centrífugo" o "contactor centrífugo anular".

Un extractor centrífugo utiliza la rotación del rotor dentro de una centrifuga para
 5 mezclar dos líquidos inmiscibles fuera del rotor, es decir solución acuosa de leucoíndigo y solvente insoluble en agua utilizado para la extracción, y para separar los líquidos en el campo de gravedad dentro del rotor. De esta forma, un extractor centrífugo genera una extracción continua de anilina o anilina y N-metilanilina desde una fase líquida, es decir, la solución de leucoíndigo, a otra
 10 fase líquida, es decir, el solvente orgánico insoluble en agua.

(e) Someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación

En otra forma de realización preferida, la purificación se realiza como (e) sometiendo la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación.

El método comprende al menos las etapas (α) a (γ):

- 15 (α) proporcionar una corriente de líquido que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s);
- (β) proporcionar una corriente de purificación;
- (γ) poner en contacto dicha corriente de líquido con dicha corriente de purificación.
- 20 En una forma de realización, la invención se refiere a un método para preparar 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 que se determinan de acuerdo con ISO 14362-1: 2017 (E), en donde dicho

leucoíndigo está en forma de una sal de metal alcalino, comprendiendo el método al menos los pasos (α) a (ϵ):

(α) proporcionar una corriente de líquido que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s);

5 (β) proporcionar una corriente de purificación;

(γ 1) alimentar dicha corriente de líquido y

(γ 2) alimentar dicha corriente de purificación

en un dispositivo configurado para poner en contacto dicha corriente de líquido con dicha corriente de purificación;

10 (δ) descargar del dispositivo al menos una parte de dicha corriente de purificación que ha contactado con dicha corriente de líquido; y

(ϵ) descargar del dispositivo al menos una parte de dicha corriente de líquido que se ha contactado por dicha corriente de purificación.

De acuerdo con la invención, la etapa (α) requiere proporcionar una corriente de

15 líquido que comprende dicha solución acuosa de leucoíndigo que comprende dicha(s) amina(s). Dicha provisión se realiza de modo preferente descargando una solución de sal de leucoíndigo desde un contenedor de almacenamiento respectivo o directamente desde un dispositivo de reducción en el cual la solución de sal de leucoíndigo se produce mediante reducción de índigo. La solución
20 descargada está en una condición de flujo, por ejemplo ya sea bajo la influencia de la presión, la gravedad o una bomba, y por lo tanto forma una corriente. De modo preferente, el flujo de la solución se dirige a través de un tubo al dispositivo utilizado en la etapa (γ 1).

Además, de acuerdo con la invención, la etapa (β) requiere proporcionar una

25 corriente de purificación. Dicha provisión de modo preferente se realiza

descargando un líquido de purificación o vapor de purificación adecuado desde un contenedor de almacenamiento respectivo. El líquido o vapor de purificación descargado está en una condición de flujo, por ejemplo ya sea bajo la influencia de la presión, la gravedad o una bomba, y por lo tanto forma una corriente. De modo preferente, el flujo de la solución o vapor se dirige a través de un tubo al dispositivo utilizado en la etapa (γ 2).

El término "corriente de purificación" proporcionado en la etapa (β) indica que cualquier sustancia es adecuada para eliminar o al menos disminuir 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 sal.

En una forma de realización, dicha corriente de purificación puede ser un líquido, es decir, un líquido de purificación. De modo preferente, como líquido de purificación, los solventes se pueden utilizar mencionados anteriormente en el ítem (c) extracción. Por consiguiente, en dicha forma de realización, (e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación puede realizarse como (c) extracción.

En una forma de realización preferida, dicha corriente de purificación se genera a partir de un vapor que luego también se puede designar como vapor de purificación.

Dicho vapor puede generarse y mantenerse a presión en un recipiente adecuado, en donde tras la liberación de vapor desde dicho recipiente, dicho vapor está en una condición de flujo, formando así una corriente. De modo preferente, el vapor liberado se dirige a través de un tubo al dispositivo utilizado en la etapa (γ 2).

El término "vapor" como se utiliza en el presente documento abarca o indica una sustancia o compuesto en la fase gaseosa. Típicamente, dicho vapor se produce

calentando una sustancia o compuesto por encima de su punto de ebullición. El término "vapor" también abarca un compuesto o sustancia que está presente en forma de pequeñas gotitas dispersas en una fase gaseosa, y de este modo forma un aerosol.

- 5 En una forma de realización, dicha corriente de vapor o vapor es o comprende un gas inerte.

En otra forma de realización, dicha corriente de vapor o vapor es o comprende un solvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua.

- En incluso otra forma de realización, dicha corriente de vapor o vapor es o
10 comprende vapor.

De acuerdo con esto, en una forma de realización, dicha corriente de vapor o vapor es o comprende un gas inerte, un solvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua, o vapor, o dos o tres de los mismos.

Un gas inerte adecuado es nitrógeno.

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

En una forma de realización, si dicha corriente de purificación es o comprende un gas inerte, (e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación puede realizarse como (d) separación con un gas inerte.

- 20 En otra forma de realización, si dicha corriente de purificación es o comprende un solvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua, (e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación puede realizarse como (d) separación con un solvente orgánico gaseoso que no es miscible con agua

- El término "vapor" como se utiliza en el presente documento denota agua
25 vaporizada.

En una forma de realización preferida, dicha corriente de vapor o vapor comprende vapor o es vapor.

En una forma de realización, si dicha corriente de purificación es o comprende vapor, (e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación
5 puede realizarse como (b) destilación de vapor.

En una forma de realización, dicha corriente de vapor o vapor comprende vapor y nitrógeno o consiste en vapor y nitrógeno.

En una forma de realización, dicho vapor se genera calentando agua en un recipiente a presión a una temperatura de 100°C o superior a 100°C. Vapor de
10 alta presión a aproximadamente 1000 kPa (10 bares) y 200°C, o vapor a baja presión a aproximadamente 50 kPa (0,5 bares) y 100°C se pueden utilizar en el método de acuerdo con la invención.

En una forma de realización preferida, dicho vapor se genera adicional o alternativamente calentando al menos una porción de dicha corriente de líquido
15 que se ha descargado del dispositivo según la etapa (ε). Para calentar, por ejemplo se puede utilizar un intercambiador de calor.

En una forma de realización, la cantidad de calor que entra en el dispositivo generado a partir de la corriente de purificación alimentada según la etapa (γ₂) y el calor que entra con la corriente de líquido alimentada de acuerdo con la etapa
20 (γ₁) se controla de modo que iguale la cantidad de calor eliminado en las etapas (δ) y (ε) dado que la adición de calor excesivo o insuficiente al dispositivo puede provocar formación de espuma o inundación. De acuerdo con esto, el método se realiza para lograr condiciones adiabáticas.

En otra forma de realización, la cantidad de calor que entra en el dispositivo
25 generado a partir de la porción calentada de dicha corriente de líquido que se ha

descargado desde el dispositivo de acuerdo con la etapa (ϵ) y el calor que entra con la corriente de líquido alimentada de acuerdo con la etapa (γ_1) se controla de modo que sea igual a la cantidad de calor eliminada en las etapas (δ) y (ϵ) dado que la adición de calor excesivo o insuficiente al dispositivo puede provocar

5 formación de espuma o inundación. De acuerdo con esto, el método se realiza para lograr condiciones adiabáticas.

Además, según la invención, las etapas (γ_1) y (γ_2) requieren alimentar dicha corriente de líquido y dicha corriente de purificación en un dispositivo configurado para poner en contacto dicha corriente de líquido con dicha corriente de

10 purificación tal como una corriente de vapor.

En una forma de realización, dicho dispositivo comprende una entrada de corriente de líquido o entradas de corriente de líquido para alimentar la corriente de líquido, y una entrada de corriente de purificación o entradas de corriente de purificación tales como una entrada de corriente de vapor o entradas de corriente

15 de vapor para alimentar la corriente de purificación tal como una corriente de vapor.

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

20 En una forma de realización, la(s) entrada(s) de corriente de líquido se proporciona(n) en la parte inferior del dispositivo, y la(s) entrada(s) de corriente de purificación en la parte superior, o viceversa.

En otra forma de realización, la(s) entrada(s) de corriente de líquido se proporciona(n) en las paredes laterales del dispositivo, y la(s) entrada(s) de

25 corriente de purificación en la parte inferior o superior del dispositivo.

En otra forma de realización, la(s) entrada(s) de corriente de purificación se proporciona(n) en las paredes laterales del dispositivo, y la(s) entrada(s) de corriente de líquido en la parte inferior o superior del dispositivo.

De modo preferente, la(s) entrada(s) de corriente de purificación y/o la(s)
5 entrada(s) de corriente de líquido está(n) diseñada(s) en forma de un rociador o rociadores. También es posible el uso de láminas perforadas como entradas de corriente de purificación y/o entradas de corriente de líquido.

En una forma de realización, la puesta en contacto se lleva a cabo de tal manera que el dispositivo está en parte o completamente lleno de originario líquido de la
10 corriente de líquido, y la(s) entrada(s) de corriente de purificación está(n) dispuesta(s) de tal manera que la corriente de purificación alimentada necesariamente debe fluir a través del líquido.

En otra forma de realización, la corriente de líquido y la(s) entrada(s) de corriente de purificación están dispuestas de manera que las corrientes se cruzan entre sí.

15 En otra forma de realización, la puesta en contacto de las corrientes puede realizarse de modo contracorriente.

En otra forma de realización, la puesta en contacto de las corrientes se puede realizar de manera co-corriente, por ejemplo cuando el líquido y la(s) entrada(s) de purificación son idénticas, es decir, las corrientes se alimentan a través de una
20 entrada común o entradas comunes.

En otra forma de realización, el dispositivo contiene medios para guiar la corriente de líquido y la corriente de purificación de manera que entren en contacto entre sí. Tales medios son conocidos en la técnica. Se mencionan de forma ejemplar placas y materiales de relleno tales como anillos Raschig.

El término "placa" tal como se utiliza en el presente documento se utiliza de forma sinónima con el término "bandeja".

El término "material de relleno" como se utiliza en el presente documento se utiliza de forma sinónima con el término "relleno".

- 5 De acuerdo con la invención, la etapa (δ) requiere descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor que ha contactado con dicha corriente de líquido.

Por consiguiente, en una forma de realización, dicho dispositivo comprende una salida de corriente de purificación o salidas de corriente de purificación para
10 descargar al menos una porción de dicha corriente de purificación que ha contactado con dicha corriente de líquido.

Además, de acuerdo con la invención, la etapa (ε) requiere descargar del dispositivo al menos una porción de dicha corriente de líquido que se ha contactado por dicha corriente de purificación, tal como una corriente de vapor.

- 15 Por consiguiente, en una forma de realización, dicho dispositivo comprende una salida de corriente de líquido o salidas de corriente de líquido para descargar al menos una porción de dicha corriente de líquido que se ha contactado por dicha corriente de purificación tal como una corriente de vapor.

Básicamente, las salidas pueden estar dispuestas de la manera discutida con
20 respecto a la corriente de purificación y las entradas de corriente de líquido, es decir, en la parte inferior, en la parte superior o en las paredes laterales del dispositivo.

En una forma de realización preferida, la(s) entrada(s) de corriente de purificación está(n) dispuesta(s) en una porción inferior del dispositivo, y la(s) entrada(s) de
25 corriente de líquido están dispuestas en una porción superior del dispositivo.

En una forma de realización preferida correspondiente, la(s) salida(s) de corriente de purificación tal como salida(s) de vapor está(n) dispuesta(s) en una porción superior del dispositivo, y la(s) salida(s) de corriente de líquido está(n) dispuesta(s) en una porción inferior del dispositivo.

- 5 En una forma de realización particularmente preferida, la(s) entrada(s) de corriente de purificación está(n) dispuesta(s) en la parte inferior del dispositivo, y la(s) entrada(s) de corriente de líquido está(n) dispuesta(s) en la parte superior del dispositivo.

- En una forma de realización particularmente preferida correspondiente, la(s)
10 salida(s) de corriente de purificación está(n) dispuesta(s) en la parte superior del dispositivo, y la(s) salida(s) de corriente de líquido están dispuestas en la parte inferior del dispositivo.

- Por consiguiente, en una forma de realización preferida, dicha corriente de líquido y dicha corriente de purificación, tal como una corriente de vapor, son corrientes
15 contracorriente.

En una forma de realización preferida adicional, dicha corriente de líquido y dicha corriente de purificación, tal como una corriente de vapor, son corrientes contracorriente, en donde la corriente de líquido fluye hacia abajo, y la corriente de purificación fluye hacia arriba.

- 20 La corriente de purificación, tal como una corriente de vapor descargada desde la(s) salida(s) de purificación, tal como salida(s) de vapor, comprende anilina o 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 de líquido descargada de acuerdo
25 con la etapa (ε) de la(s) salida(s) de la corriente de líquido es menor que la

concentración de anilina o anilina y N-metilanilina de la corriente de líquido alimentada al dispositivo de acuerdo con la etapa (γ_1) a través de la(s) entrada(s) de corriente de líquido.

En una forma de realización, la temperatura y el caudal de la corriente de purificación tal como una corriente de vapor alimentada al dispositivo de acuerdo con la etapa (γ_2) se seleccionan de manera que la relación de división sea inferior al 70%.

El término "relación de división" como se utiliza en el presente documento denota la relación de la cantidad total de corriente de purificación tal como una corriente de vapor descargada desde el dispositivo de acuerdo con la etapa (δ) a la cantidad total de la corriente de líquido alimentada al dispositivo de acuerdo con la etapa (γ_1) expresada en porcentaje (corriente de líquido alimentada al dispositivo de acuerdo con la etapa (γ_1) = 100%).

En una forma de realización preferida, la relación de división está por debajo del 60%, de modo más preferente por debajo del 40%, aún de modo más preferente por debajo del 30% o por debajo del 20% o por debajo del 10%.

En otra forma de realización preferida, la relación de división está en el intervalo de 60 a 5%, de modo más preferente de 50 a 5% o de 40 a 5% o de 30 a 5% o de 20 a 5% o de 10 a 5%.

En una forma de realización preferida, las etapas (α) a (ϵ) se realizan simultáneamente, es decir, el proceso es un proceso continuo.

En otra forma de realización, el proceso puede realizarse de forma discontinua, es decir, como un proceso por lotes. En una forma de realización, el dispositivo se llena con el líquido proporcionado por la corriente de líquido de acuerdo con la etapa (γ_1). Posteriormente, se realizan las etapas (γ_2) y (δ). Después de la puesta

en contacto de acuerdo con la etapa (δ), la solución purificada de leucoíndigo se descarga del dispositivo de acuerdo con la etapa (ϵ). El método puede ser repetido.

- En una forma de realización preferida, el dispositivo utilizado en el método de
5 acuerdo con la invención es una columna o comprende una columna.

Columnas

El término "columna" como se utiliza en (e) someter la solución de leucoíndigo a una corriente de purificación abarca un elemento estructural hueco, de modo preferente un elemento cilíndrico hueco, en donde la longitud excede el diámetro.

- 10 Ni el diámetro ni la longitud son limitados.

En una forma de realización, la longitud y el diámetro o la relación de longitud a diámetro de la columna se pueden seleccionar libremente o se pueden optimizar a la vista del resultado que se ha de conseguir.

De modo preferente, el diámetro está en el intervalo de 0,1 a 4 metros.

- 15 De modo preferente, la longitud está en el intervalo de 1 a 50 metros, tal como 1 a 30 metros.

En otra forma de realización, el diámetro está en el intervalo de 0,1 a 4 metros y la longitud está en el intervalo de 1 a 30 metros.

- En una forma de realización, la columna como se define en el presente
20 documento está diseñada para ser recta.

En otra forma de realización, la columna como se define en este documento está diseñada para no ser recta.

En otra forma de realización, la columna está dispuesta de manera horizontal.

- En otra forma de realización, la columna está dispuesta de una manera
25 perpendicular.

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

Se prefiere la disposición de una manera perpendicular.

La columna utilizada en el método de la invención comprende n etapas teóricas.

El término "etapa teórica" como se utiliza en el presente documento abarca una

- 5 zona o etapa hipotética en la que dos fases, tales como la fase líquida que se origina de la corriente de líquido y la fase de purificación tal como una fase de vapor que se origina en la corriente de purificación como se define en el presente documento, establece en la columna un equilibrio entre sí. Tales etapas de equilibrio también pueden denominarse etapa de equilibrio o etapa ideal.

- 10 El número de etapas teóricas requeridas en el método de acuerdo con la invención puede depender del tipo particular de columna utilizada. Se puede determinar de acuerdo con métodos conocidos en la técnica, teniendo en cuenta el grado deseado de separación de anilina o anilina y N-metilanilina en la(s) fracción(es) de salida, es decir, que se obtiene en las etapas (δ) y (ϵ). También
- 15 puede depender de la cantidad de reflujo utilizado.

La elección del diseño final del número de etapas a aplicar en una forma de realización industrial puede entonces seleccionarse en base a un equilibrio económico entre el costo de etapas adicionales y el costo de utilizar una tasa de reflujo más alta.

- 20 En una forma de realización, la columna puede tener de 5 a 50 etapas teóricas.
- En otra forma de realización, la columna puede tener de 10 a 40 etapas teóricas.
- En una forma de realización, la columna puede funcionar a presión reducida.
- En otra forma de realización, la columna puede funcionar a una presión sustancialmente igual a la presión atmosférica.

En incluso otra forma de realización, la columna puede funcionar a una presión superior a la presión atmosférica.

En una forma de realización, la columna puede funcionar a una presión reducida tal como una presión en el intervalo de $0,1 \cdot 10^5$ Pa absoluta (0,10 bares) a
5 $0,95 \cdot 10^5$ Pa absoluta (0,95 bares). En tales condiciones, la temperatura de la columna puede establecerse en un rango de 40°C a 95°C .

En otra forma de realización, la columna puede funcionar a una presión sustancialmente igual a la presión atmosférica, es decir, en un intervalo de $0,95 \cdot 10^5$ Pa absoluta (0,95 bares) a $1,2 \cdot 10^5$ Pa absoluta (1,2 bares). En tales
10 condiciones, la temperatura de la columna se ajusta típicamente en un rango de 95°C a 110°C .

En una forma de realización adicional, la columna se puede operar utilizando presiones por encima de la presión atmosférica, opcionalmente bajo una presión de $1,2 \cdot 10^5$ Pa absoluta (1,2 bares) a $11 \cdot 10^5$ Pa absoluta (11 bares) por ejemplo a
15 $7 \cdot 10^5$ Pa absoluto (7 bares). La temperatura de la columna se puede ajustar entonces en un rango de 110°C a 190°C , por ejemplo en el 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.

20 Para calentar, en una forma de realización, se utiliza un calentador de espacio. El término "calentador de espacio" como se utiliza en el presente documento abarca un dispositivo utilizado para calentar un área pequeña y única, por ejemplo la región de la parte inferior de la columna. En consecuencia, dicho calentador de espacio está dispuesto de modo preferente en o cerca de la parte inferior de la
25 columna.

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

En otra forma de realización, las regiones inferior y superior de la columna se calientan.

Si se utiliza vapor como purificación o alimentación de vapor de acuerdo con la
5 etapa (γ_2), la anilina se acompaña con agua cuando se abandona la columna en la fase de vapor de acuerdo con la etapa (δ). El vapor que comprende anilina y vapor de agua que proviene de la columna se puede condensar y enfriar. El condensado puede a continuación separarse en una fase acuosa, que comprende agua y anilina.

10 Parte del condensado puede retornarse a la parte superior de la columna, donde se utiliza para destruir gotitas y opcionalmente sólidos en la fase de vapor, cuya fase es dejar la columna. Esta destrucción se puede realizar utilizando de modo preferente una sección con bandejas, aunque también se puede utilizar una sección de relleno estructurado.

15 El dispositivo puede estar provisto de medios antiespumantes tales como deflectores, de modo preferente instalados en la parte inferior de la columna utilizada, si es necesario en absoluto.

En otra forma de realización, la despumación puede soportarse agregando un antiespumante a la solución de leucoíndigo a purificar. Aunque se pueden utilizar
20 antiespumantes heterogéneos tales como aceites de silicio, se prefiere utilizar antiespumantes homogéneos que se disuelven en la solución de leucoíndigo y que no afectan negativamente a la oxidación posterior del leucoíndigo purificado al índigo.

Específicamente, de acuerdo con la invención, el dispositivo utilizado en las
25 etapas (γ_1) y (γ_2) se selecciona del grupo que consiste en columna de placa,

columna de relleno y columna de burbujas, o dos o tres de las mismas, o dos o más de cualquiera de dichas columnas.

El término "columna de placa" como se utiliza en el presente documento se utiliza de forma sinónima con el término "torre en bandejas" o "columna de bandejas".

- 5 Las columnas de placa, columnas de relleno y columnas de burbujas son conocidas en la técnica.

En una forma de realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de placa y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de relleno para optimizar aún más el método.

- 10 En otra forma de realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de placa y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de relleno y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de burbujas para optimizar adicionalmente el método

- 15 En otra forma de realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de placa y una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de burbujas para optimizar aún más el método.

En otra forma de realización, la columna contiene una secuencia o secuencias que están diseñadas como columna de relleno y una secuencia o secuencias que

- 20 están diseñadas como columna de burbujas para optimizar aún más el método.

En otra forma de realización, varias columnas de placa, columnas de relleno o columnas de burbujas, respectivamente, están conectadas en serie para optimizar aún más el método.

En otra forma de realización, una columna de placa está conectada con una columna de relleno o una columna de burbujas con el fin de optimizar aún más el método.

En otra forma de realización, una columna de relleno está conectada con una columna de burbujas con el fin de optimizar aún más el método.

En otra forma de realización, una columna de placa está conectada con una columna de relleno para optimizar aún más el método.

En otra forma de realización, una columna de placa está conectada con una columna de relleno y una columna de burbujas con el fin de optimizar aún más el método.

En incluso otra forma de realización, se realiza una prepurificación como se describe en la técnica anterior, en donde la purificación final se realiza con el método de acuerdo con la invención.

El término "prepurificación", como se utiliza en el presente documento, incluye destilar agua de una solución de sal de leucoíndigo respectiva, la extracción con un solvente orgánico adecuado, una destilación de vapor o la separación con nitrógeno, o dos o más de los mismos.

Es evidente que en el método de acuerdo con la invención debe excluirse la presencia de oxígeno para evitar la oxidación prematura de leucoíndigo a índigo.

Las columnas utilizadas se discuten a continuación con más detalle.

Columna de placa

En una forma de realización, el dispositivo es una columna de placa.

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

En una forma de realización, la altura de la columna es de más de 5 metros, de modo preferente de 5 a 50 metros, y de modo más preferente de 10 a 40 metros.

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

- 5 Las bandejas o placas se fabrican de modo preferente de placas de acero circulares y usualmente se instalan dentro de la columna a intervalos de aproximadamente 60 a 75 cm a la altura de la columna.

En una forma de realización, la bandeja es una bandeja con tapa de burbuja o una bandeja con tapa de válvula.

- 10 El término "bandeja con tapa de burbuja" como se utiliza en el presente documento abarca un tapa ranurada en un elevador central, donde el gas fluye hacia arriba a través del elevador, y el flujo inverso está debajo de la tapa, pasa hacia abajo a través del anillo entre el elevador y la tapa y finalmente pasa al líquido a través de una serie de aberturas o ranuras en el lado inferior de la tapa.
- 15 El término "bandeja con tapa de válvula", como se utiliza en el presente documento, abarca una bandeja con perforaciones que están cubiertas por tapas elevables. El flujo de vapor levanta las tapas, creando así un área de flujo para el paso del vapor. La tapa de elevación dirige el vapor para que fluya horizontalmente hacia el líquido.
- 20 En una forma de realización, la bandeja es una bandeja perforada, es decir, una bandeja de tamizado. El término "bandeja de tamizado" abarca una bandeja en la que se produce el contacto deseado entre vapor y líquido a medida que 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 forma de realización, el contacto se consigue instalando tapas de burbuja o tapas de válvula en cada perforación para promover la formación de burbujas de vapor que fluyen a través de una capa delgada de líquido mantenida por un vertedero en cada bandeja.

- 5 Por consiguiente, en una forma de realización, las bandejas se pueden seleccionar de bandejas perforadas, bandejas con tapa de burbuja o bandejas con tapa de válvula, o dos o tres de las mismas.

Se conocen en la técnica bandejas perforadas, bandejas con tapa de burbuja o bandejas con tapa de válvula.

- 10 En una forma de realización, la alimentación a la columna de placa comprende o es una corriente de líquido proporcionada de acuerdo con la etapa (α) y una corriente de purificación tal como una corriente de vapor proporcionada de acuerdo con la etapa (β) que se alimenta en la columna de acuerdo con las etapas (γ_1) y (γ_2). Por lo tanto, dos fases prevalecen dentro de la columna, a
- 15 saber, una fase de vapor generada a partir de la corriente de purificación, y una fase líquida generada a partir de la corriente de líquido. La fase de líquido fluye de modo preferente 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 de agujeros, válvulas o tapas de burbujas que llenan el área de
- 20 las placas. El vapor se mueve a la placa más alta a través de estos dispositivos, mientras que el líquido se mueve a la placa inferior a través, por ejemplo un tubo de descenso.

- El líquido se recoge en el fondo de la columna mientras que el vapor se recoge en la parte superior. El líquido y el vapor producidos en la parte superior y en la parte
- 25 inferior pueden recircularse.

El vapor recogido en la parte superior de acuerdo con la etapa (δ) contiene anilina o anilina y N–metilanilina que se han eliminado de la solución de leucoíndigo.

El líquido recogido en el fondo según la etapa (ε) contiene la solución de leucoíndigo purificada.

5 Columna de relleno

En una forma de realización, las placas de la columna de placa como se describe anteriormente se reemplazan por secciones de relleno, es decir, mediante secciones que comprenden un material de relleno. En consecuencia, el dispositivo utilizado para la purificación es entonces una columna de relleno.

- 10 En una forma de realización, los rellenos pueden tener una geometría regular tal como anillos apilados, rejillas, o anillos estructurados patentados, o monturas.

Los anillos son, por ejemplo anillos Raschig o anillos de pall.

Las monturas pueden, por ejemplo ser monturas Intalox®.

En una forma de realización, los empaques pueden tener una forma irregular.

- 15 Los rellenos pueden estar dispuestos aleatoriamente en la columna, en donde los anillos, las monturas y los tonos patentados se vuelcan en la columna y toman una disposición aleatoria.

En otra forma de realización, los rellenos pueden estar dispuestos regularmente en la columna.

- 20 Los anillos, las monturas o los tonos estructurados patentados pueden estar hechos de una variedad de materiales tales como cerámicas, metales, plásticos y carbono.

En una forma de realización, también es posible el uso de rellenos estructurados tales como malla de alambre o láminas perforadas.

La altura necesaria del relleno puede determinarse de acuerdo con métodos conocidos en la técnica.

En una forma de realización, la alimentación a la columna de relleno comprende o es una corriente de líquido proporcionada de acuerdo con la etapa (α) y una
5 corriente de purificación tal como una corriente de vapor proporcionada de acuerdo con la etapa (β), que se alimenta en la columna de acuerdo con las etapas (γ_1) y (γ_2). Por lo tanto, dos fases prevalecen dentro de la columna, a saber, una fase de vapor generada a partir de la corriente de purificación, y una fase líquida generada a partir de la corriente de líquido. La fase líquida fluye de
10 modo preferente 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 de los rellenos o los materiales de relleno de la columna de relleno. El vapor se mueve a los rellenos más altos a través de estos dispositivos, mientras que el líquido se mueve a los rellenos inferiores a través, por ejemplo un
15 tubo de descenso.

El líquido se recoge en el fondo de la columna de relleno mientras que el vapor se recoge en la parte superior. El líquido y el vapor producidos en la parte superior y en la parte inferior pueden recircularse.

El vapor recogido en la parte superior de acuerdo con la etapa (δ) contiene anilina o anilina y N-metilanilina que se han eliminado de la solución de leucoíndigo.
20

El líquido recogido en el fondo de acuerdo con la etapa (ϵ) contiene la solución de leucoíndigo purificada.

Columna de burbujas

En una forma de realización, las placas o los rellenos como se describe en conexión con una columna de placa o una columna de relleno se retiran de la columna.

De acuerdo con esto, el dispositivo puede diseñarse como una columna de burbujas.

El término "columna de burbujas" como se utiliza en este documento se utiliza de forma sinónima con el término "reactor de columna de burbujas".

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

La fase de vapor proporcionada por la corriente de purificación o la corriente de vapor de acuerdo con la etapa (β) se dispersa por el distribuidor en burbujas que entran en la fase de líquido.

La fase de líquido proporcionada por la corriente de líquido de acuerdo con la etapa (α) puede moverse de forma co-corriente o contra-corriente al flujo de la corriente de vapor.

En una forma de realización, la alimentación a la columna de burbujas comprende o es una corriente de líquido proporcionada de acuerdo con la etapa (α) y una corriente de vapor proporcionada de acuerdo con la etapa (B), que se alimentan en la columna de acuerdo con las etapas (γ_1) y (γ_2). Por lo tanto, dos fases prevalecen dentro de la columna, a saber, una fase de vapor generada a partir de la corriente de purificación, y una fase de líquido generada a partir de la corriente de líquido. La fase de líquido fluye de modo preferente hacia abajo a través de la columna por gravedad, mientras que la fase de vapor fluye hacia arriba.

El líquido se recoge en el fondo de la columna de burbujas mientras que el vapor se recoge en la parte superior. El líquido y el vapor producidos en la parte superior y en la parte inferior pueden recircularse.

El vapor recogido en la parte superior de acuerdo con la etapa (δ) contiene anilina
5 o anilina y N-metilanilina que se han eliminado de la solución de leucoíndigo.

El líquido recogido en el fondo de acuerdo con la etapa (ε) contiene la solución de leucoíndigo purificada.

Como es sabido, la eficacia de una columna de burbujas puede depender de la forma y la velocidad de las burbujas. En una forma de realización, los intervalos
10 de velocidades superficiales de líquido y vapor, basados en el área de sección transversal del reactor vacía, se seleccionan de modo que estén en la región de 0 a 3 cm/s y de 3 a 25 cm/s, respectivamente.

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

Además, las propiedades tales como la velocidad, forma y área de las burbujas se pueden estudiar mediante técnicas de procesamiento de imágenes conocidas para optimizar la eficacia de la columna de burbujas.

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

En otras formas de realización, el diseño de una columna de burbuja de una sola etapa se puede variar de acuerdo con columnas respectivas conocidas en la técnica.

En una forma de realización, la columna de burbujas puede diseñarse como una
25 columna de burbujas de múltiples etapas, es decir, una cascada de columnas de

burbujas. En una forma de realización, dicha cascada puede comprender bandejas de tamizado.

En otra forma de realización, la columna de burbujas puede diseñarse como un reactor de bucle tal como un reactor de bucle gigante o un reactor de bucle de
5 chorro.

Soluciones acuosas de sal de leucoíndigo

De acuerdo con un **cuarto aspecto**, la invención se refiere a una solución acuosa de sal de leucoíndigo que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, en donde la concentración de la amina aromática en la
10 solución es superior a 200 ppm, en donde la sal de leucoíndigo en la solución está en forma de una sal mixta de sodio y potasio, y en donde la relación molar de sodio a potasio está en el intervalo de más de 3: 1 a 10: 1.

En una forma de realización, la concentración de la sal en la solución no purificada es $\leq 35\%$ en peso, basado en el peso total de la solución, de modo
15 preferente de 25 a 35% en peso.

En otra forma de realización, la concentración de la sal en la solución no purificada es $\leq 25\%$ en peso, basado en el peso total de la solución, de modo preferente de 15 a 25% en peso.

De acuerdo con un **quinto aspecto**, la invención se refiere a una solución acuosa de sal de leucoíndigo que comprende una amina aromática en forma de anilina o anilina y N-metilanilina, en donde la concentración de la amina aromática en la
20 solución es inferior a 200 ppm tal como inferior a 100 ppm o inferior a 50 ppm o inferior a 20 ppm o inferior a 10 ppm o inferior a 5 ppm, y en donde el leucoíndigo en la solución está en forma de una sal mixta de sodio y potasio, en donde la

relación molar de sodio a potasio se encuentra en el rango de por encima de 3: 1 a 10: 1.

En una forma de realización preferida, la concentración de la sal en la solución purificada es 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 o 25 a 45% en peso, basado en el peso total de la solución, se prefiere adicionalmente de 25 a 35% en peso.

En una forma de realización, la invención se refiere a una solución de sal de leucoíndigo acuosa como se definió anteriormente, que puede obtenerse mediante un método como se define en el **segundo aspecto**.

10 **Uso de la solución acuosa de leucoíndigo de acuerdo con la invención**

La solución definida en el **quinto aspecto** se puede utilizar para preparar índigo.

Por lo tanto, de acuerdo con un **sexto aspecto**, la invención se refiere a un método para producir índigo, que comprende la etapa (D):

(D) oxidar la solución acuosa de leucoíndigo como se define en el **quinto aspecto**

15 Los métodos de oxidación conocidos a partir de la técnica anterior respectiva se pueden utilizar para la oxidación.

En una forma de realización preferida, dicha oxidación se realiza en presencia de un textil que se ha tratado con dicha solución de sal de leucoíndigo obtenida en el método como se define en el **quinto aspecto**.

20 De acuerdo con esto, la invención también se refiere a un método para producir índigo, en donde la etapa (D) comprende la etapa (C) anterior a la etapa (D):

(C) tratar un textil con la solución de leucoíndigo como se define en el **quinto aspecto**.

En una forma de realización, la invención se refiere a un método para preparar
25 índigo, que comprende las etapas (I) y (III):

(I) realizar un método como se define en el **primer aspecto** o el **segundo aspecto** o cualquiera de las formas de realización definidas en el mismo;

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

En una forma de realización, el método comprende la etapa (II) anterior a la etapa

5 (III):

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

EJEMPLOS

Ejemplo 1

Se hidrogenaron 1311 g de una suspensión acuosa de índigo que contiene 262 g
10 de índigo (concentración 20% en peso) en presencia de 78 g de hidróxido de sodio y 19 g de hidróxido de potasio y 6 g de Raney–Nickel a 70°C y presión de 200 kPa (2 bar). Después de finalizar la reacción, la mezcla de reacción se enfrió y se liberó la presión. Se obtuvo una solución alcalina acuosa de leucoíndigo en una concentración del 20% en peso basado en el peso total de la solución. El
15 contenido de anilina medido de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E) fue de 2.585 ppm y el contenido de N–metilanilina de 1.276 ppm.

Ejemplo 2

Se sometieron 1000 g de la solución obtenida en el Ejemplo 1 a destilación a presión normal. Después de destilar 540 g de agua, se obtuvo una solución al
20 31% en peso. La solución fue estable a 23°C. El contenido de anilina medido de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E) fue de 195 ppm y el contenido de N–metilanilina de 3,3 ppm.

Ejemplo 3 (Comparativo)

Se sometieron a destilación a presión ambiente 1.000 g de una solución de
25 leucoíndigo al 30% en peso (que contiene 6,5% en peso de metal alcalino, 2.495

ppm de anilina y 1.480 ppm de N–metilanilina). Después de destilar 470 ml de agua, se obtuvo una solución al 57% en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue de 173 ppm y la concentración de N–metilamina fue de 9 ppm determinada de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E).

5 **Ejemplo 4**

Se agregaron 1.000 g de agua a 2.000 g de una solución de leucoíndigo al 30% en peso (que contenía un 6,5% en peso de metal alcalino, 2.356 ppm de anilina y 1.258 ppm de N–metilanilina). Posteriormente, la composición se sometió a destilación a presión ambiente. Después de destilar 2.000 ml de agua, se obtuvo
10 una solución al 60% en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue de 38 ppm y la concentración de N–metilamina no fue detectable de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E).

Ejemplo 5

Se agregaron 2.000 g de agua a 2.000 g de una solución de leucoíndigo al 30%
15 en peso (que contiene 6,5% en peso de metal alcalino, 2.350 ppm de anilina y 1.335 ppm de N–metilanilina). Posteriormente, la composición se sometió a destilación a presión ambiente. Después de destilar 3.000 ml de agua, se obtuvo una solución al 60% en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue de 16 ppm y la concentración de N–metilamina no se pudo
20 determinar de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E).

Ejemplo 6

Se agregaron 3.000 g de agua a 2.000 g de una solución de leucoíndigo al 30% en peso (que contiene 6,5% en peso de metal alcalino, 2.164 ppm de anilina y 1.170 ppm de N–metilanilina). Posteriormente, la composición se sometió a
25 destilación a presión ambiente. Después de destilar 4.000 ml de agua, se obtuvo

una solución al 60% en peso. El contenido de anilina en la solución concentrada obtenida fue de 5 ppm determinado de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E). N–metilamina no fue detectable.

Ejemplo 7

- 5 Se diluyeron 1.000 g de la solución de leucoíndigo obtenida en el Ejemplo 4 con 500 g de agua para dar como resultado una solución al 40% en peso. Esta solución tenía un contenido de anilina por debajo de 5 ppm determinado de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E). La solución se utilizó en teñido en tina y se proporcionó para tonos profundos.

10 **Ejemplo 8**

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

Ejemplo 9

- Una columna de placa múltiple cilíndrica que tiene un diámetro de 0,10 m y una
- 20 altura de 3 m y que se proporciona en su parte inferior con un calentador de espacio estaba en condiciones inertes llena con 5–10 kg de la solución de leucoíndigo utilizada como material de partida del Ejemplo 8 El calentador de espacio se ajustó de manera que el líquido en el fondo de la columna se calentó a una temperatura de 95–110°C. Luego, se insertó vapor a alta presión en el líquido
- 25 a través de un rociador en la parte inferior de la columna. El vapor que sale de la

columna en la parte superior se recogió y se condensó. Después de 2–4 horas, el contenido de la columna se descargó. La solución obtenida fue libre de anilina y libre de N–metilanilina como se determina de acuerdo con ISO 14362–1:2017 (E).

Ejemplo 10

- 5 La columna utilizada en el Ejemplo 9 se purgó y se mantuvo en condiciones inertes. El calentador de espacio se ajustó de manera que el líquido en el fondo de la columna se calentó a una temperatura de 95–110°C. La temperatura se controló durante el experimento. La columna se llenó con 5–10 kg de la solución de leucoíndigo utilizada en el Ejemplo 9. Se transfirió una solución de leucoíndigo
- 10 adicional a un recipiente de alimentación que se mantuvo a 25°C. La solución se alimentó a la columna a través de una bomba. Simultáneamente, se insertó vapor a alta presión en la columna a través de un rociador en la parte inferior de la columna. La solución purificada luego se recogió continuamente de la columna. Los ajustes de purificación, tales como la temperatura y el caudal, se
- 15 seleccionaron de la manera en que se lograron varias divisiones en el intervalo de 10–60%. El balance de masas y la división se determinaron en función de las cantidades de destilado y residuos recogidos.
- Se analizaron muestras del fondo de la columna en términos de contenido de anilina/N–metilanilina (NMA) determinado de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E).
- 20 La solución fue libre de anilina y libre de N–metilanilina como se determina de acuerdo con ISO 14362–1: 2017 (E).