

PROCESO DE PURIFICACIÓN DE SOLUCIONES DE SAL DE LEUCOÍNDIGO USANDO UN GAS INERTE

Campo de la Invención

La presente invención se refiere a un proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo. Particularmente, el proceso se refiere a la reducción de las cantidades de aminas aromáticas por medio de extracción por arrastre a vapor. La presente invención también se refiere al uso de un gas inerte, en un proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo, como gas antiespumante.

Antecedentes de la Invención

Los tintes tipo índigo están entre los tintes más antiguos utilizados por la humanidad.

Antiguamente, el tinte índigo se extraía exclusivamente de plantas tales como *Indigofera tinctoria* e *Isatis tinctoria*. Solo después del descubrimiento de su ruta de síntesis en 1880 por del químico alemán Johann Friedrich Wilhelm Adolf von Baeyer y, tras la viabilidad de su proceso de fabricación a gran escala por parte de BASF en 1897, este tinte se convirtió en uno de los más comercializados del mundo, siendo el principal responsable por la coloración azul de la tela tipo jeans.

Dado que el índigo es insoluble en agua, el teñido de tejidos con este tinte consiste en la reducción del índigo a leucoíndigo, una solución verdosa en la cual los tejidos a ser teñidos son impregnados, y luego expuestos estos tejidos al aire para la oxidación del leucoíndigo a índigo, restaurando así la coloración azul deseada.

Sin embargo, debido a su síntesis el índigo producido sintéticamente contiene aminas aromáticas como impurezas, tales como anilina y N-metilanilina, las cuales permanecen en las soluciones de leucoíndigo generadas.

Por lo tanto, existe un interés por parte de la industria en eliminar las aminas aromáticas de las soluciones de leucoíndigo.

Ya se han descrito en el estado de la técnica procesos de purificación de soluciones de leucoíndigo y/o procesos para la reducción del contenido de aminas aromáticas de estas soluciones.

La publicación internacional WO 2004/024826 se refiere a procesos para purificación de índigo y de soluciones de leucoíndigo. Sin embargo, la

concentración de leucoíndigo en la solución final disminuye a medida que se lleva a cabo el proceso de purificación.

Las publicaciones internacionales WO 2019/030397, WO 2019/030391 y WO 2019/030396 proponen métodos para extraer aminas aromáticas de soluciones de sal de leucoíndigo por medio de técnicas de purificación conocidas por el experto en la materia, en particular por destilación, con adición de cantidades de agua a la solución a ser purificada. Al utilizar grandes cantidades de agua, se produce un aumento de la masa a ser procesada, generando desventajas económicas del proceso.

En este sentido, el estado de la técnica aún carece de un proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, que resulten en soluciones de sal de leucoíndigo que contienen cantidades indetectables de dichas aminas y que tengan economicidad en el proceso.

Aunque no existe una explicación técnica concluyente sobre el mecanismo que provoca la generación de espuma cuando se lleva a la ebulición de soluciones de leucoíndigo, es un hecho que esta generación de espuma trae consigo grandes dificultades, si no inviabiliza, procesos en los que es necesaria la ebulición de tal solución. Tales dificultades se encuentran mencionadas en las publicaciones internacionales WO 2019/030397, WO 2019/030391 y WO 2019/030396 que discurren sobre métodos e intentos de purificación de soluciones de leucoíndigo. Los intentos de purificar soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas se deparaban con un problema relacionado a la formación de espuma, ya que la presencia de dicha espuma dificulta la transferencia de masa de las aminas aromáticas de la fase líquida a la fase gaseosa, reduciendo la eficacia del proceso de purificación, e incluso haciendo imposible continuar con la eliminación de dichas aminas.

También con relación a los problemas que puede ocasionar la formación de espuma en el proceso, está la ocurrencia de un fenómeno conocido industrialmente en procesos evaporativos, el arrastre. El arrastre ocurre cuando parte o incluso la totalidad del producto cargado inicialmente en el vaso, se transfiere, en estado líquido, al vaso destinado para recibir el condensado, ocasionando así, pérdida de rendimiento y productividad, aumento de los costos del proceso, problemas de seguridad, y problemas de calidad.

Más particularmente, cuando la formación de espuma se produce de

forma frecuente y sin el control adecuado, el proceso se vuelve inviable.

Aunque el estado de la técnica sugiera la utilización de antiespumantes, tales como derivados de la silicona, para abordar el problema relacionado a la formación de espuma, estos productos interfieren en la calidad y en la pureza del producto final, e impactan el contenido de sólidos de la solución final y el costo del proceso de purificación (ver, por ejemplo, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, quinta edición, 1988, pág. 483).

Además, los inventores de la presente solicitud observaron que el uso de antiespumantes provoca un aumento en el contenido de insolubles en el producto final, lo que resulta en un gran problema/inconveniente para la industria, ya que el producto final posee una especificación rigurosa, que debe ser respetada, con respecto a ese parámetro.

Por lo tanto, existe una clara necesidad de desarrollar nuevos procesos de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, por medio de los cuales es posible obtener menores cantidades de estas aminas, sin alteración de la concentración de la sal de leucoíndigo durante el proceso, y que sean económicamente viables, y que además solucione los problemas observados en el estado de la técnica con relación a la formación de espuma en los procesos de purificación de leucoíndigo.

Resumen de la Invención

De este modo, es un objetivo de la presente invención proporcionar un proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, particularmente anilina y N-metilanilina, en el cual dichas aminas aromáticas son reducidas a cantidades indetectables en el producto final.

Particularmente, la presente invención se refiere a un proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo, para la eliminación de aminas aromáticas, que comprende las etapas de:

- (a) añadir a un vaso de purificación una solución de sal de leucoíndigo conteniendo aminas aromáticas;
- (b) burbujear, con flujo controlado, un gas inerte en el vaso de purificación, por medio de un dispositivo sumergido en la superficie de la masa estacionaria;
- (c) inyectar, con flujo controlado, una corriente de gas de extracción en el vaso; y

- (d) recuperar la solución de sal de leucoíndigo purificada del vaso.

En un segundo aspecto, la presente invención se refiere al uso de un gas inerte, en procesos de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo, como un “gas antiespumante” que, a diferencia de las enseñanzas del estado de la técnica nos llevaría a concluir, se muestra extremadamente eficaz en lo que se refiere a la eliminación de la formación de espuma durante la ebulición de la solución de leucoíndigo y, en consecuencia, viabiliza todos los procesos productivos aquí descrito.

Descripción Resumida de las Figuras

Los objetivos, efectos técnicos y ventajas de la presente invención serán evidentes para los expertos en la materia a partir de la siguiente descripción detallada que hace referencia a las figuras adjuntas, que ilustran realizaciones ejemplares, pero no limitativas, del proceso de la presente invención:

– La Figura 1 muestra un diagrama de flujo esquemático del proceso de purificación de la presente invención: la materia prima, una solución de sal de leucoíndigo que contiene aminas aromáticas se carga en el vaso de reacción, luego se inicia el calentamiento para la evaporación del agua con aminas aromáticas. La evaporación del agua con aminas aromáticas ocurre simultáneamente con la inyección continua de gas antiespumante y la reposición continua de agua en forma líquida y/o vapor. Finalmente, se obtiene el producto final, una solución de sal de leucoíndigo purificada, con cantidades indetectables de aminas aromáticas.

Descripción Detallada de la Invención

La presente invención se refiere a un proceso de purificación de solución de sal de leucoíndigo, para la eliminación de aminas aromáticas, el cual comprende las etapas de:

- (a) añadir a un vaso de purificación una solución de sal de leucoíndigo que contiene aminas aromáticas;
- (b) burbujear, con flujo controlado, un gas inerte en el vaso de purificación, por medio de un dispositivo sumergido en la superficie de la masa estacionaria;
- (c) inyectar, con flujo controlado, una corriente de gas de extracción en el vaso; y
- (d) recuperar la solución sal de leucoíndigo purificada del vaso;
donde la solución de sal de leucoíndigo purificada, recuperada

después de la etapa (d), posee cantidades indetectables de aminas aromáticas.

Usualmente se aplica destilación por arrastre cuando se pretende la extracción de una sustancia de interés contenida en un “producto base”, por ejemplo: la extracción de aceites esenciales.

A diferencia de lo que se practica típicamente, el proceso de purificación de la presente invención aplica la destilación por arrastre de purificación del “producto base” (solución de sal de leucoíndigo que contiene aminas aromáticas), a partir de la eliminación de la sustancia indeseada (aminas aromáticas) contenida en este.

Particularmente, el proceso de purificación de la presente invención es un proceso de extracción por arrastre a vapor.

Las aminas aromáticas son particularmente anilina y N-metilanilina.

En una realización preferida, el proceso de purificación de la presente invención es realizado en ausencia de antiespumantes líquidos, en particular de antiespumantes derivados de silicona.

De modo preferido, las etapas (b) y (c) del proceso de purificación ocurren simultáneamente.

El proceso de la presente invención es capaz de eliminar dichas aminas aromáticas tanto por procesos continuos como mediante procesos por lotes, sin perjuicio alguno en la capacidad productiva.

En un otro aspecto preferido, el proceso de la presente invención mantiene constante la concentración y la composición de la masa estacionaria dentro del vaso de reacción durante la purificación, sin la realización de una o más etapas de dilución.

Para mantener constantes la concentración y la composición de la masa estacionaria dentro del vaso durante la extracción, se realiza una adición continua y controlada de agua. Dicha adición permite el mantenimiento de una intensa y constante tasa de evaporación en el medio sin que ello afecte a la concentración y/o composición de la solución de leucoíndigo.

La sal de la solución de sal de leucoíndigo de la etapa (a) es particularmente seleccionada entre sales de metales alcalinos, así como una mezcla de las mismas.

En una realización preferida la sal de leucoindigo es seleccionada entre Na, K, o una mezcla de los mismos.

Aún con respecto a la mezcla de sales de la solución de sal de leucoíndigo, un experto en la materia sabría seleccionar cualquiera entre los rangos ampliamente divulgados en el estado de la técnica. Preferiblemente, la proporción de Na:K es de 3:1 a 1:3.

En una realización preferida, la solución de sal de leucoíndigo de la etapa (a) tiene una concentración de sal de leucoíndigo de aproximadamente del 34,5% al 37,0% en peso, preferiblemente aproximadamente el 35%, con relación al peso total de la solución. El vaso de la etapa (a), preferiblemente, posee sistema de agitación.

En la etapa (b), se burbujea el gas inerte con el fin de promover una distribución homogénea de este gas en toda el área de la sección del equipo, recubriendo así toda la superficie de la masa estacionaria, para inhibir la formación de espuma.

Particularmente, el burbujeo de la etapa (b) es realizado bajo flujo de 5 a 8 Nm³/h, por medio de un dispositivo dimensionado y posicionado sumergido en la superficie de la masa estacionaria de manera que permita la dispersión uniforme y constante del flujo del gas inerte en toda el área de la sección del equipo. En una realización particular, previendo una efectiva uniformidad en la distribución, la inyección de gas inerte se realiza en al menos tres puntos sumergidos en la superficie de la solución de sal de leucoíndigo.

De acuerdo con una realización de la presente invención, la corriente de gas de purificación de la etapa (c) es seleccionada tomándose en cuenta la no inclusión en el procesamiento de cualquier otra sustancia extraña al producto final – solución acuosa conteniendo leucoíndigo purificado. Preferiblemente, la corriente de gas de purificación de la etapa (c) es vapor vivo.

En una configuración preferida, la inyección de la corriente de gas de purificación de la etapa (c) se realiza con un flujo de 500 a 2000 kg/h, por medio de un dispositivo sumergido en la masa estacionaria, con el fin de promover una distribución homogénea de este gas por toda el área de la sección del equipo por el fondo del vaso.

El proceso de la presente invención, por medio del uso de la corriente de gas de purificación de la etapa (c), combinada con la adición continua y controlada de agua, elimina las diferencias significativas entre las tasas de ocupación en el inicio y en el final, típicas cuando se emplea procesos de

evaporación por lotes, en el cual se inicia con vaso de proceso bastante cargado, sin embargo, con producto bastante diluido, y se finaliza con poquísimo producto en la concentración estipulada. Súmase a esto, el hecho de que la inyección directa de la corriente de gas de purificación en la etapa (c), preferiblemente de vapor vivo, característico de técnicas de destilación por arrastre, es realizada por medio de un dispositivo sumergido en la masa estacionaria, y con ello aumenta la productividad del proceso productivo, ya que propicia una eficiencia energética mejor. Además, esta configuración permite que el proceso sea realizado con una tasa constante de ocupación, preferiblemente de aproximadamente un 65%, y con una concentración constante de la sal de leucoíndigo en la solución de sal de leucoíndigo.

En la etapa (c), la corriente de gas de purificación es responsable del arrastre de las impurezas (aminas aromáticas) de la solución de sal de leucoíndigo.

En una realización preferida alternativa, el proceso de la presente invención es realizado utilizando vacío junto con el uso de inyección del gas inerte y de la corriente de gas de purificación.

Preferiblemente, la solución de sal de leucoíndigo purificada, obtenida en la etapa (d), comprende cantidades indetectables de aminas aromáticas. Cabe señalar, sin embargo, que el proceso de la presente invención igualmente posibilita obtención de solución de sal de leucoíndigo con cualesquier contenidos residuales de aminas aromáticas, bastando efectuar la interrupción del proceso de purificación al ser alcanzado el contenido deseado.

Términos

El uso del término “un” o “una” en este informe descriptivo no indica una cantidad limitada, sino la existencia de por lo menos (como mínimo) uno de los elementos/componentes/ítems enumerados. El uso del término “o” indica cualquiera o todos los elementos/componentes/ítems enumerados. El uso del término “comprende”, “dotado”, “provisto” o un término similar indica que el elemento/componente/ítem enumerado delante de dicho término forma parte de la invención, mas no excluye otros elementos/componentes/ítems no enumerados.

Como se usa en el presente informe descriptivo, la expresión “por lo menos un” significa un o más y, por lo tanto, incluye componentes individuales, así como mezclas y/o combinaciones.

Excepto en los ejemplos operativos, o donde se indique de otra forma, todos los números que expresan condiciones de reacción deben ser entendidos

como modificados en todos los casos por el término “aproximadamente”, significando dentro de +/- el 10% del indicado número.

Conforme se usa en este documento, todos los rangos provistos deben incluir todos los rangos específicos dentro de los rangos provistos y combinaciones de subrangos entre los rangos provistos. Así, un rango de 1 a 5, por ejemplo, incluye específicamente 1, 2, 3, 4 y 5, así como subrangos como de 2 a 5, de 3 a 5, de 2 a 3, de 2 a 4, de 1 a 4, etc. Todos los rangos y valores aquí divulgados son inclusivos y combinables. Por ejemplo, cualquier valor o punto aquí descrito que esté dentro de un rango aquí descrito puede servir como un valor mínimo o máximo para derivar un subrango, etc.

Los procesos de la presente invención pueden comprender, consistir en, o consistir esencialmente en los elementos y limitaciones esenciales de la invención aquí descritos, así como cualesquier ingredientes, componentes o limitaciones adicionales u opcionales aquí descritos o útiles.

De acuerdo con la presente invención, el término “vaso” significa un recipiente en el cual se realiza el proceso de purificación. Preferiblemente dicho vaso es un cuerpo cilíndrico, metálico, vertical, con tapa superior e inferior, provisto de (i) dispositivo para homogenización de la solución (ejemplo: agitador, bomba, etc.), (ii) boquillas para carga y/o descarga de producto desde el interior del vaso, (iii) dispositivo, interno y/o externo, para calentar y/o enfriar el contenido del vaso (ejemplo: serpentín, camisa, etc.), (iv) boquillas para conectar instrumentos de monitoreo y control del proceso de purificación (ejemplo: manómetros, termómetros, etc.).

Ya el término “corriente de gas de purificación”, significa cualquier gas que sea capaz de arrastrar aminas aromáticas, especialmente anilina y N-metilanilina, pero que preferiblemente arrastre también otras sustancias orgánicas presente en el leucoíndigo cargado en el vaso.

El término “vapor vivo”, dentro del alcance de la presente invención, significa agua en estado vapor, con una cantidad calórica suficiente para promover el calentamiento y/o a vaporización de parte del agua contenida en la masa estacionaria contenida en el vaso, introducida de forma sumergida directamente en esta última.

Dentro del alcance de la presente invención, las “cantidades indetectables” de dichas aminas aromáticas varían de acuerdo con la metodología

de detección (capacidad analítica del método para detectar cualitativamente – detectar la presencia de una sustancia) utilizada. Sin embargo, dentro del alcance de la presente invención, “cantidades indetectables” se refieren a un contenido de aminas aromáticas de hasta 05 (cinco) ppm.

Conforme se usa en la presente solicitud, el término “masa estacionaria” significa toda la masa cargada en el vaso, principalmente incluida la masa de solución de leucoíndigo, que permanece en el interior del vaso durante todo el proceso de purificación.

Vaso de Purificación

En el proceso de purificación de la presente invención, no se utiliza el proceso de destilación en columna, que típicamente corresponde a un vaso asociado a una columna vertical, llenada con platos y/o rellenos que permiten el control y la calidad del flujo de vapor que pasa a través de la columna sometiendo dicho recipiente a condiciones de temperatura superiores a la temperatura ambiente.

Cuando las soluciones de sal de leucoíndigo con concentración elevada de sal de leucoíndigo son sometidas a evaporación, hay una gran tendencia de generación de espuma y, por consiguiente, un aumento en la posibilidad de arrastre indeseado de producto a la fase de vapor durante el proceso de purificación.

Dentro del alcance de la presente invención, el arrastre del producto a la fase de vapor durante el proceso de purificación es un contratiempo totalmente indeseado, pues genera grandes pérdidas de productividad y riesgos operativos de todo tipo, tales como laborales, ambientales y de calidad. Asimismo, el empleo de columnas potencializa los contratiempos antes mencionados, ya que están equipadas con accesorios internos (platos y/o rellenos) que seguramente traerán complicaciones en la eventualidad de un descontrol del proceso, lo que ciertamente redundará en la generación de espuma y arrastre.

Preferiblemente, en el vaso de purificación de la presente invención, no son empleados mecanismos con flujos a contracorriente y/o co-corriente, típicos de los procesos de arrastre a vapor (*stripping*), sino un lecho fijo (producto - masa estacionaria) por el que se hace pasar una corriente de gas de extracción.

Para los inventores de la presente solicitud, el mantenimiento del producto, con concentración elevada, confinado dentro del vaso durante el proceso de evaporación se muestra mucho más adecuado para la minimización de arrastres y perjuicios en el proceso que la movilización/circulación del producto, sabidamente

necesario en los procesos que preconizan flujos y contraflujos durante la evaporación.

Gas Inerte (Gas antiespumante)

Fue sorprendentemente constatado, al contrario de lo que sería esperado por un experto en la materia, que el uso de un gas inerte, según la presente invención, elimina la ocurrencia de espuma durante el proceso de purificación de una solución de sal de leucoíndigo que comprende aminas aromáticas, tales como anilina y N-metilanilina, así como reduce a niveles mínimos la cantidad necesaria de uno o más antiespumantes líquidos conocidos por un experto en la materia en el proceso, siendo posible, inclusive, la no utilización de estos antiespumantes líquidos.

En el contexto de la presente invención, “gas inerte” significa cualquier gas que no es reactivo con la solución de sal de leucoíndigo. Particularmente, el gas inerte de la presente invención se puede seleccionar de los elementos químicos del grupo VIII de la tabla periódica, tales como helio, neón, argón, criptón y xenón, o los gases N_2 y H_2 .

El gas inerte de la etapa (b) del presente proceso puede ser cualquier gas inerte conocido del estado de la técnica. Preferiblemente, el gas inerte es N_2 .

En una realización preferida, el gas inerte es alimentado en la etapa (b) en temperaturas de $-10^{\circ}C$ a $250^{\circ}C$, en flujos que pueden variar de 0,1 L/min a 80 L/min, para una masa de 900g de solución de sal de leucoíndigo a ser purificada.

Preferiblemente, la inyección del gas inerte, que actúa como antiespumante, debe ser realizada directamente en el producto, con flujo controlado, por medio de un dispositivo sumergido en la superficie de la masa estacionaria, con el fin de promover una distribución homogénea de este gas por toda el área de la sección del equipo.

Se observó que el uso de un gas inerte como gas antiespumante tiene las ventajas de:

- Reducir costos;
- No dejar residuos en el producto final, obteniendo un producto con mejor calidad y aumentar la productividad;
- Reducir el ciclo de producción.

A pesar de que la descripción de las realizaciones particulares anteriores hace referencia a determinadas realizaciones del proceso de purificación

de soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, la presente invención puede presentar modificaciones en su forma de implementación, de modo que el alcance de protección de la invención no se limita a únicamente al contenido de las reivindicaciones adjuntas, incluidas las posibles variaciones equivalentes de las mismas.

Ejemplos

Inicialmente, cabe señalar que el proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo, objeto de la presente invención, será descrito a continuación de acuerdo con las realizaciones particulares, pero no limitativas, ya que sus concretizaciones podrán ser realizadas de diferentes formas y variaciones y conforme la aplicación deseada por el experto en la materia, definiéndose el alcance de la invención según las reivindicaciones.

Ejemplo 1

Para obtener una solución de sal de leucoíndigo purificada, comprendiendo cantidades indetectables de aminas aromáticas, un vaso de purificación fue cargado con una solución de sal de leucoíndigo contando con aminas aromáticas.

Luego, se inició el calentamiento de dicha solución de sal de leucoíndigo para la evaporación del agua con las aminas aromáticas, simultáneamente con la inyección continua de un gas inerte, actuando como gas antiespumante, y la reposición continua del agua, en forma líquida y/o gaseosa.

La solución de sal de leucoíndigo obtenida presenta un contenido de 0 ppm de anilina.

En la Figura 1, es posible observar un diagrama de flujo de bloques del Ejemplo 1.

Pruebas

Para llegar al proceso de la presente invención, los inventores llevaron a cabo una serie de pruebas de metodologías de purificación, las cuales obtuvieron resultados insatisfactorios para la obtención o viabilidad de un proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, y la obtención de una solución de sal de leucoíndigo final con cantidades indetectables de dichas aminas

Las pruebas a continuación ilustran las dificultades para llegar al proceso de la presente invención.

Prueba 1

Extracción Líquido/Líquido

Como un intento de purificar soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, y obtener una solución de sal de leucoíndigo final con cantidades indetectables de las dichas aminas, se realizó una prueba por extracción líquido/líquido utilizando el solvente ciclohexano.

Después de realización de dicha extracción, se observó que el proceso de extracción no sería viable, ya que presentó baja eficiencia y no alcanzó cantidades indetectables de aminas aromáticas, Además de ello, el proceso por extracción presenta un alto costo y un mayor riesgo de seguridad, ya que el solvente a utilizarse es un producto inflamable), además de dejar ciclohexano residual en el producto final.

Además, más allá de los resultados no satisfactorios de purificación, sería también necesaria una etapa de evaporación para eliminar el ciclohexano residual del producto final, la cual sería necesaria para la eliminación de cualquier otro solvente utilizado.

Prueba 2

Columna de destilación - Arrastre a vapor

En otro intento de purificar soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, y obtener una solución de sal de leucoíndigo final con cantidades indetectables de las dichas aminas, fue ensayada la técnica de purificación por arrastre a vapor utilizando una columna de destilación vacía.

En esta prueba, se observó que el ciclo productivo se duplica con el uso de la columna destilación, hecho provocado por el intercambio de calor que hace con que buena parte del vapor (agua más aminas aromáticas) que sale del vaso hervidor se condense en las paredes de la columna y, al contrario de lo que se pretendía, vuelva al vaso hervidor.

En vista de estos resultados desfavorables, se concluye que el uso de una columna de destilación no es adecuado para el propósito de purificar soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, mediante el arrastre a vapor de dicha solución de sal de leucoíndigo a ser purificada, corrobora esta conclusión el hecho de que el objetivo del proceso de la presente invención no es obtener una fase vapor, luego condensada, rica de un producto de interés, como en otros procesos que utilizan columna de destilación con o sin relleno y/o platos, donde parte

del vapor que sale del vaso hervidor, conteniendo el producto de interés, retorne al mismo haciendo con que el vapor quede cada vez más enriquecido con el producto de interés. Por el contrario, el uso de una columna de destilación se mostraría mucho más adecuado si lo que se pretendiese fuera la obtención de una corriente de aminas aromáticas purificada (fase vapor del proceso de destilación), que sería extraída en el tope de la columna. En el proceso de la presente invención, el producto de interés que es la solución de leucoíndigo purificada, queda contenido en el vaso hervidor y no tiene su contenido de aminas aromáticas reducido a los niveles deseados.

El aumento del ciclo reduce la productividad y aumenta los costos del proceso.

Prueba 3

Adsorbentes

También se probó la opción de utilizar adsorbentes como el carbón activado y la tierra de diatomeas. Prueba simple de adición de carbón activo o de diatomeas en la proporción de 1 a 2% sobre la masa de solución de sal de leucoíndigo, que contiene aminas aromáticas, seguida de agitación de 1 a 2 horas, a 25°C o 100°C. No hubo adsorción significativa de aminas aromáticas por parte de los adsorbentes.

Prueba 4

Antiespumante a Base de Silicona

Conforme ya se mencionó en el presente informe descriptivo, el uso de antiespumantes líquidos, particularmente de antiespumantes a base de silicona, aumenta el contenido de insolubles en la solución de sal de leucoíndigo final, purificada. Cuanto mayor sea la dosificación de antiespumante, mayor será el contenido de insolubles.

En las pruebas realizadas, el uso continuo de antiespumante a base de silicona durante todo el proceso de purificación de soluciones de sal de leucoíndigo que contienen aminas aromáticas, contando con un contenido de dichas aminas aromáticas de cerca de 4.000 ppm, provocó el aumento de insolubles del rango del 0,1 al 0,5% en la materia prima a un rango mayor del 0,5%, dependiendo de la cantidad de antiespumante dosificado.

En una carga de 835 gramos de solución de leucoíndigo fue utilizado 9,4 g de antiespumante, lo que generó una cantidad de insolubles en la solución de

leucoindigo libre de anilina del 1,2%.

Cabe señalar que la especificación deseada para insolubles en el producto final, después de la evaporación, es un máximo del 0,5% (datos basados en un tipo de antiespumante que tiene una alta eficiencia para eliminar/evitar la formación de espuma en la solución de sal de leucoíndigo).