

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **033865**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2019.12.03

(51) Int. Cl. **C07C 201/16** (2006.01)
C07C 205/06 (2006.01)

(21) Номер заявки
201790141

(22) Дата подачи заявки
2015.04.30

(54) **СПОСОБ УДАЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ ИЗ ДИНИТРОТОЛУОЛОВ**

(31) **10 2014 009 948.2; 10 2015 003 743.9; 10 2015 004 242.4**

(56) EP-A2-1132347
WO-A1-2011021057
EP-A1-0897907

(32) **2014.07.07; 2015.03.25; 2015.04.07**

(33) **DE**

(43) **2017.05.31**

(86) **PCT/EP2015/059493**

(87) **WO 2016/005070 2016.01.14**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ЙОЗЕФ МАЙССНЕР ГМБХ УНД КО.
КГ (DE)**

(72) Изобретатель:
**Херманн Хайнрих, Пельманн Юрген,
Хендель Мирко, Гебауэр Юрген,
Бергманн Тим (DE)**

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) Изобретение относится к способу очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате динитрования толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, а также к аппарату или соответственно к установке для осуществления способа и к соответствующей производственной установке для получения динитротолуолов, отличающемуся тем, что (a) сырые динитротолуолы после отделения нитрующей смеси кислот сначала подвергают промывке по меньшей мере одной промывающей средой, за которой следует отделение промывающей среды; и (b) вслед за этим полученные в результате со стадии (a) промытые динитротолуолы подвергают отпариванию (обработке отпарным газом) по меньшей мере одним газом (отпарным газом).

B1

033865

033865

B1

Изобретение относится к технической области нитрования толуола для получения динитротолуолов с последующим удалением примесей из сырых динитротолуолов (сырых ДНТ) в целях предоставления чистых динитротолуолов.

В частности, настоящее изобретение относится к способу очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования (динитрования) (например, адиабатического или изотермического нитрования) толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты (т.е. также другими словами, к способу получения или соответственно предоставления чистых или соответственно очищенных динитротолуолов), а также к соответствующему аппарату или соответственно установке для осуществления данного способа.

Кроме того, настоящее изобретение относится к производственной установке для получения динитротолуолов (т.е. к производственной установке для нитрования толуола в динитротолуолы) с последующей очисткой образующихся при нитровании нитрированных сырых динитротолуолов (сырых ДНТ).

Динитротолуолы (ДНТ) представляют собой важный промежуточный продукт в химической промышленности, служа, после восстановления до соответствующих аминов (например, реакцией с водородом в присутствии катализатора), прежде всего исходными веществами или соответственно исходными соединениями для полиуретанов.

В общем, ДНТ получают в виде смеси изомеров реакцией толуола с азотной кислотой, непосредственно или в присутствии серной кислоты в качестве катализатора и средства для связывания воды, одноступенчато или на двух ступенях в противотоке, изотермически, либо также адиабатически. После отделения нитрующей кислоты (т.е., в общем, нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты) получают все еще загрязненный различными примесями сырой динитротолуол, который лишь после прохождения дополнительных, главным образом сложных, стадий обработки приобретает чистоту, которая обеспечивает возможность дальнейшего применения или дальнейшей переработки.

Далее в рамках настоящей заявки в отношении динитротолуола или соответственно динитротолуолов (ДНТ или соответственно различных ДНТ) синонимично используется форма единственного или множественного числа.

При превращении толуола в динитротолуол (ДНТ) с помощью азотной кислоты помимо желаемых нитросоединений в сыром ДНТ присутствует множество примесей, в частности множество самых разных побочных продуктов и иных примесей, в том числе, в частности, еще и следы МНТ (мононитротолуола), ТНТ (тринитротолуола) и остатки всегда имеющихся в исходном толуоле алифатических и циклоалифатических углеводородов и, наряду с этим, ряд дополнительных побочных продуктов, таких как, например, мононитрокрезолы (МНК), динитрокрезолы (ДНК) и тринитрокрезолы (ТНК), тринитрофенол (пикриновая кислота или соответственно ПК), нитробензойные кислоты (НБК), такие как мононитробензойная кислота (МНБК) и динитробензойная кислота (ДНБК), и продукты деструкции из-за окисления алифатических и циклоалифатических углеводородов, нитрокрезолов и нитроароматических соединений азотной кислотой, присутствующей в смеси нитрующих кислот, такие как, например, диоксид углерода (CO₂), монооксид углерода (CO), синильная кислота (HCN), тетранитрометан (ТНМ), муравьиная кислота, уксусная кислота, щавелевая кислота и так далее, и продукты реакций или соответственно продукты восстановления азотной кислоты, такие как оксиды азота (например, оксид азота NO, диоксид азота NO₂, закись азота N₂O и так далее), азотистая кислота и так далее. Дополнительно, в сыром ДНТ находятся также азотная кислота и серная кислота, в частности в растворенной форме и/или в виде микроэмульсии нитрующей кислоты в тонкодисперсной форме.

В общем, все данные примеси или, по меньшей мере, существенную их часть необходимо удалять из сырого ДНТ перед его дальнейшей переработкой или дальнейшим применением. Степень очистки, т.е. остаточное содержание примесей в очищенных нитроароматических соединениях, будет определяться, в частности, требуемой в соответствии с предусматриваемой областью применения степенью чистоты, которая среди прочего также зависит от способа, предусматриваемого для дальнейшего применения, или тому подобное. Прежде всего, необходимо свести к минимуму содержание всех веществ, даже если они присутствуют в следовых количествах, мешающих дальнейшей переработке, таких как, например, вещества, препятствующие гидрированию, такие как, например, серосодержащие соединения, оксиды азота, азотная кислота и так далее (сравни, например, US 4224249 A), нитрокрезолы (сравни, например, US 2976320 A), диоксид углерода (сравни EP 1935870 A1), ионы натрия или известные комплексообразователи и каталитические яды, такие как, например, CO, N₂O, синильная кислота и так далее.

Согласно уровню техники данные примеси обычно удаляют из сырых нитроароматических соединений (сырых ДНТ) после отделения нитрующей кислоты промывкой на нескольких стадиях промывки, перед тем, как нитроароматическое соединение направляют для непосредственного применения, на разделение изомеров или гидрирование до соответствующих аминов.

Обычно промывка сырых нитроароматических соединений для удаления растворенных и суспендированных в них кислот нитрующей смеси, нитрофенолов и других кислых и иных экстрагируемых промывающим средством примесей состоит из трех стадий (см., например, F. Meissner et al., *Industrial and Engineering Chemistry*, том 46, 721 (1954); *Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie*, издание 4. Том 17, страницы 385/386; H. Hermann et al., *ACS-Symposium Series 632*, 238 (1996), страница 241 [редакторы:

L.F. Albright, R.V.C. Carr, R.J. Schmitt]; A.B. Quakenbush et al., The Olin Dinitrotoluene (DNT) Process, Polyurethanes World Congress 1993, издательство: Technomic, Ланкастер, страницы 484-488; US 6288289 B1; EP 1816117 A1).

Данная трехступенчатая промывка сырых нитроароматических соединений включает в себя, в общем, следующие стадии промывки.

1) Стадия I промывки или кислая промывка.

Промывка водой (становится кислой вследствие нитрующей смеси кислот), в частности для удаления растворенных и суспендированных сильных минеральных кислот, таких как серная кислота и азотная кислота, и нитрозы.

2) Стадия II промывки или щелочная промывка (основная промывка).

Промывка в присутствии основания, такого как, например, карбонат натрия (сода), бикарбонат натрия, сульфит натрия или соответственно гидросульфит натрия, аммиак, раствор едкого натра, раствор едкого кали и так далее (сравни, например, US 4482769 A, US 4597875 A или US 6288289 B1), в частности для удаления следов азотной кислоты, оксидов азота и серной кислоты, все еще растворенных и суспендированных в нитроароматических соединениях после стадии I промывки, и все еще растворенных в нитроароматических соединениях слабокислых примесей, таких как нитрофенолы, нитрокрезолы, нитробензойные кислоты, продукты деструкции из-за окислительного разложения фенолов, либо алифатических и/или циклических углеводов и так далее, таких как, например, синильная кислота, щавелевая кислота, муравьиная кислота, уксусная кислота и так далее.

3) Стадия III промывки или нейтральная промывка.

Нейтральная промывка, в частности для удаления следовых остатков щелочей или соответственно основных соединений из микроэмульсии или иного увлеченного материала со стадии II промывки и для дальнейшего уменьшения содержания все еще содержащихся в продукте следов примесей.

При этом каждая стадия промывки, в принципе, может включать в себя вплоть до 10 ступеней экстракции в поперечном потоке или в противотоке, либо с применением их сочетания, как, например, описано в СА 1034603, EP 1780195 A1, US 6288289 B1 или в публикации WO 2013/160367 A1.

В качестве промывающей среды для промывки обычно используют воду. В общем, промывку при этом проводят в виде жидкость-жидкостной экстракции, т.е. также при температурах, при которых подлежащее промывке нитроароматическое соединение присутствует в виде жидкости.

Цель данной, обычно многоступенчатой, промывки заключается помимо получения чистого продукта, который может быть дополнительно переработан без отрицательного влияния все еще имеющихся примесей - в получении по возможности малого количества сточных вод на тонну продукта посредством того, что отмытые примеси присутствуют в таком виде, что их утилизация может быть проведена экономичным образом, причем непрореагировавшие исходные соединения предпочтительно регенерируют или соответственно рециркулируют.

При промывке водой сырых ДНТ в рамках жидкость-жидкостной экстракции отмываются, однако, преимущественно только те примеси, которые обладают высокой растворимостью в промывающей среде (такие как, например, серная кислота и азотная кислота), либо которые в водной среде диспропорционируют, реагируя с водой, в азотную кислоту, либо которые образуют соли с основаниями, добавленными в рамках щелочной или соответственно основной промывки (смотри вышеупомянутую стадию II промывки), и тем самым необратимо удаляются из своего равновесного распределения с содержащей ДНТ органической фазой (как, например, следовые остатки сильных кислот [серной кислоты и азотной кислоты] и обладающих средней силой и слабых кислот [таких как, например, нитрофенолы, нитрокрезолы, нитробензойные кислоты, уксусная кислота, щавелевая кислота, муравьиная кислота, угольная кислота, синильная кислота и так далее]). Но даже что касается данных примесей, их удаление в рамках промывки не всегда является полным или соответственно количественным, в частности тогда неполным, когда сырые ДНТ имеют высокие нагрузки примесей.

Также дополнительно обнаружилось, что другие примеси, в частности примеси с неблагоприятными коэффициентами распределения в промывающей среде, примеси со слабой кислотностью, либо не обладающие ею, и примеси с медленной скоростью превращения в такие вещества, которые не растворяются в органической фазе, могут удаляться промывкой в рамках жидкость-жидкостной экстракции, включающей в себя одну или несколько стадий, зачастую не полностью и/или лишь с большими техническими издержками. Это справедливо, прежде всего, тогда, когда по соображениям технологической экономичности (в частности, для уменьшения количества сточных вод) промывка осуществляется на единичных стадиях промывки при соотношении количеств применяемой промывающей среды к промываемому нитроароматическому соединению менее 1 (например, при объемном соотношении в диапазоне от 1:5 до 1:20), а именно тогда, когда соотношение количеств промывающей среды к нитроароматическому соединению в аппарате для промывки за счет рециркуляции промывающей среды составляет 1 или даже превышает 1. К таким примесям, удаляемым в рамках промывки лишь с трудом или лишь не полностью, типично, но без ограничения ими, принадлежат оксиды азота NO_x (например, оксид азота NO, диоксид азота NO₂, закись азота N₂O и так далее), синильная кислота, алифатические и ароматические углеводороды, оксиды углерода (CO, CO₂ и так далее) и так далее.

В частности, удаление примесей из сырых ДНТ оказывается тогда затруднительным, когда используют лишь одну стадию промывки, например, только одну кислую промывку. Как описано в СА 1034603, в US 4224249 А, EP 0297312 А1, EP 0736514 А1 или EP 1780195 А1, промытый ДНТ содержит помимо следов сильных кислот, т.е. серной кислоты, азотной кислоты и оксидов азота NO_x, еще и все обладающие средней силой и слабые органические и неорганические кислоты со значениями рКа, которые равны, либо превышают значение рН промывочной кислоты, такие как, например, нитрокрезолы, нитробензойные кислоты, синильную кислоту, СО₂ и так далее, а, кроме того, также все нейтральные или соответственно не кислые примеси, такие как, например, СО, N₂O, углеводороды и так далее, которые в соответствии со своей растворимостью в промывочной кислоте и в зависимости от своего индивидуального равновесного распределения отмываются лишь частично и, тем самым, по-прежнему остаются в ДНТ. При этом особенно затруднительным является отделение азотной кислоты, так как азотная кислота постоянно образуется вновь в присутствии следов диспергированной воды из растворенного в малых количествах NO_x, постоянно все еще имеющегося в ДНТ.

Согласно СА 1034603, чтобы достичь остаточного содержания минеральных кислот в ДНТ приблизительно 15 ч.н.м. (частей на миллион), необходимо семь промывок водой в поперечном потоке (пример 2). При значениях рН менее 4 (после 7 промывок водой) обладающие средней силой и слабые неорганические и органические кислоты остаются в органической фазе и экстрагируются лишь в соответствии со своими равновесными распределениями в промывающей среде.

Согласно US 4224249 А промытый лишь водой ДНТ содержит менее 6000 ч.н.м. общей кислотности и предпочтительно менее 3000 ч.н.м. (в расчете на серную кислоту), приходящихся на кислоты. Из них 1100 ч.н.м. приходится на нитрат, 160 ч.н.м. приходится на нитрит и 230 ч.н.м. приходится на сульфат. Все слабые кислоты, такие как нитрокрезолы, и все нейтральные примеси остаются, напротив, в ДНТ.

В EP 0297312 А1, EP 0736514 А1 и EP 1780195 А1 раскрыты способы, которые специально позволяют таким образом проводить стадию промывки, заключающуюся в кислой промывке, что получают промывочную кислоту с насколько возможно высокими концентрациями кислоты (со смесью, состоящей из серной кислоты, азотной кислоты и азотистой кислоты или соответственно NO_x). Данную промывочную кислоту возвращают в нитрование непосредственно или предпочтительно после концентрирования до общего содержания кислоты (рассчитано на азотную кислоту) от 50 до 60%. Чтобы достичь данного обогащения серной и азотной кислотой в промывочной кислоте, отношение количеств ДНТ к свежей воде должно быть весьма большим. Так, в примере осуществления из EP 0736514 А1 одну тонну сырого ДНТ промывают многоступенчатым образом в противотоке приблизительно 110 л свежей воды (что соответствует отношению количеств ДНТ к свежей воде 9,1:1), чтобы получить промывочную кислоту с содержанием общей кислотности приблизительно 23,3% (что соответствует количеству промывочной кислоты приблизительно 142 кг на тонну ДНТ). При отношении количеств ДНТ к свежей воде для кислой промывки приблизительно 13:1 требовалось бы лишь приблизительно 77 л свежей воды на тонну подлежащего промывке сырого ДНТ, и получали бы промывочную кислоту с содержанием общей кислотности более 30%.

При таком фазовом отношении ДНТ к воде, составляющем приблизительно 9:1 или соответственно 13:1, для примесей с коэффициентами экстракции ϵ , равными 1 и менее, и коэффициентами распределения в экстрагенте, равными 10 и менее, возможность исчерпывающей экстракции с экстракционными выходами 90% и более обеспечивается лишь в результате весьма высокого вплоть до теоретически бесконечного числа ступеней экстракции (в этой связи сравни, например, K. Sattler, Thermische Trennverfahren, Verlag Wiley-VCH, Издание 3, 2001, страницы 545 и далее); с технической точки зрения это является чрезвычайно трудозатратным и весьма дорогостоящим и, кроме того, в случае примесей с коэффициентами распределения менее 5 - уже технически невозможным.

Напротив, с помощью такой общепринятой одно- или многоступенчатой промывки в форме жидкость-жидкостной экстракции, как она в качестве примера описана в уровне техники в EP 0297312 А1, в EP 0736514 А1 или в EP 1780195 А1, примеси с неблагоприятными коэффициентами распределения в промывающей среде, примеси со слабой растворимостью в промывающей среде, примеси со слабой кислотностью, либо не обладающие ею, и примеси с медленной скоростью превращения в вещества, которые не растворяются в органической фазе, не могут быть удалены или соответственно не могут быть полностью и эффективно удалены из сырого ДНТ. К неудаляемым таким путем примесям принадлежат, например (но без ограничения), оксиды азота NO_x, оксиды углерода, такие как СО и СО₂, синильная кислота, углеводороды и так далее.

Также, промывкой сырых ДНТ на трех стадиях промывки, где каждая из них согласно уровню техники включает в себя вплоть до пяти ступеней экстракции, причем одну стадию промывки проводят в присутствии основания, предпочтительно соды, при значении рН в диапазоне от 8,5 до 9,2, более или менее количественно отмываются лишь слабые минеральные кислоты, такие как угольная кислота, и нитрофенолы, а также нитрокрезолы и органические кислоты, такие как нитробензойные кислоты, уксусная кислота, щавелевая кислота, муравьиная кислота и так далее, имеющие значения рКа менее 7. Но уже синильная кислота со значением рКа приблизительно 9,2 экстрагируется из сырого ДНТ при обыч-

ной промывке содой с рН в диапазоне от 8,5 до 9,2 лишь частично; ароматические и алифатические углеводороды, а также CO, N₂O и так далее могут быть удалены экстракцией из сырого ДНТ лишь в соответствии со своими растворимостями и равновесными распределениями. Соответствующие рассуждения справедливы, когда в качестве основания используют избыток аммиака; тогда его следы могут еще дополнительно присутствовать в промытом ДНТ.

Промывка для улучшения степени извлечения примесей с неблагоприятными коэффициентами распределения и/или с малой растворимостью в промывающей среде или примесей со слабой кислотностью, либо не обладающих ею (таких как CO₂, синильная кислота, CO, N₂O и так далее), либо летучих или соответственно низкокипящих алифатических и ароматических углеводородов (таких как гексан, пентан, циклогексан, метилциклогексан, диметилциклогексан, толуол и так далее), либо примесей с медленными скоростями превращения в вещества, которые уже не растворяются в органической фазе (такие как NO_x в низких концентрациях и так далее), требует большого числа ступеней промывки или соответственно экстракции в противотоке или также в поперечном потоке, либо используя их сочетание, что связано с несоразмерно высоким дополнительным расходом промывающей среды и, следовательно, с дополнительным образованием сточных вод, что в свою очередь ведет к неприемлемым капитальным и производственным издержкам.

Кроме того, в EP 0897907 B1 описан способ возврата азотной кислоты в смесь ароматических соединений, причем необходимо использовать две дополняющие друг друга стадии способа для очистки сырых продуктов нитрования: согласно EP 0897907 B1 сырые продукты нитрования перед фактической промывкой подвергают дистилляции или отпариванию для удаления азотной кислоты, чтобы перед промывкой частично обособленно отделить растворенную или суспендированную в сырых продуктах нитрования азотную кислоту и рециркулировать ее после соответствующей обработки. Однако данный способ в отличие от проиллюстрированного выше уровня техники нуждается для очистки сырых продуктов нитрования в значительных дополнительных технических издержках при невозможности достижения улучшенной чистоты продукта в сравнении с проиллюстрированным выше уровнем техники. Помимо потока отходов от все еще необходимой последующей промывки (т.е., в общем, двух потоков отходов от промывки, а именно промывочной кислоты от кислой промывки и промывочной щелочи от основной промывки) в результате предшествующей стадии дистилляции или отпаривания производится дополнительный, третий поток отходов с разбавленной азотной кислотой, который должен быть обработан отдельно. Если поток отходов от промывки и от предшествующей ступени дистилляции или соответственно отпаривания объединяют в целях совместной дополнительной переработки, тогда кроме повышенных технических издержек уже не имеется преимуществ в сравнении с промывкой согласно уровню техники. Предшествующая дистилляция или соответственно отпаривание служит, кроме того, исключительно удалению азотной кислоты или соответственно ее возврату для вторичного использования, но не обеспечивает улучшение в плане удаления трудноудаляемых примесей из сырых продуктов нитрования. Также, в цитированном документе обсуждаются не особенности, которые характерны именно для очистки сырых динитротолуолов, а лишь в общем виде предусматривается динитрование любых ароматических соединений. Кроме того, способ, предложенный в EP 0897907 B1, представляет повышенную угрозу безопасности по сравнению с уровнем техники и поэтому, в частности, непригоден именно для очистки сырых ДНТ: при содержании азотной кислоты в сырых продуктах нитрования вплоть до 10% и при температурах вплоть до 130°C при предложенной дистилляции нельзя наверняка исключить процессы окислительного и неконтролируемого разложения присутствующих в сырых продуктах нитрования примесей (таких как, например, нитрокрезолы, нитробензойные кислоты и так далее), а также самого ДНТ. Следовательно, описанный в цитированной заявке способ не подходит для эффективной и надежной очистки именно сырых динитротолуолов. В частности, описанным в цитированной заявке способом нельзя удалить следовые примеси, чтобы получить высокочистый ДНТ.

Из уровня техники также, в общем, не известен способ, с помощью которого эффективным, технологически экономичным и технически простым образом можно полностью удалять разнообразные примеси из сырых динитротолуолов (сырых ДНТ), которые получаются при динитровании толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, в частности удалять в рамках общепринятой промывки только трудно- или только не полностью удаляемые примеси (т.е., в частности, примеси с неблагоприятными коэффициентами распределения в промывающей среде, примеси со слабой кислотностью, либо не обладающие ею, и примеси с медленной скоростью превращения в такие вещества, которые не растворяются в органической фазе).

Поэтому задача настоящего изобретения заключается в том, чтобы предоставить способ или соответственно аппарат (установку) очистки получающихся в результате нитрования толуола сырых динитротолуолов (сырых ДНТ), причем вышеописанные недостатки и изъяны уровня техники должны, по меньшей мере, в значительной степени избегаться или же не менее чем ослабляться. Посредством настоящего изобретения должна обеспечиваться возможность предоставления технически эффективным, а также надежным и простым образом и способом высокочистых или соответственно очищенных динитротолуолов (ДНТ). В частности, с помощью настоящего изобретения должна обеспечиваться возможность действенного удаления из сырых ДНТ также трудноудаляемых примесей, в частности летучих

примесей.

В частности, задача настоящего изобретения заключается в том, чтобы предоставить способ и подходящий для осуществления данного способа аппарат или соответственно установку, с помощью которого или соответственно которой должна обеспечиваться возможность эффективной очистки нитрированных сырых продуктов, таких как продукты, которые получаются при нитровании (динитрования) толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, после отделения так называемой нитрующей смеси кислот.

Дополнительно, задача настоящего изобретения заключается в том, чтобы предоставить способ и аппарат для осуществления данного способа, который или соответственно который должны обеспечивать возможность очистки получающихся при адиабатическом или изотермическом динитровании толуола сырых динитротолуолов (сырых ДНТ) надежным образом и насколько возможно малыми техническими издержками таким образом, что содержание примесей в ДНТ настолько уменьшается, что достигаются или соответственно, насколько это возможно, не превышаются нормы технических требований, заданных для ДНТ технического качества (так называемый "ДНТ технического сорта"). В частности, посредством такого способа или соответственно такого аппарата должна обеспечиваться возможность того, что эффективным образом могут быть удалены даже значительные количества, все еще присутствующие после промывки сырых ДНТ промывающей средой, отчасти лишь с трудом отделяемых примесей (например, легколетучих примесей, таких как оксиды азота, азотная кислота, азотистая кислота, синильная кислота и так далее).

Вышеописанная поставленная задача решена согласно изобретению способом по п.1 формулы изобретения; дополнительные, обеспечивающие преимущество усовершенствования и варианты осуществления способа по изобретению представляют собой предмет соответствующих зависимых пунктов формулы изобретения.

Дополнительным предметом настоящего изобретения является аппарат или соответственно установка; дополнительные, обеспечивающие преимущество усовершенствования и варианты осуществления данного аспекта изобретения представляют собой предмет соответствующих зависимых пп. формулы изобретения.

Кроме того, предметом настоящего изобретения является производственная установка; дополнительные, обеспечивающие преимущество варианты осуществления и усовершенствования данного аспекта представляют собой предмет соответствующего зависимого пункта формулы изобретения.

Само собой разумеется, что варианты осуществления, варианты воплощения, преимущества или тому подобное, которые во избежание излишних повторов приведены ниже лишь в отношении одного аспекта изобретения, соответствующим образом, разумеется, справедливы также применительно ко всем остальным аспектам изобретения.

Дополнительно, само собой разумеется, что при нижеследующем указании численных значений, чисел и диапазонов соответствующие указываемые данные для численных значений, чисел и диапазонов не должны пониматься ограничительным образом; специалисту само по себе понятно, что в качестве отелого исключения или в зависимости от области приложения от заданных диапазонов или соответственно данных может наблюдаться отклонение, не выходящее за рамки настоящего изобретения.

Кроме того, справедливо, что все приведенные ниже данные для численных значений или соответственно параметров или тому подобного могут быть установлены или соответственно определены, в принципе, с помощью нормативных или соответственно стандартизированных, либо точно заданных способов определения, или же с помощью общеупотребительных специалистом в данной области способов определения или соответственно анализа.

Ниже настоящее изобретение описано подробнее с учетом данных предпосылок.

Предметом настоящего изобретения согласно первому аспекту настоящего изобретения является, тем самым, способ очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования (т.е. динитрования) толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, в частности удаления также особенно летучих примесей из сырых динитротолуолов, причем согласно данному способу:

(а) сырые динитротолуолы после отделения нитрующей смеси кислот сначала подвергают промывке по меньшей мере одной промывающей средой, за которой следует отделение промывающей среды (т.е. также отработанной или соответственно использованной или соответственно насыщенной примесями промывающей среды); и

(б) вслед за этим полученные в результате со стадии (а) промытые динитротолуолы подвергают отпариванию (обработке отпарным газом) по меньшей мере одним газом (отпарным газом).

Способ по изобретению превосходным образом подходит для очистки сырых динитротолуолов (сырых ДНТ), получающихся в результате нитрования (динитрования) толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, в частности также для эффективного удаления лишь с трудом удаляемых иным образом, в частности летучих, слабокислых или нейтральных примесей с низкой в сравнении с ДНТ точкой кипения (таких как, например, оксиды азота, такие как, среди прочего, монооксид азота N_2O , монооксид углерода, диоксид углерода, синильная кислота или соответственно

циановодород, тетранитрометан, алифатические и ароматические углеводороды и так далее). Эффективным образом также удаляются и другие примеси, которые присутствуют отчасти лишь в следовом диапазоне и в рамках промывки не могут быть удалены или соответственно могут быть удалены лишь отчасти или соответственно могут быть удалены лишь не полностью (такие как, например, азотная кислота, вода и так далее).

Само собой разумеется, что в рамках всего способа по изобретению могут быть удалены, по меньшей мере, по существу, все примеси, присутствующие в сырых динитротолуолах, а именно независимо от того, о каких примесях идет речь, в частности, независимо от их летучестей, кислотностей, коэффициентов распределения или коэффициентов экстракции в промывающей среде или тому подобного. К типичным, неограничивающим образом перечисленным примесям, которые присутствуют в сырых динитротолуолах, получающихся при нитровании толуола, и которые в рамках способа по изобретению могут быть, по меньшей мере, по существу, полностью удалены эффективным образом, принадлежат, например, следы постоянно имеющихся в подлежащем нитрованию исходном толуоле алифатических и циклоалифатических углеводородов, а также их окисленные продукты разложения, нитрокрезолы (моно-, ди- и тринитрокрезолы), тринитрофенолы или соответственно пикриновая кислота, нитробензойные кислоты (моно- и динитробензойная кислота), а также продукты разложения из-за окисления вышеназванных углеводородов, нитрокрезолов и нитроароматических соединений, такие как, например, оксиды углерода (монооксид углерода и диоксид углерода), синильная кислота, тетранитрометан, муравьиная кислота, уксусная кислота, щавелевая кислота и так далее, и, кроме того, продукты реагирования азотной кислоты, такие как оксиды азота (монооксид азота, закись азота, диоксид азота и так далее) и так далее; кроме того, в сырых динитротолуолах находятся дополнительно еще и азотная кислота, азотистая кислота и серная кислота, в частности, в растворенной или эмульгированной или соответственно тонкодисперсной форме.

В рамках настоящего изобретения эффективным и технологически экономичным образом могут быть удалены не только те примеси, которые обладают высокой растворимостью в промывающей среде или которые в водной среде под действием воды диспропорционируют в азотную кислоту или которые образуют соли с добавленными в рамках щелочной или соответственно основной промывки основаниями и, тем самым, необратимо удаляются из своего равновесного распределения с содержащей ДНТ органической фазой, но, кроме того, также примеси, лишь с трудом, либо лишь не полностью удаляемые в рамках общепринятой промывки, а именно, в частности, примеси с неблагоприятными коэффициентами распределения в промывающей среде, примеси со слабой кислотностью, либо не обладающие ею, и примеси с медленной скоростью превращения в такие вещества, которые не растворяются в органической фазе.

Все вышеназванные примеси могут быть удалены в рамках способа по изобретению, по меньшей мере, по существу, полностью, причем заявитель неожиданно обнаружил, что это возможно только если предусматриваемую по изобретению стадию (b), представляющую собой обработку отпарным газом или соответственно отпаривание, проводят в дополнение к промывке сырых динитротолуолов согласно стадии (a) и если, прежде всего, обработке отпарным газом осуществляют после промывки сырых динитротолуолов. Как равным образом неожиданно обнаружил заявитель, обращение порядка проведения обеих стадий способа, напротив, не ведет к желаемым результатам (т.е. в данном случае не происходит эффективного удаления всех примесей). Лишь с помощью обработки отпарным газом, осуществляемой после промывки, неожиданно можно добиться также удаления следовых примесей с получением чистых ДНТ.

Принцип способа по изобретению состоит также в том, что получающиеся при нитровании, еще содержащие значительные количества примесей сырые динитротолуолы - после отделения нитрующей кислоты или соответственно нитрующей смеси кислот (например, в сепараторе и так далее) - сначала подвергают промывке промывающей средой с последующим отделением промывающей среды, и промытые данным образом динитротолуолы впоследствии подвергают обработке отпарным газом (т.е. отпариванию по меньшей мере одним газом или соответственно отпарным газом).

Тогда, как совершенно неожиданным образом обнаружил заявитель, проведение отпаривания после промывки ведет к тому, что, по меньшей мере, по существу, все примеси, еще имеющиеся после промывки, в частности примеси, иным образом удаляемые лишь с трудом, такие как, например, вышеназванные легколетучие примеси, могут быть удалены эффективным, простым и надежным образом. Как равным образом обнаружил заявитель, даже после проведенной в несколько стадий промывки сырых динитротолуолов в динитротолуолах присутствуют все еще значительные количества отчасти лишь с трудом отделяемых примесей, которые посредством отпаривания согласно изобретению могут быть удалены действенным образом.

Как точно также совершенно неожиданно обнаружил заявитель, лишь предлагаемое в изобретение сочетание предшествующей промывки и последующей обработки отпарным газом (отпаривание) приводит к эффективной очистке сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования толуола, и это имеет место, только если следуют предлагаемой в изобретении последовательности стадий способа (т.е. отпаривание следует за обработкой путем промывки или соответственно за стадией промывки). Неожиданно оказалось, что данным образом могут быть удалены, по меньшей мере, по существу, полно-

стью даже следовые примеси иначе неудаляемых, либо во всяком случае лишь с большим трудом удаляемых примесей (например, синильной кислоты и так далее).

В отличие от уровня техники эффективным образом избегают использования дальнейших, сложных стадий способа для очистки сырых динитротолуолов, без необходимости мириться со снижением качества при очистке сырых динитротолуолов.

Неожиданным образом следующая за промывкой обработка отпарным газом или соответственно отпаривание гарантирует надежное, а также простое или соответственно эффективное удаление еще имеющихся примесей, а именно даже в следовом диапазоне. Кроме того, обработка отпарным газом или соответственно отпаривание приводит равным образом (в зависимости от насыщения отпарного газа водой) к более или менее обширному удалению все еще имеющейся в подлежащих обработке динитротолуолах остаточной воды (например, растворенной или суспендированной), т.е. данная остаточная вода может быть действенным образом удалена или соответственно ее количество может быть по меньшей мере значительно уменьшено.

В рамках изобретения также предоставлен простой в плане манипуляций способ очистки получающихся в результате нитрования толуола сырых динитротолуолов. Другими совами, в рамках настоящего изобретения предоставлен в распоряжение способ предоставления или соответственно получения очищенных или соответственно чистых (высокочистых) динитротолуолов (ДНТ).

Согласно типичному варианту осуществления настоящего изобретения настоящее изобретение относится, таким образом, в частности к способу получения чистого динитротолуола (ДНТ) в виде смеси изомеров или же также в виде чистого изомера, исходя из сырого ДНТ, который получают изотермической или адиабатической реакцией толуола с азотной кислотой в присутствии серной кислоты. При этом после отделения нитрующей кислоты сырой ДНТ приводят в контакт с промывающей средой путем обработки промывающей средой (в общем, водой) на одной или нескольких стадиях промывки и данным образом промывают (причем обычно в случае нескольких стадий промывки также проводят стадию промывки в присутствии основания, в частности при значении pH в диапазоне от 8 до 12), а затем - после отделения промывающей среды - промытый водой ДНТ обрабатывают отпарным газом.

Что касается стадии (а) (т.е. стадии промывки) по изобретению, то в отношении него надлежит осуществлять следующее.

Обычно промывку проводят в виде так называемой жидкость-жидкостной экстракции.

В настоящем изобретении в рамках способа по изобретению промывка на стадии (а) может быть проведена на одной или нескольких стадиях промывки, в частности, на одной, двух или трех стадиях промывки. При этом каждая стадия промывки, в свою очередь, может включать в себя одну или несколько ступеней промывки и/или экстракции или соответственно каждая стадия промывки может быть проведена одноступенчато или на нескольких ступенях, в частности одноступенчато, двухступенчато или трехступенчато (причем ступени промывки и/или экстракции могут быть проведены в поперечном потоке и/или в противотоке, либо с использованием их сочетания).

При этом на стадии (а) промывка обычно может осуществляться промывающей средой на водной основе. Промывающая среда на водной основе может быть отрегулирована так, чтобы быть нейтральной, кислой или основной (щелочной).

В способе по изобретению в качестве промывающей среды на стадии (а) можно использовать промывочную кислоту, водное основание или воду.

Согласно одному предпочтительному варианту осуществления настоящего изобретения в способе на стадии (а) промывку проводят трехстадийно и/или на трех стадиях промывки. При этом трехстадийная промывка или соответственно промывка на трех стадиях промывки может включать в себя первую кислую стадию промывки ("кислая стадия промывки" или соответственно "кислая промывка"), последующую вторую основную (щелочную) стадию промывки ("основная или щелочная стадия промывки" или соответственно "основанная или щелочная промывка") и заключительную третью нейтральную стадию промывки ("нейтральная стадия промывки" или соответственно "нейтральная промывка"). В этой связи, что касается промывки нитрированных сырых продуктов, можно сослаться на вышеописанный уровень техники.

Согласно одному особому варианту осуществления способа по изобретению промывку на стадии (а) (в случае нескольких стадий промывки - на каждой стадии промывки) можно проводить в поперечном потоке или в противотоке, или же используя сочетание поперечного потока и противотока. При этом промывающая среда предпочтительно может быть рециркулирована.

В конце стадии (а) осуществляется отделение отработанной промывающей среды от промытых промывающей средой динитротолуолов. В общем, на стадии (а) отделение промывающей среды проводят посредством аппарата разделения (сепаратор), в частности статического аппарата разделения, либо посредством центробежного сепаратора. Альтернативно, разделение фаз может осуществляться также посредством других, способствующих разделению фаз устройств или соответственно другой аппаратуры (например, аппарата для коалесценции и так далее).

Тогда полученные после промывки водой промытые ДНТ после отделения промывающей среды всегда насыщены водой и все еще содержат следы нерастворенной воды в форме микроэмульсии. По-

этому ДНТ, полученные после статического разделения вслед за промывкой, являются в большинстве случаев более или менее мутными. Чтобы свести к минимуму содержание воды в ДНТ, впоследствии подлежащих обработке посредством отпаривания, и, тем самым, облегчить отпаривание, содержание воды в ДНТ поэтому может быть уменьшено - как уже было изложено выше - после промывки и перед подачей ДНТ в аппарат отпаривания до значения, соответствующего количеству растворенной в ДНТ воды, в частности посредством центробежного сепаратора и так далее.

Подходящие способы и аппараты (установки) для проведения промывки, осуществляемой на стадии (а), в общем, как таковые известны из уровня техники и, например (и без ограничения), описаны в публикациях самого заявителя DE 19512114 A1 с эквивалентами из семейства патентов EP 0736514 A1 и US 5756867 A; DE 102005050106 A1 с эквивалентами из семейства патентов EP 1780195 A1 и US 2007/088183 A1; а также DE 102012009787 A1 с эквивалентами из семейства патентов WO 2012/156095 A1 и CA 2835121 A1.

Что касается стадии (b) в составе способа по изобретению, следующей за стадией (а), то в рамках данной стадии способа предпринимают обработку отпарным газом, т.е. получающиеся после стадии (а) промытые динитротолуолы подвергают отпариванию по меньшей мере одним газом (отпарным газом). Как описано выше, данным образом могут быть удалены эффективно и действенно все еще имеющиеся после промывки, отчасти с трудом удаляемые, в частности летучие, примеси.

Что касается отпаривания (синонимично называемого также обработкой отпарным газом, отпаркой, отпарной обработкой и так далее), то речь идет о физическом процессе разделения, при котором в общем селективно вещества (здесь - примеси) из жидкой фазы (здесь - ДНТ) переводятся в газовую фазу посредством процесса десорбции, в частности с использованием так называемого закона Генри. В общем, для этого жидкую фазу приводят в контакт с газом (отпарным газом) по принципу противотока и/или поперечного потока, предпочтительно по принципу противотока.

При отпаривании, представляющем собой форму десорбции, подлежащие удалению примеси также физически переводятся из жидкой фазы (фаза ДНТ) в газовую фазу, а именно в общем благодаря тому, что жидкая фаза в противотоке и/или поперечном потоке приводится в контакт с явно большим объемным потоком газа (отпарного газа).

Движущей силой процесса отпаривания является то, что давление пара подлежащих удалению из жидкости веществ или соответственно примесей в жидкости больше, чем в газе (отпарном газе), и поэтому осуществляется переход из жидкости в газ (отпарный газ).

Как описано ниже, техническое осуществление отпаривания проводят в общем в подходящих аппаратах отпаривания, таких как, например, отпарные колонны, причем обработка отпарным газом может быть целенаправленно отрегулирована и/или так сказать подогнана под индивидуальные параметры путем приспособления аппаратных характеристик, а также условий отпаривания к подлежащим обработке загрязненным сырым продуктам. Для дополнительных соответствующих подробностей ссылка может быть дана неограничивающим образом, например, на химический словарь RömPP Chemielexikon, Издание 10, Georg-Thieme-Verlag, Штутгарт/Нью-Йорк, 1996-1999, том 5, страница 4281, заглавное слово: "Strippen" ("отпаривание"), и том 2, страница 1470, заглавное слово: "Gasreinigung" ("очистка газов"), и на энциклопедию Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, издание 4, том 2, страницы 575 и далее, а также на соответствующую цитированную там литературу, причем все вышеназванные литературные источники в полном объеме включены в настоящую заявку посредством ссылки.

Как изложено выше, отпаривание или соответственно обработку отпарным газом проводят в подходящих для этого аппаратах отпаривания (отпарных аппаратах). Для этой цели подходят, в частности, все аппараты, которые позволяют создать большую поверхность обмена между отпарным газом, с одной стороны, и (являющимся жидким в условиях отпаривания) ДНТ, с другой стороны.

В частности, на стадии (b) отпаривание может быть проведено в аппарате отпаривания, причем в качестве аппарата отпаривания можно использовать отпарную колонну, в частности одно- или многоступенчатую отпарную колонну, предпочтительно насадочную, ситчатую, колпачковую колонну или колонну с падающей пленкой, либо их сочетания, или же тонкопленочный испаритель, газожидкостный реактор или аппарат горизонтального отпаривания.

В принципе, отпаривание на стадии (b) может осуществляться в поперечном потоке и/или противотоке, предпочтительно в противотоке или соответственно на стадии (b) отпарный газ может быть пропущен в поперечном потоке и/или противотоке, предпочтительно в противотоке.

Согласно одному особому варианту осуществления настоящего изобретения отпаривание на стадии (b) может осуществляться многоступенчатым образом. При этом на разных ступенях отпаривания в каждом случае отпаривание может осуществляться в поперечном потоке или в противотоке, предпочтительно в противотоке, или соответственно на разных ступенях отпаривания в каждом случае отпарный газ может быть пропущен в поперечном потоке или в противотоке, предпочтительно в противотоке.

Чтобы обеспечить возможность эффективного проведения обработки отпарным газом на стадии (b), отпаривание на стадии (b) в составе способа по изобретению проводят при температурах выше температуры плавления динитротолуолов, в частности при температуре по меньшей мере 56°C, предпочтительно при температуре по меньшей мере 60°C, предпочтительно при температуре по меньшей мере 65°C.

Предпочтительно, отпаривание на стадии (b) проводят в температурном диапазоне от 56 до 130°C, в частности в температурном диапазоне от 65 до 105°C, предпочтительно в температурном диапазоне от 70 до 95°C.

Чтобы гарантировать, что отпаривание осуществляется при температурах выше температуры плавления динитротолуолов, рекомендуется, чтобы на стадии (b) отпарный газ использовался или соответственно приводился в контакт с динитротолуолами при температуре отпарного газа в диапазоне от 65 до 140°C, в частности в диапазоне от 70 до 120°C, предпочтительно в диапазоне от 70 до 95°C. С данной целью на стадии (b) отпарный газ при подаче в установку отпаривания должен иметь температуру в диапазоне от 65 до 140°C, в частности в диапазоне от 70 до 120°C, предпочтительно в диапазоне от 70 до 95°C.

Верхняя температура, которая не должна превышать при отпаривании ДНТ, вытекает, в частности, из соображений технической безопасности. Поскольку ДНТ при отпаривании должны присутствовать в виде расплавов, рекомендуется, чтобы надежная и эффективная обработка ДНТ отпарным газом в температурном диапазоне для подлежащих обработке ДНТ проводилась в диапазоне от 56 до 130°C, предпочтительно в диапазоне от 65 до 105°C, особенно предпочтительно в диапазоне от 70 до 95°C. Нижняя температурная граница для отпаривания задается, в частности, точкой плавления ДНТ и лежит для технических смесей изомеров, в частности, в зависимости от содержания воды в ДНТ, предпочтительно в диапазоне от 55 до 57°C. При этом температура расплавов ДНТ после отпаривания предпочтительно не должна падать ниже 60°C и предпочтительно должна лежать между 65°C и 85°C, чтобы надежно предотвращать осаждение кристаллов ДНТ (например, на аппаратуре или соответственно на ее стенках и трубопроводах). В соответствии с этим температура отпарного газа должна изменяться в диапазоне от 65 до 140°C, предпочтительно в диапазоне от 70 до 120°C, особенно предпочтительно в диапазоне от 70 до 95°C.

В общем, в рамках способа по изобретению действуют таким образом, что на стадии (b), предпочтительно в ходе осуществления всего способа, динитротолуолы присутствуют в жидком агрегатном состоянии или соответственно при температуре выше их температуры плавления, или соответственно таким образом, что на стадии (b), предпочтительно в ходе осуществления всего способа, динитротолуолы имеют температуру не менее 60°C и предпочтительно температуру в диапазоне от 56 до 130°C, в частности в диапазоне от 60 до 105°C, предпочтительно в диапазоне от 65 до 95°C, особенно предпочтительно в диапазоне от 65 до 85°C.

Чтобы избежать нежелательного и опасного нагрева ДНТ выше установленной по соображениям технической безопасности верхней температурной границы, ДНТ в установке получения ДНТ предпочтительно транспортируют не с помощью типовых насосов, а лишь с помощью подходящих для транспортировки ДНТ транспортных устройств, таких как, например, центробежные сепараторы, которые, например, также могут быть использованы при разделении фаз ДНТ, инжекторы и так далее, или же, альтернативно, гравиметрически.

В принципе, обработку отпарным газом или соответственно отпаривание можно проводить не только в широком температурном диапазоне, но также и в широком диапазоне давлений, однако всегда с условием, что при отпаривании или соответственно обработке отпарным газом подлежащие обработке ДНТ находятся в жидком агрегатном состоянии.

В принципе, на стадии (b) отпаривание можно проводить при атмосферном давлении (при нормальном давлении; 1,01325 бар) или же в вакууме (при пониженном давлении), или же при повышенном давлении, предпочтительно при атмосферном давлении. В общем, на стадии (b) отпаривание может быть проведено при абсолютном давлении в диапазоне от 0,2 до 3 бар, в частности в диапазоне от 0,3 до 1,2 бар, предпочтительно в диапазоне от 0,4 до 1,1 бар, особенно предпочтительно при около 1 бар.

Обработка отпарным газом осуществляется предпочтительно при атмосферном давлении (нормальном давлении). Однако с целью оптимизации количества отпарного газа отпаривание также, в принципе, возможно в вакууме или, в частности, при слегка повышенном давлении.

Что касается применяемого при отпаривании газа (отпарного газа), то здесь можно использовать различные газы. В общем, на стадии (b) в качестве отпарного газа используют нереакционноспособный по отношению к динитротолуолам или соответственно инертный по отношению к динитротолуолам газ. В частности, отпарный газ может быть выбран из группы, состоящей из азота, кислорода, благородных газов (предпочтительно гелия и аргона), водорода, оксидов углерода (например, монооксида углерода и диоксида углерода) и их смесей (в частности, воздуха в качестве смеси азота/кислорода), предпочтительно из группы, состоящей из азота, кислорода, благородных газов и их смесей, особенно предпочтительно из группы, состоящей из азота, кислорода и их смесей. Наиболее предпочтительно, в качестве отпарного газа используют азот или воздух, так как они представляют собой наиболее экономичные и технически лучше всего доступные отпарные газы.

Конкретный выбор отпарного газа зависит, в частности, также от того, какие примеси или соответственно вещества следует удалить из подлежащих обработке ДНТ: если, например, нужно предоставить не содержащий оксидов углерода чистый ДНТ, то специалист в данной области, само собой разумеется, прибегнет лишь к таким из вышеназванных отпарных газов, которые подготовлены так, что не содержат

оксидов углерода.

Согласно одному типичному варианту осуществления способа по изобретению в качестве отпарного газа для отпаривания промытых ДНТ можно применять, в частности, все инертные газы (т.е. все газы, неспособные по отношению к промытым ДНТ в условиях обработки отпарным газом), в частности, при условии, что они доступны по цене, такие как, например, воздух, азот, благородные газы, CO_2 , CO , N_2O , водород и так далее. Предпочтительно используют воздух или азот, но также можно использовать другие отпарные газы, в частности, учитывая подлежащие соблюдению параметры обработки отпарным газом, такие как, прежде всего, давление и температура, причем ДНТ в каждом случае насыщается отпарным газом вплоть до его предела растворимости при соблюдении закона Генри.

В общем, отпарный газ должен быть сформирован так, чтобы, по меньшей мере, по существу, не содержать воду и/или водяной пар, в частности, по меньшей мере, по существу, не содержать водяной пар. Другими словами, отпарный газ на стадии (b), в общем, не должен содержать воду и/или водяной пар, в частности не должен содержать водяной пар. Это означает, что на стадии (b) отпаривание проводят в отсутствии воды и/или водяного пара, в частности в отсутствии водяного пара, или соответственно на стадии (b) в качестве отпарного газа не используют водной пар.

Тем не менее, в принципе, возможно также насыщение отпарного газа (относительной) влажностью воздуха или соответственно остаточной влажностью вплоть до значения 100 мас.%, в частности вплоть до 90 мас.%, предпочтительно вплоть до 70 мас.% и менее, в частности относительно температуры обработки отпарным газом, предпочтительно относительно температуры газа от 20 до 30°C.

Все же, как обнаружил заявитель, использование водяного пара в качестве отпарного газа применительно к способу по изобретению является неблагоприятным по различным соображениям: с одной стороны, при использовании водяного пара в качестве отпарного газа в подлежащие обработке ДНТ вносились бы вода. Но также и по соображениям технической безопасности водяной пар не подходит или соответственно не вполне подходит для отпаривания в рамках способа по изобретению. Дополнительным недостатком отпаривания водяным паром является то, что помимо отпарного газа с отделенными примесями в кубе отпарной колонны всегда образуется также смесь ДНТ/воды, которую, в свою очередь, необходимо разделять, так что помимо дополнительных технических издержек образовывался бы дополнительный поток отходов. Поэтому следует избегать использования водяного пара в качестве отпарного газа (даже если, в принципе, в техническом плане это применимо или соответственно реализуемо с его использованием для осуществления способа по изобретению).

Водяной пар, тем самым, не подходит или соответственно не вполне подходит для использования в качестве отпарного газа, в частности, при соблюдении предпочтительных температурных диапазонов для обработки отпарным газом, которые необходимо принимать во внимание по соображениям технической безопасности: отпаривание водяным паром в вакууме в предпочтительном температурном диапазоне от 105°C и менее является в техническом плане весьма затратным для подлежащего обработке отпарным газом расплава ДНТ. Дополнительным недостатком отпаривания расплава ДНТ насыщенным паром является то, что, как описано выше, помимо отпарного газа наряду с отделенными легколетучими примесями в кубе отпарной колонны всегда образуется также смесь ДНТ/воды, которую необходимо разделять; в данную воду, скапливающуюся в кубе колонны, экстрагируются все еще присутствующие в подлежащих отпариванию ДНТ сильные и обладающие средней силой кислоты, такие как азотная кислота, тринитрокрезолы и нитробензойные кислоты. Следовательно, образуется дополнительный поток отходов, манипулирование которым в производственно-технологическом плане является трудоемким. Следовательно, согласно изобретению подлежащий использованию отпарный газ формируют так, чтобы он не содержал водяного пара.

Предпочтительно, отпарный газ используют в сухой или соответственно высушенной форме (т.е., по меньшей мере, по существу, не содержащим воды), в частности поскольку посредством обработки отпарным газом также следует уменьшать содержание остаточной воды в подлежащем отпариванию ДНТ. Однако в принципе возможно также насыщение отпарного газа (относительной) влажностью воздуха или соответственно остаточной влажностью вплоть до значения 100 мас.%, в частности вплоть до 90 мас.%, предпочтительно вплоть до 70 мас.% и менее, в частности относительно температуры обработки отпарным газом, предпочтительно относительно температуры газа от 20 до 30°C.

Количество отпарного газа, используемое на стадии (b), может изменяться в широких границах.

В частности, на стадии (b) используемое количество отпарного газа выбирают и/или регулируют в зависимости от условий отпаривания, в частности температуры, и/или давления, и/или длительности отпаривания, и/или вида отпарного газа, и/или в зависимости от содержания и/или вида примесей в подлежащих обработке на стадии (b) динитротолуолах, и/или в зависимости от желаемого остаточного содержания примесей в динитротолуолах, получающихся после осуществления стадии (b).

Согласно одному типичному варианту осуществления настоящего изобретения количество применяемого отпарного газа, например рассчитанное как массовое отношение отпарного газа к ДНТ, может быть выбрано и/или отрегулировано в зависимости от температуры и давления, при которых осуществляется отпаривание, и в зависимости от желаемого остаточного содержания отдельных примесей.

Согласно одному особому варианту осуществления на стадии (b) используемое количество отпар-

ного газа, приведенное на 1 т подлежащих обработке динитротолуолов и рассчитанное как объем отпарного газа в нормальных кубических метрах в стандартных условиях (давление 1,01325 бар; влажность воздуха 0%, т.е. сухой отпарный газ; температура 0°C [нормальные условия согласно DIN 1343, STPD]), составляет от 0,1 до 1000 нормальных кубических метров отпарного газа, в частности от 0,5 до 500 нормальных кубических метров, предпочтительно от 1 до 200 нормальных кубических метров, особенно предпочтительно от 2 до 120 нормальных кубических метров, предпочтительнее от 5 до 80 нормальных кубических метров, еще предпочтительнее от 10 до 60 нормальных кубических метров.

Нормальный кубический метр (также синонимично называемый стандартным кубическим метром) представляет собой используемую в производственной технологии и в газовой технологии единицу измерения количества газа. Она описывает такое количество газа, которое в определенных условиях (температура, давление, влажность воздуха), занимало бы объем газа в один кубический метр. Единицу нормальный кубический метр или соответственно пересчет в нормальный кубический метр используют, чтобы данные о количестве применительно к газам привести на обеспечивающую возможность сравнения единицу измерения в произвольном определенном, но точно заданном состоянии по температуре, давлению и влажности. В рамках настоящего изобретения единицу измерения нормального кубического метра используют применительно к стандартным условиям или соответственно нормальным условиям (давление 1,01325 бар; влажность воздуха 0%, т.е. сухой отпарный газ; температура 0°C [нормальные условия согласно DIN 1343, STPD]).

В рамках настоящего изобретения нормальный кубический метр представляет собой также такое количество газа, которое при давлении 1,01325 бар и влажности воздуха 0 мас.% (сухой отпарный газ) и температуре 273,15 К (0°C) имеет объем в один кубический метр газа.

Нормальный кубический метр (идеальный газ) содержит постоянное количество вещества 44,615 моль молекул газа (независимо от вида газа).

Один нормальный кубический метр следующих видов газа содержит нижеприведенные массы газов:

воздух: 1,293 кг;
азот: 1,250 кг;
водород: 0,0899 кг.

Согласно одному особому варианту осуществления на стадии (b) используемое количество отпарного газа, приведенное на 1 т подлежащих обработке динитротолуолов и рассчитанное как количество азота в качестве отпарного газа в стандартных условиях (давление 1,01325 бар; влажность воздуха 0%, т.е. сухой отпарный газ; температура 0°C [нормальные условия согласно DIN 1343, STPD]), может составлять от 0,5 до 500 кг, в частности от 1 до 250 кг, предпочтительно от 1 до 140 кг, особенно предпочтительно от 5 до 50 кг, предпочтительнее от 10 до 40 кг. Если работают с другими инертными газами, тогда значения, указанные для азота в качестве отпарного газа, необходимо соответствующим образом скорректировать или соответственно пересчитать.

В общем, на стадии (b) равным образом осуществляется сушка и/или уменьшение водосодержания обрабатываемых динитротолуолов. В частности, в связи с этим водосодержание в динитротолуолах, получающихся после стадии (b), составляет не более 1 мас.%, в частности не более 0,8 мас.%, предпочтительно не более 0,5 мас.%, особенно предпочтительно не более 0,4 мас.%, предпочтительнее не более 0,3 мас.%, еще предпочтительнее не более 0,2 мас.%, где содержание воды в каждом случае приведено на массу динитротолуолов.

В общем, на стадии (b) содержание воды в получающихся динитротолуолах уменьшается настолько, что при охлаждении жидких динитротолуолов вплоть до их точки затвердевания вода уже больше не отделяется.

При обработке ДНТ, промывого на стадии (a), инертными газами, такими как, например, воздух или азот, в блоке отпаривания также удаляются не только низкокипящие алифатические и ароматические углеводороды, синильная кислота, аммиак, азотная кислота и так далее и уже при комнатной температуре газообразные примеси в ДНТ, такие как, например, CO, N₂O, CO₂, NO, NO₂ и так далее, и азотная кислота, вновь образовавшаяся из NO_x в присутствии воды, но также и растворенная в ДНТ и в некоторых случаях суспендированная вода. Доля все еще растворенной в ДНТ воды после обработки отпарным газом настолько мала или соответственно настолько должна быть уменьшена после обработки отпарным газом, что при охлаждении жидкого ДНТ до его точки плавления вода уже не может быть отделена и, тем самым, "точка росы" уже не достигается. Тем самым надежно предотвращается образование следов воды в промежуточном хранилище ДНТ, которая обладает высокой коррозионной активностью из-за постоянно имеющейся остаточной кислотности в ДНТ, промывом и обработанном отпарным газом.

Согласно одному особому варианту осуществления на стадии (b) отпаривание осуществляется после предшествующей кислой, основной или нейтральной промывки согласно стадии (a). Это означает, что в рамках способа по изобретению предшествующая промывка согласно стадии (a) может иметь одно-, двух- или трехстадийную форму или соответственно может включать в себя одну, две или три стадии промывки. Например, обработка отпарным газом может осуществляться после первой стадии промывки (кислая промывка) и/или после второй стадии промывки (щелочная промывка) и/или после третьей ста-

дии промывки (нейтральная промывка); это еще будет подробно пояснено применительно к обсуждаемым ниже изображениям на фигурах и примерам вариантов осуществления. Однако обработка отпарным газом возможна также после отдельных ступеней экстракции или соответственно отдельных ступеней промывки различных стадий промывки.

Согласно одному особому варианту осуществления настоящего изобретения после осуществления стадии (b) отпарный газ, насыщенный удаленными из динитротолуолов примесями, может быть подвергнут обработке по очистке отходящего газа, в частности термической обработке по очистке отходящего газа.

Согласно одному альтернативному варианту осуществления после проведения стадии (b) отпарный газ, насыщенный удаленными из динитротолуолов примесями, может быть подвергнут обработке для удаления примесей из насыщенного отпарного газа, предпочтительно посредством конденсации и/или промывки предпочтительно водной промывающей средой, причем необязательно может присоединяться рециркуляция очищенного отпарного газа на стадию (b).

Например, после отделения легко конденсируемых или соответственно легко отмываемых примесей, таких как, например, азотная кислота, синильная кислота и так далее, и жидких при комнатной температуре алифатических и ароматических углеводородов, отпарный газ может быть подвергнут циркуляции в цикле, причем предпочтительно частичный поток отпарного газа, который насыщен неконденсируемыми или неотмываемыми инертными веществами, такими как CO, N₂O и так далее, отводят и подают на обработку по очистке отходящего газа, например на термическую обработку по очистке отходящего газа, во избежание концентрирования данных инертных веществ в потоке отпарного газа.

Все удаленные отпарным газом примеси из ранее промытых ДНТ, а также отделенная вода находятся в потоке отходящего газа. Данный поток отходящего газа может быть направлен, например, без промежуточной конденсации на термическую обработку по очистке отходящего газа, если предприняты меры для того, чтобы не конденсировалась вода, удаленная из ДНТ. Однако также возможна промежуточная конденсация или дополнительная промывка промывающей средой, такой как вода или промывочная кислота, если хорошо растворимые в воде кислоты, такие как азотная кислота, NO_x, синильная кислота, и углеводороды необходимо отделить от отходящего газа с тем, чтобы уменьшить нагрузку на термическую обработку по очистке отходящего газа.

Сточная вода, получающаяся при промежуточной конденсации или соответственно при дополнительной обработке промывающей средой отходящего газа, которая содержит прежде всего азотную кислоту, синильную кислоту и другие хорошо растворимые в воде примеси, а также ДНТ и следы отделенных углеводородов, может быть освобождена - в одиночку или совместно с конденсатом вторичного пара, получающимся при концентрировании промывочной кислоты, происходящей с первой стадии промывки (т.е. кислой промывки) стадии (a), как описано, например, в EP 0736514 A1 или соответственно в EP 1780198 A1 - от растворенного и суспендированного ДНТ путем экстракции подлежащим нитрованию ароматическим соединением (т.е. толуолом в случае ДНТ). Синильная кислота может быть удалена из экстрагированной сточной воды непосредственно, например, обработкой окислителями, либо отпариванием паром вместе с экстрагентом. После нейтрализации данная объединенная сточная вода впоследствии может быть либо подана на биологическую доочистку, либо непосредственно направлена в водосброс.

Сконцентрированная в отпарном конденсате из объединенных сточных вод синильная кислота должна быть разрушена обработкой окислителями или посредством иных мер, либо связана перед тем, как данный конденсат аналогичным образом направят на обработку для очистки сточных вод. Частичный поток отделенных легколетучих углеводородов, которые все еще содержат следы МНТ и ДНТ, может быть возвращен в промывку.

Отходящий газ перед сбросом в окружающую среду обычно окисляют посредством последующего окисления и сбрасывают.

Как уже было изложено выше, с помощью способа по изобретению технически простым и надежным образом удается эффективно удалить, по меньшей мере, по существу, все или соответственно почти все примеси из сырых динитротолуолов, которые получают, например, при адиабатически или изотермически осуществляемом нитровании толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, а именно также такие примеси, в частности, также летучие примеси (но также и другие примеси, такие как не обладающие кислотными или обладающие слабыми кислотными свойствами примеси), которые нельзя удалить или соответственно нельзя без затруднений удалить общепринятыми способами очистки сырых динитротолуолов. Неожиданно оказалось, что, в частности, посредством последующей обработки отпарным газом дополнительно эффективным образом также можно действительно удалять следовые примеси, которые, однако, могут сильно мешать последующему дальнейшему использованию или дальнейшей переработке динитротолуолов (например, в качестве каталитических ядов могут мешать каталитическому гидрированию динитротолуолов).

Примеси, подлежащие удалению из сырых динитротолуолов с помощью способа по изобретению, могут быть, в частности, выбраны из группы, состоящей из минеральных кислот (в частности, серной кислоты, азотной кислоты и азотистой кислоты), непревращенных и/или частично превращенных исход-

ных соединений, оксидов азота, оксидов углерода и нитрированных и не подвергшихся нитрованию побочных продуктов реакции, а также продуктов деструкции и окисления получающихся при нитровании продуктов и побочных продуктов (таких как, например, синильная кислота и так далее).

В частности, примеси, подлежащие удалению из сырых динитротолуолов с помощью способа по изобретению, могут быть выбраны из группы, состоящей из (i) минеральных кислот, в частности серной кислоты, азотной кислоты и азотистой кислоты;

(ii) органических кислот, в частности муравьиной кислоты, уксусной кислоты, щавелевой кислоты, нитробензойных кислот, таких как моно- и динитробензойные кислоты, пикриновой кислоты, синильной кислоты или им подобных; (iii) нитроароматических соединений, в частности нитрофенолов, таких как моно-, ди- и тринитрофенолы, и нитрокрезолов, таких как моно-, ди- и тринитрокрезолы; (iv) оксидов азота (окислов азота), в частности монооксида азота (NO), диоксида азота (NO₂) и закиси азота (N₂O); (v) оксидов углерода, в частности монооксида углерода (CO) и диоксида углерода (CO₂); (vi) углеводородов, в частности алифатических и циклоалифатических углеводородов;

(vii) непревращенных или частично превращенных исходных соединений, в частности толуола.

Как изложено выше, неожиданным образом способом по изобретению можно удалить из подлежащих очистке сырых динитротолуолов, в частности, также (однако естественно не только) летучие примеси. Под ними в рамках настоящего изобретения, в частности (но без ограничения), понимают такие соединения, которые обладают более высокой летучестью, в частности более высоким давлением пара и/или меньшей точкой кипения, чем подлежащие очистке сырые динитротолуолы. В качестве величины сравнения для летучести можно, например, привлечь давление пара динитротолуолов в стандартных условиях (т.е. давление 1,01325 бар; влажность воздуха 0% [нормальные условия согласно DIN 1343, STPD]) и/или точку кипения динитротолуолов в стандартных условиях (т.е. давление 1,01325 бар; влажность воздуха 0% [нормальные условия согласно DIN 1343, STPD]). Как изложено выше, к летучим соединениям, которые могут быть удалены в рамках способа по изобретению, принадлежат, например, оксиды азота (например, NO, NO₂, N₂O и так далее), углеводороды (например, алифатические или ароматические углеводороды и так далее), оксиды углерода (например, CO, CO₂ и так далее), синильная кислота и так далее.

Как изложено выше, способ по изобретению ассоциирован с множеством преимуществ и признаков, которые отличают настоящее изобретение от соответствующего уровня техники.

В рамках способа по изобретению отпарным газом также обрабатывают сырые динитротолуолы, получаемые адиабатическим или изотермическим динитрованием толуола, которые сначала промывают на одной или более, в частности на одной вплоть до трех, стадиях промывки, и которые поэтому содержат лишь еще следы азотной кислоты, оксидов азота NO_x и серной кислоты, но всегда еще значительные количества плохо отмываемых примесей вышеназванного вида. Путем данной обработки отпарным газом ранее промытых ДНТ удаляются эффективно и без больших технических издержек полностью или соответственно целенаправленно до желаемых остаточных содержаний в соответствии со своими парциальными давлениями согласно закону Генри, по меньшей мере, по существу, все или соответственно почти все примеси с низкой точкой кипения и, следовательно, высокими парциальными давлениями по сравнению с ДНТ, в частности присутствующие в ДНТ, газообразные уже при комнатной температуре примеси, такие как, например, CO, CO₂, N₂O, NO, NO₂ и так далее, а также и все примеси с низкими точками кипения, такие как, например, синильная кислота, азотная кислота, алифатические и ароматические углеводороды, вода и так далее, которые промывкой водой путем многоступенчатой жидкость-жидкостной экстракции могут быть отделены лишь совсем не полностью.

Способ по изобретению тогда особенно предпочтителен, когда в рамках промывки согласно стадии (a) работают при больших отношениях количеств подлежащих промывке ДНТ к свежедобавленной промывающей среде и/или когда подлежащие удалению из сырых ДНТ примеси с малыми коэффициентами экстракции могут быть физически отделены от ДНТ лишь путем многоступенчатой промывки.

Дополнительное преимущество способа состоит в том, что он может быть осуществлен с исключительной приспособляемостью, поскольку при многоступенчатой промывке или соответственно при промывке с несколькими стадиями промывки (например, при промывке с тремя стадиями промывки) после каждой стадии промывки вслед за разделением фаз ДНТ можно обрабатывать отпарным газом: согласно способу по изобретению как ДНТ, промытый на трех стадиях промывки, который всегда может содержать все еще следы синильной кислоты, аммиака (в случае аммиака в качестве основания на щелочной или соответственно второй стадии промывки) и, прежде всего, более высокие количества нейтральных веществ, таких как CO, N₂O и так далее, и низкокипящих алифатических и ароматических углеводородов, и, кроме того, значительные остаточные количества NO_x, так и ДНТ с первой или соответственно кислой стадии промывки (обработан промывочной кислотой, как описано, например, в EP 0297312 A1, EP 0736514 A1 или EP 1780195 A1), который в более высоких количествах дополнительно еще содержит нитрофенолы, нитрокрезолы, нитробензойные кислоты наряду с другими примесями с неблагоприятными коэффициентами распределения, малой растворимостью в промывающей среде, более слабой или отсутствующей кислотностью, такие как, например, CO, CO₂, синильная кислота, NO_x, N₂O и так далее, а также еще и соединения, которые отчасти представляют собой опасные каталитиче-

ские яды, также как и низкокипящие алифатические и ароматические углеводороды и так далее, можно освободить от данных примесей простым и эффективным образом. Однако подходящим отпарным газом можно эффективно обрабатывать также и ДНТ после второй стадии промывки (т.е. после щелочной промывки). Однако обработка отпарным газом ДНТ, полученного после отделения промывающей среды, возможна также и после каждой ступени экстракции стадии промывки, состоящей из нескольких ступеней экстракции.

В техническом плане способ по изобретению также функционирует безотказно, надежно, эффективно и приспособляемым образом, и в аппаратном плане допускает возможность легкой модификации, одновременно являясь также экономичным в своей эксплуатации.

Ниже описаны два других аспекта настоящего изобретения: с одной стороны (второй аспект по изобретению), аппарат (установка) по изобретению для очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, и, с другой стороны (третий аспект по изобретению), производственная установка по изобретению для получения динитротолуолов, причем приведенные ниже ссылочные позиции относятся к представленным в данной заявке изображениям фигур фиг. 1-4, которые в последующем еще раз подробно пояснены.

Настоящее изобретение относится - согласно второму аспекту настоящего изобретения - к аппарату (установке) для очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования толуола в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, после отделения нитрующей смеси кислот (синонимично также названа нитрующей кислотой), в частности для удаления также особенно летучих примесей из сырых динитротолуолов, в частности к аппарату (установке) для осуществления способа изобретения, как описано выше, согласно настоящему изобретению, причем аппарат включает в себя:

(а) по меньшей мере один блок WE промывки для промывки сырых динитротолуолов R-ДНТ по меньшей мере одной промывающей средой WM; и

(b) размещенный ниже по потоку относительно блока WE промывки по меньшей мере один блок SK отпаривания (аппарат отпаривания) для отпаривания (обработки отпарным газом) выходящих из блока WE промывки промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III по меньшей мере одним газом (отпарным газом) SG.

Согласно одному особому варианту осуществления настоящего изобретения в случае аппарата по изобретению блок WE промывки может иметь одно или несколько, в частности одно, два или три, предпочтительно три, блока WS-I, WS-II, WS-III промывки для промывки сырых динитротолуолов R-ДНТ, в частности блок WS-I промывки для проведения кислой промывки и/или блок WS-II промывки для проведения щелочной промывки и/или блок WS-III промывки для проведения нейтральной промывки.

Согласно одному предпочтительному варианту осуществления настоящего изобретения в случае аппарата по изобретению блок WE промывки может иметь три блока WS-I, WS-II, WS-III промывки для промывки сырых динитротолуолов R-ДНТ, а именно включая в себя блок WS-I промывки для проведения кислой промывки, размещенное ниже по потоку относительно блока WS-I промывки для проведения кислой промывки блок WS-II промывки для проведения щелочной промывки и размещенный ниже по потоку относительно блока WS-II промывки для проведения щелочной промывки блок WS-III промывки для проведения нейтральной промывки.

Согласно одному варианту осуществления настоящего изобретения в случае аппарата по изобретению блок WE промывки может дополнительно включать в себя по меньшей мере один блок отделения для отделения использованной и/или насыщенной удаленными из динитротолуолов примесями промывающей среды WL от промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III.

Согласно одному особому варианту осуществления настоящего изобретения блок SK отпаривания, в частности отпарная колонна, может иметь нижний конец (нижнюю часть) KS, в частности куб колонны, и верхний конец (верхнюю часть) KK, в частности голову колонны, и предпочтительно размещенный на нижнем конце KS подающий блок для отпарного газа SG и предпочтительно размещенный на верхнем конце KK подающий блок для промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III.

Предпочтительно, блок SK отпаривания может быть выполнен в виде отпарной колонны с кубом KS колонны в виде нижнего конца (нижней части) и головой KK колонны в виде верхнего конца (верхней части). При этом отпарная колонна может включать в себя предпочтительно размещенный на кубе KS колонны подающий блок для отпарного газа SG и предпочтительно размещенный на голове KK колонны подающий блок для промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III.

Согласно одному особому варианту осуществления настоящего изобретения блок SK отпаривания выполнен таким образом, что блок SK отпаривания в рабочем режиме обеспечивает возможность течения в противотоке и/или в поперечном потоке, предпочтительно течения в противотоке, промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III с одной стороны и отпарного газа SG с другой стороны.

Что касается дополнительных подробностей аппарата (установки) по изобретению, то во избежание излишних повторов возможна ссылка на вышеизложенные варианты осуществления, относящиеся к способу по изобретению, которые соответственно справедливы применительно к аппарату (установке) по

изобретению.

Настоящее изобретение относится - согласно третьему аспекту настоящего изобретения - к производственной установке для получения динитротолуолов, в частности к производственной установке для нитрования (динитрования) толуола в динитротолуолы в присутствии нитрующей смеси кислот из азотной кислоты/серной кислоты, с последующей очисткой получающихся при нитровании сырых динитротолуолов, причем производственная установка включает в себя:

(i) блок NE нитрования для нитрования (динитрования) толуола Т в присутствии нитрующей смеси MS кислот из азотной кислоты/серной кислоты, в динитротолуолы R-ДНТ, в частности с одним или несколькими реакционными сосудами (реакторами нитрования) для осуществления нитрования;

(ii) необязательно размещенный в производственной линии ниже по потоку относительно блока NE нитрования по меньшей мере один блок отделения, в частности сепарационный блок (сепаратор) для отделения нитрующей смеси SP кислот от сырых динитротолуолов R-ДНТ;

(iii) размещенный(ую) в производственной линии ниже по потоку относительно блока NE нитрования и относительно необязательно имеющегося блока отделения аппарат (установку) для очистки сырых динитротолуолов R-ДНТ, в частности аппарат (установку), как описано выше, по настоящему изобретению, включающий(ую) в себя:

(a) по меньшей мере один блок WE промывки для промывки сырых динитротолуолов R-ДНТ по меньшей мере одной промывающей средой WM; и

(b) размещенный ниже по потоку относительно блока WE промывки, по меньшей мере один блок SK отпаривания (установку отпаривания) для отпаривания (обработки отпарным газом) выходящих из блока WE промывки промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III по меньшей мере одним газом (отпарным газом) SG.

Что касается дополнительных подробностей производственной установки по изобретению, то во избежание излишних повторов возможна ссылка на вышеизложенные варианты осуществления, относящиеся к способу по изобретению и к аппарату (установке) по изобретению, которые соответственно справедливы применительно к производственной установке по изобретению.

Нижеизложенные далее варианты осуществления относятся как к аппарату (установке) по изобретению, так и к производственной установке по изобретению.

Как в отношении аппарата (установки) по изобретению, так и в отношении производственной установки по изобретению может предусматриваться, что блок SK отпаривания дополнительно включает в себя теплообменник WM1 для терморегулирования промытых динитротолуолов W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III перед введением в блок (SK) отпаривания. Кроме того, может предусматриваться, что блок SK отпаривания дополнительно включает в себя теплообменник WM2 для терморегулирования отпарного газа SG перед введением в блок SK отпаривания.

Кроме того, как в отношении аппарата (установки) по изобретению, так и в отношении производственной установки по изобретению может предусматриваться, что ниже по потоку относительно блока SK отпаривания предусмотрено размещенным блоком обработки отходящего газа для очистки и/или обработки отпарного газа, насыщенного удаленными из динитротолуолов примесями. Согласно одному варианту осуществления блок обработки отходящего газа может включать в себя промывочный WK блок, в частности промывочную колонну, необязательно со следующей за ним предпочтительно термической установкой АВ обработки отходящего газа. Согласно альтернативному варианту осуществления блок обработки газообразных отходов может включать в себя (лишь) предпочтительно термическую установку АВ обработки отходящего газа (т.е. без предшествующего промывочного блока).

Дополнительные преимущества, свойства, аспекты и признаки настоящего изобретения следуют из нижеследующего описания предпочтительных вариантов осуществления по изобретению, проиллюстрированных на изображениях фигур фиг. 1-4.

Показаны

на фиг. 1 - схематичная иллюстрация способа по изобретению и аппарата (установки) по изобретению для обработки отпарным газом ранее обработанного промывающей средой ДНТ согласно одному предпочтительному варианту осуществления настоящего изобретения;

на фиг. 2 - схематичная иллюстрация способа по изобретению и аппарата (установки) по изобретению для отпаривания ранее обработанного промывающей средой ДНТ, который подают посредством инжектора блока отпаривания, согласно одному дополнительному предпочтительному варианту осуществления настоящего изобретения;

на фиг. 3 - схематичная иллюстрация производственной установки по изобретению с нитрованием и последующей очисткой посредством промывки ДНТ в сочетании с аппаратом отпаривания, следующим за промывкой, согласно одному предпочтительному варианту осуществления настоящего изобретения;

на фиг. 4 - схематичная иллюстрация производственной установки по изобретению с нитрованием и последующей очисткой посредством промывки ДНТ на трех стадиях промывки в сочетании с аппаратом отпаривания, следующим за промывкой, согласно одному дополнительному предпочтительному варианту осуществления настоящего изобретения.

На фиг. 1 проиллюстрирован общий пример отпаривания ДНТ инертным газом. При этом подде-

жащий отпариванию продукт (ДНТ) может быть подан, например, гравиметрически или же с помощью подходящего для транспортировки ДНТ питателя блока отпаривания. При этом ранее обработанный промывающей средой ДНТ 1 может быть подан в теплообменник W1 либо гравиметрически, либо с помощью подходящего для транспортировки ДНТ насоса P1. После теплообменника ДНТ 1 с предусмотренной для отпаривательной обработки температурой попадает в голову КК отпарной колонны SK. В нижней части отпарной колонны SK, т.е. в кубе KS колонны, одновременно подводят отпарный газ 3 с отрегулированной температурой, температуру которого регулируют посредством теплообменника W2 до предусмотренной для отпаривательной обработки температуры. После гравиметрического прохождения отпариваемого продукта (ДНТ 1) через отпарную колонну SK освобожденный от легколетучих примесей ДНТ 5 отводится из куба KS колонны и течет гравиметрически, либо посредством подходящего для транспортировки ДНТ насоса P2 в промежуточное хранилище L очищенного ДНТ 5.

Отпарный газ 4, насыщенный отделенными от ДНТ легколетучими соединениями подают в нижнюю часть KS' промывочной колонны WK и охлаждают (например, до температуры окружающей среды) и обрабатывают промывающей средой 6, вводимой в голову КК' колонны промывочной колонны WK. Отпарный газ 7, освобожденный от конденсируемых и отмываемых легколетучих примесей (таких как ДНТ, синильная кислота, азотная кислота, легколетучие ароматические или алифатические углеводороды, остатки растворителей и так далее), подвергают циркуляции в цикле, либо отбирают - непосредственно его или его частичный поток - в установке АВ обработки отходящего газа, например в термической установке обработки отходящего газа, и оттуда в виде очищенного отходящего газа А он поступает в окружающую среду. При возврате отпарного газа 7 или его частичного потока отведенную часть заменяют свежим газом 2 и через дутьевой нагнетатель V1 возвращают в циркуляцию. Отведенную из куба KS' промывочной колонны WK насыщенную отделенными конденсируемыми и отмываемыми примесями промывающую среду 8 - после отделения растворенного и суспендированного продукта, например, посредством экстракции подлежащим нитрованию ароматическим соединением - вместе с другими сточными водами от очистки сырого ДНТ обрабатывают таким образом, что ее можно сбрасывать или возвращать в цикл нитрования.

На фиг. 2 проиллюстрирован особый вариант осуществления описанного в общих чертах на фиг. 1 способа или соответственно аппарата по изобретению с инжектором для транспортировки ДНТ: обработанный промывающей средой ДНТ 1 из блока промывки транспортируется инжектором P1 в виде эмульсии в отпарную колонну SK. В качестве рабочего вещества для инжектора P1 служит соответствующая промывающая среда из предшествующей промывки, предпочтительно промывающая среда 10, которую подают на вышеописанные стадии промывки с I по III (кислая, основная и нейтральная промывка). Эмульсия 11 из ДНТ/рабочего вещества транспортируется в разделяющий фазы аппарат В, который может быть выполнен как верхняя часть отпарной колонны SK. Отделенную транспортирующую среду 9, насыщенную нитроароматическим соединением (ДНТ) и еще содержащую следы растворенных в ДНТ примесей, после примешивания предусмотренного количества промывающей среды 10 и после прохождения через теплообменник W1 возвращают в качестве рабочего вещества для инжектора посредством насоса P1 в транспортирующий контур циркуляции. Избыточную воду 9 из транспортирующего контура циркуляции подают на промывку в качестве промывающей среды.

ДНТ, отделенный в разделяющем фазы аппарате В, втекает гравиметрически в голову КК отпарной колонны SK. В нижней части отпарной колонны SK, т.е. кубе KS колонны, одновременно подводят отпарный газ 3 с отрегулированной температурой, температуру которого регулируют посредством теплообменника W2 до предусмотренной для отпаривательной обработки температуры. После гравиметрического прохождения отпариваемого продукта (ДНТ) через отпарную колонну SK освобожденный от легколетучих примесей ДНТ 5 отводится из куба KS колонны и течет гравиметрически, либо посредством подходящего для транспортировки ДНТ насоса P2 в промежуточное хранилище L очищенного ДНТ 5.

Обработка отпарного газа после отпарной колонны SK, насыщенного отделенными летучими примесями, осуществляется аналогично тому, как описано для фиг. 1.

На фиг. 3 проиллюстрирован общий вариант осуществления производственной установки по изобретению для получения ДНТ адиабатическим или изотермическим нитрованием толуола с интегрированной обработкой промывочного ДНТ отпарным газом.

Образовавшийся в блоке NE нитрования в реакции толуола Т с нитрующей смесью MS кислот из азотной кислоты/серной кислоты, сырой ДНТ, R-ДНТ, после отделения нитрующей кислоты SP промывают в блоке WE промывки (например, для осуществления вышеописанных стадий промывки с I по III) промывающей средой WM, предпочтительно промывочной кислотой, промывочной щелочью или водой. Получающиеся в результате сточные воды WL, выходящие из блока WE промывки, перерабатывают в соответствии с их происхождением, как описано выше.

ДНТ, отделенный в блоке WE промывки, т.е. W-ДНТ, из которого предпочтительно были экстрагированы сильные минеральные кислоты, такие как серная кислота и азотная кислота (стадия I промывки) и все кислоты средней силы со значением рКа вплоть до 8, такие как тринитрокрезолы, нитробензойные кислоты, щавелевая кислота, CO₂ и так далее, но который еще содержит слабые кислоты, такие как синильная кислота, и инертные вещества, такие как NO, CO, N₂O или алифатические, либо ароматические

углеводороды, подают в виде расплава в голову КК используемого(ой) по изобретению блока отпаривания/отпарной колонны SK и обрабатывают отпарным газом SG, который вводят в нижней части/кубе KS колонны блока SK отпаривания. ДНТ течет, например, гравиметрически, через блок SK отпаривания и его отбирают в нижней части KS блока SK отпаривания в виде чистого продукта ДНТ. Отпарный газ, насыщенный удаленными из ДНТ примесями, очищают в установке АВ обработки отходящего газа, например, промывкой промывающей средой и/или посредством дополнительных обработок отходящего газа, таких как удаление NOx, и/или термической доочистки, таким образом, что может быть сброшен отходящий газ А, отвечающий соответствующим действующим экологическим нормативам. Промывающая среда WM1, которую отводят в донной части KS' промывочной колонны WK, содержит, помимо следов ДНТ, в растворенной или суспендированной форме все прочие конденсируемые примеси, которые были удалены из ДНТ в блоке SK отпаривания. Перед сбросом промывающей среды WM1 в водосброс данные вещества удаляют из промывающей среды WM1.

На фиг. 4 проиллюстрирован особый вариант осуществления производственной установки по настоящему изобретению для получения ДНТ адиабатическим или изотермическим нитрованием толуола согласно варианту фиг. 3 с тремя обычными стадиями промывки ДНТ в сочетании с интегрированной, предусмотренной изобретением обработкой отпарным газом ДНТ, промытого на стадиях промывки с I по III. Образовавшийся в блоке NE нитрования в реакции толуола Т с азотной кислотой в присутствии серной кислоты MS сырой ДНТ, R-ДНТ, после отделения нитрующей кислоты SP промывают на трех стадиях WS-I, WS-II и WS-III промывки, как описано выше.

На стадии I WS-I промывки (кислая промывка) подаваемой промывающей средой WM от сырого ДНТ отделяются, прежде всего, серная кислота и азотная кислота, причем отношение количеств промывающей среды WM к подлежащему промывке продукту R-ДНТ выбирают таким образом, что промывочная кислота WS имеет содержание кислот от 10 до 40 мас.%. После разделения фаз промывочную кислоту WS непосредственно или после концентрирования возвращают в нитрование. Отведенный со стадии I WS-I промывки ДНТ, т.е. ДНТ-I, подают на стадию II WS-II промывки (щелочная промывка) или же обрабатывают отпарным газом SG.

На стадии II WS-II промывки добавлением основания В, например, к подаваемой промывающей среде WM-III, происходящей со стадии III WS-III промывки, при значении pH промывающей среды в диапазоне от 8,5 до 9,5 отделяют обладающие средней силой и слабые кислоты, такие как тринитрокрезолы, нитробензойные кислоты, CO₂, щавелевая кислота и так далее. После разделения фаз щелочную промывающую среду WM-II подают на обработку сточных вод. Отведенный со стадии II WS-II промывки ДНТ, т.е. ДНТ-II, подают на стадию III WS-III промывки (нейтральная промывка) или же обрабатывают отпарным газом SG.

На стадии III WS-III промывки (нейтральная промывка) с помощью подаваемой промывающей среды WM отделяют следы промывающей среды WM-II и еще присутствующие следы с трудом экстрагируемых примесей. После разделения фаз промывающую среду WM-III подают на стадию WS-II промывки в качестве промывающей среды. Отведенный со стадии III WS-III промывки ДНТ, т.е. ДНТ-III, обрабатывают отпарным газом SG.

ДНТ, отделенные на трех стадиях WS-I, WS-II и WS-III промывки, т.е. ДНТ-I, ДНТ-II и ДНТ-III, подают в виде расплава в голову КК используемого по изобретению блока SK отпаривания (отпарной колонны) и обрабатывают отпарным газом SG, который подводят в нижней части (куб колонны) KS блока SK отпаривания. ДНТ (ДНТ-I по ДНТ-III) течет, например, гравиметрически через блок SK отпаривания, и его отбирают в нижней части KS блока SK отпаривания в виде чистого продукта (ДНТ). Отпарный газ, насыщенный удаленными из ДНТ примесями, очищают в установке АВ обработки отходящего газа промывкой промывающей средой и/или посредством дополнительных обработок отходящего газа, таких как удаление NOx, и/или термической доочистки, таким образом, что может быть сброшен отходящий газ А, отвечающий соответствующим действующим экологическим нормативам.

Промывающая среда WM1, которую отводят в донной части KS промывочной колонны WK, содержит, помимо следов ДНТ, в растворенной или суспендированной форме все прочие конденсируемые примеси, которые были удалены из ДНТ в блоке SK отпаривания. Перед сбросом промывающей среды WM1 в водосброс данные вещества необходимо сначала удалить.

Дополнительные варианты осуществления, видоизменения, разновидности и модификации или тому подобное настоящего изобретения могут быть без затруднений поняты и реализованы специалистом в данной области по прочтении описания, не выходя за рамки изобретения.

Изобретение проиллюстрировано нижеследующими примерами осуществления, однако, без ограничения ими изобретения.

Примеры осуществления

Пример 1 (сравнение).

Сырой ДНТ (2900 кг/ч), содержащий приблизительно 14 кг азотной кислоты, приблизительно 7,4 кг диоксида азота, приблизительно 0,37 кг серной кислоты и приблизительно 50 ч.н.м. (частей на миллион) синильной кислоты на тонну сырого ДНТ, промывали согласно уровню техники на трех стадиях промывки.

На первой стадии промывки (кислая промывка) промывку согласно ЕР 0736514 А1 или соответственно ЕР 1780198 А1 осуществляли при соотношении ДНТ/вода, равном приблизительно 9:1 (по массе). Для поддержания в промывочных аппаратах заданного фазового соотношения ДНТ/промывочная кислота в цикл дополнительно вводили промывочную кислоту. Промывочную кислоту из данной кислой промывки с содержанием совокупной кислоты приблизительно 27,6% после концентрирования до содержания совокупной кислоты приблизительно 60% (в расчете на азотную кислоту) возвращали в нитрование. Концентрат вторичного пара, полученный при концентрировании, возвращали в кислую промывку.

На второй стадии промывки (щелочная промывка) в присутствии соды при рН 9,2 все нитокрезолы, нитробензойные кислоты и все слабые кислоты со значениями рКа на две единицы меньшими, чем значение рН промывочной щелочи, полностью экстрагировались из ДНТ. Нейтральные вещества, такие как СО, N₂O, углеводороды и так далее, и очень слабые кислоты, такие как синильная кислота, со значением рКа 9,2, экстрагировались в промывающую среду лишь в соответствии со своей растворимостью или соответственно лишь частично. Для поддержания в промывочных аппаратах заданного фазового соотношения ДНТ/промывающая среда в цикл дополнительно вводили промывочную щелочь.

На третьей стадии промывки (нейтральная промывка) промывку осуществляли при соотношении количеств ДНТ/технологическая вода, составляющем 2:1 (по массе). Для поддержания в промывочных аппаратах заданного фазового соотношения ДНТ/промывающая среда в цикл дополнительно вводили промывочную воду. Промывочную воду из нейтральной промывки после разделения фаз подавали в щелочную промывку.

После данной промывки согласно уровню техники получали ДНТ, от которого были в значительной степени отделены все кислоты, образующие соли в щелочной области. Помимо максимум 2 ч.н.м. сульфата, менее 10 ч.н.м. нитрокрезолов (главным образом, тринитрокрезолов) и менее 10 ч.н.м. нитробензойных кислот обнаруживали также приблизительно 15 ч.н.м. азотной кислоты (сумма HNO₃ и HNO₂), приблизительно 2 ч.н.м. синильной кислоты, приблизительно 100 ч.н.м. СО, приблизительно 5 ч.н.м. СО₂, 50 ч.н.м. N₂O, приблизительно 300 ч.н.м. алифатических углеводородов и приблизительно 1% воды.

Пример 2 (по изобретению).

Промытый согласно уровню техники ДНТ (2800 кг/ч), как описано в примере 1, подавали при 85°C в голову отпарной колонны с 10 тарелками и отпаривали с помощью 45 нормальных кубических метров/ч азота с температурой также 85°C. Вытекающий на дне колонны ДНТ (температура: приблизительно 74°C) еще содержал менее 2 ч.н.м. азотной кислоты (сумма HNO₃ и HNO₂), менее 0,1 ч.н.м. синильной кислоты и менее 5 ч.н.м. N₂O, СО и СО₂ в сумме (наряду также с менее чем 10 ч.н.м. алифатических углеводородов). Содержание воды уменьшалось до приблизительно 0,17%. В отходящем газе находился помимо отпаренных примесей еще и ДНТ, который отделялся при промежуточной конденсации или соответственно обработке промывающей средой.

Как подтверждает пример осуществления 2 по изобретению, чистота получаемого ДНТ может быть значительно улучшена в сравнении со способом очистки согласно уровню техники (пример 1); в частности в соответствии с изобретением простым, а также эффективным образом могут быть также удалены неудаляемые согласно уровню техники примеси.

Пример 3 (по изобретению).

Сырой ДНТ (2900 кг/ч), содержащий приблизительно 14 кг азотной кислоты, приблизительно 7,4 кг диоксида азота, приблизительно 0,37 кг серной кислоты и приблизительно 50 ч.н.м. (частей на миллион) синильной кислоты на тонну сырого ДНТ, промывали только на одной стадии промывки (только кислая промывка) согласно ЕР 0736514 А1 или соответственно ЕР 1780198 А1 при соотношении ДНТ/технологическая вода, равном приблизительно 9:1 (по массе). Для поддержания в промывочных аппаратах заданного фазового соотношения ДНТ/промывочная кислота в цикл дополнительно вводили промывочную кислоту. Промывочную кислоту из данной кислой промывки с содержанием совокупной кислоты приблизительно 27,6% и приблизительно 80 ч.н.м. синильной кислоты после концентрирования до содержания совокупной кислоты приблизительно 60% (в расчете на азотную кислоту) возвращали в нитрование. Конденсат вторичного пара, полученный при концентрировании, с содержанием совокупной кислоты приблизительно 1,5% (в расчете на азотную кислоту) и приблизительно 100 ч.н.м. синильной кислоты освобождали путем экстракции толуолом от еще растворенного ДНТ; затем отпариванием с паром из концентрата вторичного пара удаляли экстрагент вместе с другими летучими веществами, такими как, например, синильная кислота, и обработанный данным образом концентрат вторичного пара после нейтрализации передавали непосредственно на биологическую доочистку.

ДНТ после данной кислой промывки (приблизительно 2800 кг/ч) еще содержал все присутствующие в сыром ДНТ нитрокрезолы (главным образом, тринитрокрезолы) и нитробензойные кислоты, приблизительно 2 ч.н.м. сульфата, 650 ч.н.м. азотной кислоты (сумма HNO₃ и HNO₂), 40 ч.н.м. синильной кислоты, 150 ч.н.м. СО, 40 ч.н.м. СО₂, 60 ч.н.м. N₂O, приблизительно 300 ч.н.м. алифатических углеводородов и приблизительно 1% воды.

Данный ДНТ подавали при 85°C в голову отпарной колонны с 10 тарелками и отпаривали с помощью 80 нормальных кубических метров/ч азота с температурой также 85°C. Вытекающий на дне колонны ДНТ (температура приблизительно 71°C) еще содержал приблизительно 30 ч.н.м. азотной кислоты

(сумма HNO_3 и HNO_2), максимум 0,5 ч.н.м. синильной кислоты и менее 10 ч.н.м. N_2O , CO и CO_2 в сумме, и менее 10 ч.н.м. алифатических углеводородов. Содержание воды уменьшалось до приблизительно 0,2%. В отходящем газе находился помимо отпаренных примесей еще и ДНТ, который отделяли при промежуточной конденсации и возвращали.

Как подтверждает пример осуществления 3 по изобретению, посредством предлагаемого в изобретении подхода даже при одноступенчатой промывке чистота получаемого ДНТ может быть значительно улучшена в сравнении с общепринятыми способами очистки уровня техники.

Пример 4 (сравнение).

Пример 3 повторяли, однако с отличием или соответственно с обращением порядка стадий обработки (предшествующая обработка отпарным газом с последующей промывкой).

Сначала проводили обработку отпарным газом согласно примеру 3 и только затем кислую промывку согласно примеру 3. Получалось два сбрасываемых потока азотной кислоты (а именно, в отходящем газе отпаривания и в промывочной воде). Получаемый таким образом ДНТ содержал наряду со всеми также присутствующими в сыром ДНТ нитрокрезолами (главным образом, тринитрокрезолами) и нитробензойными кислотами, еще приблизительно 3,0 ч.н.м. сульфата, 1200 ч.н.м. азотной кислоты (сумма HNO_3 и HNO_2), 35 ч.н.м. синильной кислоты, 110 ч.н.м. CO , 30 ч.н.м. CO_2 , 35 ч.н.м. N_2O , приблизительно 250 ч.н.м. алифатических углеводородов и приблизительно 1,2% воды. Как подтверждает пример 4, при ином порядке обработки (отпаривание перед промывкой) нельзя достичь эффективного очищающего действия.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования толуола в присутствии нитрующей смеси кислот, состоящей из азотной кислоты/серной кислоты, отличающийся тем, что способ включает следующие стадии:

(a) сырые динитротолуолы после отделения от нитрующей смеси кислот сначала подвергают промывке по меньшей мере одной промывающей средой, за которой следует отделение промывающей среды; и

(b) вслед за этим полученные в результате со стадии (a) промытые динитротолуолы подвергают отпариванию (обработке отпарным газом) по меньшей мере одним отпарным газом, причем в качестве отпарного газа используют нереакционноспособный по отношению к динитротолуолам, который выбирают из группы, состоящей из азота, кислорода, благородных газов, водорода, оксидов углерода и их смесей, и причем отпаривание проводят в отсутствие водяного пара.

2. Способ по п.1, где на стадии (a) промывку проводят как жидкость-жидкостную экстракцию в одну или несколько ступеней промывки и где на стадии (a) отделение промывающей среды проводят посредством аппарата разделения.

3. Способ по одному из предшествующих пунктов, где на стадии (b) отпаривание проводят в аппарате отпаривания и где на стадии (b) отпаривание осуществляют в поперечном потоке и/или противотоке.

4. Способ по одному из предшествующих пунктов, причем на стадии (b) отпаривание проводят при температурах выше температуры плавления динитротолуолов и причем на стадии (b) динитротолуолы находятся в жидком состоянии вещества.

5. Способ по одному из предшествующих пунктов, где на стадии (b) используемое количество отпарного газа, приведенное на 1 т подлежащих обработке динитротолуолов и рассчитанное как объем отпарного газа в нормальных кубических метрах в стандартных условиях (давление 1,01325 бар; влажность воздуха 0%; температура 0°C [нормальные условия согласно DIN 1343, STPD]), составляет от 0,1 до 1000 нормальных кубических метров отпарного газа.

6. Аппарат для очистки сырых динитротолуолов, получающихся в результате нитрования толуола в присутствии нитрующей смеси кислот, состоящей из азотной кислоты/серной кислоты, после отделения нитрующей смеси кислот, причем аппарат включает в себя:

(a) по меньшей мере один блок (WE) промывки для промывки сырых динитротолуолов (R-ДНТ) по меньшей мере одной промывающей средой (WM); и

(b) размещенный ниже по потоку относительно блока (WE) промывки по меньшей мере один блок (SK) отпаривания или аппарат отпаривания для отпаривания выходящих из блока (WE) промытых динитротолуолов (W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III) по меньшей мере одним нереакционноспособным по отношению к динитротолуолам отпарным газом (SG), выбираемым из группы, состоящей из азота, кислорода, благородных газов, водорода, оксидов углерода и их смесей, проводимого в отсутствие водяного пара.

7. Аппарат по п.6, где блок (WE) промывки имеет одно или несколько блоков (WS-I, WS-II, WS-III) промывки для промывки сырых динитротолуолов (R-ДНТ), и причем блок (WE) промывки дополнительно включает в себя по меньшей мере один блок отделения для отделения использованной промывающей среды или насыщенной удаленными из динитротолуолов примесями промывающей среды (WL) от про-

мытых динитротолуолов (W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III).

8. Аппарат по п. 6 или 7, причем блок (SK) отпаривания имеет нижний конец (KS) и верхний конец (KK) и размещенный на нижнем конце (KS) подающий блок для отпарного газа (SG) и размещенный на верхнем конце (KK) подающий блок для промытых динитротолуолов (W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III).

9. Производственная установка для получения динитротолуолов посредством нитрования толуола в динитротолуолы в присутствии нитрующей смеси кислот, состоящей из азотной кислоты/серной кислоты, с последующей очисткой получающихся при нитровании сырых динитротолуолов, причем производственная установка включает в себя: (i) блок (NE) нитрования для нитрования толуола (Т) в присутствии нитрующей смеси (MS) кислот, состоящей из азотной кислоты/серной кислоты, в динитротолуолы (R-ДНТ), причем блок нитрования содержит один или несколько реакторов нитрования для проведения нитрования;

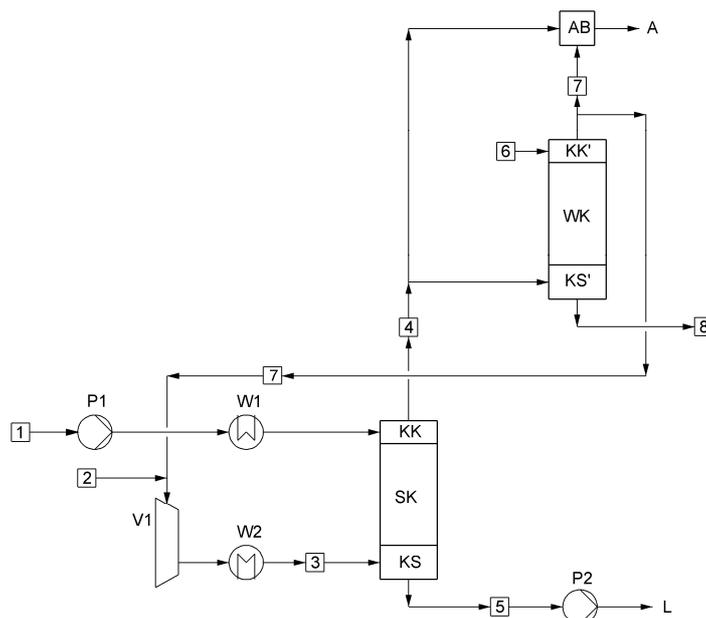
(ii) размещенный (ую) ниже по потоку относительно блока (NE) нитрования аппарат или установку для очистки сырых динитротолуолов (R-ДНТ), включающий (ую) в себя:

(a) по меньшей мере один блок (WE) промывки для промывки сырых динитротолуолов (R-ДНТ) по меньшей мере одной промывающей средой (WM); и

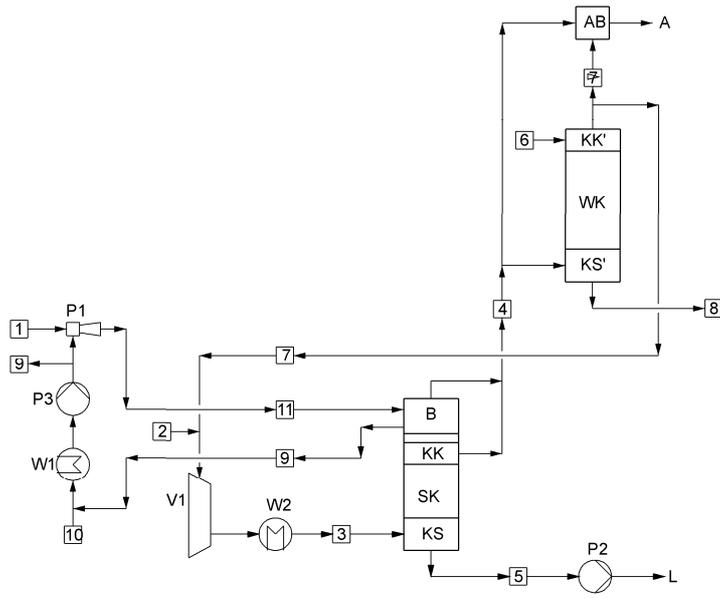
(b) размещенный ниже по потоку относительно блока (WE) промывки по меньшей мере один блок (SK) отпаривания или аппарат отпаривания для отпаривания (обработки отпарным газом) выходящих из блока (WE) промывки промытых динитротолуолов (W-ДНТ; ДНТ-I, ДНТ-II, ДНТ-III) по меньшей мере одним неактивным по отношению к динитротолуолам отпарным газом (SG), выбираемым из группы, состоящей из азота, кислорода, благородных газов, водорода, оксидов углерода и их смесей, проводимого в отсутствие водяного пара.

10. Производственная установка по п.9, причем производственная установка дополнительно включает в себя:

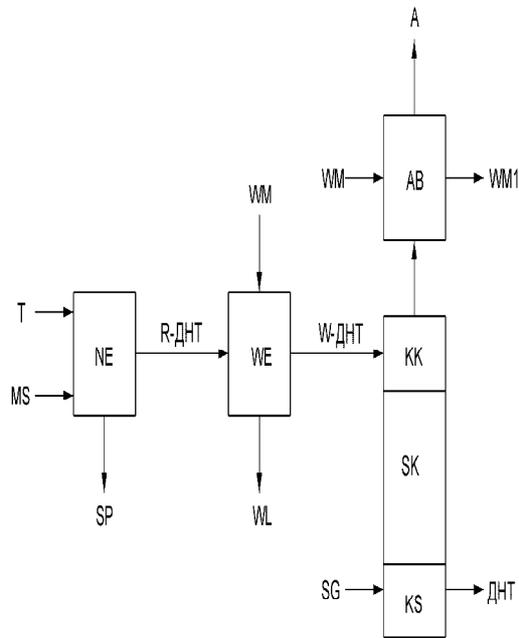
(ii) размещенный в производственной линии ниже по потоку относительно блока (NE) нитрования и выше по потоку относительно аппарата или установки для очистки сырых динитротолуолов (R-ДНТ) по меньшей мере один блок отделения для отделения использованной нитрующей смеси (SP) кислот от сырых динитротолуолов (R-ДНТ).



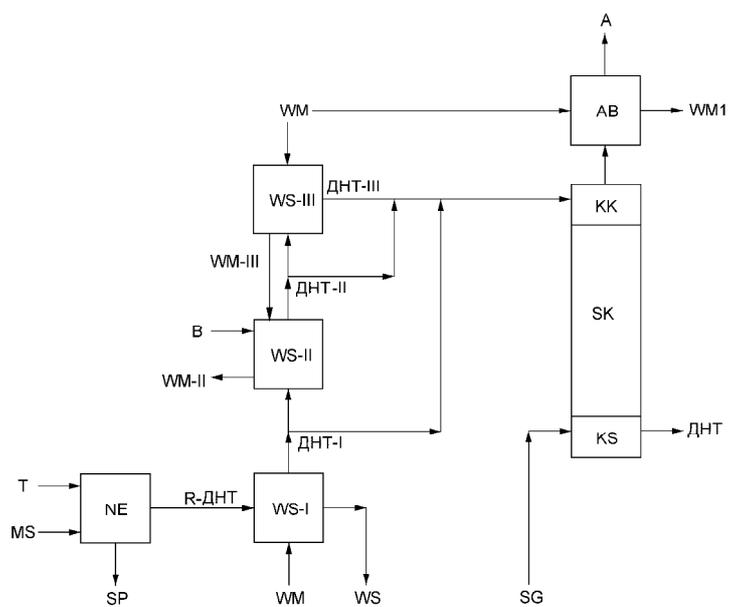
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

