



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 369 572**

⑯ Int. Cl.:

C07C 265/14	(2006.01)
C07C 209/36	(2006.01)
C07C 209/84	(2006.01)
C07C 263/10	(2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Número de solicitud europea: **07011019 .2**

⑯ Fecha de presentación: **05.06.2007**

⑯ Número de publicación de la solicitud: **1864969**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **12.12.2007**

⑮ Título: **PROCEDIMIENTO DE PRODUCCIÓN DE DIISOCIANATO DE TOLUENO.**

⑯ Prioridad:
07.06.2006 US 448265

⑯ Titular/es:
**Bayer MaterialScience AG
51368 Leverkusen, DE**

⑯ Fecha de publicación de la mención BOPI:
02.12.2011

⑯ Inventor/es:
**Zechlin, Joachim, Dr.;
Pennemann, Bernd, Dr.;
Steffens, Friedhelm y
Wenbin, Ji**

⑯ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
02.12.2011

⑯ Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 369 572 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de diisocianato de tolueno

Antecedentes de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de diisocianato de tolueno, en el que la toluendiamina cruda, obtenida de la hidrogenación de dinitrotolueno, es purificada y, a continuación, fosgenada.

Es conocido que los di- y poli-isocianatos son producidos mediante fosgenación de las di- y poli-aminas correspondientes. En el caso de di- y poli-isocianatos destilables, la fosgenación y la separación del solvente usado son seguidas por la destilación del isocianato. Por ejemplo, se obtiene diisocianato de tolueno (TDI) en forma de un producto destilado, mientras que mezclas de peso molecular más alto de los poliisocianatos de la serie difenilmetano se obtienen en una forma no destilada, como productos de fondo.

En la producción de diisocianato de tolueno (TDI), el producto crudo, que ha sido liberado en gran medida de solvente, es destilado para eliminar constituyentes de alto punto de ebullición, así como constituyentes de bajo punto de ebullición, que permanecen después de que el solvente ha sido separado. De esta manera, se realizan destilaciones de múltiples etapas, para separar los constituyentes de bajo punto de ebullición y los de alto punto de ebullición que permanecen en el producto crudo (véase, Industrielle Aromatenchemie, H.-G. Franck, J. Stadelhöfer, Springer-Verlag Berlin, 1987, p. 253) o, como alternativa, se usan columnas de partición integradas, más eficientes en cuanto a la energía, tal como se describe en la solicitud de patente US publicada 2004/118672, que se cree que corresponde a EP-A1-1413571, o en el documento EP-A1-371635.

En la destilación de TDI, el producto TDI crudo, marcadamente coloreado, proporciona un producto final transparente, casi incoloro. Sin embargo, incluso el TDI destilado finamente no está completamente libre de componentes que imparten color, lo que conduce, ocasionalmente, a una coloración no deseada del TDI.

La coloración no deseada del producto TDI destilado puede tener varias causas, que requieren un procedimiento diferente para evitarla.

Por ejemplo, en la patente US 6.900.348, que se cree que corresponde a EP-A1-1 187 808, se describe que el uso de fosgeno, que tiene un contenido de bromo de < 50 ppm, en la producción de isocianatos de la serie difenilmetano, puede conducir a un isocianato pálido tras la fosgenación.

Asimismo, el documento EP-A1-816 333 describe un procedimiento de reducción del color del TDI, en el que la solución de TDI cruda es tratada con hidrógeno antes de separar el solvente.

Además del tratamiento del producto isocianato crudo después de la fosgenación, un tratamiento de la corriente de amina puede conducir también a una reducción del color del isocianato producido mediante fosgenación. La patente US 5.872.278, que se cree que corresponde al documento EP-A1-866 057, describe un procedimiento en el que la amina es tratada, previamente a la reacción con fosgeno, con sustancias sólidas que contienen centros ácidos de Lewis y/o ácidos de Brönstedt. Entonces, el isocianato resultante tiene un color más claro que cuando se usa la amina no tratada.

Resumen de la invención

Ahora, se ha encontrado que el valor de color del TDI destilado puede ser reducido marcadamente si la toluendiamina (TDA) usada en la fosgenación tiene un contenido total de cetonas cíclicas menor del 0,1% en peso, en base al 100% en peso de la TDA usada.

Estas cetonas cíclicas pueden provenir de la TDA y estar basadas en una estructura de seis miembros, con cero, uno o dos enlaces dobles. Los enlaces dobles pueden estar conjugados con respecto a la función ceto, o como alternativa, pueden estar aislados con respecto a la misma. La estructura cicloalcano o estructura cicloalqueno con cero, uno o dos enlaces dobles, puede estar sustituida por una o dos funciones amino. Puede estar sustituida además por un grupo metilo.

Pueden formarse cetonas cíclicas en la TDA, o sus precursores, durante la hidrogenación de dinitrotolueno (DNT), por ejemplo, mediante el reemplazo de una función amino por agua en un medio acuoso. La introducción oxidativa de una función ceto por medio de un ataque oxidativo durante el procedimiento de nitración es también posible, por el cual pueden formarse nitrocesoles.

Además de la toluendiamina (TDA), la TDA comercial comprende también, convencionalmente, productos secundarios de la hidrogenación, tales como, por ejemplo, TDA que ha sido hidrogenada, completa o parcialmente, en el anillo, Si, por ejemplo, una función amino es reemplazada por agua en la TDA que ha sido hidrogenada, completa o

5 parcialmente, en el anillo, entonces se forma una aminometilciclohexanona o una aminometilciclohexenona. Si, por ejemplo, una función amino es reemplazada por agua en la TDA que ha sido hidrogenada, completa o parcialmente, en el anillo y que ha sido desaminada adicionalmente, entonces, se forma una metilciclohexanona o una metilciclohexenona. Si, por ejemplo, ambas funciones amino son reemplazadas por agua, pueden formarse metilciclohexadionas. Si los nitrocresoles de la producción de dinitrotolueno pasan a la hidrogenación, los mismos pueden hacerse reaccionar, asimismo, en la misma a una cetona cíclica, mediante una hidrogenación parcial en el anillo.

10 En la etapa de fosgenación subsiguiente, las cetonas cíclicas presentes en la TDA pueden ser fosgenadas, a continuación, y, opcionalmente, también cloradas, por lo que pueden formarse, en el primer caso, isocianatocicloalquenonas o isocianatocicloalcanonas, o, en el segundo caso, también cloroisocianatocicloalquenos.

15 Debido a que las isocianatocicloalquenonas, isocianatocicloalcanonas y/o cloroisocianatocicloalquenos cíclicos son sustancias reactivas, las mismas son capaces de formar aductos con TDI, con ellas mismas o con otros productos secundarios TDI. Las isocianatocicloalquenonas son capaces, por ejemplo, de entrar en reacciones Diels-Alder con dienos, o también con compuestos aromáticos (Angell, E. Charles; Fringuelli, Francesco; Guo, Ming; Minuti, Lucio; Taticchi, Aldo; Wenkert, Ernest. Diels-Alder reactions of cycloalkenones. 14. Endo diastereoselectivity of 2-cyclohexenones in reactions with cyclopentadiene. *Journal of Organic Chemistry* (1988), 53(18), 4325-8). De la misma manera, pueden formarse dímeros (An Enone-Dienol Tautomerism and an Iron(III)-Catalysed Dimerization of Cycloalkenone-2-carboxylates. Christoffers, Jens. Institut für Organische Chemie, Technische Universität Berlin, Berlin, Germany. *Journal of Organic Chemistry* (1998), 63(13), 4539-4540). En la acumulación de una única etapa o múltiples etapas de productos TDI crudos mediante destilación, las isocianatocicloalquenonas, isocianatocicloalcanonas y/o cloroisocianatocicloalquenos cíclicos, tales como productos de bajo punto de ebullición, pueden concentrarse en las corrientes circulantes en una manera no deseada, lo que incrementa la reactividad para la formación de dímeros o aductos Diels-Alder.

20 25 Los dímeros o aductos Diels-Alder formados a partir de las isocianatocicloalquenonas, isocianatocicloalcanonas y/o cloroisocianatocicloalquenos mediante reacción con TDI, con ellas mismas o con otros productos secundarios, pueden ser capaces de impartir color, en mayor o menor grado. Una proporción considerable de estos dímeros o aductos coloreados, formados durante la operación de destilación a partir isocianatocicloalquenonas, isocianatocicloalcanonas y/o cloroisocianatocicloalquenos cíclicos, pueden ser descargados, a continuación, de la destilación de TDI con la corriente TDI, resultando en un TDI coloreado.

30 35 Si una corriente de TDA que tiene un contenido total de cetonas cíclicas menor del 0,1% en peso, en base al 100% en peso de la TDA, es usada en la fosgenación, la concentración de isocianatocicloalquenonas, isocianatocicloalcanonas y/o cloroisocianatocicloalquenos cíclicos en la producción de TDI, por ejemplo, en las corrientes circulantes de la destilación del procedimiento de producción de TDI, puede ser reducida de manera que la formación de dímeros o aductos que imparten color ocurre solo en un pequeño grado. Si menos dímeros o aductos que imparten color dejan el procedimiento con el producto TDI, entonces, el TDI obtenido como producto está también marcadamente menos coloreado.

Descripción detallada de la invención

La invención se refiere a un procedimiento de producción de diisocianato de tolueno mediante fosgenación de toluendiamina. Este procedimiento comprende

- 40 a) hidrogenar dinitrotolueno en presencia de un catalizador, proporcionando, de esta manera, una mezcla de toluendiamina cruda,
- b) purificar la mezcla de toluendiamina cruda, proporcionando, de esta manera, una toluendiamina que contiene un total de menos del 0,1% en peso de cetonas cíclicas, en base al 100% en peso de la toluendiamina, y
- 45 c) fosgenar la toluendiamina formada en b), que contiene un total de menos del 0,1% en peso de cetonas cíclicas en base al 100% en peso de la toluendiamina, proporcionando, de esta manera, diisocianato de tolueno. La toluendiamina obtenida de la etapa purificadora b), contiene cetonas cíclicas en una cantidad total de menos del 0,1% en peso, en base al 100% en peso de la toluendiamina. La mezcla de toluendiamina cruda formada en a) comprende los diversos isómeros de TDA, tales como 2,4-TDA, 2,6-TDA, 3,5-TDA (m-TDA), 2,5-TDA (p-TDA) y 2,3-TDA, 3,4-TDA (o-TDA) y las cetonas cíclicas, así como diversas cantidades de agua, hexahidro-TDA, hexahidrotoluidina, nitrotoluidina, toluidina y productos de alto punto de ebullición, tales como, por ejemplo, derivados de difenilamina, difenilmetano y/o fenazina. Esta mezcla de TDA cruda comprende, típicamente, al menos aproximadamente el 98% en peso de TDA.

La toluendiamina obtenida en la etapa de purificación b) comprende las cetonas cíclicas en una cantidad total de menos del 0,1% en peso, preferentemente de menos del 0,07% en peso y, más preferentemente, de menos del

0,04% en peso, en base al 100% de la toluendiamina. Preferentemente, la toluendiamina resultante de la etapa de purificación b) comprende cetonas cíclicas alquiladas en concentraciones menores del 0,1% en peso y, preferentemente, de menos del 0,07% en peso, en base al 100% en peso de la toluendiamina.

5 La cantidad total (es decir, el % en peso) de las cetonas cíclicas presentes debe entenderse que significa el peso total de todas las cetonas cíclicas que permanecen en la toluendiamina purificada después de la etapa b). Estas cetonas cíclicas incluyen, por ejemplo, cicloalcanonas, cicloalquenonas, aminocicloalcanonas, aminocicloalquenonas y cicloalcanodionas, metil-sustituidas, etil-sustituidas o no sustituidas, preferentemente metilciclohexanonas, metilciclohexenonas, aminometilciclohexanonas, aminometilciclohexenonas y metilciclohexadionas y, más preferentemente, aminometilciclohexanonas y aminometilciclohexenonas.

10 Según la presente invención, la hidrogenación de dinitrotolueno en presencia de un catalizador en la etapa a) es llevada a cabo, en una manera convencional, en recipientes de reacción que contienen el catalizador, tal como, por ejemplo, catalizadores de níquel o catalizadores de metales nobles, en forma de una suspensión, un lecho fluido o un lecho fijo. Dichos procedimientos son conocidos en la técnica anterior, y se describen, por ejemplo, en los documentos DE 2135154, DE 3734344, la patente US 5.563.296, que se cree que corresponde al documento EP-15 634391 A, la patente US 5.779.995, que se cree que corresponde al documento DE 4435839 A, las solicitudes de pante US publicadas 2003/049185, 2003/050510 y 2005/129594, que se cree que corresponden al documento EP-1287884 A, la patente US 6.005.143, que se cree que corresponde al documento EP-978505 A, y la patente US 6.140.539, que se cree que corresponde al documento EP-103361 A, cuyas divulgaciones se incorporan, por lo tanto, por referencia. La reacción de hidrogenación puede ser llevada a cabo en fase gaseosa o, como alternativa, 20 en fase líquida. La potencia de mezclado necesaria en el caso de una reacción en fase líquida puede ser introducida por medio de un agitador o por medio de una boquilla a una bomba de circulación interior y/o exterior. La disipación de calor puede ser llevada a cabo por medio de un intercambiador de calor en el reactor o, como alternativa, en el circuito exterior. Si el catalizador es un catalizador de lecho fijo, el mismo puede estar presente en 25 forma de un lecho percolador o en forma de un monolito. En el caso de una hidrogenación de fase líquida, la hidrogenación puede ser llevada a cabo con o sin el uso de un solvente adicional. En el caso de hidrogenación en la fase gaseosa, la hidrogenación puede ser llevada a cabo con o sin el uso de un gas portador.

Tras la hidrogenación, la mezcla de TDA cruda es purificada en la etapa b). La purificación puede ser llevada a cabo mediante destilación, cristalización y/o post-tratamiento térmico, así como mediante procedimientos de reducción u oxidación química.

30 En una realización preferente del procedimiento, el procedimiento de purificación en la etapa b) es llevado a cabo mediante destilación, y consiguientemente, el agua de reacción, así como los productos secundarios de bajo punto de ebullición, tales como hexahidro-toluidina, hexahidro-TDA y, opcionalmente, solvente, son eliminados parcial o completamente. Esta separación de agua, productos de bajo punto de ebullición y, opcionalmente, solvente, puede ser llevada a cabo en una o más etapas. Es seguida, preferentemente, por la eliminación de uno o más de los 35 isómeros o-TDA mediante destilación, siendo posible que esta separación de o-TDA mediante destilación pueda ser llevada a cabo en una o más etapas. A continuación, los productos de alto punto de ebullición son separados, preferentemente, mediante destilación a partir de la m-TDA que permanece.

Según la técnica anterior, la separación de productos de alto punto de ebullición de la m-TDA es llevada a cabo, convencionalmente, mediante el uso de combinaciones simples de evaporadores y condensadores, tal como se 40 describe, por ejemplo, en la patente US 6.359.177, cuya divulgación se incorpora a la presente memoria, por referencia. Sin embargo, se ha encontrado que este procedimiento no proporciona necesariamente una TDA que tiene un contenido total de cetonas cíclicas < 0,1% en peso.

Por lo tanto, en una realización preferente del procedimiento según la invención, el agua de reacción, los productos 45 de bajo punto de ebullición y, opcionalmente, el solvente, así como o-TDA, son eliminados, primero, parcial o completamente, de la mezcla de toluendiamina cruda, y a continuación, los productos de alto punto de ebullición y las cetonas cíclicas son separados, bien parcialmente o bien completamente, de la m-TDA. La separación de los 50 productos de alto punto de ebullición y las cetonas cíclicas de la m-TDA es llevada a cabo, preferentemente, con la ayuda de una columna de destilación que tiene un evaporador o un condensador. La separación es llevada a cabo, preferentemente, a una presión absoluta de cabecera de 5 a 200 kPa, más preferentemente, de 6 a 50 kPa y, más preferentemente, de 7 a 20 kPa. De esta manera, se obtienen, preferentemente, temperaturas de cabecera de 140 55 a 320°C, más preferentemente, de 190 a 260°C y, más preferentemente, de 195 a 230°C. La columna tiene, preferentemente, al menos 3, más preferentemente al menos 5, y más preferentemente de 7 a 20 placas teóricas en la sección de empobrecimiento. Puede usarse también, como ayuda a la separación, cualquier elemento conocido por las personas con conocimientos en la materia, tales como un tamiz, una capucha de burbuja o placas de válvula o materiales de empaquetado ordenado o desordenado. La pérdida de presión a través de las ayudas a la separación debería mantenerse pequeña, y es, preferentemente, menor de 15 kPa y, más preferentemente, menos de 10 kPa. Los materiales de empaquetado a granel o de empaquetado ordenado tienen, preferentemente,

un área superficial específica de 100 a 500 m²/m³ y, más preferentemente, de 200 a 350 m²/m³. La temperatura inferior es determinada por los contenidos de productos de alto punto de ebullición y la pérdida de presión en la columna; con las condiciones operativas de la columna seleccionadas, preferentemente, de manera que se obtienen temperaturas inferiores de < 260°C y, más preferentemente < 240°C. El número de placas teóricas en la sección rectificadora y la relación de reflujo son gobernados mediante el contenido requerido de cetonas cílicas en el producto. Sin embargo, se ha encontrado que el procedimiento según la invención puede ser llevado a cabo también sin una sección rectificadora. Esto es ventajoso en términos del costo del procedimiento.

En una realización alternativa preferente del procedimiento según la invención, el agua de la reacción, los productos de bajo punto de ebullición y, opcionalmente, el solvente, son, primero, eliminados, parcial o completamente, de la toluendiamina cruda y, a continuación, o-TDA, productos de alto punto de ebullición y cetonas cílicas son separados, parcial o completamente, de la m-TDA. La separación de o-TDA, productos de alto punto de ebullición y cetonas cílicas por destilación puede ser llevada a cabo en una secuencia de destilación de una única etapa o múltiples etapas, usando una columna de partición, lo que combina ventajosamente la separación de o-TDA y los productos de alto punto de ebullición. Con relación a la alimentación de la columna de partición, es preferente usar una mezcla de toluendiamina que ha sido liberada, parcial o completamente, de agua de reacción, productos de bajo punto de fusión y, opcionalmente, solvente, y que comprende menos del 0,5% en peso de cetonas cílicas y, más preferentemente, menos del 0,3% en peso de cetonas cílicas, en base al 100% en peso de la toluendiamina.

Las columnas de partición adecuadas aquí ya han sido descritas varias veces, por ejemplo, en la solicitud de patente publicada US 2003/0230476 A1. En esta variación preferente del procedimiento según la presente invención, la m-TDA empobrecida de cetonas cílicas es eliminada, preferentemente, como una corriente lateral. La corriente lateral es eliminada, preferentemente, en el nivel de partición, concretamente, lateralmente de la partición. Las cetonas cílicas son descargadas, por lo tanto, parcial o completamente, del fondo de la columna de partición con los productos de alto punto de ebullición. Preferentemente, la separación es llevada a cabo a una presión absoluta de cabecera de 5 a 200 kPa, más preferentemente, de 6 a 50 kPa y, más preferentemente, de 7 a 20 kPa.

En la sección de empobrecimiento, debajo de la eliminación de corriente lateral de la m-TDA, la columna tiene, preferentemente, al menos 5, más preferentemente, al menos 6 y, más preferentemente, de 7 a 20 placas teóricas. También puede usarse, como ayuda a la separación, cualquier elemento insertado conocido por las personas con conocimientos en la materia, tal como un tamiz, una capucha de burbujas o placas de válvula o materiales de empaquetado ordenado o empaquetado desordenado. La pérdida de presión a través de la ayuda a la separación debería mantenerse pequeña y es, preferentemente, menor de 15 kPa y, más preferentemente, menos de 10 kPa. Los materiales de empaquetado a granel y los materiales de empaquetado ordenado tienen, preferentemente, un área superficial específica de 100 a 500 m²/m³ y, más preferentemente, de 200 a 350 m²/m³. La temperatura inferior es determinada por los contenidos de productos de alto punto de ebullición y la pérdida de presión en la columna; con las operaciones operativas de la columna elegidas, preferentemente, de manera que se obtienen temperaturas inferiores de < 260°C y, más preferentemente < 240°C.

Durante la purificación en la etapa b), se consigue, preferentemente, una reducción considerable en el contenido total de cetonas cílicas presentes en la TDA. El contenido total en peso de cetonas cílicas presentes en la TDA es reducido, preferentemente, en la etapa b) en más del 25% en peso y, más preferentemente, en más del 40% en peso.

Después de la purificación en la etapa b), se obtiene una toluendiamina purificada. Esta toluendiamina purificada comprende menos del 0,1% en peso de cetonas cílicas en total, en base al 100% en peso de la toluendiamina.

Un contenido relativamente bajo de cetonas cílicas en la mezcla cruda de TDA puede ser establecido ya mediante la elección adecuada de las condiciones de la hidrogenación en la etapa a). Según la técnica anterior, diferentes catalizadores, diferentes reactores y diferentes temperaturas y presiones pueden ser usados en la producción de TDA. Los ejemplos de estas variaciones, que son conocidas en la técnica anterior, que pueden ser mencionados aquí, incluyen, por ejemplo, los documentos DE 2135154, DE 3734344, la patente US 5.563.296, que se cree que corresponde al documento EP-634391 A, la patente US 5.779.995, que se cree que corresponde al documento DE 4435839 A, las solicitudes US publicadas 2003/049185, 2003/050510 y 2005/129594, que se cree que corresponde al documento EP-1287884 A, la patente US 6.005.143, que se cree que corresponde al documento EP-978505 A, y la patente US 6.140.539, que se cree que corresponde al documento EP-1033361 A, cuyas divulgaciones son incorporadas, de esta manera, por referencia. Sin embargo, los procedimientos descritos en estas referencias para la hidrogenación de dinitrotolueno a TDA no resultan en una mezcla de TDA cruda que tiene un contenido total de cetonas cílicas de < 0,1% en peso.

Optimizando las condiciones de hidrogenación (por ejemplo, el catalizador de hidrogenación usado, parámetros de reacción fundamentales, tales como presión, temperatura, tiempo de permanencia), el contenido de cetonas cílicas en la mezcla de TDA cruda producida por el procedimiento de hidrogenación puede ser, sin embargo, reducido. Por ejemplo, es posible producir una mezcla de TDA cruda que tiene un contenido relativamente bajo de cetonas

cíclicas, mediante la elección de una combinación de un catalizador altamente selectivo, una baja temperatura y un tiempo de permanencia corto del producto TDA. Los catalizadores adecuados son, por ejemplo, catalizadores de níquel Raney, altamente selectivos, dopados o no dopados, catalizadores de níquel, dopados o no dopados, fijados a un soporte, o catalizadores de metales nobles fijados a un soporte y cargados con uno o más metales nobles. Las 5 condiciones adecuadas de hidrogenación son, por ejemplo, de 120 a 180°C, presión de hidrógeno de 2.000 a 4.000 kPa y tiempo de permanencia de 0,5 a 4 horas en el sistema de reacción.

Además, el contenido de cetonas cíclicas en la mezcla de TDA cruda que son producidas en la etapa a) puede ser reducido adicionalmente usando, para la etapa de hidrogenación, un dinitrotolueno que tiene un bajo contenido de nitrocresoles, tal como, por ejemplo, < 0,05% en peso.

10 La toluendiamina purificada de la etapa b), que contiene una cantidad total de menos del 0,1% en peso de cetonas cíclicas, en base al 100% en peso de la toluendiamina, es fosgenada, a continuación, en la etapa c). La fosgenación puede ser llevada a cabo en fase líquida. Los solventes adecuados son, preferentemente, solventes alifáticos o aromáticos, no sustituidos y sustituidos adecuadamente, que tienen de 5 a 12 átomos de carbono, tales 15 como tolueno, clorobenceno, benceno, diclorobenceno, triclorobenceno, decalin, tetralin, ciclohexano, hexano, cicloheptano, heptano, octano, nonano, decano, xileno o mezclas de estos solventes.

Se da una preferencia particular, con respecto al solvente, a benceno, tolueno, clorobenceno, diclorobenceno.

La fosgenación de la toluendiamina puede ser llevada a cabo también en fase gaseosa, siendo usada la toluendiamina por encima o por debajo del punto de ebullición a la presión apropiada.

20 Los ejemplos siguientes ilustran adicionalmente detalles para el procedimiento de la presente invención. Las personas con conocimientos en la materia entenderán fácilmente que pueden usarse variaciones conocidas de las condiciones de los procedimientos siguientes. Si no se indica lo contrario, todas las temperaturas son en grados Celsius y todos los porcentajes son porcentajes en peso.

Ejemplos

Ejemplos 1 a 3:

25 5,4 t/h de toluendiamina (TDA), que contenía la cantidad de cetonas cíclicas indicada en la Tabla 1, fueron fosgenados en un procedimiento de producción industrial de TDI. La fosgenación fue llevada a cabo en columnas con base perforada, a una temperatura de 70 a 125°C. El TDI puro fue obtenido separando el solvente y el TDI crudo, escalonadamente, a temperaturas de 140 a 160°C. La última etapa de destilación fue llevada a cabo en una 30 columna de partición empaquetada, en la que los productos de alto punto de ebullición fueron concentrados y separados en el fondo y una gran parte de los productos de alto punto de ebullición contenidos en la corriente de entrada fueron concentrados y separados en la cabecera. Los productos de alto punto de ebullición fueron descargados del procedimiento mediante una concentración posterior mediante evaporación; los productos de alto punto de ebullición fueron suministrados de nuevo al circuito de solvente.

35 El color del TDI puro, obtenido de esta manera, fue analizado usando un dispositivo de medición LICO 200. El índice de color medido para cada uno de los Ejemplos 1-3, se indica también en la Tabla 1.

La TDA usada en los Ejemplos 1 a 3 fue obtenida mezclando dos fracciones de TDA:

40 Fracción A: fue producida hidrogenando dinitrotolueno en un recipiente agitado a una presión de 2.500 kPa. El catalizador usado era un catalizador de níquel. En la secuencia de separación mediante destilación aguas abajo de la reacción de TDA, el agua, los productos de bajo punto de ebullición y o-TDA fueron eliminados del producto crudo.

45 Fracción B: fue producida hidrogenando dinitrotolueno en una recipiente agitado a entre 120 y 140°C, a una presión de entre 1.500 y 3.000 kPa. El catalizador usado era un catalizador de níquel. En la secuencia de separación mediante destilación aguas abajo de la reacción de TDA, el agua, los productos de bajo punto de ebullición, o-TDA, el residuo de alto punto de ebullición y una porción de las cetonas cíclicas presentes fueron eliminados del producto crudo.

Tabla 1:

	Suma de cetonas cílicas en la TDA (% en peso)	Índice de color [APHA]
Ejemplo 1	0,04	15
Ejemplo 2	0,09	22
Ejemplo 3	0,15	48

Ejemplos 4 a 5:

10,5 t/h de toluendiamina (TDA), que contenía la cantidad de cetonas cílicas indicada en la Tabla 2, a continuación, fueron fosgenados en un procedimiento de producción industrial de TDI. La fosgenación fue llevada a cabo en columnas con base perforada, a una temperatura de 70 a 125°C. El TDI puro fue obtenido separando el solvente y destilando el TDI crudo, escalonadamente, a temperaturas de 140 a 180°C. La última etapa de destilación fue llevada a cabo en una columna empaquetada, en la que los productos de alto punto de ebullición fueron concentrados y separados en el fondo, y algunos de los productos de alto punto de ebullición contenidos en la corriente de entrada fueron concentrados y separados en la cabecera. Los productos de alto punto de ebullición fueron descargados del procedimiento mediante una concentración posterior mediante evaporación; y los productos de bajo punto de ebullición separados en la cabecera fueron suministrados de nuevo al circuito de solvente.

El color del TDI puro, obtenido de esta manera, fue analizado usando un dispositivo de medición LICO 200. El índice de color medido se muestra en la tabla.

15 La TDA usada en el Ejemplo 5 fue producida hidrogenando dinitrotolueno en un recipiente agitado a una presión de 2.500 kPa. El catalizador usado era un catalizador de níquel. En la secuencia de separación mediante destilación aguas abajo de la reacción de TDA, el agua, los productos de bajo punto de ebullición, o-TDA, el residuo de alto punto de ebullición y también, más del 25% de las cetonas cílicas presentes, fueron eliminados del producto crudo.

20 En el caso de la TDA usada en el Ejemplo 4, un 65% adicional de las cetonas cílicas presentes fueron separadas adicionalmente mediante destilación mejorando la eficiencia de separación de la última etapa de destilación, en comparación con el Ejemplo 5.

Tabla 2:

	Suma de cetonas cílicas en la TDA (% en peso)	Índice de color [APHA]
Ejemplo 4	0,03	12
Ejemplo 5	0,09	20

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de producción de diisocianato de tolueno, que comprende:
 - a) hidrogenar dinitrotolueno en presencia de un catalizador, para proporcionar una mezcla de toluendiamina cruda,
 - b) purificar la mezcla de toluendiamina cruda, para proporcionar una toluendiamina que contiene un total de menos del 0,1% en peso de cetonas cíclicas, en base al 100% en peso de la toluendiamina, y
 - c) fosgenar la toluendiamina que contiene un total de menos del 0,1% en peso de cetonas cíclicas, en base al 100% en peso de la toluendiamina, para proporcionar el diisocianato de tolueno.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en la que la toluendiamina obtenida en la etapa b) contiene una concentración total de menos del 0,1% en peso de cetonas cíclicas alquiladas, en base al 100% en peso de la toluendiamina.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que las cetonas cíclicas son cicloalcanonas, cicloalquenonas, aminocicloalcanonas, aminocicloalquenonas y cicloalcanodionas, metil-sustituidas, etil-sustituidas o no sustituidas.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que b) dicha etapa de purificación es llevada a cabo en una destilación multi-etapa que comprende una etapa en la que los productos de alto punto de ebullición son separados.
5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la cantidad total en peso de cetonas cíclicas presentes en la mezcla de toluendiamina formada en la etapa a) se reduce en más del 25% en la etapa b).