



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: 2 536 561

51 Int. Cl.:

C07C 263/10 (2006.01) C07C 265/14 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 05.07.2007 E 07787139 (0)
(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 25.02.2015 EP 2044009

(54) Título: Procedimiento para la producción de isocianatos

(30) Prioridad:

13.07.2006 EP 06117172

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 26.05.2015

(73) Titular/es:

BASF SE (100.0%) 67056 Ludwigshafen, DE

(72) Inventor/es:

KNÖSCHE, CARSTEN; STROEFER, ECKHARD; STÜTZER, DIETER; SACHWEH, BERND; LINSENBÜHLER, MARKUS y WÖLFERT, ANDREAS

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de isocianatos

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Es objetivo de la invención un procedimiento para la producción de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno.

5 Los poliisocianatos se producen en grandes cantidades y sirven principalmente como sustancias de partida para la producción de poliuretanos. Su producción se realiza en la mayor parte de los casos mediante reacción de aminas correspondientes con fosgeno.

En los isocianatos aromáticos son de gran relevancia industrial metilendi(fenilisocianato) (MDI) y sus homólogos superiores, y toluilendiisocianato (TDI), en los hexametilendiisocianato alifáticos (HDI) e isoforondiisocianato (IPDI).

La producción en continuo de isocianatos orgánicos mediante reacción de aminas orgánicas primarias con fosgeno se describe en varios documentos y se lleva a cabo a escala industrial (véase, por ejemplo, Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, y 7 (Polyurethane), 3ª edición revisada, editorial Carl Hanser, Munich-Viena, página 76 y siguientes (1993)).

Por lo general se lleva a cabo la fosgenación en dos etapas. En la primera etapa de la fosgenación se hace reaccionar la amina con fosgeno dando cloruro de carbamoilo y ácido clorhídrico y en una reacción en paralelo dando clorhidrato de amina, que precipita en general debida a su baja solubilidad en la mezcla de reacción como sólido. La reacción entre la amina y el fosgeno es muy rápida, fuertemente exotérmica y discurre a temperaturas bajas. Paralelamente a esto discurren otras reacciones que rebaja el rendimiento, como la formación de ureas a partir de isocianato y amina. Para minimizar productos secundarios y formación de sólido se deben mezclar por tanto rápidamente amina y fosgeno, dado el caso en mezcla con disolventes orgánicos, y conducir la reacción en la medida de los posible si remezcla. Por tanto se realiza la primera etapa de fosgenación por lo general en un equipo de mezcla, preferiblemente una boquilla. La segunda etapa de la fosgenación comprende tanto la degradación del cloruro de carbamoilo en isocianato deseado y ácido clorhídrico como también la fosgenación del clorhidrato de amina presente esencialmente como sólido dando cloruro de carbamoílo. La temperatura de la segunda etapa de fosgenación es por lo general mayor que la de la primera. Es desventajoso en esta realización del procedimiento que el sólido formado en la primera etapa del procedimiento precipite debido a las condiciones de operación seleccionadas como sólidos gruesos, dado el caso aglomerados, y de difícil fosgenación, que no pueden hacerse reaccionar completamente en otro proceso y conducen además de pérdidas de rendimiento a obstrucciones y ensuciamiento. Para actuar contra esto se debe aumentar bien la temperatura, y con ello la presión, o el tiempo de residencia en el reactor. Esto es por lo general desventajoso por motivos técnicos de seguridad, técnicos y económicos. El rendimiento de la etapa de reacción se determina esencialmente con la relación de velocidad de mezcla y velocidad de reacción. Se ha evidenciado como ventajoso usar como órgano de mezcla boquillas como, por ejemplo, se describen en los documentos DE 100 26 142 A1 y EP 1 275 639. Son claves para la influencia de la velocidad de mezcla a este respecto la configuración constructiva de la boquilla y la pérdida de presión provocada por esta. Aquí es desventajoso que con presión inicial creciente por la parte del fosgeno los requerimientos técnicos y técnicos de seguridad en los sistemas de bombas aumentan y de forma particular en plantas a escala mundial se deben emprender considerables esfuerzos para la solución de los problemas que aparecen a este respecto. Para minimizar productos secundarios como ureas y sus productos resultantes se debe conducir la reacción total en la medida de lo posible sin remezcla. Órganos de mezcla reales y reactores de operación en continuo poseen un grado inherente distinto de cero en remezcla, que no se puede omitir. Otra minimización de la formación de producto secundario promovida por la remezcla es en general posible solo mediante una conducción de la reacción en discontinuo.

Recientemente adquirió relevancia la producción de isocianatos en la fase gas. En este procedimiento se encuentra la amina en forma de gas y se hace reaccionar con fosgeno igualmente en fase gas. A este respecto la reacción discurre normalmente por encima de la temperatura de degradación del clorhidrato de amina. Por tanto se evita la precipitación de sólidos en la etapa de reacción.

Tales procedimientos son conocidos y se describen, por ejemplo, en los documentos EP 570 799, EP 593 334, WO 2004/062813 o WO 03/045900.

La fosgenación de aminas en la fase gas permite una reducción considerable del disolvente en el procedimiento ya que se puede evitar este principalmente en la etapa de reacción. Además se alcanzan en general mayores rendimientos que en la fosgenación en fase gas. Debido a la menor densidad de las sustancias de partida en forma de gas se puede reducir considerablemente el Hold up del fosgeno, lo que ofrece claras ventajas de seguridad técnica. Debido a que en la fosgenación en fase gas se seleccionan las condiciones de reacción de modo que no se alcanza precipitado alguno de clorhidrato de amina, se evitan las desventajas anteriormente citadas que están relacionadas con la obtención de sólidos que reaccionan difícilmente.

Mediante fosgenación en fase gas se pueden hacer reaccionar tales aminas con fosgeno, que se pueden transformar con gasto razonable en la fase gas. Esas son preferiblemente las diaminas alifáticas

ES 2 536 561 T3

hexametilendiamina (HDA), isoforondiamina (IPDA) así como la toluilendiamina aromática (TDA). La preparación de metilendi(fenilisocianato) (MDI), que se presenta siempre industrialmente en mezcla con sus homólogos superiores, no es accesible con la fosgenación en fase gas, ya que los productos intermedios solo se pueden transformar con gran coste y los homólogos superiores, lo que significa productos con tres o más anillos aromáticos, no se pueden transformar básicamente en la fase gas.

5

10

25

30

35

40

45

50

Por tanto fue objetivo de la presente invención desarrollar un procedimiento para la producción de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno, que

- asegure una minimización de la remezcla en el reactor y la formación de productos secundarios relacionada con esto.
- proporcionar un procedimiento efectivo para la mezcla de amina y fosgeno que permita menores tiempos de mezcla al mismo tiempo que bajas pérdidas de presión por parte del fosgeno.
- Asegurar que los clorhidratos de amina que precipitan no se aglomeren en agregados grandes difícilmente fosqenables.

y facilitar de este modo un rendimiento espacio-tiempo elevado y un aumento de la calidad, de forma particular en lo referente a la pureza, el contenido en NCO, la distribución del peso molecular y el espectro de productos secundarios del producto final.

El objetivo se consiguió de forma sorprendente haciendo reaccionar las aminas en forma de un aerosol con el fosgeno.

En consecuencia es objetivo de la invención un procedimiento para la preparación de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno, caracterizado porque se hace reaccionar la amina en forma de un aerosol con fosgeno en forma de gas.

En lo sucesivo se entiende con la distribución del tamaño de gotas la función de distribución de tamaños. Todas las magnitudes características citadas se refieren igualmente a esta función de distribución.

El aerosol debería presentar una distribución de tamaño de gota de 10 nm a 1 mm, preferiblemente de 100 nm a 100 μ m de forma particular de 0,2 a 10 μ m. La distribución de tamaño de gotas puede ser muy amplia o muy estrecha entre estos límites. En el caso ideal la distribución del tamaño de gota es muy estrecho. Como medida para la amplitud de distribución sirve la desviación estándar normalizada al d50 de la distribución del tamaño de gota σ . El d50 representa el tamaño de gota para el que la función de distribución suma alcanza un valor de 0,5 (50 %). Para una distribución muy amplia σ >> 1. Para una distribución estrecha σ < 1 y para una distribución monodispersa ideal del valor σ = 0.

En general es válido que el tamaño de las gotas sea tan pequeño como deba ser posible, ya que este asegura una alta velocidad de penetración del fosgeno en la fase que contiene amina líquida. Adicionalmente se limita con el diámetro de gotas posible el tamaño máximo de las partículas de clorhidrato de amina precipitadas. Por tanto es válido también aquí que se prefiera un aerosol fino frente a un aerosol grueso. Sin embargo se debe observar que se el aerosol/producto generado también es separado por el separador de gotas/polvo conectado aguas abajo.

La distribución del tamaño de gotas se puede determinar mediante técnica de medida gravimétrica como, por ejemplo, técnica de medida con cascadas de impactores o ciclones. Además se pueden usar también otros procedimientos como, por ejemplo, procedimientos ópticos de láser, por ejemplo, sistemas de reflexión láser como sistema de medida Welas de Palas, Particle Doppler Annemometrie (PDA), Particle Image Velocimetry (PIV), o también Scanning Mobility Particle Sizer (sistemas SMPS). Aporta una revisión de sistemas dispersos y distintos procedimientos de medida M. Stieß "Mechanische Verfahrenstechnik 1", editorial Springer, Berlín 1995, pág. 4 y siguientes.

La generación de gotas y con ello del aerosol puede realizarse mediante procedimientos de generación de aerosol conocidos, de forma particular mediante boquillas. En una forma de realización estas boquillas de presión monosustancia, incluyendo formas constructivas especiales, son como se describen por ejemplo en el catálogo resumen de producto Düsen-Schlick: boquillas de cono lleno, boquillas de esfera hueca, boquillas de nebulización y similares. En una forma de realización se realiza la atomización a presión.

En una forma de realización adicional se puede usar una boquilla de dos sustancias incluyendo formas constructivas especiales, dado el caso con gas de atomización (inertes o también fosgeno) (véase también el catálogo de revisión de producto Düsen-Schlick: boquillas de dos sustancias, boquillas de varias sustancias). En una forma de realización se realiza la atomización mediante un gas adicional. Como gases de atomización se pueden usar gases inertes habituales o fosgeno.

En una forma de realización adicional se puede llevar a cabo una atomización mediante ultrasonidos como pulverización o nebulización por ultrasonidos mediante una boquilla de ultrasonidos.

En una forma de realización adicional se puede llevar a cabo una atomización mediante una rueda en rotación, una denominada rueda de atomización. Se da un resumen de formas de lo más diversas de atomización de líquidos con boquillas y otros equipos de atomización por parte de T. Richter en "Zerstäuben von Flüssigkeiten", editorial Expert, Renningen 2004, página 1 y siguientes y G. Wozniak "Zerstäubungstechnik", editorial Springer, Berlín 2003, páginas 57 - 88.

5

10

15

20

25

30

35

40

55

Las aminas se pueden usar a este respecto como sustancia pura o en mezcla con otros líquidos, que antes, durante y tras la reacción de las aminas se comportan inertes con el fosgeno. La atomización puede realizarse preferiblemente a una presión en el espacio de reacción en el intervalo entre 100 y 2000 kPa (1 y 20 bar) (absoluta), preferiblemente entre 100 y 1000 kPa (1 a 10 bar), con especial preferencia entre 100 y 500 bar (absoluta). La presión inicial antes del órgano de atomización depende del procedimiento seleccionado, como se describió anteriormente, y de la finura individual del aerosol.

La atomización de las aminas se lleva a cabo con el uso de aminas como sustancia pura preferiblemente a una temperatura que se encuentra entre el punto de fusión y el punto de ebullición. De forma particular se lleva a cabo la atomización a la temperatura que corresponde a la temperatura de partida a la que se realiza la reacción subsiguiente de la amina con el fosgeno.

En una forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención se calienta la amina o la mezcla de amina-disolvente antes de la generación del aerosol a presión, de modo que durante la atomización a baja presión se vaporiza una parte del líquido bruscamente y conduce así a un refinamiento adicional de gota que se generan. A este respecto se encuentran las presiones iniciales normalmente entre 100 y 2000 kPa (1 y 20 bar), preferiblemente entre 100 y 1000 kPa (1 y 10 bar) de presión absoluta sobre la presión del reactor. La presión inicial, es decir, el grado de sobrecalentamiento antes del órgano de atomización depende, como se describió anteriormente, de la distribución de tamaño de gotas deseado y del procedimiento de atomización seleccionado. En esta forma de realización del procedimiento se provoca mediante aumento de la temperatura y de la presión antes de y un decompresión brusca de la mezcla que se va a atomizar tras el órgano de atomización una reducción del tamaño de la gota y un desplazamiento de la ditribución del tamaño de gotas hacia gotas pequeñas.

Otra posibilidad para la reducción del tamaño de gotas consiste en la disposición de un campo eléctrico entre el atomizador, en este caso preferiblemente de una boquilla, y de un contraelectrodo, el denominado procedimiento de electropulverización. Las fuerzas eléctricas que aparecen conducen adicionalmente a una reducción del tamaño de gotas del aerosol generado. Se encuentran aclaraciones más exactas para la efectividad y para las formas de realización, por ejemplo, en H. Wiggers, P. Walzel, "Elektrostatisches Zerstäuben von Flüssigkeiten", Chem. Ing. Tech. 69 (1997) 1066 - 1073; A. G. Bailey: Electrostatic Spraying of Liquids, Res. Stud. Press Ltd Taunton, Somerset 1988; D. Michelson: Electrostatic Atomization, Adam Hilger, Bristol-Nueva York 1990.

También mediante la adición anteriormente descrita de líquidos, que se comportan inertes antes, durante y tras la reacción de las aminas con el fosgeno, se puede conseguir una reducción del tamaño de las gotas. Por una parte se pueden influenciar de forma pretendida de esta forma importantes propiedades físicas que influyen en el tamaño de las gotas de la corriente de líquido que contiene amina, como su viscosidad o tensión de superficie. Por otra parte se puede conseguir una atomización del tamaño de gotas adicional mediante disolvente que se vaporiza en combinación con el procedimiento anteriormente descrito de la atomización en relajación de una corriente de líquido sobrecalentada. Como compuestos inertes se pueden usar preferiblemente disolventes orgánicos. De forma particular se tienen en cuenta disolventes aromáticos que también pueden estar halogenados. Ejemplos de estos son tolueno, monoclorobenceno, o- o p-dicloro-benceno, triclorobenceno, clorotolueno, cloroxiloles, cloroetilbenceno, cloronaftalina, clorodifenilos, xileno, decahidronaftalina, benceno y otras mezclas. Otros ejemplos de disolventes orgánicos son cloruro de metileno, percloroetileno, hexano, isoftalato de dietilo, tetrahidrofurano (THF), dioxano, triclorofluorometano, acetato de butilo y dimetilformamida (DMF).

- Otra posibilidad de optimizar el tamaño de gotas consiste en el uso del procedimiento de clasificación. De este modo se pueden separar en gotas grandes antes de la reacción con el fosgeno. Esto puede realizarse, por ejemplo, mediante la incorporación de planchas perforadas o sinterización entre el generador de aerosol y la zona de reacción. Se pueden usar también otros procedimientos para la clasificación, por ejemplo, separadores centrífugos, separadores por gravedad o electrofiltros.
- La corriente de líquido separada se recircula preferiblemente, lo que significa devolverlo al producto de partida antes de la formación del aerosol.

Para reducir una contaminación de la amina recuperada o bien recirculada con fosgeno y evitar una reacción de esta proporción de líquido fuera del reactor, se puede cubrir la zona de clasificación de gotas con gas inerte a sobrepresión como, por ejemplo, nitrógeno. De este modo se evita una penetración del gas de reacción como, por ejemplo, fosgeno en el espacio de clasificación.

La reacción de las aminas presentes como aerosol con fosgeno se realiza normalmente a presiones de 100-2000 kPa (1-20 bar) (absoluta), preferiblemente 100-1000 kPa (1-10 bar) (absoluta), con especial preferencia de 100-500 kPa (1-5 bar) (absoluta) y temperaturas de 50-350 °C, preferiblemente de 50-250 °C, con especial preferencia de 90-

150° C. A este respecto se aporta fosgeno al reactor de modo que tiene lugar dentro las gotas un exceso molar respecto a grupos amina de 1:1 a 20:1, preferiblemente de 1:1 a 10:1, con especial preferencia de 1:1 a 5:1. La reacción se puede llevar a cabo en reactores tubulares, torres de pulverización o también reactores bucle. Principalmente se pueden aprovechar también otras formas constructivas, que no se indican aquí a modo de ejemplo. Si se realiza la formación de aerosol no mediante una boquilla de dos sustancias operada con fosgeno, se debe mezclar tras la pulverización de la amina o bien de la mezcla de amina-disolvente el fosgeno en forma de gas al aerosol de modo que se realiza una mezcla lo más uniforme posible de ambas corrientes de sustancia de partida. A este respecto es especialmente importante mantener el tiempo hasta la consecución de homogeneidad los más bajo posible. Para poder asegurar esto todos los procedimientos industriales habituales para el especialista en la técnica, como la alimentación repartida del fosgeno, se realizan en corriente paralela o en contracorriente, la alimentación de fosgeno central, axial o la mezcla de corrientes de sustancias de partida en una o varias boquillas como boquillas de ranura anular o boquillas de contracorriente. De forma ventajosa pueden ser también mezclar el fosgeno mediante gotas de disolvente vaporizadas lentamente y que contienen fosgeno en el aerosol de amina.

La reacción se puede conducir hasta la conversión completa dando isocianato dentro del reactor del aerosol. Pero puede ser también ventajoso o necesario llevar a cabo una conversión parcial, de forma particular de restos de clorhidrato de amina, en un post-reactor en la fase líquida. El post-reactor puede tratarse de formas constructivas de reactor habituales de distintos grados de remezcla, como tanques agitados, reactores bucle o reactores tubulares. La separación del aerosol completa o solo parcialmente reaccionado se realiza mediante procedimientos de separación de gotas o de partículas como, por ejemplo, filtros, Demister, separadores centrífugos, separadores de lamelas o separadores por gravedad. Se puede obtener una descripción de distintos separadores de gotas de A. Bürkholz "Droplet Separation", VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1989, página 17 y siguientes. F. Löffler "Staubabscheiden", editorial Georg Thieme, Stuttgart 1988, página 32 y siguientes y M. Stieß "Mechanische Verfahrenstechnik 2", editorial Springer, Berlín 1997, página 1-53 da una revisión de formas constructivas de separadores de partículas.

Tras la reacción se separa la mezcla de sustancias que se genera en la reacción normalmente en isocianato(s), compuestos inertes, preferiblemente disolventes, fosgeno no reaccionado y ácido clorhídrico. Se pueden separar pequeñas cantidades de productos secundarios que quedan en el isocianato mediante rectificación adicional o también cristalización de isocianato deseado.

El fosgeno no reaccionado se recupera en su mayor parte dado el caso tras una purificación y se usa de nuevo para la fosgenación. El ácido clorhídrico que se genera en la reacción se puede usar, dado el caso tras una purificación, para la preparación de cloruro de vinilo o para la preparación de ácido clorhídrico. Es también posible hacer reaccionar el ácido clorhídrico según el denominado procedimiento Deacon con oxígeno dando cloro y reciclar este a la síntesis de fosgeno.

Como aminas se pueden usar todas las aminas habituales para la producción de isocianatos. Estas son, por ejemplo, diaminas alifáticas, como se describe anteriormente, como hexametilendiamina (HDA), isoforondiamina (IPDA) así como la toluilendiamina aromática (TDA) así como metilendi(fenildiamina) (MDA) en mezcla con sus homólogos superiores. De forma particular se puede usar en la fosgenación de MDA de forma especialmente ventajosa el procedimiento de acuerdo con la invención.

Frente a la fosgenación en fase líquida el procedimiento aquí propuesto presenta las siguientes ventajas esenciales: la remezcla de producto de reacción en la corriente de sustancia de partida no reaccionada se minimiza debido a la limitación espacial de las gotas de líquido. Mediante variación del tamaño de gotas se pueden realizar y controla tiempos de mezcla muy cortos entre fosgeno y amina. A este respecto se pueden mantener bajas las pérdidas de presión por la parte del fosgeno, sin que se vea influenciada esencialmente el resultado de mezcla. Los cortos tiempos de mezcla y el bajo grado de remezcla conducen a mínimas pérdidas de rendimiento y altas calidades de producto, es decir, buenos índice de color, bajos contenidos de cloro, altos índice de NCO, de una distribución de peso molecular óptimo etc. Los tamaños de partícula del clorhidrato de amina precipitado se mantiene debido al tamaño de las gotas limitante menor a un valor máximo (a excepción de otra aglomeración). Esto asegura tiempos de residencia mínimos para la fosgenación de clorhidrato de amina y una susceptibilidad al ensuciamiento del procedimiento. Por contraste para la fosgenación en fase gas pueden fosgenarse mediante fosgenación del aerosol también aminas o mezclas de aminas, que presentan altas temperaturas de ebullición y por tanto a penas se pueden transformar o solo con alto coste en la fase gas. Adicionalmente es posible también conducir la reacción por debajo del punto de ebullición de la amina. Se pueden evitar con esto pérdidas de calidad o rendimiento inducidas térmicamente. Además se puede prescindir de la evaporación intensiva en energía de la amina o de la mezcla de amina a altas temperaturas.

La invención debe describirse más detalladamente en función de los ejemplos siguientes.

Fiemplo:

10

40

45

50

Se pulverizó MDA de la reacción catalizado con ácido de anilina con formaldehído con una boquilla de dos sustancias (Schlick modelo serie 970) en un reactor tubular de pulverización a 1000 kPa (10 bar) de presión. Se generó una corriente de volumen de MDA de 0,36 l/h (0,39 kg/h) en mezcla con una corriente de volumen de MCB

ES 2 536 561 T3

de 1,23 l/h (0,9 kg/h) por boquilla (1,6 l/h de fluido a 50° C). Para la atomización se dispuso una sobrepresión en la boquilla de modo que se calentaba el MDA y se consideraba el uso de nitrógeno en la sobrepresión como gas de atomización. Se mantenía y recirculaba la sobrepulverización mediante una placa con orificios, de modo que se dosificaba la MDA en forma de gotas con un diámetro de < 10 µm al reactor. El aerosol así generado se hizo reaccionar con fosgeno pulverizado en fase gas en la relación de masas 1:7,5 (2,88 kg/h a 90° C). La MDI que se genera se separó mediante un separador de gotas centrífugo, retirándose del proceso y procesándose.

5

El fosgeno en exceso y el ácido clorhídrico que se genera se retiraron y separaron del reactor. El fosgeno se retorna al procedimiento.

REIVINDICACIONES

- 1. Procedimiento para la producción de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno, caracterizado porque la amina o una mezcla de amina y un disolvente se mezcla en forma de un aerosol con fosgeno en forma de gas y a continuación se hace reaccionar la amina con fosgeno, presentando el aerosol una distribución de tamaño de gota de 10 nm a 1 mm.
- 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aerosol se general mediante boquillas.

5

- 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aerosol se genera mediante boquillas de presión monosustancia.
- 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aerosol se genera mediante boquillas de dos sustancias.
 - 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aerosol se genera mediante atomizador rotatorio.
 - 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aerosol se genera mediante boquilla de ultrasonidos.
- 7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aerosol se genera mediante procedimientos de electropulverización.
 - 8. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la atomización se realiza mediante un gas adicional.
 - 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque como gas adicional se usan gases inertes o fosgeno.
- 10. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como aminas se usaron hexametilendiamina (HDA), isoforondiamina (IPDA) así como la toluilendiamina aromática (TDA) así como metilendi(fenildiamina) (MDA) en mezcla con sus homólogos superiores.
 - 11. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las aminas se usan como sustancias puras.
- 12. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque las aminas se usan junto con compuestos de comportamiento inerte durante y tras la reacción con el fosgeno.
 - 13. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la atomización se lleva a cabo a una presión diferencial de entre 1 y 20 bar absoluta.
 - 14. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de aminas con fosgeno se realiza a presiones de 1 a 20 bar (absoluta).
- 30 15. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de las aminas con fosgeno se realiza a temperaturas de 50 a 350 °C.
 - 16. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de las aminas con fosgeno se lleva a cabo en reactores tubulares, torres de pulverización o reactores en bucle.