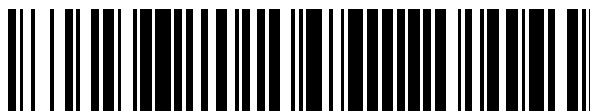


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 552 837**

51 Int. Cl.:

C07C 263/04 (2006.01)

B01D 3/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.01.2011** **E 11700347 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.08.2015** **EP 2526085**

54 Título: **Método para la producción de isocianatos mediante escisión térmica de carbamatos**

30 Prioridad:

19.01.2010 EP 10151089

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.12.2015

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**BOCK, MICHAEL;
FRANZKE, AXEL;
BAUMANN, ROBERT y
STROEFER, ECKHARD**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 552 837 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

Método para la producción de isocianatos mediante escisión térmica de carbamatos

La invención se refiere a un método para la producción de isocianatos mediante escisión térmica de carbamatos, también conocidos como ésteres de carbamida o uretanos.

- 5 La escisión de carbamatos gana de manera creciente importancia como método libre de fosgeno para la producción de isocianatos. Para la ejecución industrial de la escisión de carbamatos se sugirieron diferentes equipos, en particular columnas (en EP 0 795 543), o reactores de lecho fluido (en EP 555 628 y en DE 199 07 648), evaporadores de película descendente o de capa delgada (en EP 0 092 738). La escisión de carbamatos puede ser operada en la fase líquida o en la fase gaseosa.
- 10 En la escisión térmica de carbamatos es un problema la formación de componentes secundarios de alto peso molecular, que surgen por reacción adicional de los productos de escisión con sí mismos o con los materiales de partida. Éstos pueden conducir a deposiciones en los equipos, con ello limitar la operación continua y conducir a pérdidas de rendimiento. Los residuos contienen en particular alofanatos e isocianuratos. Los productos secundarios surgen también por reacción de semiuretanos (semicarbamatos, es decir un compuesto bifuncional que contiene uretano y una función isocianato, productos intermedios de la escisión de bisuretanos) con sí mismos.
- 15

Para evitar este problema, los productos de escisión isocianato y alcohol tienen que ser separados tan rápido como sea posible del gas carbamato.

- 20 Además se sabe que el problema de las reacciones de retorno y reacciones adicionales en el curso de la escisión se reduce realizando la escisión de carbamato en presencia de solventes, puesto que la velocidad de reacción de la reacción de retorno de isocianato y alcohol (formación de uretano) así como también de las reacciones adicionales es de manera conocida dependiente del tipo de solvente y de la dilución por el solvente. Por ejemplo en J.H. Sayers y K.C. Frisch: Polyurethans, Chemistry and Technology, 1962, p. 146, Tabla 10, se encuentran datos sobre la reactividad de isocianatos con alcoholes en presencia de diferentes solventes.

- 25 Mediante la dilución de productos de escisión de carbamato con un solvente inerte, se reprime la formación de productos secundarios de reacción de alto peso molecular; el solvente sirve simultáneamente para la remoción al exterior de estos componentes secundarios y reduce la formación de suciedad en el equipo.

- 30 La JP-2 250857 describe un método para la producción de isocianatos mediante escisión térmica de carbamatos y separación por destilación de la mezcla de reacción del carbamato sometido a escisión, en una columna con una sección de enriquecimiento y una sección de separación, en presencia de un solvente inerte, con el cual se retiran el alcohol como producto de cabeza y el isocianato como producto de cola. Preferiblemente, el solvente puede ser ciclohexilbenceno, el cual es suministrado en forma de gas en la zona inferior de la columna.

- 35 La EP-B 0 795 543 describe solventes particularmente adecuados para la escisión térmica de carbamatos, que exhiben un punto de ebullición definido o también un rango estrecho de ebullición, que son obtenidos como corte de destilación de líquidos estables térmicamente, elegidos de entre el grupo de los isómeros orto, meta y para de fenoxibifenilo. Mediante el uso de tales solventes en la escisión térmica de carbamatos en columnas, puede reducirse la temperatura de fondo de la columna, para el mismo desempeño de escisión y temperatura promedio no modificada en la sección de reacción, mediante lo cual se reduce claramente la formación de productos secundarios y de ruptura en el fondo de la columna. Es una desventaja de este método que el flujo de retorno en la cabeza de la columna consiste mayormente en alcohol y que el fenoxibifenilo es escaso comercialmente y con ello es costoso.

- 40 También es conocido reducir la velocidad de formación de uretano mediante adición de inhibidores. Como inhibidores de la formación de uretano se conocen por ejemplo ácido clorhídrico, cloruro de benzoilo o ácido p-toluenosulfónico (ver Örtel: Polyurethane, 2a edición, 3.4.2, p. 92)

- 45 Por otro lado fue objetivo de la invención poner a disposición un método para la producción de isocianatos aromáticos o alifáticos, mediante escisión térmica de los correspondientes carbamatos, que hiciera posible elevados rendimientos y una baja proporción de productos secundarios, con poca contaminación del equipo.

- 50 La solución consiste en un método para la producción de isocianatos mediante escisión térmica de carbamatos y separación mediante destilación de la mezcla de reacción del carbamato que está en escisión, que contiene el correspondiente isocianato y el correspondiente alcohol, en una columna con una sección de enriquecimiento y una sección de separación, en donde el carbamato es alimentado entre la sección de enriquecimiento y la sección de separación, y el isocianato es retirado como componente de fondo y el alcohol como componente de la corriente de cabeza de la columna, en presencia de un solvente inerte, que se caracteriza porque como solvente

inerte se emplea uno con punto de ebullición intermedio entre el punto de ebullición del isocianato y el punto de ebullición del alcohol bajo las condiciones de operación de la escisión de carbamato, el cual es alimentado en la zona superior de la sección de enriquecimiento como líquido externo de retorno, en una pureza > 95 % en peso, referida al peso total de la alimentación externa de retorno, y en la sección de separación en una o varias posiciones como corriente gaseosa sobrecalentada.

La adición de solventes inertes para la dilución del gas de carbamato que está en escisión y con ello reducción de la formación de componentes secundarios, es conocida. Inerte significa, como es común, que bajo las condiciones del método, el solvente no reacciona con los componentes de la mezcla de reacción.

Se encontró que mediante la adición de un solvente inerte, que tiene un punto de ebullición intermedio, es decir que exhibe un punto de ebullición entre el punto de ebullición del isocianato y el punto de ebullición del alcohol bajo las condiciones de operación, y el cual además es empleado en alta pureza, es decir en una pureza > 95 % en peso, puede alcanzarse simultáneamente que puedan obtenerse en la cabeza de la columna el alcohol correspondiente al carbamato en alta pureza, sin que el flujo de retorno contenga alcohol. Mientras con ello se reduce o excluye la presencia de alcohol en el flujo de retorno líquido en la columna, se retarda la reacción de retorno del producto de escisión hasta carbamato en la sección de enriquecimiento. Si por el contrario el flujo de retorno fuera generado por alcohol puro, entonces la sección de enriquecimiento exhibiría concentraciones elevadas de alcohol. Para alcanzar un máximo desplazamiento del equilibrio en dirección de los productos de escisión isocianato y alcohol, tiene sin embargo que eliminarse del sistema el alcohol tan rápido como sea posible. Además, así es ventajoso que en la sección de enriquecimiento se emplean empaquetados de alto desempeño con baja pérdida de presión con una capacidad de retención de líquido inferior a 5% sobre el volumen del tubo vacío, para retardar la reacción.

En la sección de separación de la columna ocurre predominantemente la escisión de carbamato.

La reacción es fuertemente endotérmica. Ella tiene que ocurrir en corto tiempo de residencia, con mezcla de retorno tan baja como sea posible.

Si se elige una temperatura de escisión muy alta, por ejemplo por encima de 300 °C, entonces la sección de separación puede incluir uno o varios evaporadores de película descendente conectados consecutivamente. Si sin embargo la temperatura de escisión es inferior, por ejemplo por debajo de 300 °C, entonces preferiblemente se emplean fondos de retención, para alcanzar el rendimiento objetivo.

La sección de separación de la columna, donde es ejecutada la escisión de carbamato, está formada así preferiblemente como evaporador de película descendente o como fondos de retención.

Como fondos de retención pueden elegirse por ejemplo fondos de túnel, de Thormann o de Lord, preferiblemente fondos de Lord, como se describen por ejemplo en EP1493475B1. Los fondos pueden ser calentados también por debajo con vapor, para suministrar energía adicional para la reacción endotérmica.

Las dimensiones de la sección de separación se estiman preferiblemente de modo que en el evaporador de fondo se alcanza la medida deseada de la escisión de carbamato, por regla general mayor a 99 % del carbamato empleado.

Para aumentar el tiempo de residencia es posible además una serie secuencial de evaporadores de película descendente con redistribución sobre un distribuidor, sobre el respectivo siguiente evaporador de película descendente.

De modo ventajoso, el uno o varios evaporadores de película descendente o los fondos de retención conectados consecutivamente pueden estar recubiertos de manera catalítica.

Si se emplean fondos de retención o en particular fondos Lord, entonces sobre el fondo puede emplearse un catalizador heterogéneo inmovilizado o un catalizador en suspensión.

La escisión de carbamato es ejecutada en particular a una temperatura entre 210 °C y 400 °C.

En el método de acuerdo con la invención pueden emplearse para la escisión carbamatos comunes (también denominados como ésteres de carbamida o uretanos), preferiblemente biscarbamatos. Comúnmente estos carbamatos se basan en la transformación generalmente conocida de aminas, preferiblemente de di- o poliaminas, preferiblemente de diaminas, con urea y por lo menos un alcohol.

De modo particularmente preferido, la transformación de la diamina o poliamina hasta el correspondiente carbamato con carbonatos ocurre en presencia de alcoholatos como base, como se describe en WO 2009/115538.

Para la producción de los carbamatos, como alcoholes son adecuados en principio todos los alcoholes alifáticos. Preferiblemente se eligen aquellos cuyo punto de ebullición se diferencia suficientemente del punto de ebullición de los isocianatos, para garantizar una óptima separación. De modo particularmente preferido para la producción del carbamato, se emplean monohidroalcoholes alifáticos con 1 a 4 átomos de C por molécula, es decir metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol y/o isobutanol. Además se prefieren alcoholes con por lo menos un heteroátomo de oxígeno, en particular 2-metoxietanol, 2-etoxietanol, 2-propoxietanol, 2-butoxietanol, 2-metoxi-1-propanol y/o 1-metoxi-2-propanol.

Como aminas se emplean preferiblemente 2,4- y/o 2,6-toluilendiamina (TDA), 2,2', 2,4'-y/o 4,4'-diaminodifenilmetano (MDA) y/u homólogos superiores (polifenileno-polimetileno-poliamina, pMDA), 1,6-hexametilendiamina (HDA), 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometilciclohexano (denominado también a continuación, isoforondiamina, IPDA), 1,5- y/o 1,8-diaminonaftaleno, 4,4'-diaminodifenil, 1,3- y/o 1,4-diaminobenceno, 2,4- y/o 2,6-hexahidrotoluilendiamina y/o 4,4', 2,4'- y/o 2,2'-diciohexilmetandiamina. Las estructuras de las aminas empleadas determinan las estructuras de los isocianatos obtenidos después de la escisión térmica. De modo particularmente preferido, los uretanos empleados se basan en 2,4-y/o 2,6-toluilendiamina (TDA), 2,2', 2,4'- y/o 4,4'-diaminodifenilmetano (MDA) y/u homólogos superiores (polifenileno-polimetileno-poliamina, pMDA), 1,6-hexametilendiamina (HDA), isoforondiamina (IPDA) y/o 1,5-diaminonaftaleno como componente de amina y metanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, o en particular isobutanol o 2-metoxietanol como alcohol.

En consecuencia, para la escisión en particular se emplean los siguientes diuretanos o poliuretanos: 2,4- y/o 2,6-toluilendiisobutiluretano, 2,4-y/o 2,6-toluilendimetoxietiluretano, 2,4- y/o 2,6-toluilendipropiluretano, 2,4- y/o 2,6-toluilendimetiluretano, 1,5-naftilendiisobutiluretano, 1,5-naftilendimetoxietiluretano, 1,5-naftilendipropiluretano, 1,5-naftilendimetiluretano, 4,4', 2,4'- y/o 2,2'-difenilmetandiisobutiluretano, 4,4', 2,4'- y/o 2,2'-difenilmetandimetoxietiluretano, 4,4', 2,4'- y/o 2,2'-difenilmetandipropiluretano, 4,4', 2,4'- y/o 2,2'-difenilmetandimetiluretano, polifenileno-polimetileno-polimetoxietiluretano, polifenileno-polimetileno-polimetiluretano, polifenileno-polimetileno-polipropiluretano, polifenileno-polimetileno-poliisobutiluretano, 1,6-hexametildiisobutiluretano, 1,6-hexametilendimetoxietiluretano, 1,6-hexametilendipropiluretano, 1,6-hexametilendimetiluretano, isoforondiisobutiluretano, isoforondimetoxietiluretano, isoforondipropiluretano y/o isoforondimetiluretano, en donde para la escisión pueden emplearse también mezclas de los mencionados uretanos.

De modo particularmente preferido, se producen los siguientes isocianatos mediante escisión térmica de los correspondientes diuretanos: 2,4- y/o 2,6-toluilendiisocianato (TDI), 2,2', 2,4'- y/o 4,4'-diisocianatodifenilmetano (MDI), polifenileno-polimetileno-poliisocianato (pMDI), 1,6-hexametilendiisocianato (HDI), 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometilciclohexano (isoforondiisocianato, IPDI) y/o 1,5-diisocianatonaftaleno (NDI).

Preferiblemente, como solvente inerte se emplea uno que exhibe un punto de ebullición entre 70 y 350 °C bajo condiciones normales.

Es particularmente preferido el solvente inerte que tiene un punto de ebullición entre 100 °C y 250 °C.

Son solventes inertes adecuados en particular tetralina, difilo (mezcla de bifenilo y difeniléter), bifenilo, difeniléter, los isómeros de benciltoluenos, los isómeros de dibenciltoluenos, dibenciléter, los isómeros de triclorobencenos, los isómeros de diclorotoluenos, los isómeros de dietiltoluenos, los isómeros de dietilbencenos, los isómeros de dipropilbencenos, los isómeros de diisopropilbencenos y/o los isómeros de tetrametilbencenos.

En una forma preferida de operar, se inyecta solvente inerte adicional en la posición de alimentación para el carbamato que es conducido a la escisión. El solvente puede ser conducido en forma líquida, como rocío (totalmente evaporado), o preferiblemente en forma de gas.

De modo particularmente preferido se trata del mismo solvente, que es inyectado también como flujo líquido de retorno externo a la sección de enriquecimiento y como corriente sobrecalentada en forma de gas en la zona inferior de la sección de separación. Adicionalmente puede aplicarse vapor de agua en forma de rocío o sobrecalentado en varias posiciones en la sección de separación de la columna.

De modo ventajoso, se apaga el vapor retirado de la sección de enriquecimiento.

De acuerdo con la invención, además es esencial que el vapor desprendido apagado no consista en alcohol puro, sino que contenga 10 a 95 % en volumen de solvente, preferiblemente 50 a 95 % en volumen de solvente.

A continuación se ilustra la invención mediante un dibujo así como mediante ejemplos de operación.

La figura 1 muestra la representación esquemática de una instalación para la ejecución del método de acuerdo con la invención.

A una columna K con sección de enriquecimiento V y sección de separación A se conduce en la zona media de la misma, una corriente 1 del carbamato que va a ser sometido a escisión.

5 Del fondo de la sección de separación A se retira una corriente 2, que contiene el correspondiente isocianato, y sobre la cabeza de la sección de enriquecimiento V se retira una corriente 3, que contiene el correspondiente alcohol.

A la zona superior de la sección de enriquecimiento V se conduce una corriente líquida 4, que contiene un producto de punto de ebullición intermedio que está entre el punto de ebullición del isocianato retirado en el fondo y el punto de ebullición del alcohol retirado en la cabeza, con una pureza > 95 %.

10 A la zona inferior de la sección de separación A se conduce una corriente 5, que contiene el producto sobrecalentado de punto de ebullición intermedio, en forma de gas.

En la forma de ejecución preferida representada en la figura, se conduce adicionalmente a la zona intermedia de la columna K, una corriente del mismo producto de punto de ebullición intermedio, corriente 6, junto con el carbamato que va a ser sometido a escisión, corriente 1.

Ejemplos de ejecución

15 Ejemplo 1a: escisión por encima de 300°C (de acuerdo con la invención)

Se emplea un equipo de escisión como se describe en la Figura 1. El equipo dispone de 6 pasos teóricos de separación en la sección de enriquecimiento V y un paso teórico de separación en la sección de separación A. La sección de separación A consiste en un haz vertical de tubos.

20 Se conducen 2,5 kg/h de una solución al 20 % en peso de 2,4-toluilén-bis(O-diisobutilcarbamato) (corriente 1) en 1,2,4-triclorobenceno a 120 °C en el equipo de escisión, por encima de la sección de separación.

25 La columna es operada a una presión de 10 bar. En la alimentación de la columna se dosifica adicionalmente 1,0 kg/h a 339 °C/10 bar de 1,2,4-triclorobenceno en ebullición (corriente 6). En la cabeza de la columna se añaden sobre el distribuidor de líquido 2,3 kg/h de 1,2,4-triclorobenceno (corriente 4) con una pureza de 99,5 % a 300 °C. La temperatura de fondo es de 348 °C. Al fondo de la columna se conducen 0,053 kg/h de N₂ (corriente 5) y 0,4 kg/h de vapor de 1,2,4-triclorobenceno (350°C) para destilar por arrastre del alcohol. En la salida de fondo de la columna se retiran 3,6 kg/h de una mezcla (corriente 2) que contiene 248 g/h de 2,4-5 6 tolulendiisocianato (TDI), 149 ppm de semicarbamato y 23,3 g/h de componentes secundarios de alto punto de ebullición. El contenido de 1,2,4-triclorobenceno es de 92,4%.

30 En la cabeza del equipo se retiran a 318 °C 2,66 kg/h de una mezcla que contiene 8,3 % en peso de isobutanol y 0,1 % en peso de 2,4-TDI así como menos de 100 ppm de semicarbamatos.

El 1,2,4-triclorobenceno inyectado en dos posiciones (corrientes 6, 4) tiene en cada caso la misma composición (pureza: 99,5 %).

El rendimiento total en 2,4-TDI en el producto de fondo y cabeza es de 92,9 %.

Ejemplo 1b: Escisión por encima de 300°C (para comparación)

35 Se emplea un equipo de escisión como se describe en la Figura 1. El equipo dispone de 6 pasos teóricos de separación en la sección de enriquecimiento V y un paso teórico de separación en la sección de separación A. La sección de separación A consiste en un haz vertical de tubos.

Se conducen 2,5 kg/h de una solución al 20 % en peso de 2,4-toluilén-bis(O-diisobutilcarbamato) (corriente 1) en 1,2,4-triclorobenceno a 120 °C, en el equipo de escisión por encima de la sección de separación.

40 La columna es operada a una presión de 10 bar. En la alimentación de la columna se dosifica adicionalmente 1,0 kg/h a 339 °C/10 bar de 1,2,4-triclorobenceno en ebullición (corriente 6). Sin embargo en la cabeza de la columna no se añade 1,2,4-triclorobenceno, sino que se opera un condensador con la relación de flujo de retorno de 0,8. La temperatura de fondo es de 348 °C. Al fondo de la columna se conducen 0,12 kg/h de N₂ (corriente 5) y 0,4 kg/h de 1,2,4-triclorobenceno (350 °C) para destilar por arrastre del alcohol. En la salida del fondo de la columna se retiran 45 2,3 kg/h de una mezcla (corriente 2) que contiene 214 g/h de 2,4-TDI, 15 ppm de semicarbamatos y 34,5 g/h de componentes de alto punto de ebullición. El contenido de 1,2,4-triclorobenceno es de 89,2%.

En la cabeza del equipo se retiran a 296 °C 1,71 kg/h de una mezcla que contiene 12,9 % en peso de isobutanol y 1,7 % en peso 2,4-TDI así como menos de 100 ppm de semicarbamatos. El rendimiento total en

2,4-TDI en el fondo de la cabeza es solamente 89,5%.

Ejemplo 2: escisión por debajo de 300°C (de acuerdo con la invención)

5 Se emplea un aparato de escisión como se describe en la Figura 1. El equipo dispone de 10 pasos teóricos de separación en la sección de enriquecimiento V y 30 pasos teóricos de separación en la sección de separación A. La sección de separación no dispone de ningún evaporador propio. En la sección de enriquecimiento el equipo dispone de empaquetados de tejido de baja pérdida de presión con capacidad de retención de líquido inferior a 5%, referido a la sesión transversal vacía del tubo. La sección de separación consiste en 30 fondos de retención como se describe en EP 1493475 B1.

Se conduce 1,0 kg/h de una solución al 50 % en peso de 2,4-tolúen-bis(O-diisobutilcarbamato) (corriente 1) en 1,2,4-triclorobenceno a 180 °C al equipo de separación, por encima de la sección de separación (paso 30 de abajo).

15 La columna es operada a una presión de 4 bar. En la alimentación de la columna se dosifican adicionalmente (paso 30 de abajo) 2,37 kg/h de 1,2,4-triclorobenceno en forma de gas sobrecalentado a 281 °C (corriente 6). Además, en el paso 15 de abajo se dosifican 0,49 kg/h de 1,2,4-triclorobenceno sobrecalentado a 281 °C. En la cabeza de la columna se añaden sobre el distribuidor de líquido 0,95 kg/h de 1,2,4-triclorobenceno (corriente 4) a 250 °C con una pureza de 99,5 %. La temperatura de fondo es de 270 °C. En el fondo de la columna se inyectan 0,03 kg/h de N₂ (corriente 5) para el arrastre con vapor del alcohol y 1,17 kg/h de 1,2,4-triclorobenceno en forma de gas a 281 °C, para el suministro de energía. En la salida de fondo de la columna se retiran 3,8 kg/h de una mezcla (corriente 2), que contiene 5,1 % en peso de 2,4-TDI.

En la columna del equipo se retiran a 264 °C, 2,0 kg/h de una mezcla que contiene 9,2 % en peso de isobutanol y 0,05 % en peso de 2,4-TDI así como menos de 100 ppm de semicarbamatos.

El 1,2,4-triclorobenceno inyectado en cuatro posiciones (flujo de retorno, corriente 6, paso 15, fondo) tiene en cada caso la misma composición (pureza: 99,5 %).

25 En esta forma preferida de operar, no se emplean ni evaporador ni condensadores. Con ello se excluye la deposición de suciedad en equipos de transferencia de calor.

REIVINDICACIONES

1. Método para la producción de isocianatos mediante escisión térmica de carbamatos y separación por destilación de la mezcla de reacción de la escisión de carbamato, que contiene el correspondiente isocianato y el correspondiente alcohol, en una columna (K) con una sección de enriquecimiento (V) y una sección de separación (A), en donde el carbamato (1) es añadido entre la sección de enriquecimiento (V) y la sección de separación (A), y el isocianato es retirado como componente de la corriente de fondo (2) y el alcohol es retirado como componente de la corriente de cabeza (3) de la columna (K), en presencia de un solvente inerte, caracterizado porque como solvente inerte se emplea un producto con punto de ebullición intermedio entre el punto de ebullición del isocianato y el punto de ebullición del alcohol bajo las condiciones de operación de la escisión de carbamato, el cual es inyectado en la zona superior de la sección de enriquecimiento (V) como flujo externo de retorno líquido (4), en una pureza > 95 % en peso, referida al peso total del flujo externo de retorno (4) y en la sección de separación (A) en una o varias posiciones como corriente (5) en forma de gas sobrecalentado.
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea un solvente inerte con un punto de ebullición en el rango entre 70 y 350 °C bajo presión normal.
3. Método según la reivindicación 2, caracterizado porque se emplea un solvente inerte con un punto de ebullición entre 100 y 250°C.
4. Método según la reivindicación 3, caracterizado porque el alcohol es un monohidroxi alcohol alifático, en particular metanol, butanol, isobutanol, metoxietanol, butoxietanol o 2-metoxi-1-propanol.
5. Método según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la sección de separación (A) de la columna (K) está formada como un evaporador de película descendente.
6. Método según la reivindicación 5, caracterizado porque la sección de separación (A) de la columna (K) exhibe varios evaporadores de película descendente conectados de manera consecutiva, con distribuidores dispuestos entre ellos.
7. Método según la reivindicación 5 o 6, caracterizado porque el uno o varios evaporadores de película decente conectados de manera consecutiva está(n) recubiertos catalíticamente.
8. Método según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se conduce una corriente (6) de un solvente inerte a la posición de alimentación del carbamato (1) de la columna (K).
9. Método según la reivindicación 8, caracterizado porque el solvente inerte que es conducido como corriente (6) a la posición de alimentación del carbamato (1) de la columna (K), contiene la misma sustancia que es conducida como producto de punto de ebullición intermedio como flujo externo de retorno (4) la zona superior de la sección de enriquecimiento (V) y como corriente de gas sobrecalentado (5) en la sección de separación (A).
10. Método según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la corriente de cabeza (3) que contiene el alcohol correspondiente al carbamato es retirada en forma de gas e inmediatamente es apagada después de la remoción de la misma.
11. Método según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque 50 a 100 % del isocianato que se forma en la escisión del carbamato es retirado por el fondo.
12. Método según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la escisión del carbamato es ejecutada a una temperatura de operación entre 210 °C y 400 °C.
13. Método según una de las reivindicaciones 1 a 4 o 8 a 12, caracterizado porque en la sección de separación (A) de la columna (K) como fondos de retención se emplean fondos Lord.
14. Método según la reivindicación 13, caracterizado porque los fondos de retención están recubiertos con catalizador.

FIG.1

