

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 608 486**

51 Int. Cl.:

C07C 263/10 (2006.01)

C07C 265/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2009 PCT/EP2009/064703**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.06.2010 WO2010060773**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2009 E 09751888 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.11.2016 EP 2370400**

54 Título: **Procedimiento para fabricar isocianatos**

30 Prioridad:

26.11.2008 EP 08170008

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

11.04.2017

73 Titular/es:

**HUNTSMAN INTERNATIONAL LLC (100.0%)
500 Huntsman Way
Salt Lake City, UT 84108, US**

72 Inventor/es:

**CARR, ROBERT HENRY;
KOOLE, JOHANNES LODEWIJK y
BRUINSMA, UDO BRIAN DAVE MIKE RODGER**

74 Agente/Representante:

LOZANO GANDIA, José

ES 2 608 486 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).

PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR ISOCIANATOS**DESCRIPCIÓN**

5 La presente invención se refiere a isocianatos de color claro, a un procedimiento para preparar isocianatos de color claro y a su uso en compuestos de uretano, en particular en poliuretanos, por ejemplo en espumas de poliuretano.

Se preparan isocianatos y mezclas de isocianatos mediante métodos conocidos mediante fosgenación de las aminas correspondientes. Para espumas de poliuretano, se hace uso, por ejemplo, de isocianatos aromáticos bifuncionales o polifuncionales de la serie de diisocianato de difenilmetano (MDI). Debido al procedimiento de preparación, la fosgenación y el tratamiento final posterior (eliminación del disolvente; separación de MDI monomérico) dan como resultado a menudo productos de color oscuro que a su vez proporcionan espumas de poliuretano amarillentas u otras, asimismo materiales de PUR de color alterado. Esto no se desea, puesto que tal alteración del color afecta de manera adversa a la impresión visual global y permite que se observen ligeras faltas de homogeneidad, por ejemplo como estrías en las espumas obtenidas. Se prefieren por tanto isocianatos de color claro o isocianatos que contienen una cantidad reducida de componentes que confieren color como materias primas.

Ha habido siempre muchos intentos de obtener poliisocianatos, en particular los de la serie de diisocianato de difenilmetano, que tengan un color claro. Se conocen numerosos métodos para aclarar empíricamente el color de MDI. Sin embargo, la naturaleza de las sustancias coloreadas problemáticas se ha dilucidado hasta ahora sólo hasta un grado no satisfactorio.

Los métodos conocidos previamente pueden dividirse en cinco grupos:

25 1. Procedimientos en los que el material de amina de partida, tal como diaminodifenilmetano (MDA) o sus oligómeros, se han sometido a tratamiento y/o purificación.

El documento EP-A 0 546 398 describe un procedimiento para preparar MDI polimérico en el que la polimetileno-polifenileno-poliamina usada como material de partida se acidifica antes de la fosgenación.

30 El documento EP-A 0 446 781 se refiere a un procedimiento para preparar MDA polimérico (polimetileno-polifenileno-poliaminas monoméricas y oligoméricas) que se tratan en primer lugar con hidrógeno y se someten posteriormente a una fosgenación, obteniéndose un MDI de color relativamente claro.

35 Los métodos mencionados anteriormente proporcionan sólo una ligera mejora en el color, puesto que se ha encontrado que las sustancias coloreadas en el MDI, basándose en la experiencia, no sólo se forman a partir de determinados componentes secundarios de MDA sino que también resultan de precursores de color que se forman por reacciones secundarias durante la fosgenación.

40 2. Disoluciones de ingeniería de procedimiento en el procedimiento de fosgenación aplicado al material de amina de partida.

45 La patente estadounidense n.º 5.364.958 se refiere a un procedimiento para preparar poliisocianatos en el que, tras la fosgenación, se elimina el fosgeno completamente a baja temperatura y se trata posteriormente el isocianato en caliente con gas HCl.

50 El documento DE 19817691.0 describe un procedimiento para preparar mezclas de MDI/PMDI que tienen un contenido reducido de subproductos clorados y un índice de color de yodo reducido mediante adherencia a parámetros definidos en la reacción de fosgenación. En particular, se requiere en este caso la adherencia a razones de fosgeno/HCl particulares en la etapa de reacción. Este procedimiento tiene la desventaja de que es difícil de hacer una variación de los parámetros en la fosgenación y la calidad de la fosgenación es muy sensible como resultado. Además, la falta de flexibilidad en los parámetros en la fosgenación hace que la fosgenación sea muy difícil de llevar a cabo en la práctica y requiere una alta inversión en ingeniería.

55 Aunque los procedimientos del tipo mencionado intentan eliminar componentes que alteran el color, no son suficientemente eficaces, tanto debido a su alta inversión en ingeniería o alto coste como también en cuanto a su efecto de aclaramiento del color, puesto que sólo se produce una ligera degradación de precursores de color debido a reacciones químicas incompletas.

60 El documento EP 1890998 describe un procedimiento para preparar mezclas que comprende diisocianatos de difenilmetano y poliisocianatos de polifenilpolimetileno que tienen un índice de color de HunterLab (L) superior mediante una reacción gradual de las correspondientes mezclas de difenilmetanodiaminas y polifenilpolimetileno-poliaminas con fosgeno en presencia de al menos un disolvente, mediante lo cual en una primera fase se forman los correspondientes cloruros de carbamoilo y clorhidratos de amina y mediante lo cual en una fase posterior se disocian los cloruros de carbamoilo residuales para dar los correspondientes poliisocianatos y cloruro de hidrógeno y los clorhidratos de amina se fosgenan para formar en última instancia los correspondientes

poliisocianatos en los que algunos clorhidratos de amina permanecen sin reaccionar en el punto en el que se elimina el fosgeno en exceso residual de la mezcla de reacción.

5 El método descrito anteriormente tiene la desventaja de que la variación de parámetros en la fosgenación puede ser problemática y la calidad de la fosgenación puede ser sensible como resultado.

3. Adición de aditivos que aclaran el color al producto de isocianato en bruto obtenido tras la fosgenación y antes del tratamiento final.

10 El documento EP-A 0 581 100 se refiere a un procedimiento para preparar poliisocianatos en el que se añade un agente reductor químico tras la fosgenación y antes de la eliminación del disolvente, lo que según este documento proporciona asimismo productos de color claro.

15 Según la patente estadounidense n.º 4.465.639, se añade agua al producto en bruto obtenido tras la fosgenación con el fin de aclarar su color. Los documentos EP-A 538 500, EP-A 0 445 602 y EP-A 0 467 125 describen la adición de ácidos carboxílicos, alcoholes o poliéter polioles tras la fosgenación para el mismo fin.

20 Aunque los métodos descritos anteriormente de aclaramiento del color son eficaces, tienen desventajas porque los aditivos no sólo aclaran el color sino que también experimentan reacciones con los isocianatos obtenidos como producto, dando como resultado generalmente, por ejemplo, una reducción no deseada en el contenido en isocianato. Además, existe el riesgo de formación de subproductos no deseados en el MDI.

4. Tratamiento posterior del producto final de isocianato obtenido.

25 El documento EP-A 0 133 538 describe la purificación de isocianatos mediante extracción, dando fracciones de un MDI de color claro.

30 El documento EP-A 0 561 225 describe un procedimiento para preparar isocianatos o mezclas de isocianatos que, según este documento, no contienen componentes que confieren color, procedimiento en el que los isocianatos obtenidos tras la fosgenación de las correspondientes aminas se someten a un tratamiento con hidrógeno a una presión de desde 1 hasta 150 bar y una temperatura de desde 100 hasta 180°C. Según los ejemplos descritos allí, los productos finales de isocianato se hidrogenan como tales o en forma de sus disoluciones en disolventes adecuados.

35 Estos tratamientos posteriores que mejoran el color de los productos finales de isocianato tras la eliminación completa del disolvente a temperatura elevada no son asimismo muy eficaces, puesto que las altas temperaturas que se producen durante el tratamiento final, en particular durante la destilación del disolvente y (en el caso de la preparación de MDI polimérico) la eliminación de MDI monomérico, han dado como resultado ya la formación de sustancias coloreadas estables que pueden degradarse químicamente sólo con dificultad.

40 5. Control de la calidad del fosgeno usado para fosgenar el material de amina de partida.

45 El fosgeno usado para convertir aminas en los correspondientes isocianatos se fabrica convencionalmente a escala industrial mediante la reacción de cloro con monóxido de carbono en procedimientos conocidos y habituales tal como se describen, por ejemplo, en Ullmanns Enzyklopädie der industriellen Chemie, 3ª edición, volumen 13, páginas 494-500. La fabricación de fosgeno se lleva a cabo normalmente sobre uno o más catalizadores de carbono generalmente de alta pureza que opcionalmente pueden haberse tratado en la superficie o de otra forma. Con el fin de evitar alimentar cloro libre al sistema de fabricación de isocianato que da como resultado niveles significativos de subproductos no deseados, el fosgeno se fabrica normalmente mientras se mantiene el CO en exceso estequiométrico. El CO sin reaccionar puede separarse, opcionalmente purificarse y posteriormente devolverse a la planta de fosgeno. Algo del CO también sale de la planta con el gas cloruro de hidrógeno que entonces se usa normalmente en uno o más procedimientos químicos adicionales. Los subproductos no deseados que se forman si se alimenta cloro libre a la planta de fabricación de isocianato, en particular en el procedimiento de fosgenación, pueden cuantificarse mediante diversos métodos analíticos incluyendo la determinación del cloro total en el producto final, por ejemplo mediante espectroscopía de fluorescencia de rayos X.

55 Por ejemplo, el documento US20070167646 enseña que es posible producir isocianatos de color claro usando fosgeno que contiene menos de aproximadamente 100 ppm, preferiblemente menos de aproximadamente 60 ppm, más preferiblemente menos de aproximadamente 20 ppm de azufre en forma elemental o unida en la producción de los isocianatos. La afirmación de intervalo "menos de aproximadamente 100 ppm de azufre" significa que menos de aproximadamente 100 ppm de azufre, basándose en el peso de fosgeno usado, está contenido en el fosgeno usado. El contenido en azufre en el fosgeno resulta sustancialmente del monóxido de carbono (CO) usado para producir el fosgeno, que contiene una determinada proporción de azufre dependiendo de su origen. El contenido en azufre resulta de nuevo predominantemente del contenido en azufre de las materias primas usadas para producir el CO. El fosgeno con un bajo contenido en azufre usado en el procedimiento según la invención puede producirse mediante diversos métodos conocidos por el experto en la técnica. Un modo de garantizar un bajo contenido en azufre en el

fosgeno es, por ejemplo, el uso de compuestos de partida en la producción de fosgeno que tienen ya un contenido en azufre correspondientemente bajo. En particular, el uso de CO con un contenido en azufre correspondientemente bajo es adecuado en este caso. Los expertos en la técnica conocen procedimientos para la producción de CO con un bajo contenido en azufre. Por tanto, por ejemplo, es posible usar CO obtenido mediante gasificación de carbón, reformado con vapor, reformado con CO₂, oxidación parcial de hidrocarburos u otros procedimientos. También puede obtenerse CO mediante separación de mezclas de gases que contienen CO. Se describen procedimientos de este tipo para la producción u obtención de CO por ejemplo en Chemische Technik (editores: Dittmeyer, Keim, Kreysa, Oberholz), 5ª edición, vol. 4, páginas 981-1007.

Se proporcionan enseñanzas adicionales sobre los requisitos rigurosos para la calidad del fosgeno, por ejemplo, en el documento US6900348 que describe un procedimiento para preparar isocianatos de color claro haciendo reaccionar una amina o una mezcla de dos o más aminas con fosgeno que contiene menos de 50 ppm de bromo o yodo o sus mezclas en forma molecular o unida. El documento US20040024244 enseña que el cloro con bajo contenido en bromo que va a usarse para la producción de isocianatos de color claro puede generarse oxidando el cloruro de hidrógeno producido en el procedimiento de producción de isocianato.

El documento EP-A-0 751 118 da a conocer un procedimiento para la preparación de isocianatos de color claro.

El cloro se produce industrialmente a partir de sal de roca, sal marina o cloruro de potasio extraído. En este caso, el cloro se produce habitualmente junto con sodio o hidróxido de sodio como coproducto mediante electrólisis de una disolución de sal de roca. Se usa cloruro de potasio de manera análoga para la producción de cloro junto con potasio o hidróxido de potasio. Las sales usadas en la electrólisis contienen habitualmente bromo y compuestos de yodo en cantidades de desde 30 hasta 3000 ppm y éstas forman bromo o yodo durante la electrólisis. Una desventaja del procedimiento descrito anteriormente es el alto coste de purificación requerido para reducir el contenido en bromo y yodo en el cloro usado para la síntesis de fosgeno hasta un grado tal que el fosgeno resultante que va a usarse en la producción de isocianato tenga el bajo contenido necesario de bromo, yodo, compuestos que contienen bromo o que contienen yodo. Las desventajas principales de la preparación de cloro de alta pureza convirtiendo el cloruro de hidrógeno producido en el procedimiento de producción de isocianato son el requisito de equipo de procedimiento de alto coste de capital adicional extensivo y los altos costes de electricidad.

Sigue habiendo la necesidad de un procedimiento para la fabricación de isocianatos de color claro haciendo reaccionar aminas con fosgeno en donde el fosgeno se produce usando cloro que puede contener bromo en el intervalo de 50 a 500 ppm en forma molecular o unida. Es además un objeto de la presente invención proporcionar isocianatos de color claro usando un método que evite al menos en algún grado las desventajas o los inconvenientes de los métodos de técnica anterior tal como se expuso anteriormente.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la fabricación de isocianatos de color claro, especialmente los de la serie de PMDI, mediante fosgenación de la amina correspondiente usando fosgeno producido a partir de cloro, cloro que puede contener bromo en el intervalo de 50 a 500 ppm en forma molecular o unida. Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la fabricación de isocianato, en el que el color del isocianato puede controlarse, ajustarse, cambiarse a un color más claro o más oscuro y/o mantenerse dentro de intervalos aceptables.

Uno o más de los objetivos anteriores se logran mediante un procedimiento para proporcionar isocianato según la presente invención.

Se ha encontrado sorprendentemente que esta necesidad puede satisfacerse fabricando el fosgeno en condiciones de control cuidadoso de la cantidad de CO en exceso presente en el procedimiento.

Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para fabricar isocianatos a partir de un compuesto de amina. El procedimiento comprende las etapas de

a) proporcionar cloro;

b) proporcionar monóxido de carbono;

c) hacer reaccionar dicho cloro y dicho monóxido de carbono para proporcionar fosgeno, proporcionándose el monóxido de carbono en un exceso molar ajustable;

d) proporcionar un compuesto de amina y fosgenar dicho compuesto de amina usando dicho fosgeno proporcionando de ese modo dicho isocianato; el procedimiento comprende además ajustar dicho exceso molar ajustable, es decir el exceso molar de monóxido de carbono, para ajustar el color del isocianato, en el que la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro en la etapa c está en un intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,025:1,000.

A menos que se indique otra cosa, "exceso molar de monóxido de carbono" significa el exceso molar de monóxido

de carbono con respecto a cloro en el reactor que proporciona fosgeno.

El exceso molar de monóxido de carbono puede expresarse como la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro. Un exceso molar significa una razón en moles que es mayor de, es decir está por encima de, 1:1.

Los límites precisos para el exceso molar o razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro, entre los que el ajuste da como resultado una variación del color del isocianato, dentro de intervalos aceptables, es también una función de las propiedades físicas y las condiciones de los reactores (incluyendo el uno o más catalizadores) y los instrumentos usados en el procedimiento de tanto proporcionar fosgeno como fosgenación de la amina.

Un intervalo aplicable para la razón en moles existente de monóxido de carbono con respecto a cloro según la invención puede ser menor de o igual a 1,025:1,000, es decir por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,025:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de más del 0% en moles hasta o igual al 2,5% en moles, tal como desde el 0,00001% en moles hasta el 2,5% en moles), tal como por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,020:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 2,0% en moles), por ejemplo por encima de 1,000: 1,000 hasta 1,015: 1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,5% en moles), como ejemplo incluso el intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,010:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,0% en moles).

Se conoce generalmente realizar la producción de fosgeno usando un exceso de monóxido de carbono para producir fosgeno que va a usarse para fosgenar aminas para dar los correspondientes isocianatos. La razón en moles típica de monóxido de carbono con respecto a cloro es de 1,030:1,000 a 1,100:1,000 (es decir del 3% en moles al 10% en moles) para proporcionar fosgeno para fosgenar compuestos de amina para dar isocianatos, tal como se describe en el documento US4764308. El uso de un exceso de cloro da como resultado que esté presente cloro en el fosgeno, que, cuando se usa como tal para la fosgenación, da como resultado la provisión de compuestos de isocianato que comprenden cloro y otros compuestos distintos de isocianato que comprenden cloro, por ejemplo el producto de la reacción del disolvente de fosgenación con cloro, lo que influye negativamente en el rendimiento y las propiedades del isocianato cuando se usa para proporcionar por ejemplo poliuretano tal como espuma de poliuretano y/o que requiere equipo de procedimiento adicional provisional con el fin de eliminarlo del producto o procedimiento de isocianato. Por tanto ha de impedirse la presencia de cloro en el fosgeno.

Según la presente invención, se encontró sorprendentemente que ajustando el exceso molar existente o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro, tal como está presente en la etapa de procedimiento c) ligeramente por encima de la cantidad estequiométrica, en particular en el intervalo de razones molares inferiores tales como por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,025: 1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de más del 0% en moles hasta o igual al 2,5% en moles, tal como desde el 0,00001% en moles hasta el 2,5% en moles), tal como por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,020: 1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 2,0% en moles), por ejemplo por encima de 1,000:1,000 hasta 1,015:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,5% en moles), como ejemplo incluso el intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,010:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,0% en moles), puede influirse en el color del isocianato obtenido usando el fosgeno proporcionado en la etapa d), es decir controlarse, ajustarse a y/o mantenerse al valor deseado. Éste es el caso en particular si el cloro usado comprende cantidades significativas de bromo, tal como en el intervalo de 30 ppm a 500 ppm, por ejemplo en el intervalo de 50 a 500 ppm.

Por tanto, según algunas realizaciones de la presente invención, el cloro usado en el procedimiento puede comprender bromo en el intervalo 30 a 500 ppm, por ejemplo en el intervalo 50 a 500 ppm en forma molecular o unida.

La ventaja es que no se requiere purificación de bromo a partir de gas cloro convencional, al tiempo que todavía pueden obtenerse grados de color aceptables para el isocianato resultante.

Según algunas realizaciones de la presente invención, el ajuste de dicho exceso molar ajustable puede comprender

- definir un exceso molar objetivo de dicho monóxido de carbono basándose en un color requerido del isocianato que va a obtenerse y
- controlar y ajustar la provisión de cloro y monóxido de carbono para llevar el exceso molar existente de dicho monóxido de carbono para que se aproxime y opcionalmente coincida con dicho exceso molar objetivo.

La adopción del color del isocianato ajustando dicho exceso molar ajustable puede realizarse

- definiendo un exceso molar objetivo de dicho monóxido de carbono basándose en un color requerido del isocianato que va a obtenerse y

- controlando y ajustando la provisión de cloro y monóxido de carbono para llevar el exceso molar existente de dicho monóxido de carbono en la etapa c) para que se aproxime y opcionalmente coincida con dicho exceso molar objetivo.

5 El exceso molar de monóxido de carbono que puede ajustarse significa que el exceso molar existente, por ejemplo por medio de la medición de la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro, puede controlarse y ajustarse durante el funcionamiento del procedimiento según la invención. El ajuste del exceso molar existente o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro puede realizarse por ejemplo cambiando el volumen de monóxido de carbono proporcionado, cambiando el volumen de cloro proporcionado, o ambos.

10 Pueden aplicarse medios para controlar el procedimiento mediante el uso de analizadores en línea para monóxido de carbono y halógenos (en donde los halógenos incluyen cloro molecular o bromo molecular o bromocloro molecular y similares) o determinación en línea o fuera de línea del cloro total o bromo total en el isocianato, tal como por ejemplo el producto de PMDI resultante. El control del procedimiento puede incluir calcular la cantidad o el contenido de monóxido de carbono y/o la cantidad de contenido de cloro en diversas corrientes de fluido, y calcular la razón de monóxido de carbono y cloro, basándose en valores calculados o medidos de parámetros y configuraciones de procedimientos, parámetros y/o configuraciones que se proporcionan a partir del procedimiento para fabricar el isocianato.

20 Tanto el cloro como el monóxido de carbono pueden proporcionarse como corrientes sin procesar nuevas de material, o pueden proporcionarse parcialmente como material reciclado. Puede obtenerse monóxido de carbono reciclado a partir de la purificación del fosgeno obtenido tras la etapa de procedimiento c) y/o la purificación del isocianato obtenido mediante la etapa de procedimiento d). Puede obtenerse cloro reciclado a partir del HCl formado en la etapa del procedimiento de fosgenación. La purificación de fosgeno o isocianato puede realizarse usando procedimientos bien conocidos por el experto.

25 Queda claro que los ajustes de los flujos de materia prima u opcionalmente corrientes de materiales reciclados pueden realizarse de cualquier modo conocido que se conoce bien en la técnica de realización de procedimientos químicos, por ejemplo mediante intervenciones manuales, por ejemplo para el ajuste de configuraciones de válvulas apropiadas, o ajustando los flujos de un modo controlado por medio de software de control en combinación con válvulas automatizadas controladas por dicho software de control.

Opcionalmente, el control y ajuste del exceso molar existente de monóxido de carbono puede comprender:

35 - definir o establecer un valor objetivo para el exceso molar o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro basándose en el color del isocianato que se pretende producir;

- obtener información, tal como información en tiempo real, sobre el exceso molar existente o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro presente en el procedimiento; y

40 - ajustar el exceso molar existente o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro para aproximar el exceso molar existente o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro al exceso molar objetivo o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro.

45 Opcionalmente, el control y ajuste del exceso molar de monóxido de carbono puede comprender o puede comprender adicionalmente redefinir o cambiar el valor objetivo para el exceso molar o la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro basándose en los requisitos de color cambiados del isocianato que se pretende producir, y/o basándose en condiciones de procedimiento cambiadas en las etapas c) y/o d), y/o basándose en propiedades cambiadas de las materias primas u opcionalmente recicladas usadas en los procedimientos. Estas materias primas y/o recicladas usadas en los procedimientos pueden ser por ejemplo el monóxido de carbono, cloro, compuesto(s) de amina, así como productos opcionalmente usados en el procedimiento, por ejemplo aditivos o disolventes.

55 Según algunas realizaciones de la presente invención, el compuesto de amina puede comprender diaminodifenilmetano.

El diaminodifenilmetano también puede denominarse DADPM o MDA. El compuesto de amina puede consistir incluso sustancialmente en una mezcla de isómeros de diaminodifenilmetano, tales como 4,4'-MDA, 2,4'-MDA en combinación con oligómeros u homólogos superiores de MDA.

60 La fosgenación de un producto de base que comprende diaminodifenilmetano, es decir isómeros u homólogos de MDA, da como resultado mezclas de poliisocianatos que comprenden diisocianato de metilendifenilo (MDI), normalmente una mezcla de isómeros de MDI, por ejemplo tal como 4,4'-MDI, 2,4'-MDI, y homólogos de MDI o poliisocianatos oligoméricos. Esta mezcla de poliisocianatos resultante se denomina a menudo MDI polimérico, o PMDI.

65

La ventaja de estas realizaciones es que el color del PMDI puede controlarse y mantenerse dentro de grados de color aceptables, grados que se determinan mediante el uso final del isocianato.

5 Este control cuidadoso de la razón de CO con respecto a cloro en la fabricación de fosgeno para la producción de isocianatos, tales como TDI y otros isocianatos, tales como isocianatos distintos de MDI, también puede ser beneficioso en cuanto a efectos favorables sobre la formación de impurezas, si éstas tienen un impacto sobre el color del producto final o sobre las impurezas en los productos o sobre la eficacia del procedimiento o similares. Según algunas realizaciones de la presente invención, el compuesto de amina puede comprender toluenodiaminas (en forma de isómeros individuales sustancialmente puros o mezclas de isómeros).

10 El color del isocianato producido puede caracterizarse usando técnicas en línea y fuera de línea. El color medido puede indicarse en cuanto a los diversos sistemas de "espacio de color" tales como Hunterlab Lab y CIE L*a*b* y puede determinarse o bien en el material de isocianato original o bien en una disolución del isocianato en un disolvente adecuado.

15 Indicando el color del isocianato en el sistema o espacio de color CIE L*a*b*, el isocianato tal como se proporciona mediante el procedimiento, es decir sin llevarse a disolución, puede tener un grado/valor de color de L* mayor de 30, preferiblemente mayor de 35, más preferido mayor de 40, todavía preferiblemente mayor de 45. En el espacio de color CIE L*a*b*, el grado o valor de color de L* es necesariamente menor de o igual a 100. Los grados o valores de color obtenidos de L* en el espacio de color CIE L*a*b* para los isocianatos que pueden obtenerse son normalmente menores de o iguales a 80, tal como menores de o iguales a 60.

20 Según algunas realizaciones de la presente invención, el color del isocianato obtenido mediante el procedimiento según la presente invención puede tener un grado/valor de CIE de color L* mayor de 30. También pueden surgir cambios en los parámetros a* o b* del espacio de color CIE determinados en el producto de isocianato como resultado de la presente invención y pueden ser beneficiosos en algunas aplicaciones.

25 Para medir los grados de color en el espacio de color HunterLab o el espacio de color CIE L*a*b*, normalmente se usa equipo de prueba HunterLab, tal como se conoce bien en la técnica.

30 Se observó que ajustando cuidadosamente el exceso de monóxido de carbono según la invención, en particular en el caso de una razón de monóxido de carbono con respecto a cloro que está en el intervalo por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,025:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de más del 0% en moles hasta o igual al 2,5% en moles, tal como desde el 0,00001% en moles hasta el 2,5% en moles), tal como por encima de 35 1,000:1,000 hasta o igual a 1,020:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 2,0% en moles), por ejemplo por encima de 1,000:1,000 hasta 1,015:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,5% en moles), como ejemplo incluso el intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,010:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,0% en moles), una parte significativa del bromo presente en el cloro antes de la provisión del fosgeno, acaba en el isocianato como bromo unido al isocianato o cualquiera de las especies en el isocianato proporcionado. Esto es en particular cierto cuando se realiza usando cloro que comprende cantidades superiores de bromo, tal como de 50 ppm a 500 ppm que están presentes en el cloro. Cuando la producción de fosgeno se realiza con altos excesos de monóxido de carbono, se observa menos bromo en forma unida en el isocianato.

45 Según algunas realizaciones del procedimiento de la presente invención, el isocianato obtenido puede comprender de 30 a 500 ppm de bromo en forma unida, tal como de 30 a 150 ppm de bromo en forma unida, por ejemplo de 50 a 150 ppm de bromo en forma unida.

50 Por tanto, según un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un isocianato obtenido mediante un procedimiento según el primer aspecto de la presente invención.

55 Un isocianato según el segundo aspecto de la presente invención puede comprender de 30 a 500 ppm de bromo en forma unida, tal como de 30 a 150 ppm de bromo en forma unida, por ejemplo de 50 a 150 ppm de bromo en forma unida.

Según algunas realizaciones, el isocianato puede tener un color que tiene un grado/valor de color de CIE L* mayor de 30.

60 Según un aspecto adicional de la presente invención, puede usarse un isocianato obtenido mediante un procedimiento según el primer aspecto de la presente invención para proporcionar poliuretano, tal como por ejemplo rígido de espuma de poliuretano flexible, recubrimientos de poliuretano, adhesivos y similares.

65 Los resultados obtenidos según la presente invención eran particularmente sorprendentes debido a que hasta ahora no se había reconocido que tal variación del exceso de CO usado para la fabricación de fosgeno usado para la preparación de isocianatos fuese suficiente para influir en el color del producto de un modo deseable. El color, que

es un aspecto de la calidad del isocianato, por ejemplo PMDI, puede determinarse por medio del ajuste del exceso de CO con respecto al cloro que está usándose en la fabricación de fosgeno.

5 Las reivindicaciones independientes y dependientes exponen características particulares y preferidas de la invención. Pueden combinarse características de las reivindicaciones dependientes con características de las reivindicaciones independientes u otras dependientes según sea apropiado.

10 Las características, los rasgos y las ventajas anteriores y otros de la presente invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, que ilustra, a modo de ejemplo, los principios de la invención. Esta descripción se facilita para el fin de ejemplo sólo, sin limitar el alcance de la invención.

15 La presente invención se describirá con respecto a realizaciones particulares. Debe observarse que el término "que comprende", usado en las reivindicaciones, no debe interpretarse como restringido a los medios enumerados después de eso; no excluye otros elementos o etapas. Ha de interpretarse por tanto que especifica la presencia de las características, etapas o componentes establecidos tal como se hace referencia a los mismos, pero no excluye la presencia o adición de una o más de otras características, etapas o componentes, o grupos de los mismos. Por tanto, el alcance de la expresión "un dispositivo que comprende medios A y B" no debe limitarse a dispositivos que consisten sólo en los componentes A y B. Significa que con respecto a la presente invención, los únicos componentes relevantes del dispositivo son A y B.

20 A lo largo de esta memoria descriptiva, se hace referencia a "una realización". Tales referencias indican que una característica particular, descrita en relación con la realización, se incluye en al menos una realización de la presente invención. Por tanto, las apariciones de la frase "en una realización" en diversos lugares a lo largo de esta memoria descriptiva no se refieren todas necesariamente a la misma realización, aunque pueden. Además, las características o los rasgos particulares pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones, tal como resultaría evidente para un experto habitual en la técnica a partir de esta divulgación.

Los siguientes términos se proporcionan únicamente para ayudar en la comprensión de la invención.

30 El término "bromo en forma molecular" significa moléculas que consisten totalmente en átomos de bromo. El término "bromo en forma unida" significa moléculas que comprenden no sólo bromo sino también átomos diferentes de los átomos especificados.

35 A menos que se especifique otra cosa, el término "ppm" significa partes en peso por millón de partes en peso.

40 La preparación de isocianato que tiene lugar en el procedimiento de la presente invención se lleva a cabo usando una secuencia y esquema de reacción conocidos por los expertos en la técnica, es decir haciendo reaccionar una amina o una mezcla de dos o más aminas con una cantidad súper estequiométrica de fosgeno. En principio es posible emplear todos los métodos en los que una amina primaria o una mezcla de dos o más aminas primarias se hacen reaccionar con fosgeno para formar uno o más grupos isocianato.

45 El fosgeno se prepara mediante reacción de monóxido de carbono [CO] y cloro [Cl₂] sobre uno o más catalizadores de carbono en uno o más reactores que pueden hacerse funcionar en serie o en paralelo o en cualquier combinación. Pueden usarse diferentes catalizadores simultáneamente en diferentes reactores. El CO sin reaccionar que queda en el fosgeno producido puede separarse, opcionalmente purificarse hasta el grado requerido y recircularse a la planta de fosgeno.

50 La provisión de fosgeno a partir de monóxido de carbono y cloro puede realizarse usando una reacción de una única fase o una reacción de múltiples fases usando reactores posteriores para convertir monóxido de carbono y cloro en fosgeno.

55 En el caso de que se lleve a cabo una reacción de múltiples fases para proporcionar fosgeno, es decir usando más de un reactor en secuencia para hacer reaccionar monóxido de carbono y cloro para dar fosgeno, la adopción del color del isocianato puede realizarse ajustando la razón de monóxido de carbono con respecto a cloro al menos en los reactores en donde el monóxido de carbono está en exceso, tales como al menos en el último reactor de la secuencia de reactores para producir fosgeno. Éste es en particular el caso de si se añade cloro y/o monóxido de carbono en la corriente de producto que fluye desde uno de los reactores hasta el reactor posterior, por ejemplo el último reactor. Algunos de los reactores pueden hacerse funcionar usando una cantidad subestequiométrica de monóxido de carbono. En los reactores que funcionan con un exceso de monóxido de carbono, el ajuste del exceso molar existente o razón en moles monóxido de carbono con respecto a cloro ligeramente por encima de la cantidad estequiométrica, en particular en el intervalo de razones molares inferiores tales como en el intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,025:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de más del 0% en moles hasta o igual al 2,5% en moles, tal como desde el 0,00001% en moles hasta el 2,5% en moles), tal como por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,020:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 2,0% en moles), por ejemplo por encima de 1,000:1,000 hasta 1,015:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,5% en moles), como ejemplo

incluso el intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,010:1,000 (es decir un exceso de monóxido de carbono de por encima del 0% en moles hasta o igual al 1,0% en moles) permite ajustar o controlar el color del isocianato obtenido usando el fosgeno proporcionado.

5 Alternativamente, no se añade monóxido de carbono o cloro adicional entre reactores posteriores en una reacción de múltiples fases. Por tanto la adopción del color del isocianato puede realizarse ajustando el exceso molar en el primer reactor de la secuencia de reactores para producir fosgeno.

10 En una etapa adicional, el fosgeno se hace reaccionar con al menos un compuesto de amina (es decir fosgenación de una amina), proporcionando un isocianato.

15 Tras la fosgenación de la amina, algo de CO también puede salir de la planta con el gas cloruro de hidrógeno que entonces se usa normalmente en uno o más procedimientos químicos convencionales ("exportado"). Las composiciones del monóxido de carbono, opcionalmente tanto el monóxido de carbono nuevo como el monóxido de carbono recirculado tras la producción del fosgeno, cloro, fosgeno, HCl de exportación y corrientes de gas de recirculación pueden monitorizarse por medio de técnicas analíticas en línea tales como cromatografía de gases, espectrometría de masas o técnicas espectroscópicas (UV-Vis, IR, NIR, etc.).

20 El control del funcionamiento de la planta de fosgeno, es decir la producción de fosgeno, y la producción posterior de isocianato mediante fosgenación de una amina correspondiente, en cuanto a lograr las razones deseadas de corrientes de gas de alimentación, puede llevarse a cabo mediante intervención manual o por medio de software de control y sistemas de válvulas correspondientes, y pueden incluir opcionalmente entradas basadas en la composición de producto de isocianato, tal como composición de producto de MDI, así como en la composición y/o el volumen de una o más de las diversas corrientes de gas.

25 En una realización de la invención, el procedimiento de la presente invención, es decir la reacción de la amina o la mezcla de dos o más aminas con el fosgeno, se lleva a cabo en un disolvente o una mezcla de dos o más disolventes.

30 Como disolvente, es posible usar todos los disolventes adecuados para la preparación de isocianatos.

35 Estos son preferiblemente hidrocarburos aromáticos, alifáticos o alicíclicos inertes o sus derivados halogenados. Ejemplos de tales disolventes son compuestos aromáticos tales como monoclorobenceno (MCB) o diclorobenceno, por ejemplo o-diclorobenceno, tolueno, xilenos, derivados de naftaleno tales como tetralina o decalina, alcanos que tienen desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 12 átomos de carbono, por ejemplo hexano, heptano, octano, nonano o decano, cicloalcanos tales como ciclohexano, ésteres inertes y éteres inertes tales como acetato de etilo o acetato de butilo, tetrahidrofurano, dioxano o difenil éter.

40 Como aminas, en principio es posible usar todas las aminas primarias que pueden reaccionar apropiadamente con fosgeno para dar isocianatos. Aminas adecuadas son, en principio, todas las monoaminas o poliaminas primarias lineales o ramificadas, saturadas o insaturadas, alifáticas o cicloalifáticas o aromáticas, siempre que éstas puedan convertirse en isocianatos por medio de fosgeno. Ejemplos de aminas adecuadas son 1,3-propilendiamina, 1,4-butilendiamina, 1,5-pentametilendiamina, 1,6-hexametilendiamina y los correspondientes homólogos superiores de esta serie, isofofonadiamina (IPDA), ciclohexildiamina, ciclohexilamina, anilina, fenilendiamina, p-toluidina, 1,5-naftilendiamina, 2,4- o 2,6-toluenodiamina o una mezcla de las mismas, 4,4'-, 2,4'- o 2,2'-difenilmetanodiamina o mezclas de las mismas y también derivados isoméricos, oligoméricos o poliméricos de peso molecular superior de las aminas y poliaminas mencionadas anteriormente. En una realización preferida de la presente invención, la amina usada es una amina de la serie de difenilmetanodiamina o una mezcla de dos o más de tales aminas.

50 Tras pasar por el procedimiento de la presente invención, los compuestos mencionados anteriormente están en forma de los correspondientes isocianatos, por ejemplo como 1,6-diisocianato de hexametileno, diisocianato de isofofona, isocianato de ciclohexilo, diisocianato de ciclohexilo, isocianato de fenilo, diisocianato de fenileno, isocianato de 4-tolilo, 1,5-diisocianato de naftileno, 2,4- o 2,6-diisocianato de tolileno o mezclas de los mismos, 4,4'-, 2,4'- o 2,2'-diisocianato de difenilmetano o mezclas de dos o más de los mismos, o derivados oligoméricos o poliméricos de peso molecular superior adicionales de los isocianatos mencionados anteriormente o como mezclas de dos o más de los isocianatos mencionados anteriormente o mezclas de isocianatos.

60 En una realización preferida de la presente invención, las aminas usadas son las difenilmetano-diaminas isoméricas, primarias (MDA) o sus derivados oligoméricos o poliméricos, es decir las aminas de la serie de difenilmetanodiamina. Se obtienen difenilmetanodiamina, sus oligómeros o polímeros, por ejemplo, mediante condensación de anilina con formaldehído. Tales oligoaminas o poliaminas o mezclas de las mismas se usan también en una realización preferida de la invención.

65 La reacción del fosgeno preparado según la presente invención y que va a usarse para los fines de la presente invención con una de las aminas mencionadas anteriormente o una mezcla de dos o más de tales aminas puede llevarse a cabo de manera continua o discontinua en una o más fases. Si se lleva a cabo una reacción en una única

fase, esta reacción tiene lugar preferiblemente a desde aproximadamente 60 hasta 200°C, por ejemplo a desde aproximadamente 130 hasta 180°C.

5 La reacción de fosgenación puede llevarse a cabo, por ejemplo, en dos fases. En este caso, en una primera fase, la reacción del fosgeno con la amina o la mezcla de dos o más aminas se lleva a cabo a desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 130°C, por ejemplo desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 110°C, o desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 70°C, permitiéndose un tiempo de desde aproximadamente 1 minuto hasta aproximadamente 2 horas para la reacción entre la amina y el fosgeno. Posteriormente, en una segunda fase, la temperatura se aumenta hasta desde aproximadamente 60 hasta aproximadamente 190°C, en particular desde aproximadamente 70 hasta 170°C, a lo largo de un periodo de, por ejemplo, desde aproximadamente 1 minuto hasta aproximadamente 5 horas, preferiblemente a lo largo de un periodo de desde aproximadamente 1 minuto hasta aproximadamente 3 horas. En una realización preferida de la invención, la reacción se lleva a cabo en dos fases.

15 Durante la reacción de fosgenación, puede aplicarse presión superatmosférica, en una realización adicional preferida de la invención, por ejemplo hasta aproximadamente 100 bar o menos, preferiblemente desde aproximadamente 1 bar hasta aproximadamente 50 bar o desde aproximadamente 2 bar hasta aproximadamente 25 bar o desde aproximadamente 3 bar hasta aproximadamente 12 bar. Sin embargo, la reacción también puede llevarse a cabo a presión atmosférica o a una presión por debajo de la presión ambiental.

20 El fosgeno en exceso se elimina preferiblemente a desde aproximadamente 50 hasta 180°C tras la reacción. La eliminación de las trazas restantes de disolvente se lleva a cabo preferiblemente a presión reducida, por ejemplo la presión debe ser de aproximadamente 500 mbar o menos, preferiblemente menos de 100 mbar. En general, los diversos componentes se separan en el orden de sus puntos de ebullición; también es posible separar mezclas de diversos componentes en una única etapa de procedimiento.

25 La presente invención proporciona además isocianatos de color claro tal como pueden prepararse mediante el procedimiento de la presente invención. Así como todos los métodos analíticos aplicados normalmente a la caracterización de isocianatos que conocen bien los expertos en la técnica, los isocianatos de color claro que se producen mediante la presente invención pueden caracterizarse adicionalmente mediante determinación del contenido en cloro total (por ejemplo mediante fluorescencia de rayos X), el contenido en bromo total (por ejemplo mediante fluorescencia de rayos X) y el color (por ejemplo valores de Hunterlab Lab o CIE L*a*b*).

30 La invención proporciona además el uso de isocianatos, que pueden prepararse mediante el procedimiento de la presente invención, para preparar compuestos de uretano, en particular poliuretanos. En una realización preferida de la invención, los isocianatos de la invención se usan para producir espumas de poliuretano tales como, por ejemplo, espumas rígidas, espumas semirrígidas, espumas integrales y espumas flexibles.

La invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos.

40 EJEMPLOS COMPARATIVOS 1 y 2

En el ejemplo comparativo 1, un procedimiento industrial, se alimentaron gas cloro que contenía aproximadamente 100 ppm de bromo (en forma no especificada) y CO gaseoso a un reactor de fosgeno que contenía un catalizador de carbono de manera que el exceso molar de CO con respecto a cloro era del 17,10% en moles, es decir una razón molar de monóxido de carbono con respecto a cloro de 1,171:1,000. El reactor es un reactor de tubo-carcasa, en el que los tubos se llenan con catalizador, dotándose el lado de la carcasa de un fluido de enfriamiento para evacuar la energía térmica obtenida haciendo reaccionar cloro y monóxido de carbono sobre el catalizador en el tubo. Se licuó el fosgeno resultante, se mezcló con MCB y se hizo reaccionar con una disolución de MDA polimérico en bruto en MCB en una cascada de recipientes con agitación para formar el isocianato. La mezcla que sale de la fosgenación se liberó de fosgeno y monoclorobenceno y se trató posteriormente de manera térmica según la técnica anterior. El color L* (en el espacio de color CIE L*a*b*) del MDI producido era de 24,7. Este exceso molar de CO con respecto a cloro del 17,1% en moles se fijó como una valor objetivo, mientras que la razón en moles existente o exceso molar varió dentro de intervalos normalmente aceptados tal como puede aplicarse en procedimientos industriales.

55 Para el ejemplo comparativo 2, los volúmenes de gas cloro que contenían aproximadamente 100 ppm de bromo (en forma no especificada) y monóxido de carbono gaseoso, gases que se proporcionaron al mismo reactor que se usó para el ejemplo comparativo 1, se cambiaron de manera que el exceso molar de CO con respecto a cloro era del 5% en moles, es decir una razón molar de monóxido de carbono con respecto a cloro de 1,050:1,000. Se licuó el fosgeno resultante, se mezcló con MCB y se hizo reaccionar con una disolución de MDA polimérico en bruto en MCB en una cascada de recipientes con agitación para formar el isocianato. La mezcla que sale de la fosgenación se liberó de fosgeno y monoclorobenceno y se trató posteriormente de manera térmica según la técnica anterior. El color L* (en el espacio de color CIE L*a*b*) del MDI producido era de 24,2. Este exceso molar de CO con respecto a cloro del 5% en moles se fijó como valor objetivo, mientras que durante la ronda de producción se observó una desviación del exceso molar existente dentro de intervalos generalmente aceptables.

65 Tal como queda claro, el ajuste o la variación de la razón molar de monóxido de carbono/cloro desde 1,171:1,000

hasta 1,050:1,000 tiene sólo una influencia significativa menor sobre el color del MDI obtenido. Simplemente se obtienen 0,5 puntos de diferencia para el valor L* (en el espacio de color CIE L*a*b*) para un aumento de aproximadamente el 12% en moles del exceso de monóxido de carbono. El ajuste de la razón en este intervalo por tanto no puede usarse para ajustar o controlar el color del MDI producido.

5

EJEMPLOS 1 a 7

En el ejemplo 1 según la invención, en el mismo procedimiento industrial y usando los mismos reactores, se alimentaron gas cloro que contenía aproximadamente 100 ppm de bromo (en forma no especificada) y CO gaseoso a un reactor de fosgeno que contenía un catalizador de carbono de manera que el exceso molar de CO con respecto a cloro era del 0,4% en moles. Se licuó el fosgeno resultante, se mezcló con MCB y se hizo reaccionar con una disolución de MDA polimérico en bruto en MCB en una cascada de recipientes con agitación para formar el isocianato. La mezcla que sale de la fosgenación se liberó de fosgeno y monoclorobenceno y se trató posteriormente de manera térmica según la técnica anterior. El color L* (en el espacio de color CIE L*a*b*) del MDI producido era de 42,9.

10

15

Con el fin de realizar el procedimiento según un segundo ejemplo, en el mismo procedimiento industrial, los volúmenes de gas cloro que contenía aproximadamente 100 ppm de bromo (en forma no especificada) y monóxido de carbono gaseoso, corrientes de gas que se alimentaron a un reactor de fosgeno que contenía un catalizador de carbono, se cambiaron de manera que el exceso molar de CO con respecto a cloro era del 0,8% en moles. Se licuó el fosgeno resultante, se mezcló con MCB y se hizo reaccionar con una disolución de MDA polimérico en bruto en MCB en una cascada de recipientes con agitación para formar el isocianato. La mezcla que sale de la fosgenación se liberó de fosgeno y monoclorobenceno y se trató posteriormente de manera térmica según la técnica anterior. El color L* (en el espacio de color CIE L*a*b*) del MDI producido era de 41,1.

20

25

Se realizó el mismo procedimiento industrial usando diversas configuraciones para la razón de monóxido de carbono con respecto a cloro, tal como se expone adicionalmente en los ejemplos 3 a 7 de la tabla 1.

Tabla 1

30

Ejemplo	Exceso de monóxido de carbono (% en moles)	Razón molar de monóxido de carbono con respecto a cloro (-)	L* en el espacio de color CIE L*a*b* (-)
Ejemplo comparativo 1	17,1	1,171:1,000	24,7
Ejemplo comparativo 2	5,0	1,050: 1,000	24,2
Ejemplo 1	0,4	1,004:1,000	42,9
Ejemplo 2	0,8	1,008: 1,000	41,1
Ejemplo 3	0,1	1,001: 1,000	52,0
Ejemplo 4	0,0*	1,000: 1,000*	50,4
Ejemplo 5	0,2	1,002:1,000	54,7
Ejemplo 6	0,4	1,004:1,000	47,0
Ejemplo 7	0,3	1,003:1,000	49,0

*: monóxido de carbono presente en cantidad ligeramente por encima de la estequiométrica.

Tal como queda claro a partir de la tabla 1, en el caso de que el exceso de monóxido de carbono se mantenga bajo, tal como en el intervalo del 0% en moles hasta el 2,5% en moles, tal como en el intervalo del 0% en moles hasta el 2,0% en moles), preferiblemente en el intervalo del 0% en moles hasta el 1,5% en moles, más preferido en el intervalo del 0% en moles al 1,0% en moles, ajustes menores del exceso de monóxido de carbono permiten el ajuste o control del color del isocianato obtenido usando el fosgeno proporcionado. Por medio del ajuste del exceso de monóxido de carbono, pueden compensarse al menos en algún grado las desviaciones o variaciones de color que se producen en el procedimiento debido a otros factores.

35

40

La comparación de los resultados entre los ejemplos comparativos y los ejemplos demuestra un buen aclaramiento del color de MDI en bruto cuando se usa fosgeno preparado a partir de CO y cloro que contiene aproximadamente 100 ppm de bromo mediante el control cuidadoso del CO en exceso. Se observó que el color del isocianato puede mejorarse y mantenerse bajo control.

45

Ha de entenderse que aunque se han comentado realizaciones preferidas y/o materiales para proporcionar realizaciones según la presente invención, pueden hacerse diversas modificaciones o cambios sin apartarse del alcance y espíritu de esta invención.

50

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para fabricar isocianatos a partir de un compuesto de amina, comprendiendo el procedimiento las etapas de
- 5 a) proporcionar cloro;
- b) proporcionar monóxido de carbono;
- 10 c) hacer reaccionar dicho cloro y dicho monóxido de carbono para proporcionar fosgeno, proporcionándose el monóxido de carbono en un exceso molar ajustable;
- d) proporcionar un compuesto de amina y fosgenar dicho compuesto de amina usando dicho fosgeno proporcionando de ese modo dicho isocianato;
- 15 en el que el procedimiento comprende además ajustar dicho exceso molar ajustable para ajustar el color del isocianato, la razón en moles de monóxido de carbono con respecto a cloro en la etapa c está en un intervalo de por encima de 1,000:1,000 hasta o igual a 1,025:1,000.
- 20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho cloro comprende bromo en el intervalo 50 a 500 ppm en forma molecular o unida.
3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en el que ajustar dicho exceso molar comprende
- 25 - definir un exceso molar objetivo de dicho monóxido de carbono basándose en un color requerido del isocianato que va a obtenerse y
- controlar y ajustar la provisión de cloro y monóxido de carbono para llevar el exceso molar existente de dicho monóxido de carbono para que se aproxime y opcionalmente coincida con dicho exceso molar objetivo.
- 30 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el compuesto de amina comprende diaminodifenilmetano.
- 35 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el color del isocianato tiene un grado/valor de color de CIE L * mayor de 30.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho isocianato comprende de 30 a 150 ppm de bromo en forma unida.
- 40 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el ajuste de dicho exceso molar ajustable comprende
- 45 - definir un exceso molar objetivo de dicho monóxido de carbono basándose en un color requerido del isocianato que va a obtenerse y
- controlar y ajustar la provisión de cloro y monóxido de carbono para llevar el exceso molar existente de dicho monóxido de carbono para que se aproxime y opcionalmente coincida con dicho exceso molar objetivo.
- 50 8. Uso de un isocianato obtenido mediante un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, para proporcionar poliuretano.