

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 642 901**

51 Int. Cl.:

C01B 7/07 (2006.01)

B01D 53/22 (2006.01)

C01B 32/80 (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.06.2012 PCT/EP2012/061395**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.02.2013 WO13026591**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.06.2012 E 12729498 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.09.2017 EP 2744748**

54 Título: **Procedimiento para separar fosgeno y cloruro de hidrógeno a partir de una corriente de fluido que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno**

30 Prioridad:

19.08.2011 EP 11178124

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

20.11.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MOUZER, RABAH y
SCHEFFER, RAMON**

74 Agente/Representante:

LOZANO GANDIA, José

ES 2 642 901 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 SEPARAR FOSGENO Y CLORURO DE HIDRÓGENO A PARTIR DE UNA CORRIENTE DE FLUIDO QUE COMPRENDE FOSGENO Y CLORURO DE HIDRÓGENO

DESCRIPCIÓN

5 La presente invención se refiere a procedimientos para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente mediante fosgenación de la amina. En particular la invención se refiere a la purificación y/o separación de cloruro de hidrógeno y fosgeno en las corrientes de efluente de tales procedimientos.

10 En procedimientos en los que las aminas se convierten en isocianatos usando fosgeno, tal como se conoce bien en la técnica, una desventaja es que en el procedimiento de fosgenación, normalmente se usa un exceso de fosgeno, o que la fosgenación normalmente no consume todo el fosgeno en la mezcla de reacción, mientras que se obtiene cloruro de hidrógeno mediante la conversión de un grupo amina en un grupo isocianato. Por tanto, normalmente la mezcla de reacción, o bien gaseosa o bien líquida, por ejemplo todos los componentes disueltos en un disolvente, comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno.

15 A menudo el cloruro de hidrógeno se separa de la reacción, y puede usarse en otros procedimientos o como corriente de recirculación, siempre que el cloruro de hidrógeno se purifique para cumplir las necesidades de su uso adicional.

20 A menudo existe la necesidad de retirar el fosgeno del cloruro de hidrógeno, tal como se describe por ejemplo en el documento EP1575906A.

25 El documento JP 9 131516 A describe una membrana que puede usarse para concentrar compuestos inorgánicos. El documento US2009/209784 A1 describe un procedimiento para la separación de HCl de fosgeno en una planta de isocianato.

30 Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para separar fosgeno y cloruro de hidrógeno de una corriente de fluido que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno, procedimiento que es menos caro en consumo de energía. El procedimiento según la invención puede reducir el tamaño o incluso evitar la necesidad de usar torres de absorción, columnas de separación, torres de destilación y similares, para separar eficazmente el fosgeno del cloruro de hidrógeno. El procedimiento según la invención puede mejorar el rendimiento y/o la eficacia de la separación de fosgeno y cloruro de hidrógeno en una operación continua.

35 El procedimiento para separar cloruro de hidrógeno de fosgeno según la invención puede ser de diseño menos complejo, puede requerir menos equipo y/o coste de instalación del equipo, y es de uso menos complejo, en comparación con procedimientos convencionales para retirar cloruro de hidrógeno de fosgeno.

40 Un primer aspecto proporciona un procedimiento para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente mediante fosgenación de dicha amina, comprendiendo el procedimiento las etapas de

- 45 ▪ proporcionar una mezcla de reacción que comprende una amina (10) y fosgeno (11) a un reactor (100) de fosgenación;
- 50 ▪ convertir al menos parcialmente la amina y el fosgeno en dicha mezcla de reacción en el componente de isocianato correspondiente y cloruro de hidrógeno, proporcionando de ese modo una corriente (20) de isocianato líquida que comprende dicho componente de isocianato, fosgeno y cloruro de hidrógeno;
- 55 ▪ retirar al menos parte de dicho fosgeno y al menos parte de dicho cloruro de hidrógeno de dicha corriente de isocianato líquida como una mezcla (22) gaseosa, en el que la etapa de retirar comprende:
 - 60 ○ condensar al menos parcialmente la mezcla gaseosa proporcionando una mezcla (31) de productos intermedios líquida y una corriente (32) de fluido inicial gaseosa que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno;
 - 65 ▪ evacuar al menos parte del cloruro de hidrógeno de dicha corriente (32) de fluido inicial gaseosa formando una primera corriente de fluido que es un corriente (41) gaseosa empobrecida en fosgeno y enriquecida en cloruro de hidrógeno, y una segunda corriente de fluido que es una corriente (42) enriquecida en fosgeno y empobrecida en cloruro de hidrógeno, en el que la evacuación comprende alimentar dicha corriente de fluido inicial gaseosa a una unidad (400) de separación de membrana, separando dicha unidad de separación de membrana dicha corriente de fluido inicial en dicha primera y dicha segunda corriente de fluido.

Un segundo aspecto proporciona un procedimiento para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente mediante fosgenación de dicha amina, comprendiendo el procedimiento las etapas de

célula la primera corriente de fluido, y proporcionando el material retenido la segunda corriente de fluido.

En el caso de que la unidad de separación de membrana comprenda más de una célula de separación, estas células pueden acoplarse entre sí en paralelo, es decir la corriente de fluido inicial se usa como alimentación de todas las células de separación, combinándose los materiales permeados de estas células para proporcionar la primera corriente de fluido, y combinándose el material retenido de estas células para proporcionar la segunda corriente de fluido. Alternativamente, estas más de una célula pueden acoplarse en serie. En su forma más sencilla, la corriente de fluido inicial se usa como alimentación de la primera célula de las N células en series, la alimentación de cada célula posterior es el material retenido de la célula previa. El primer fluido es la combinación de todos los permeados de las células, mientras que la segunda corriente de fluido es el material retenido de la última célula en la serie. Alternativamente, la corriente de fluido inicial se usa como alimentación de la primera célula de las N células en serie, la alimentación de cada célula posterior es el material retenido o el material permeado de una célula previa. Las corrientes de fluido primera y segunda son combinaciones apropiadas de materiales permeados y/o materiales retenidos de las células en los extremos de la serie. Preferiblemente, la primera corriente de fluido es la combinación de materiales permeados de las células en los extremos la serie, mientras que la segunda corriente de fluido es la combinación de materiales retenidos de las células en los extremos de la serie.

Se entiende que más de una serie de células de separación pueden disponerse en paralelo, es decir la corriente de fluido inicial se usa como alimentación de las primeras células de separación de cada serie, y cada una de las series proporciona una parte de la primera y segunda corriente de fluido. Pueden tomarse medidas para evitar la condensación de los fluidos gaseosos entre células posteriores. Por ejemplo pueden proporcionarse condensadores o calentadores entre células consecutivas. Alternativa o adicionalmente, las células pueden ser también por sí mismas de temperatura controlada, por ejemplo estar dotadas de un medio de calentamiento y/o enfriamiento.

Como tal, se obtiene una separación parcial de fosgeno y cloruro de hidrógeno presentes en la corriente de fluido inicial.

Membranas adecuadas son membranas de cerámica, vidrio, carbono, metal, híbridas o poliméricas, siendo la membrana porosa o no porosa. Preferiblemente se usan membranas a base de carbono, membranas a base de carburo de silicio, membranas de poliimida, membranas de PEEK, membranas de zeolita o membranas a base de perfluoropolímero.

Se entiende que también puede seleccionarse una membrana que es más permeable para fosgeno y menos permeable para cloruro de hidrógeno, proporcionando un efecto similar.

Puesto que la membrana o membranas usadas son más permeables para un componente, preferiblemente para cloruro de hidrógeno, en comparación con la permeabilidad para los otros componentes, preferiblemente fosgeno, el componente para el que la membrana es más permeable pasará más fácilmente a través de la membrana. Para mejorar la permeación de este componente, preferiblemente se aplica una diferencia de presión entre ambos lados de la membrana. Esta diferencia de presión está preferiblemente en el intervalo de 1 a 50 bara.

Posiblemente la presión en el lado de material retenido está por encima de la atmosférica, mientras que la presión en el lado de material permeado de la membrana es inferior a la atmosférica, es decir se aplica un vacío al lado de material permeado. Se aplica preferiblemente una presión por encima de la atmosférica en el intervalo de 1,2 a 4 bara al lado de material retenido, mientras que en el lado de material permeado, se aplica preferiblemente un vacío de 0,1 a 0,9 bara.

Posiblemente se proporciona un gas de barrido al lado de material permeado de la membrana o membranas para facilitar la evacuación de los componentes que han pasado a través de la membrana. Gases de barrido adecuados son nitrógeno, vapor u otros gases tales como monoclorobenceno cuando se trabaja a presión reducida. Pueden obtenerse ventajas adicionales del uso de uno o más gases de barrido que actúan como disolvente para uno o más de los componentes del procedimiento de producción global.

Según algunas realizaciones, la segunda corriente de fluido puede ser una corriente gaseosa.

La corriente de fluido inicial que es una corriente gaseosa, puede comprender además otros componentes en forma gaseosa, por ejemplo vapor de agua u otros disolventes en forma gaseosa, por ejemplo monoclorobenceno, 1,2-diclorobenceno, 1,3-diclorobenceno o 1,4-diclorobenceno. Dependiendo de los parámetros del procedimiento y del tipo de membrana usada en la unidad de separación de membrana, estos otros componentes gaseosos pueden estar presentes en la primera y/o la segunda corriente de fluido obtenida mediante el método.

Lo más preferido, se selecciona una membrana que es sustancialmente impermeable para o bien fosgeno o bien cloruro de hidrógeno. Puede obtenerse una retirada parcial o completa del componente para el que la membrana es sustancialmente impermeable.

Membranas típicas son membranas de cerámica, vidrio, carbono, metal, híbridas o poliméricas, siendo la membrana

porosa o no porosa. Preferiblemente se usan membranas a base de carbono, membranas a base de carburo de silicio, membranas de poliimida, membranas de PEEK, membranas de zeolita, cualquier membrana a base de perfluoropolímero o membranas de polidimetilsiloxano (PDMS).

5 El procedimiento según los aspectos de la invención puede aplicarse en procedimientos para convertir prácticamente toda la amina en su isocianato correspondiente a través de fosgenación. Los procedimientos son adecuados para su uso en la fosgenación de entre otros toluenodiamina (TDA) para dar diisocianato de tolueno (TDI), hexametildiamina (HDA) para dar diisocianato de hexametileno (HDI), isoforonodiamina (IPDA) para dar diisocianato de isoforona (IPDI), metilendiciclohexilamina (H12MDA) para dar isocianato de metilendiciclohexilo (H12MDI). Se entiende que las aminas mencionadas pueden usarse en forma en bruto, es decir como mezclas de isómeros y otros componentes obtenidos mediante el procedimiento de producción para proporcionar la amina tal como se conoce bien en la técnica.

15 Preferiblemente la amina es polifenilpoliaminas con puente de metileno en bruto (también denominadas MDA). Estas polifenilpoliaminas con puente de metileno en bruto son normalmente una mezcla de los isómeros de metilendifenildiamina (denominados 2,2'MDA, 2,4'MDA y 4,4'MDA), en combinación con polifenilpoliaminas con puente de metileno que comprenden más de 2 grupos fenilo y más de 2 grupos amina en su estructura. Estas polifenilpoliaminas con puente de metileno en bruto normalmente se preparan a partir de anilina, o derivados de anilina, haciéndolas reaccionar con formaldehído en presencia de una disolución de un ácido fuerte tal como, por ejemplo, ácido clorhídrico, sulfúrico o fosfórico. Puede proporcionarse formaldehído en diversas formas, preferiblemente como una disolución acuosa. También se conocen procedimientos catalizados con ácido sólido. El fosgeno y el cloruro de hidrógeno, es decir al menos parte del mismo, se retiran de la corriente de isocianato líquida como una mezcla gaseosa que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno. Esta mezcla obtenida tras la fosgenación de la amina y separada de la corriente de isocianato líquida, normalmente comprende del 15 al 50% en peso de fosgeno, del 30 al 80% en peso cloruro de hidrógeno, y del 0,01 al 40% en peso de disolvente, normalmente MCB. El disolvente se usa para facilitar la fosgenación de las aminas en forma líquida y se usa para disolver la amina y el fosgeno antes de mezclar y hacer reaccionar estos dos componentes. Tal mezcla gaseosa que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno se proporciona normalmente a temperaturas de por encima de 75°C, normalmente en el intervalo de -30 a 160°C. La presión típica de la mezcla gaseosa está en el intervalo de 2 a 40 bara.

Según algunas realizaciones, la mezcla de reacción de una amina y fosgeno puede comprender además un disolvente.

35 El disolvente normalmente es inerte en la reacción de amina y fosgeno. Normalmente se usa MCB.

Según algunas realizaciones, la corriente de fluido inicial que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno puede comprender además al menos parte de dicho disolvente.

40 Según algunas realizaciones, la corriente de fluido inicial es una corriente gaseosa.

Según el primer aspecto, la retirada de al menos parte del fosgeno y al menos parte del cloruro de hidrógeno de la corriente de isocianato líquida comprende

- 45
- retirar al menos parte de dicho fosgeno y al menos parte de dicho cloruro de hidrógeno de dicha corriente de isocianato líquida como una mezcla gaseosa;
 - condensar al menos parcialmente la mezcla gaseosa proporcionando una mezcla de productos intermedios líquida y siendo dicha corriente de fluido inicial una corriente gaseosa;
- 50
- usar dicha corriente de fluido inicial que es una corriente gaseosa para alimentar dicha unidad de separación de membrana.

55 Según algunas realizaciones, la segunda corriente de fluido de la unidad de separación de membrana puede condensarse y combinarse con la mezcla de productos intermedios líquida.

Según el segundo aspecto, la retirada de al menos parte del fosgeno y al menos parte del cloruro de hidrógeno de la corriente de isocianato líquida comprende

- 60
- retirar al menos parte de dicho fosgeno y al menos parte de dicho cloruro de hidrógeno de dicha corriente de isocianato líquida como una mezcla gaseosa;
 - condensar al menos parcialmente la mezcla gaseosa proporcionando una mezcla de productos intermedios líquida y una mezcla de productos intermedios gaseosa;
- 65
- destilar y/o separar y/o lavar con un disolvente de la mezcla de productos intermedios gaseosa y/o la

mezcla de productos intermedios líquida para proporcionar una mezcla de ventilación gaseosa que comprende cloruro de hidrógeno y fosgeno;

- 5 ▪ usar la mezcla de ventilación gaseosa como corriente de fluido inicial para alimentar dicha unidad de separación de membrana.

La evaluación de al menos parte del cloruro de hidrógeno de la mezcla gaseosa comprende usar la mezcla gaseosa como corriente de fluido inicial alimentada a la unidad de separación de membrana.

10 Según algunas realizaciones, la condensación puede incluir enfriar la mezcla gaseosa hasta una temperatura en el intervalo de 60 a 20°C.

15 Según algunas realizaciones, la condensación puede incluir enfriar la mezcla gaseosa hasta una temperatura en el intervalo de 20 a -40°C.

Por tanto el enfriamiento puede realizarse en fases posteriores.

20 El uso de una o más unidades de separación de membrana puede dar como resultado el aumento del punto de condensación aparente o presión de vapor parcial de fosgeno en la corriente o corrientes de producto que se enfrían para condensar el fosgeno.

Posiblemente, el volumen de corrientes gaseosas que van comprimirse puede reducirse.

25 Posiblemente, el uso de una unidad o unidades de separación de membrana puede evitar parcial o completamente la necesidad de un fluido de absorción.

30 Según algunas realizaciones, la primera corriente de fluido de la unidad de separación de membrana puede destilarse y/o separarse y/o lavarse con un disolvente que reduce además el contenido de fosgeno en la primera corriente de fluido.

35 En el caso de que se use un disolvente, tal como MCB, la primera corriente de fluido puede comprender disolvente, opcionalmente sólo trazas del disolvente y puede estar sustancialmente libre de fosgeno. La primera corriente de fluido, opcionalmente tras la destilación, el lavado y/o la separación, puede comprimirse y opcionalmente enfriarse para presurizar el cloruro de hidrógeno, al tiempo que se condensa el disolvente junto con parte del cloruro de hidrógeno.

40 Trazas de disolvente ha de entenderse que comprende el fluido con una cantidad de disolvente en el intervalo de 1 ppm al 1% en peso, preferiblemente de 1 ppm a 100 ppm. Sustancialmente libre de fosgeno significa que el fluido comprende de 1 ppm al 0,1% en peso, preferiblemente de 1 ppm a 100 ppm de fosgeno.

45 El uso del procedimiento según la presente invención para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente puede dar como resultado una corriente de cloruro de hidrógeno sustancialmente puro. Cloruro de hidrógeno sustancialmente puro significa que el fluid comprende de 1 ppm al 0,1% en peso, preferiblemente de 1 ppm a 100 ppm de fosgeno. Este cloruro de hidrógeno sustancialmente puro puede usarse en otros procesos químicos ejecutados en la misma planta química. Alternativamente este cloruro de hidrógeno puede transportarse a ubicaciones remotas, o puede usarse para proporcionar ácido clorhídrico, combinando el cloruro de hidrógeno con agua. Como ejemplo, en el caso de que el isocianato preparado sea diisocianato de metilendifenileno (MDI), el cloruro de hidrógeno puede recircularse a la instalación de producción (como cloruro de hidrógeno gaseoso o como ácido clorhídrico líquido) cuando se condensan anilina y formaldehído para dar metilendifenilendiamina, la amina precursora del presente procedimiento para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente mediante fosgenación de dicha amina. Se sabe, por ejemplo, añadir cloruro de hidrógeno gaseoso a mezclas de anilina/agua.

50 Lo más preferido, la segunda corriente gaseosa comprende el fosgeno presente en la corriente de fluido inicial, junto con restos de disolvente opcional en el caso de que la reacción de fosgenación se lleve a cabo en presencia de disolvente, por ejemplo MCB. Esta corriente gaseosa puede recircularse a la conversión de amina y fosgeno en isocianato y cloruro de hidrógeno.

55 La ventaja de los procedimientos según la presente invención es que la limpieza de las corrientes gaseosas puede realizarse de un modo más económico y eficaz, usando menos energía. En comparación con procedimientos de la técnica anterior, la retirada de al menos parte del fosgeno del efluente de cloruro de hidrógeno valioso del procedimiento a través de separación con membrana no requiere una cantidad significativa de energía. Por ejemplo, en comparación con un procedimiento en el que la retirada del fosgeno se lleva a cabo usando columnas de destilación sólo, que requiere una cantidad significativa de energía para bombear y enfriar los líquidos y los gases en tales columnas.

Las reivindicaciones dependientes e independientes 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.

5 Las anteriores y otras características, rasgos y ventajas de la presente invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, tomada conjuntamente con los dibujos adjuntos, que ilustran, a modo de ejemplo, los principios de la invención. Esta descripción se facilita para fines de ejemplo sólo, sin limitar el alcance de la invención. Las figuras de referencia citadas a continuación se refieren a los dibujos adjuntos.

10 Las figuras 1, 2, 3 y 4 son vistas esquemáticas de procedimientos para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente según la invención.

Las figuras 5, 6 y 7 muestran esquemáticamente disposiciones alternativas de células de separación en una unidad de separación de membrana tal como se usa según la presente invención.

15 Las figuras 8 a 12 son vistas esquemáticas de procedimientos alternativos o partes de procedimientos para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente según la invención.

20 La figura 13 es una configuración experimental usada para facilitar la demostración de los procedimientos según la invención. Los mismos signos de referencia se refieren a elementos iguales, similares o análogos en las diferentes figuras.

25 La presente invención se describirá con respecto a realizaciones particulares. Debe indicarse que el término "que comprende", usado en las reivindicaciones, no debe interpretarse como restringido a los medios enumerados después; no excluye otros elementos o etapas. Por tanto, debe interpretarse que especifica la presencia de las características, etapas o componentes establecidos tal como se les hace referencia, 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. A lo largo de toda 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 toda esta memoria descriptiva no están refiriéndose todas necesariamente a la misma realización, aunque podrían. Además, las características o rasgos particulares pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones, tal como resultaría evidente para un experto habitual en la técnica.

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

40 Excepto si se establece explícitamente de manera diferente, cuando se hace referencia a % en peso o "tanto por ciento en peso" de un componente, esta cifra se refiere al peso de este componente con respecto al peso total del fluido o producto en el que está presente el componente en ese momento, expresándose la razón como porcentaje.

45 A menos que se indique otra cosa, el término "bara" es una referencia a la presión absoluta expresada en la unidad "bar", en la que 1 bar es igual a 100 kPa y 0,987 atm.

No se insinúa nada sobre la naturaleza física o química de la especie química, por ejemplo disolventes, cuando dicha especie está en o sobre la membrana.

50 La figura 1 muestra esquemáticamente un procedimiento para la conversión de una amina, en particular MDA, en el componente de isocianato correspondiente, que es MDI, mediante fosgenación de esta amina. Se proporciona una mezcla de reacción que comprende MDA y fosgeno a un reactor 100 de fosgenación. Esto se realiza proporcionando MDA disuelto en MCB a través de la corriente 10 y fosgeno disuelto en MCB a través de la corriente 11. Normalmente se proporciona un exceso de fosgeno en el reactor 100. El reactor puede ser, tal como se conoce en la técnica, una serie de reactores consecutivos, a través de los cuales la mezcla de reacción pasa de uno a otro. Al menos parte del MDA se convierte en MDI, produciendo de ese modo cloruro de hidrógeno. Al final de la reacción en el reactor 100, se obtiene una corriente 20 de isocianato líquida que comprende el componente de isocianato, el fosgeno en exceso o sin reaccionar y cloruro de hidrógeno.

60 La corriente 20 de isocianato líquida se somete a destilación y separación para retirar parte del disolvente y trazas residuales de fosgeno y HCl en el reactor 200, proporcionando de ese modo una mezcla gaseosa 22 que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno, y siendo parte del disolvente MCB. El isocianato y el resto del disolvente MCB se recupera como corriente 21.

65 La mezcla 22 gaseosa tiene una temperatura de normalmente 50 a 200°C. La mezcla gaseosa se enfría en un tren 300 de enfriamiento, en donde en fases consecutivas, usando enfriamiento con aire ambiental, enfriamiento con agua ambiental y enfriamiento usando un refrigerante, la temperatura de la mezcla gaseosa se reduce hasta de

normalmente 100 a -35°C. Al enfriar la mezcla 22 gaseosa, el fosgeno y el MCB se condensan y se extraen como corriente 31, que es la combinación de diversas corrientes obtenidas entre las diferentes fases de enfriamiento, es decir las corrientes 31a, 31b, 31c y 31d. En esta corriente 31, puede estar presente también algo de cloruro de hidrógeno.

5 Al menos parte del cloruro de hidrógeno se evacúa de la mezcla 32 gaseosa enfriada usando una unidad 400 de separación de membrana, que comprende dos células 401 y 402 de separación, que están acopladas en serie.

10 En esta unidad 400 de separación de membrana, la mezcla 32 gaseosa enfriada es la corriente de fluido inicial que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno, que se alimenta a la unidad 400 de separación de membrana. En la primera célula 401 de separación de la unidad 400 de separación de membrana, esta mezcla 32 gaseosa se separa en una corriente 41 de material permeado y una corriente 42 de material retenido. La corriente 41 de material permeado comprende cloruro de hidrógeno y algo de MCB y fosgeno residual.

15 Diversos tipos de materiales tales como cerámica, vidrio, carbono, metal, híbrido o polímeros pueden usarse como material de membrana. La membrana puede ser porosa o no porosa. La unidad de separación de membrana o sistema de membrana puede comprender uno o más módulos, es decir un elemento que soporta una membrana en un bastidor. Los módulos pueden ser por ejemplo, pero no se limitan a los mismos, un módulo de placa y bastidor, un módulo enrollado en espiral, un módulo tubular, un módulo capilar o una membrana de fibra hueca.

20 La corriente 42 de material retenido comprende fosgeno, cloruro de hidrógeno y MCB. En la segunda célula 402 de separación de la unidad 400 de separación de membrana, esta corriente 42 de material retenido se separa en una corriente 43 de material permeado y una corriente 44 de material retenido. La membrana usada es similar o incluso idéntica a la de la primera célula 401. Como tal, la mezcla 32 gaseosa enfriada, que es la corriente de fluido inicial que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno de la unidad 400 de separación de membrana, se separa en una
25 primera corriente 45 gaseosa, que es una corriente empobrecida en fosgeno y enriquecida en cloruro de hidrógeno obtenida combinando las corrientes 41 y 43 de de material permeado, y en una segunda corriente gaseosa que es la corriente 44 de material retenido.

30 Esta segunda corriente 44 gaseosa puede condensarse y combinarse adicionalmente con la corriente 31 para proporcionar un fluido 50 rico en fosgeno que comprende además cloruro de hidrógeno y MCB. Esta corriente 50 rica en fosgeno puede recircularse a la etapa de fosgenación en el reactor 100, opcionalmente tras un tratamiento adicional.

35 La primera corriente 45 gaseosa puede usarse adicionalmente, por ejemplo mediante compresión en el compresor 600, tras lo cual las trazas de MCB pueden retirarse de la corriente 70 rica en cloruro de hidrógeno comprimida, por ejemplo mediante condensación en el condensador 700 para proporcionar gas 71 de cloruro de hidrógeno sustancialmente libre de disolvente y una corriente 72 de cloruro de hidrógeno - MCB combinada. Las composiciones de diversas corrientes pueden ser como en la tabla 1.

40

N.º de corriente	20	22	31	32	44	45
HCl	5-10% en peso	20-45% en peso	0-5 % en peso	45-70% en peso	5-20% en peso	80-100% en peso
Fosgeno	5-25% en peso	15-45% en peso	20-40% en peso	20-40% en peso	50-80% en peso	0-20 % en peso
Disolvente	35-65% en peso	40-70% en peso	55-75% en peso	10-20% en peso	15-30% en peso	0-10 % en peso
Isocianato	15-20% en peso					

Tabla 1

45 En la figura 2 se ilustra esquemáticamente un procedimiento alternativo. Los mismos signos de referencia se refieren a corrientes de producto y aparatos similares como en la figura 1. Los materiales 46 y 47 permeados comprenden algunas trazas de fosgeno. La corriente 48 gaseosa empobrecida en fosgeno, enriquecida en cloruro de hidrógeno, que es la combinación de estas dos corrientes de 46 y 47 material permeado, se somete a un proceso de lavado en la columna 800 de lavado. En esta columna, MCB (80) que está enfriándose en el enfriador 810 hasta una temperatura de aproximadamente 20 a -25°C, se procesa como MCB 81 enfriado en contracorriente con respecto a
50 la corriente 48 gaseosa a través de la columna 800, que puede proporcionarse mediante un medio para poner en contacto de manera íntima el MCB líquido y la corriente 48 gaseosa, tal como se conoce en la técnica, por ejemplo un lecho 812 compacto. En el sumidero de la torre 800 de lavado, se obtiene una corriente 83 de disolvente con fosgeno extraído de la corriente 48 gaseosa, que puede usarse por separado, tal como se muestra en la figura 2 en una corriente combinada con la corriente 44 enriquecida en fosgeno y/o la corriente 31 de fosgeno condensada
55 como corriente 50 de recirculación a la etapa de fosgenación en el reactor 100. La corriente 84 enriquecida en cloruro de hidrógeno lavada puede ser lo suficientemente pura como para extraerse del procedimiento como

subproducto, o puede ser adecuada para su recirculación a otros procedimientos, o puede someterse adicionalmente a las etapas de compresión y condensación tal como se comenta en la figura 1.

En la figura 3 se ilustra esquemáticamente un procedimiento alternativo adicional. Los mismos signos de referencia se refieren a corrientes de producto y aparatos similares como en las figuras 1 y 2. Esta corriente 50 rica en fosgeno puede tratarse en una columna 900 de separación, por ejemplo que comprende una zona de lecho de goteo o una zona 910 compacta, para retirar adicionalmente cloruro de hidrógeno de la mezcla líquida de MCB y fosgeno. El gas 92 de separación, por ejemplo gas de la instalación de producción de fosgeno que comprende CO y N₂, se fuerza en contracorriente a través del líquido 50 descendente en la columna 900. El sumidero de la columna 900 proporcionó una mezcla 51 de MCB-fosgeno que está más empobrecida en cloruro de hidrógeno en comparación con la corriente 50 rica en fosgeno. En la parte superior de la columna 900, el gas de separación enriquecido con gas 94 de cloruro de hidrógeno se retira de la columna. Este gas puede combinarse con la corriente 48 gaseosa antes de que entre en la columna 800 de lavado, o puede combinarse con la corriente 84 enriquecida en cloruro de hidrógeno lavada, o puede usarse sin mezclarse. Alternativamente, el gas 94 puede empobrecerse adicionalmente en fosgeno mediante una separación con membrana según la invención. Se entiende que esta etapa de separación puede realizarse en procedimientos que no comprenden la etapa de lavado realizada en la columna 800 de lavado y explicada en la figura 2.

En la figura 4 se ilustra esquemáticamente un procedimiento alternativo adicional. Los mismos signos de referencia se refieren a corrientes de producto y aparatos similares como en las figuras 1, 2 y 3. La segunda corriente gaseosa que es la corriente 44 de material retenido se somete a una operación de lavado, mientras que la corriente 31, que es fosgeno y MCB condensados y que también incluye algo de cloruro de hidrógeno, se somete a una operación de separación. Este lavado y separación se realiza en una torre 1000, que comprende dos lechos 1010 y 1020 separados, ubicado el primer lecho 1010 aguas arriba del segundo lecho 1020 en la dirección en la que discurre el líquido desde la parte superior hasta la parte inferior de la torre 1000. Las dos corrientes 44 y 31 se alimentan a la torre 1000 entre los dos lechos 1010 y 1020. En la parte superior de la torre 1000, se alimenta disolvente 81 frío (MCB) a la torre 1000, similar a lo explicado en la figura 2 para la columna 800 de lavado. El fluido gaseoso de la corriente 44 discurrirá en contracorriente en comparación con el disolvente 81 frío descendente. El contacto íntimo entre el disolvente que discurre hacia abajo y el gas que fluye hacia arriba a través del lecho 1010 provocará que el gas de la corriente 44 se lave. Tal como se muestra, puede preverse un enfriamiento 1030 y 1031 intermedio para extraer la energía liberada por la disolución del fosgeno en el disolvente. El líquido de lavado descendente se combina con la corriente 31 de alimentación líquida y discurrirá adicionalmente hacia abajo del segundo lecho 1020. En la parte inferior de la torre 1000, se alimenta gas 92 de separación a la torre, similar a lo explicado en la figura 3 para la columna 900 de separación. El gas de separación separará el cloruro de hidrógeno del líquido que discurre hacia abajo del lecho 1020. El gas de separación enriquecido en cloruro de hidrógeno fluirá junto con el fluido gaseoso de la corriente 44 a través del lecho 1010 hacia arriba de la torre, y por tanto se lava para retirar las trazas de fosgeno. Por tanto, en el sumidero de la torre 1000, se obtiene una mezcla líquida de disolvente 80 enriquecido con fosgeno de la operación de lavado en el lecho 1010 y empobrecida en cloruro de hidrógeno debido a la operación de separación en el lecho 1020. Como tal, se obtiene una mezcla 95 de fosgeno y disolvente (MCB), que puede recircularse al reactor 100 de fosgenación. Opcionalmente, el fosgeno nuevo que va a alimentarse a la reacción 100 de fosgenación puede mezclarse en el sumidero de la torre 1000, de manera que la mezcla 95 de fosgeno y disolvente (MCB) proporciona la corriente 11 de alimentación completa. En la parte superior de la torre 1000, se obtiene un fluido 96 gaseoso enriquecido en cloruro de hidrógeno que por ejemplo puede combinarse con la corriente 45. Alternativamente, este fluido 96 gaseoso puede tratarse por separado de la corriente 45 gaseosa.

En las figuras 1 a 4, se describió un procedimiento en el que la unidad 400 de separación de membrana comprendía dos células de separación que estaban dispuestas en serie. Tal como se muestra en las figuras 5, 6 y 7, también pueden usarse otras disposiciones de células de separación dentro de la unidad 400 de separación de membrana. En la figura 5, dos células 403 y 404 de separación están dispuestas en paralelo en una unidad 450 de separación de membrana. Cada célula 403 y 404 se alimenta con una parte de la mezcla 32 gaseosa enfriada que es la corriente de fluido inicial que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno. Los materiales retenidos R se combinan para proporcionar la segunda corriente 44 de fluido que está enriquecida en fosgeno y empobrecida en cloruro de hidrógeno en comparación con la corriente 32 de alimentación inicial. Los materiales permeados P se combinan para proporcionar la primera corriente 45 de fluido que está empobrecida en fosgeno y enriquecida en cloruro de hidrógeno en comparación con la corriente 32 de alimentación inicial. En la figura 6, dos series de células 403a y 403b de separación, respectivamente 404a y 404b están dispuestas en paralelo en una unidad 460 de separación de membrana. Cada primera célula 403a y 404a se alimenta con una parte de la mezcla 32 gaseosa enfriada que es la corriente de fluido inicial que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno. Los materiales retenidos R1 de estas primeras células 403a, respectivamente 404b, se usan para alimentar la segunda célula 403b, respectivamente 404b en la serie. Los materiales retenidos R de estas segundas células se combinan para proporcionar la segunda corriente 44 de fluido que está enriquecida en fosgeno y empobrecida en cloruro de hidrógeno en comparación con la corriente 32 de alimentación inicial. Los materiales permeados P de todas las células 403a, 403b, 404a y 404b se combinan para proporcionar la primera corriente 45 de fluido que está empobrecida en fosgeno y enriquecida en cloruro de hidrógeno en comparación con la corriente 32 de alimentación inicial. Tal como se muestra en la figura 7, también pueden usarse otras combinaciones de células de separación que están dispuestas en una combinación de en paralelo y en serie.

La mezcla 32 gaseosa enfriada que es la corriente de fluido inicial que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno se alimenta a la célula 405 de separación de una unidad 470 de separación de membrana, en la que la mezcla se divide en un material retenido R1 y un material permeado P1 que comprende cloruro de hidrógeno y una cantidad minoritaria de fosgeno. El material permeado P1 se alimenta a una segunda célula 406 de separación, dispuesta en serie con la célula 405. El material permeado P1 se divide en un material retenido R2 y un material permeado P2 que está sustancialmente libre de fosgeno. El material retenido R1, que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno, se alimenta a una tercera célula 407 de separación, también dispuesta en serie con la célula 405. El material retenido R1 se divide en un material retenido R3 y un material permeado P3. El material permeado P3 se alimenta a su vez a una cuarta célula 408 de separación, dispuesta en series con la célula 407. El material permeado P3 se divide en un material retenido R4 y un material permeado P4 que está sustancialmente libre de fosgeno. Los materiales retenidos R2, R3 y R4 se combinan para proporcionar la corriente 44 empobrecida en cloruro de hidrógeno, enriquecida en fosgeno, mientras que los materiales permeados P2 y P4 se combinan para proporcionar la corriente 45 enriquecida en cloruro de hidrógeno, empobrecida en fosgeno. El experto entiende bien que pueden elegirse disposiciones de diversas células de separación para obtener la pureza de la primera corriente 45 y la segunda corriente 44.

Las figuras 8a, 8b y 8c muestran esquemáticamente procedimientos alternativos para la separación de una corriente gaseosa que comprende fosgeno y HCl, que se origina a partir de la conversión de una amina, en particular MDA, en el componente de isocianato correspondiente, que es MDI, mediante fosgenación de esta amina. Este procedimiento comprende la destilación consecutiva de corrientes gaseosas y líquidas de fosgeno, HCl y disolvente (tal como MCB), tras lo cual la corriente de HCl gaseosa, que comprende algo de fosgeno y opcionalmente disolvente, se lava con dicho disolvente para retirar parcial o completamente el fosgeno restantes. Se exponen detalles de tal procedimiento en el documento EP1575906A1.

Se enfría una mezcla 22 gaseosa hasta condensar al menos parcialmente el fosgeno en la mezcla 22, por medio de uno o varios medios de enfriamiento consecutivos en la unidad 1300 de condensación. El material 1301 condensado y la mezcla 1302 no condensada se alimentan a una columna 1400 de destilación. Opcionalmente, el material 1301 condensado y la mezcla 1302 no condensada pueden alimentarse a la columna 1400 como una corriente de dos fases. La corriente 1401 inferior líquida de la columna 1400 de destilación vuelve a someterse a ebullición parcialmente, la otra parte se recircula al procedimiento de reacción de hacer reaccionar fosgeno y una amina para proporcionar el correspondiente isocianato y HCl. La corriente 1402 gaseosa superior se condensa parcialmente y se lleva de nuevo a la parte superior de la columna 1400 de destilación. Tal como se muestra en la figura 8a, la otra parte de la corriente 1402 gaseosa superior puede tratarse usando una unidad 1500 de separación de membrana, que es idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de las unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La corriente 1501 de HCL gaseosa puede ser lo suficientemente pura como para extraerse del procedimiento como subproducto, o puede ser adecuada para su recirculación a otros procedimientos, o puede someterse adicionalmente a las etapas de compresión y condensación tal como se comenta en la figura 1. La corriente 1502 enriquecida en fosgeno puede recircularse al procedimiento de fosgenación, por ejemplo condensando en primer lugar la corriente y recirculando la corriente condensada junto con la corriente 1401 líquida.

Tal como se muestra en la figura 8b, la otra parte de la corriente gaseosa superior puede lavarse en la columna 1600 de lavado con la corriente 1601 de disolvente, separando por lavado parte del fosgeno restante para proporcionar una corriente 1602 de fosgeno/disolvente. Esta corriente 1602 puede recircularse al procedimiento de fosgenación junto con la corriente 1401. La corriente 1603 de HCl gaseosa en la parte superior de la columna 1600 de lavado puede tratarse usando una unidad 1500 de separación de membrana, que es idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de las unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La corriente 1501 de HCl gaseosa puede ser lo suficientemente pura como para extraerse del procedimiento como subproducto, o puede ser adecuada para su recirculación a otros procedimientos, o puede someterse adicionalmente a las etapas de compresión y condensación tal como se comenta en la figura 1. La corriente 1502 enriquecida en fosgeno puede recircularse al procedimiento de fosgenación, por ejemplo condensando en primer lugar la corriente y recirculando la corriente condensada junto con la corriente 1401 líquida.

Tal como se muestra en la figura 8c, la otra parte de la corriente 1402 gaseosa superior puede tratarse usando una unidad 1500 de separación de membrana, que es idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de las unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La corriente 1501 de HCl gaseosa puede lavarse en la columna 1600 de lavado con la corriente 1601 de disolvente, separando por lavado parte del fosgeno restante para proporcionar una corriente 1602 de fosgeno/disolvente. Esta corriente 1602 puede recircularse al procedimiento de fosgenación junto con la corriente 1401. La corriente 1603 de HCl gaseosa en la parte superior de la columna 1600 de lavado puede tratarse usando una unidad 1700 de separación de membrana, que es idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de las unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier

configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La corriente 1701 de HCl gaseosa puede ser lo suficientemente pura como para extraerse del procedimiento como subproducto, o puede ser adecuada para su recirculación a otros procedimientos, o puede someterse adicionalmente a las etapas de compresión y condensación tal como se comenta en la figura 1. Las corrientes 1502 y/o 1702 enriquecidas en fosgeno pueden recircularse al procedimiento de fosgenación, por ejemplo condensando en primer lugar la corriente y recirculando la corriente condensada junto con la corriente 1401 líquida.

En un procedimiento alternativo, la columna 1400 de destilación se reemplaza por una columna 1800 de separación tal como se muestra en la figura 9. La mezcla 1303 de fosgeno/disolvente líquida se proporciona en la parte superior de la columna 1800 de separación, mientras que la corriente 1302 no condensada se usa como gas de separación en esta columna 1800 de separación. La corriente 1801 inferior puede recircularse de un modo idéntico o similar tal como se expuso para la corriente 1401 en las figuras 8a, 8b y 8c. La corriente 1802 superior gaseosa de la columna de separación puede usarse de manera idéntica como corriente 1402 gaseosa superior en la figura 8a, figura 8b o figura 8c (tal como se muestra en la figura 9).

Alternativamente, puede usarse una corriente 1803 de gas inerte para separar la corriente 1301 líquida. Esto puede ser además del uso de la corriente 1302 gaseosa, o, tal como se muestra en la figura 10, los componentes de gas inerte y separado, que forman juntos la corriente 1804 superior de separador, pueden combinarse con la corriente 1302 gaseosa para formar la corriente 1802 gaseosa, antes de que su tratamiento adicional se use de manera idéntica como corriente 1402 superior gaseosa en la figura 8a, figura 8b o figura 8c (tal como se muestra en la figura 10).

En un procedimiento alternativo tal como se muestra en la figura 11, la corriente 1302 gaseosa se somete en primer lugar a una unidad 1900 de separación de membrana, antes de que su corriente 1901 de material permeado gaseoso se proporcione a la columna 1400 de destilación. La unidad 1900 de separación de membrana puede ser idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de las unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La corriente 1902 de material retenido de la unidad 1900 de separación de membrana puede combinarse con la corriente 1301 líquida para proporcionar una mezcla 1903 que se destila en la columna 1400. El procedimiento puede comprender además todos los elementos de los procedimientos tal como se muestra en la figura 8a, figura 8b o figura 8c (esto último se muestra en la figura 11).

Alternativamente, las corrientes 1901 y/o 1903 pueden proporcionarse a una columna 1800 de separación, de manera similar tal como se muestra en las figuras 9 y 10 para las corrientes 1301 y/o 1302.

En procedimientos alternativos adicionales, las corrientes 1301 y 1302 de los procedimientos expuestos, pueden proporcionarse condensando al menos parcialmente una corriente 22 gaseosa que comprende fosgeno, HCl y un disolvente usando al menos dos unidades de condensación consecutivas. Tal como se muestra en la figura 12, la corriente 22 gaseosa que comprende fosgeno, HCl y un disolvente, se condensa parcialmente en un primer condensador 1310 que proporciona un material condensado 1311 y una corriente 1312 de producto intermedio no condensada. La corriente 1312 de producto intermedio no condensada puede someterse a una unidad 1320 de separación de membrana, la unidad 1320 de separación de membrana puede ser idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de la unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La unidad 1320 de separación de membrana proporciona una corriente 1321 enriquecida en fosgeno líquida y una corriente 1322 enriquecida en HCl gaseosa. La corriente 1322 gaseosa que comprende fosgeno, HCl y un disolvente, se condensa parcialmente en un segundo condensador 1330 proporcionando un material 1331 condensado y una corriente 1332 de producto intermedio no condensada. La corriente 1332 de producto intermedio no condensada puede someterse a una unidad 1340 de separación de membrana, siendo la unidad 1340 de separación de membrana idéntica a la unidad 400 de separación de membrana de las figuras 1 a 4, una de la unidades 450, 460 ó 470 de separación de membrana tal como se muestra en las figuras 5, 6, respectivamente 7, o cualquier configuración alternativa de tal unidad de separación de membrana. La unidad 1340 de separación de membrana proporciona una corriente 1341 enriquecida en fosgeno líquida y una corriente 1342 enriquecida en HCl gaseosa.

Las corrientes 1311, 1321, 1331 y 1341 proporcionan juntas la corriente 1301 líquida de la unidad 1300 de condensación, mientras que la corriente 1342 enriquecida en HCl gaseosa puede proporcionar la corriente 1302 gaseosa de la unidad 1300 de condensación. Estas corrientes pueden combinarse adicionalmente con cualquiera de los procedimientos tal como se expone en relación con las figuras 8a, 8b, 8c, 9, 10, 11 y sus alternativas.

Queda claro que también cualquier otra corriente gaseosa que comprenda fosgeno, HCl y opcionalmente uno o más disolventes puede tratarse de un modo similar o idéntico. Como ejemplo una corriente gaseosa que comprende fosgeno y HCl que se origina a partir de un procedimiento de

a) formación de cloroformatos a partir de alcoholes, fenol, fenoles sustituidos, o

- b) formación de carbonatos a partir de alcoholes, fenol, fenoles sustituidos, o
- c) formación de cloruros de carbamoilo a partir de aminas primarias y aminas secundarias, o
- 5 d) formación de isocianatos de sulfonilo a partir de sulfonamidas, o
- e) formación de carbodiimidias a partir de ureas sustituidas.

10 Para demostrar los procedimientos según la invención, se realizaron diferentes experimentos con un módulo de membrana pequeño basado en fibras huecas de poliimida, disponible de la empresa Evonik como módulos de membrana Sepuran® Green. Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente durante varias horas. Durante el experimento, se suministraron gases de HCl y fosgeno a partir de cilindros de gas diferentes. En la figura 13 también se representa gráficamente un dibujo de la configuración.

15 Las diferentes corrientes, alimentación, material permeado y material retenido, se analizaron usando una técnica de infrarrojos. Se midió el área de pico determinado y se calculó la concentración de los diferentes gases a partir del área de pico.

20 Experimento 1:

El contenido en fosgeno y HCl en la alimentación eran respectivamente del 49,4% en peso y del 50,6% en peso, la presión de alimentación se fijó a 1,2 bara y el material permeado estaba a presión atmosférica. El contenido en HCl en el material retenido y el material permeado eran respectivamente del 49,7% en peso y del 60,5% en peso. Estos resultados demuestran que está pasando preferentemente gas de HCl a través de la membrana mientras que se retiene preferentemente fosgeno.

Experimento 2:

30 El contenido en fosgeno y HCl en la alimentación eran respectivamente del 49,4% en peso y del 50,6% en peso, la presión de alimentación se fijó a 1,3 bara y el material permeado estaba todavía a presión atmosférica. El contenido en HCl en el material retenido y el material permeado eran respectivamente del 48,1% en peso y del 65,9% en peso. Se trató esta mezcla usando el mismo procedimiento y membrana descritos en el ejemplo 1. En comparación con la alimentación, el material permeado está enriquecido en HCl, el 65,9% en peso, mientras que el material retenido contiene menos HCl, el 48,1% en peso.

35 Experimento 3:

El contenido en fosgeno y HCl en la alimentación eran respectivamente del 49,4% en peso y del 50,6% en peso, la presión de alimentación se fijó a 1,5 bara y el material permeado estaba todavía a presión atmosférica. Se trató esta mezcla usando el mismo procedimiento y membrana descritos en el ejemplo 1. El material permeado está enriquecido en HCl, el 70,2% en peso, mientras que el material retenido contiene menos HCl, el 43,2% en peso.

Experimento 4:

45 Se modificó contenido en fosgeno y HCl en la alimentación y eran respectivamente del 79,3% en peso y el 20,7% en peso, la presión de alimentación se fijó a 1,5 bara y el material permeado estaba a presión atmosférica. Se trató esta mezcla usando el mismo procedimiento y membrana descritos en el ejemplo 1. El contenido en HCl en el material retenido y el material permeado eran respectivamente del 18% en peso y del 37% en peso.

50 Experimento 5:

Se modificaron el contenido en fosgeno y HCl en la alimentación y eran respectivamente del 20,9% en peso y del 79,1% en peso, la presión de alimentación se fijó a 1,5 bara y el material permeado estaba a presión atmosférica. Se trató esta mezcla usando el mismo procedimiento y membrana descritos en el ejemplo 1. El contenido en HCl en el material retenido y el material permeado eran respectivamente del 57% en peso y del 89,5% en peso.

60 Los resultados demuestran que usando un procedimiento de separación de gas con membrana, se obtiene una disminución del contenido en HCl con respecto a la alimentación. Se obtienen un contenido en HCl inferior en el material retenido y un enriquecimiento del HCl en el material permeado. Se obtiene la mejor retirada de HCl con el contenido en HCl más alto en la alimentación y usando una presión de alimentación aumentada.

Experimento	Corriente	Presión de alimentación (bara)	% en peso de HCl	% en peso de COCl ₂	Retirada de HCl de la alimentación (%)
1	Alimentación	1,2	50,6	49,4	/
	Material permeado		60,5	39,5	/
	Material retenido		49,7	50,3	1,8

ES 2 642 901 T3

2	Alimentación	1,3	50,6	49,4	/
	Material permeado		65,9	34,1	/
	Material retenido		48,1	51,9	4,9
3	Alimentación	1,5	50,6	49,4	/
	Material permeado		70,2	29,8	/
	Material retenido		43,2	56,8	14,6
4	Alimentación	1,5	20,7	79,3	/
	Material permeado		37	63	/
	Material retenido		18	82	13
5	Alimentación	1,5	79,1	20,9	/
	Material permeado		89,5	10,5	/
	Material retenido		57	43	27,9

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente mediante fosgenación de dicha amina, comprendiendo el procedimiento las etapas de
- proporcionar una mezcla de reacción que comprende una amina (10) y fosgeno (11) a un reactor (100) de fosgenación;
 - convertir al menos parcialmente la amina y el fosgeno en dicha mezcla de reacción en el componente de isocianato correspondiente y cloruro de hidrógeno, proporcionando de ese modo una corriente (20) de isocianato líquida que comprende dicho componente de isocianato, fosgeno y cloruro de hidrógeno;
 - retirar 200
 - al menos parte de dicho fosgeno y al menos parte de dicho cloruro de hidrógeno de dicha corriente de isocianato líquida como una mezcla (22) gaseosa, en el que la etapa de retirar comprende:
 - condensar 300 al menos parcialmente la mezcla gaseosa proporcionando una mezcla (31) de productos intermedios líquida y una corriente (32) de fluido inicial gaseosa que comprende fosgeno y cloruro de hidrógeno;
 - evacuar al menos parte del cloruro de hidrógeno de dicha corriente (32) de fluido inicial gaseosa formando una primera corriente de fluido que es una corriente (41) gaseosa empobrecida en fosgeno y enriquecida en cloruro de hidrógeno, y una segunda corriente de fluido que es una corriente (42) enriquecida en fosgeno y empobrecida en cloruro de hidrógeno, en el que la evacuación comprende alimentar dicha corriente de fluido inicial gaseosa a una unidad (400) de separación de membrana, separando dicha unidad de separación de membrana dicha corriente de fluido inicial en dicha primera y dicha segunda corriente de fluido.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha segunda corriente de fluido es una corriente gaseosa.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que la segunda corriente de fluido de la unidad de separación de membrana se condensa y se combina con la mezcla de productos intermedios líquida.
4. Procedimiento para la conversión de una amina en el componente de isocianato correspondiente mediante fosgenación de dicha amina, comprendiendo el procedimiento las etapas de
- proporcionar una mezcla de reacción que comprende una amina (10) y fosgeno (11) a un reactor (100) de fosgenación;
 - convertir al menos parcialmente la amina y el fosgeno en dicha mezcla de reacción en el componente de isocianato correspondiente y cloruro de hidrógeno, proporcionando de ese modo una corriente (20) de isocianato líquida que comprende dicho componente de isocianato, fosgeno y cloruro de hidrógeno;
 - retirar 200
 - al menos parte de dicho fosgeno y al menos parte de dicho cloruro de hidrógeno de dicha corriente de isocianato líquida como una mezcla gaseosa, en el que la etapa de retirar comprende:
 - condensar (300, 1300) al menos parcialmente la mezcla gaseosa proporcionando una mezcla (31,1301) de productos intermedios líquida y una mezcla (32, 1302) de productos intermedios gaseosa,
 - destilar (1400) y/o separar (1800) y/o lavar con un disolvente de la mezcla de productos intermedios gaseosa y/o la mezcla de productos intermedios líquida para proporcionar una mezcla (1402) de ventilación gaseosa que comprende cloruro de hidrógeno y fosgeno;
 - evacuar al menos parte del cloruro de hidrógeno de dicha mezcla de ventilación gaseosa, como corriente de fluido inicial, formando una primera corriente (1501) de fluido que es una corriente gaseosa empobrecida en fosgeno y enriquecida en cloruro de hidrógeno, y una segunda corriente (1502) de fluido que es una corriente enriquecida en fosgeno y empobrecida en cloruro de hidrógeno, en el que la evacuación comprende alimentar dicha mezcla de ventilación gaseosa a una unidad (400, 1500) de separación de membrana, separando dicha unidad de separación de membrana dicha mezcla de ventilación gaseosa en dicha primera y dicha segunda corriente de fluido.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicha condensación incluye

enfriar la mezcla gaseosa hasta una temperatura en el intervalo de 20 a 60°C.

- 5
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicha condensación incluye enfriar la mezcla gaseosa hasta una temperatura en el intervalo de -40 a 20°C.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la primera corriente de fluido de la unidad de separación de membrana se destila y/o se separa y/o se lava con un disolvente que reduce además el contenido de fosgeno en la primera corriente de fluido.
- 10
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que dicha mezcla de reacción de una amina y fosgeno comprende además un disolvente.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que dicha corriente de fluido inicial comprende además al menos parte de dicho disolvente.
- 15

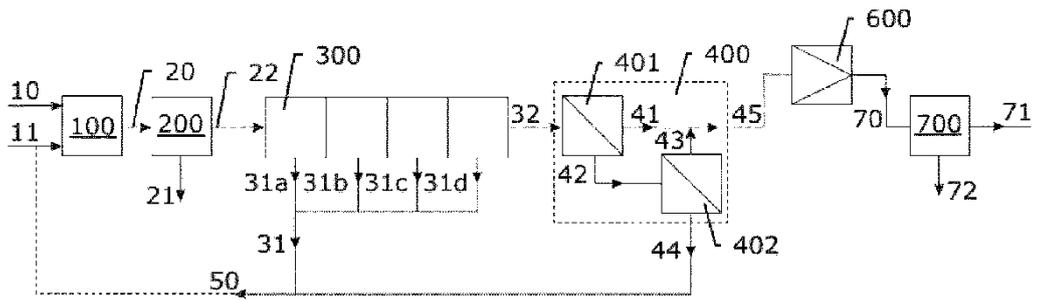


Fig. 1

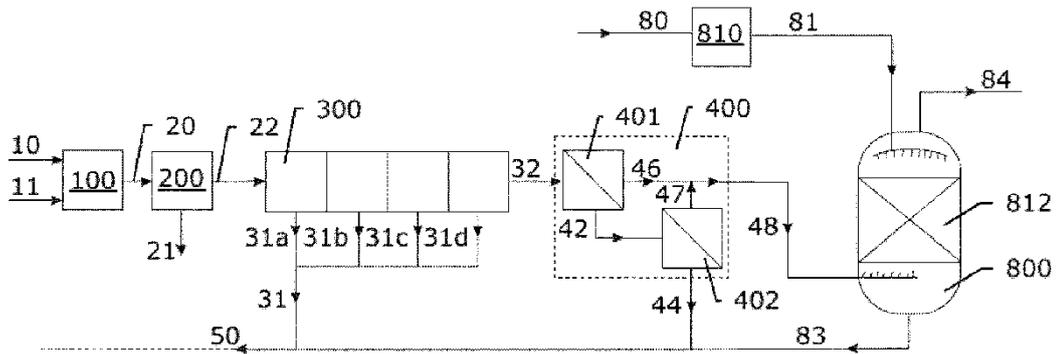


Fig. 2

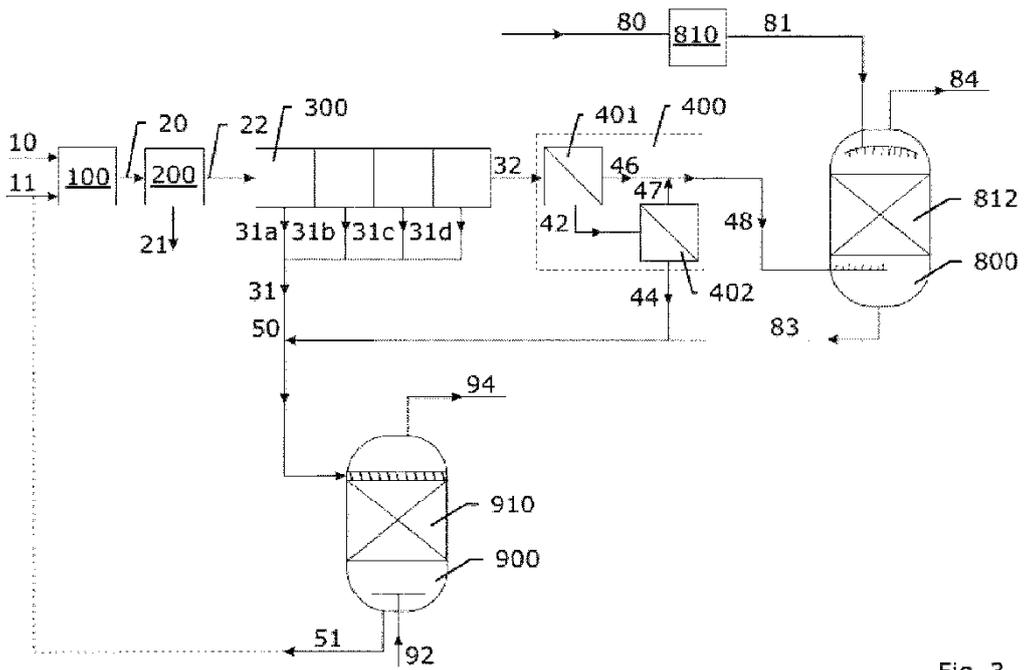


Fig. 3

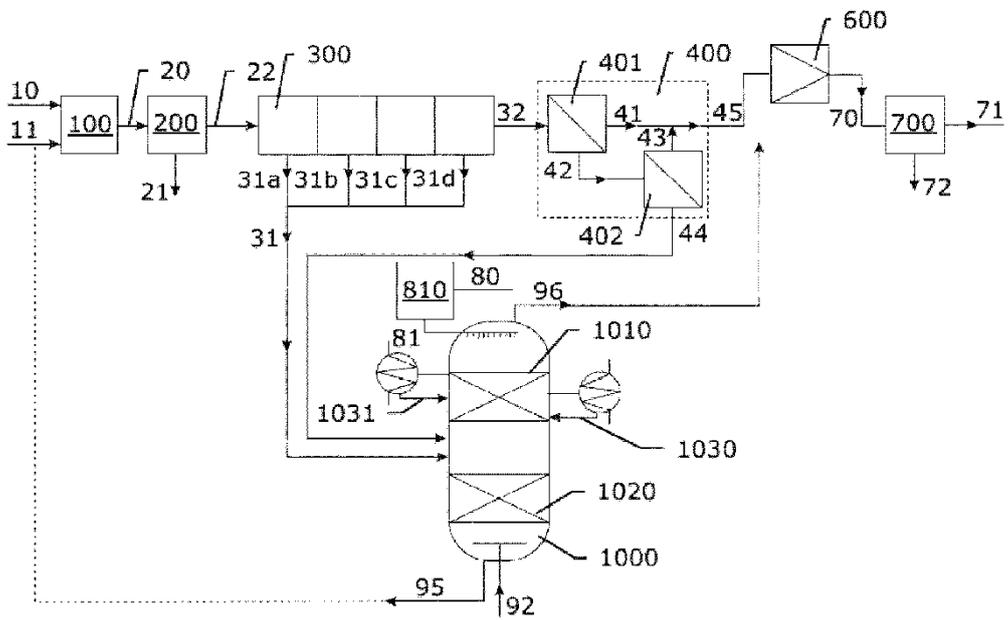


Fig. 4

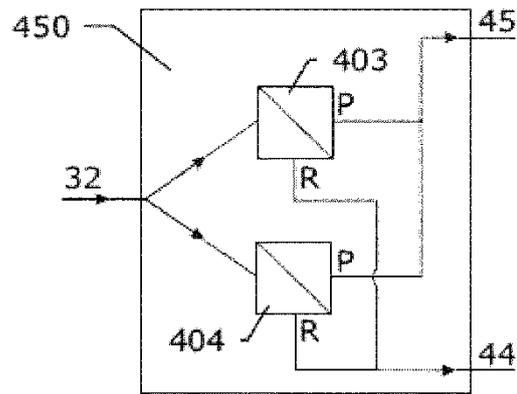


Fig. 5

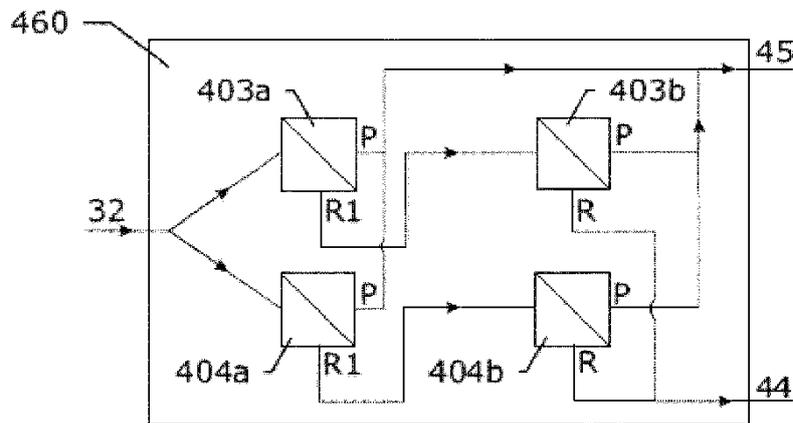


Fig. 6

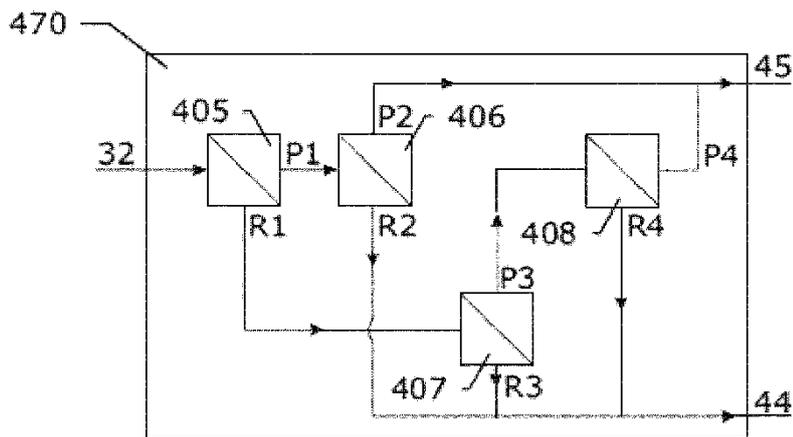


Fig. 7

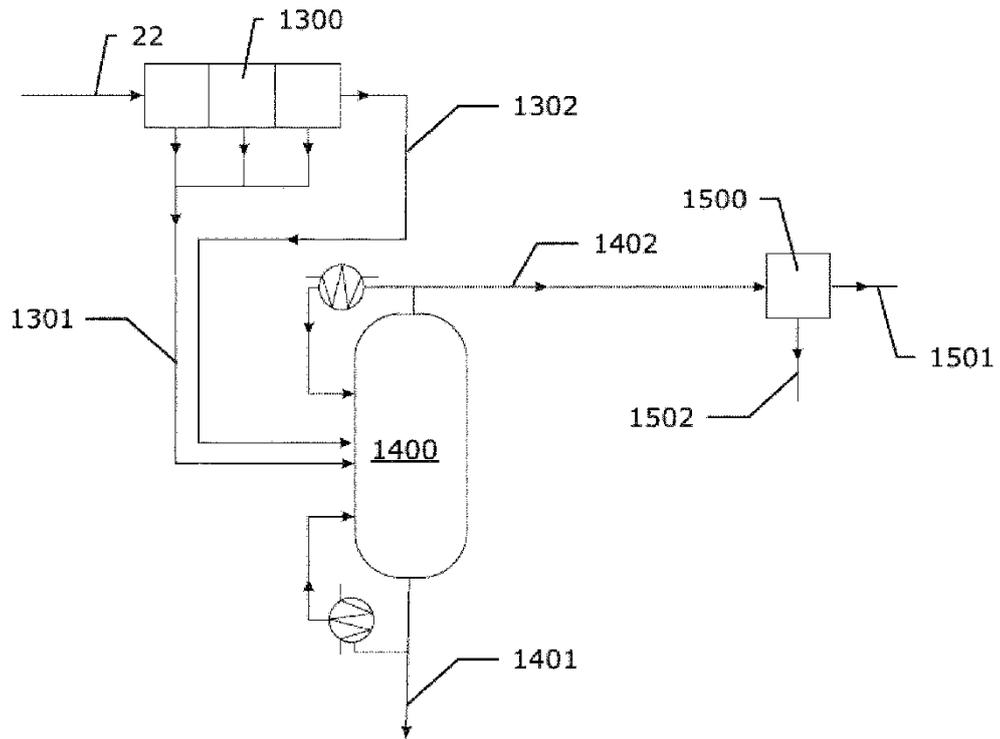


Fig. 8a

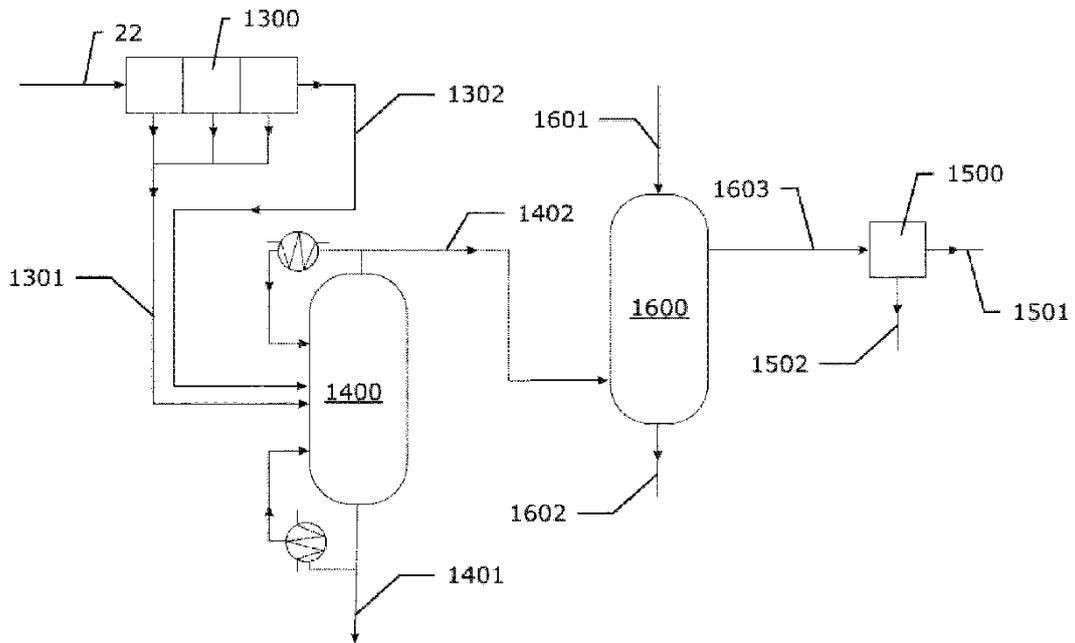


Fig. 8b

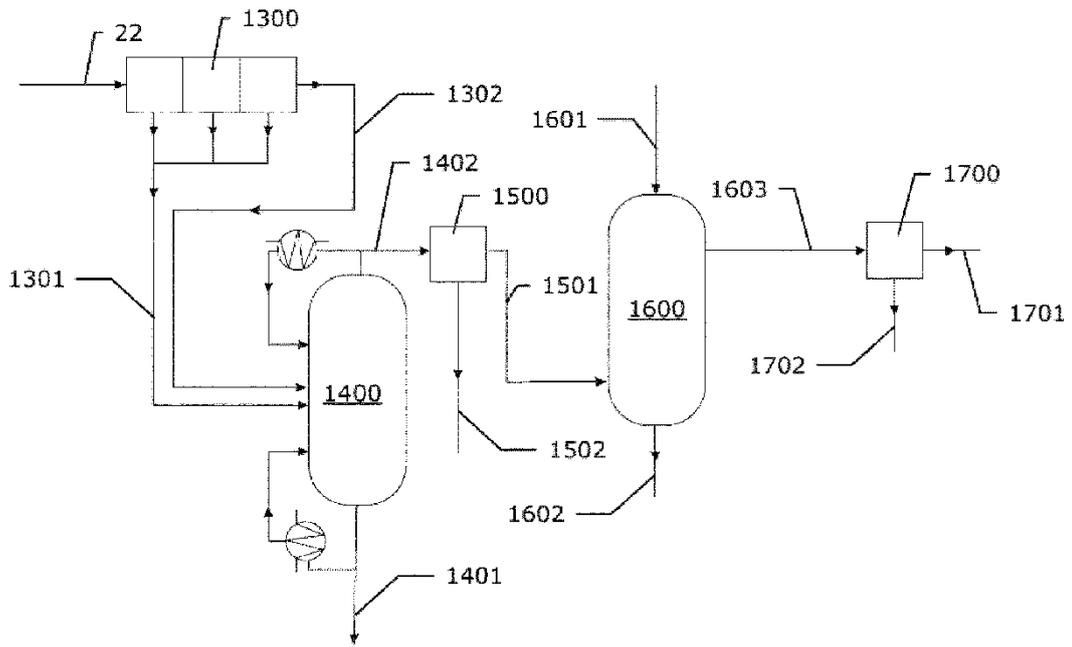


Fig. 8c

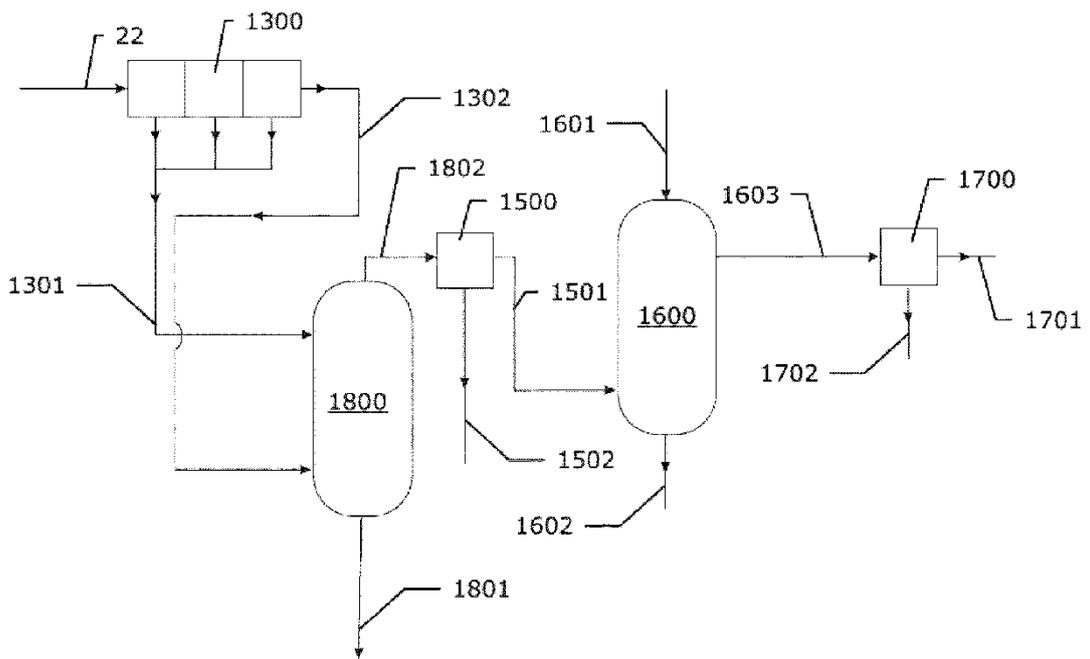


Fig. 9

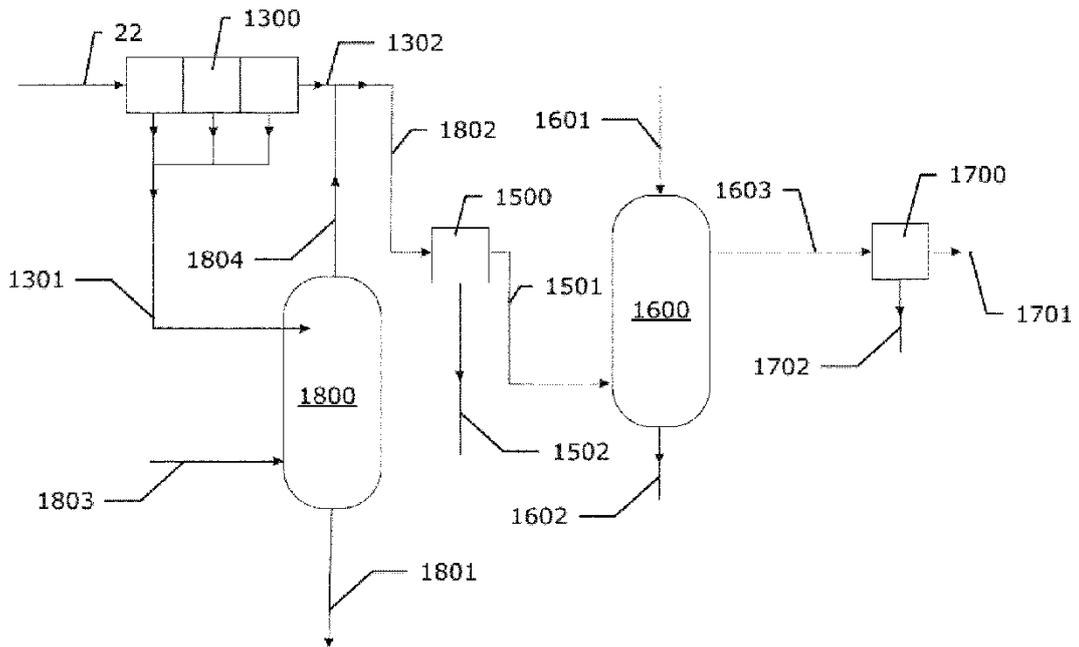


Fig. 10

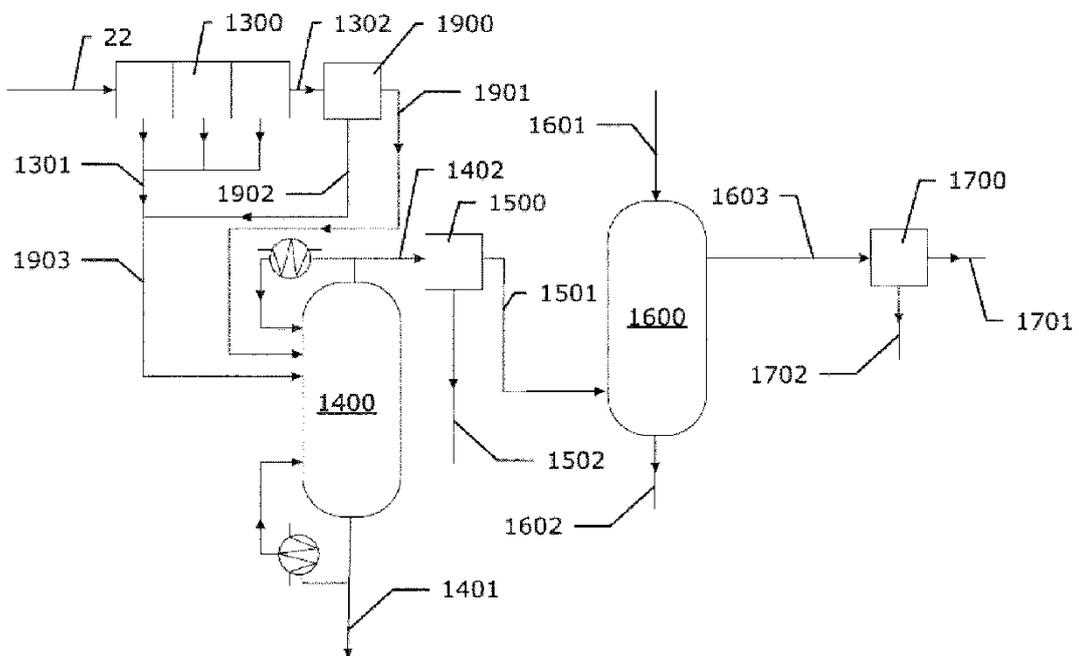


Fig. 11

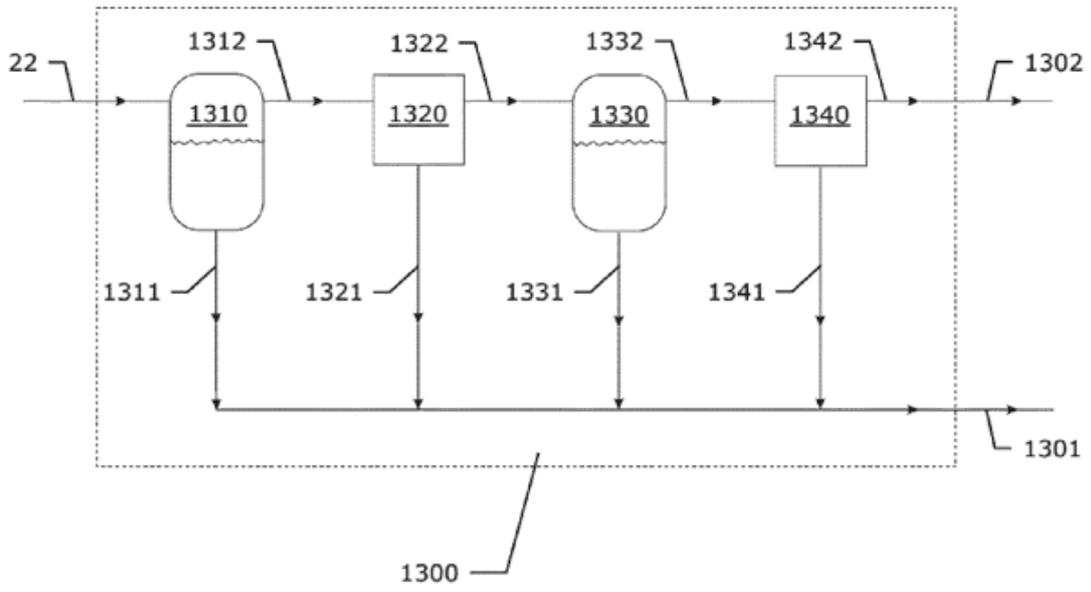


Fig. 12

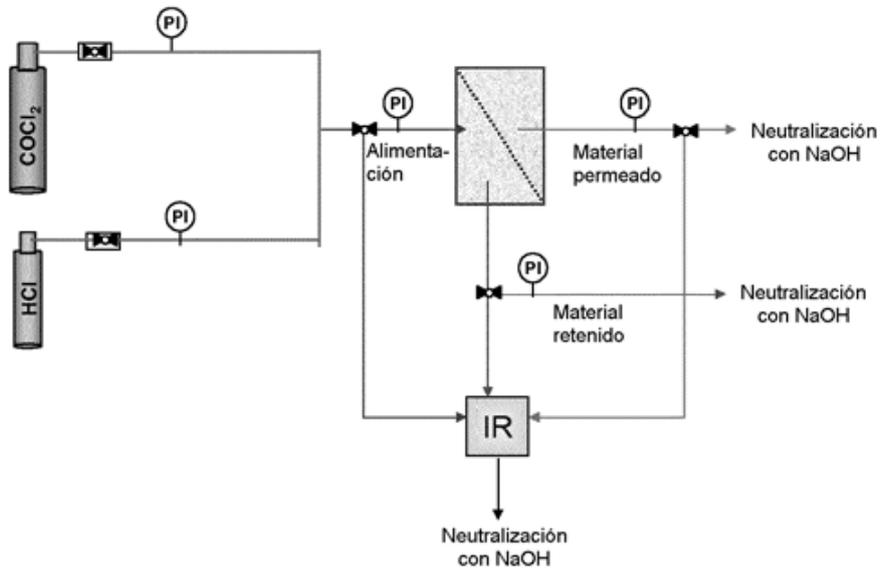


Fig. 13