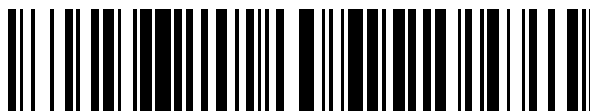


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 870**

51 Int. Cl.:

C08G 18/76 (2006.01)

C07C 263/10 (2006.01)

C07C 263/20 (2006.01)

C08G 18/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.08.2006 PCT/EP2006/065786**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.04.2007 WO07039362**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2006 E 06793066 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 1928928**

54 Título: **Método para la producción de poliisocianatos**

30 Prioridad:

22.09.2005 EP 05108750

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

17.04.2018

73 Titular/es:

**HUNTSMAN INTERNATIONAL LLC (100.0%)
500 HUNTSMAN WAY
SALT LAKE CITY, UTAH 84108, US**

72 Inventor/es:

**CARR, ROBERT HENRY;
KOOLE, JOHANNES LODEWIJK y
MULLER, PETER**

74 Agente/Representante:

LOZANO GANDIA, José

ES 2 663 870 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).

MÉTODO PARA LA PRODUCCIÓN DE POLIISOCIANATOS**DESCRIPCIÓN**

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar poliisocianatos no destilables tales como aquellos de la serie del difenilmetano (MDI polimérico a continuación en el presente documento p-MDI), que implica la retirada de determinados contaminantes.

10 En el contexto de la presente invención, el término poliisocianatos también incluye diisocianatos como subconjunto, tales como isómeros de 4,4', 2,4' y 2,2'-MDI y sus mezclas. Estas se producen frecuentemente mediante destilación a partir de la mezcla polimérica que no puede purificarse totalmente mediante destilación. Los beneficios de la invención también se aplican a la gama de prepolímeros, variantes modificadas con uretonimina, variantes modificadas con alofanato, etc. ampliamente conocidos en la industria, que se producen posteriormente a partir de los poliisocianatos purificados que se describen específicamente en el presente documento.

15 Los poliisocianatos encuentran muchas aplicaciones tales como en la producción de espumas de poliuretano. Se preparan espumas de poliuretano haciendo reaccionar poliisocianatos con compuestos reactivos de isocianato polifuncionales tales como polioles y poliaminas, opcionalmente en presencia de agentes de expansión, catalizadores y otros agentes auxiliares. Tales espumas de poliuretano pueden utilizarse, por ejemplo, como material de aislamiento en la industria de la construcción o como material de acolchado para la industria del mobiliario o automovilística.

20 En la industria automovilística, un problema reconocido ha sido la formación de condensado volátil o "vaho" en el interior y parabrisas del automóvil. Este residuo es antiestético, y puede alterar la visión del conductor en determinadas circunstancias.

25 En respuesta al problema de empañamiento, la industria automovilística ha desarrollado una prueba convencional para cuantificar las características de empañamiento de materiales utilizados en interiores de automóviles (norma DIN 75 201, determinación del comportamiento de empañamiento de materiales para embellecedores interiores de automóviles). El contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV) es también objeto de determinaciones analíticas (norma central de Volkswagen 55 031, Daimler Chrysler PB VWT 709). El método de Daimler-Chrysler requiere la asignación de las emisiones a compuestos químicos individuales además de la determinación cuantitativa de los COV y el valor de vaho. Los compuestos emitidos también pueden contribuir al olor percibido de los productos acabados.

30 Debe indicarse que el problema de "empañamiento" no es único de la industria automovilística. Las espumas antiempañamiento tienen aplicaciones en otras áreas en las que la suciedad y residuos de condensado tienen un efecto perjudicial. Tales aplicaciones incluirían, por ejemplo, instalaciones de fabricación de dispositivos electrónicos o semiconductores, envasado de dispositivos electrónicos, salas limpias y aplicaciones de dispositivos médicos.

35 Los problemas de COV y vaho pueden tener muchos orígenes y, por tanto, ha habido muchos intentos para reducir las contribuciones a los niveles de COV y vaho de diferentes maneras. Por ejemplo, el documento US 6423758 describe una composición de espuma celular que tiene características antiempañamiento y el método de fabricación de la misma. El documento US 5958993 describe el uso de retardantes de la llama antiempañamiento; el documento US 6306918 describe el uso de un catalizador de amina que tiene un grupo hidroxilo primario de tal manera que reacciona en la matriz de polímero; el documento US 6458860 describe un sistema de catalizador útil para proporcionar productos de espuma de poliuretano que presentan bajas características de empañamiento. El documento US 5770659 describe resinas de poliéster para formulaciones con bajo contenido en COV.

40 Al igual que para los productos de poliuretano (PU), pueden existir especificaciones de bajo empañamiento y bajo contenido en COV para espumas de poliisocianurato (PIR), productos de poliurea, materiales compuestos (PU y/o PIR con otros materiales) y productos en los que se utilizan isocianatos como adhesivo o aglutinante (por ejemplo, reemplazando urea-formaldehído en productos de paneles de madera o como aglutinante para las denominadas superficies de "granulado de caucho" tales como parques infantiles). Estos mismos contaminantes volátiles que pueden contribuir a COV y al empañamiento también pueden conferir olor a los productos terminados y su eliminación o reducción, por tanto, también puede tener efectos beneficiosos sobre la percepción del cliente y el entorno de trabajo de los empleados de producción.

45 Se ha hallado ahora sorprendentemente que contaminantes volátiles, aromáticos, que no contienen grupos isocianato (a continuación en el presente documento sin NCO) contribuyen a problemas de COV y vaho en productos derivados de poliisocianatos. En el contexto de esta invención, los contaminantes son compuestos distintos de los compuestos normalmente esperados presentes en poliisocianatos tales como niveles residuales de reactantes, subproductos, etc. del procedimiento de fosgenación. Para mayor claridad, los contaminantes considerados en el presente documento no incluyen niveles residuales de fosgeno, el disolvente elegido para el procedimiento de fosgenación (por ejemplo, mono-clorobenceno), HCl como subproducto o reactante de amina sin convertir.

El propósito de la presente invención es un procedimiento para eliminar o reducir en gran medida el nivel de contaminantes de COV y empañamiento en el producto final retirando una corriente de disolvente enriquecida en contaminantes del equipo del procedimiento de producción de poliisocianatos.

Esta invención difiere significativamente de casos de la técnica anterior tales como los documentos WO 2004/058689 y WO 96/16028 que incluyen una etapa de procedimiento en la que todo el disolvente del procedimiento de recirculación se somete a purificación mediante destilación fraccionada con, presumiblemente, retirada de contaminantes. La destilación fraccionada de todo el disolvente del procedimiento de recirculación en procedimientos industriales a tan gran escala tal como se utilizan para fabricar poliisocianatos de tipo MDI a escala comercial es un coste económico y tecnológico significativo (en cuanto al uso de energía, escala y coste de equipos de procedimiento, junto con problemas operativos y de seguridad). Por tanto, pueden lograrse sorprendentemente beneficios económicos y tecnológicos significativos por medio del tratamiento de sólo una parte del disolvente del procedimiento tal como se describe en la presente invención.

Los compuestos contaminantes sin NCO que se retiran según la presente invención incluyen pero no se limitan a: nitrobenzono y dinitrobenzono (presentes, por ejemplo, debido a niveles residuales en la anilina utilizada para preparar los condensados de anilina-formaldehído posteriormente convertidos en diisocianato de metilendifenilo y oligómeros superiores, MDI y MDI polimérico); isómeros de nitrotolueno y dinitrotolueno (presentes, por ejemplo, debido a niveles residuales en el diaminotolueno posteriormente convertido en diisocianato de tolueno, TDI); isómeros de diclorobenceno (a continuación en el presente documento DCB) (presentes, por ejemplo, debido a la reacción de cloro con monoclorobenceno, un disolvente de fosgenación); isómeros de clorotolueno, bromobenceno, isómeros de bromotolueno, isómeros de bromoclorobenceno, isómeros de bromoclorotolueno (presentes, por ejemplo, debido a la reacción de cloro y/o bromo con otros compuestos presentes en la planta de producción).

Se han tratado contaminantes que tienen volatilidades similares a las del disolvente de fosgenación mediante tratamiento del disolvente separado. El documento GB 848986 da a conocer someter el disolvente utilizado a un tratamiento con calor a 150-200°C para provocar la precipitación de contaminantes que luego se separan mediante filtración o centrifugación. Los contaminantes que se retiran incluyen compuestos de isocianato residuales. El tratamiento térmico de purificación puede estar asociado con un tratamiento con aproximadamente el 2% de una sustancia que contiene grupos -OH o -NH que pueden reaccionar con los compuestos de isocianato que quedan en el disolvente utilizado y convertirlos en compuestos insolubles. El documento US 4405527 describe un procedimiento para la preparación de poliisocianatos en presencia de disolventes, en el que el disolvente se libera de trazas de compuestos que contienen grupos isocianato antes de reutilizarlo. Se trata el disolvente con compuestos que contienen átomos de hidrógeno reactivos con isocianato, tales como alcoholes o aminas, para convertir los isocianatos fácilmente volátiles en productos de reacción que contienen grupos uretano o urea. El disolvente tratado se separa entonces de estos productos de reacción mediante destilación. En el documento US 4745216, el disolvente que va a liberarse de trazas de isocianato y que va a reutilizarse se trata con determinados polímeros y luego se separa mecánicamente (por ejemplo, mediante decantación o filtración) de estos polímeros. Los polímeros empleados son polímeros reticulados que son insolubles en el disolvente y contienen al menos un grupo funcional seleccionado de grupos hidroxilo alcohólicos primarios, grupos hidroxilo alcohólicos secundarios, grupos amino primarios y grupos amino secundarios.

Ninguna de las técnicas anteriores mencionadas anteriormente proporciona medios eficaces de tratamiento de los contaminantes volátiles, aromáticos que no contienen grupos isocianato (sin NCO) que son el objeto de esta invención y que, si se retienen en el producto de poliisocianato, podrían contribuir al olor, COV o vaho de poliuretano derivado u otros productos.

Por tanto, sigue existiendo la necesidad de un procedimiento para eliminar o reducir los niveles de contaminantes sin NCO en espumas de poliuretano y otros productos basados en o que incorporan poliisocianatos que de otra manera contribuirían a los niveles de COV o empañamiento.

Puede aplicarse el procedimiento de la presente invención en la producción de cualquier tipo de poliisocianato orgánico. La preferencia particular es de poliisocianatos aromáticos tales como diisocianato de difenilmetano en forma de sus isómeros 2,4', 2,2' y 4,4' y mezclas de los mismos, las mezclas de diisocianatos de difenilmetano (MDI) y oligómeros de los mismos conocidos en la técnica como MDI poliméricos o "en bruto" (poliisocianatos de polimetileno-polifenileno) que tienen una funcionalidad isocianato de más de 2 y, generalmente, aquellos productos de isocianato que no pueden destilarse.

Opcionalmente, la invención también puede aplicarse a diisocianato de tolueno en forma de sus isómeros 2,4 y 2,6 y mezclas de los mismos, 1,5-diisocianato de naftaleno y 1,4-diisocianatobenceno. Otros poliisocianatos orgánicos adecuados, que pueden mencionarse, incluyen los diisocianatos alifáticos tales como diisocianato de isofozona, 1,6-diisocianatohexano y 4,4'-diisocianatodiclohexilmetano. Sin embargo, al ser compuestos puros de peso molecular relativamente bajo, estos y otros productos de isocianato relativamente volátiles pueden purificarse de manera convencional directamente mediante destilación fraccionada.

El presente procedimiento se aplica lo más preferiblemente en la producción de poliisocianatos de la serie del difenilmetano. En tal caso los contaminantes sin NCO de bajo peso molecular son principalmente, pero no exclusivamente, isómeros de bromobenceno, bromotolueno, clorotolueno, benzonitrilo, isómeros de diclorobenceno, bromoclorobenceno, isómeros de cloroisopropilbenceno, isómeros de diclorotolueno, isómeros de triclorobenceno, nitrobenceno, dinitrobenceno, nitrotolueno, dinitrotolueno, isómeros de cloronitrobenceno, isómeros de cloronitrotolueno e isómeros de triclorotolueno.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de poliisocianatos mediante la reacción de poliaminas a partir de las cuales se derivan los poliisocianatos preferiblemente como disoluciones en un disolvente inerte con fosgeno opcionalmente como disolución en un disolvente inerte mediante una reacción de fosgenación en una sola etapa o en múltiples etapas o cualquier variación conocida en la técnica, en modos discontinuo, continuo o semicontinuo, a presión atmosférica o superior. Tras completarse la reacción de fosgenación, se destila la mezcla de reacción. Se trata entonces el disolvente para concentrar trazas de contaminantes sin NCO y se reutilizan en gran parte para la preparación de una disolución de amina y/o una disolución de fosgeno.

En este procedimiento sólo se trata parte del disolvente.

Las realizaciones particulares de la presente invención incluyen:

(i) destilación gradual de la mezcla de reacción de fosgenación para preparar una corriente de disolvente particularmente enriquecida en contaminantes sin NCO;

(ii) tratamiento parcial adicional del disolvente retirado de la mezcla de la reacción de fosgenación, o bien mediante destilación adicional o bien cualquier otro método conocido, para preparar una corriente de disolvente particularmente enriquecida en contaminantes sin NCO;

(iii) regreso del disolvente que se ha tratado para eliminar contaminantes sin NCO a otra parte adecuada de la planta de producción de poliisocianato, por ejemplo, un reactor de fosgenación o el recipiente de destilación del disolvente;

(iv) retirada del disolvente enriquecido en contaminantes sin NCO del procedimiento de producción para su tratamiento adicional o destrucción mediante métodos conocidos, por ejemplo incineración;

(v) operación de cualquiera o todos los procedimientos o subunidades de operación descritos anteriormente en modos o bien discontinuo, o bien continuo o bien semicontinuo a presión atmosférica o superior.

Estas realizaciones también pueden combinarse con un procedimiento o procedimientos para tratar compuestos volátiles, que contienen grupos isocianato, por ejemplo, trimerización de isocianato de fenilo y compuestos similares.

Debe entenderse que las realizaciones mencionadas anteriormente se describen únicamente con propósitos de ilustración y que las combinaciones de estas o variaciones similares no descritas específicamente también están incluidas dentro de la presente invención.

Por tanto, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de poliisocianatos que contienen menos de 50 ppm de contaminantes volátiles que no contienen grupos isocianato totales, compuesto por las siguientes etapas individuales:

(a) hacer reaccionar (i) disoluciones de la(s) poliamina(s) que subyace(n) al/a los poliisocianato(s) en un disolvente inerte con (ii) una disolución de fosgeno opcionalmente en un disolvente inerte en una reacción de fosgenación en una sola etapa o en múltiples etapas;

(b) separar el fosgeno en exceso y el cloruro de hidrógeno formado de la mezcla de reacción líquida obtenida mediante (a);

(c) separar el disolvente junto con compuestos fácilmente volátiles de la disolución obtenida en (b) mediante evaporación; y recuperar el producto del procedimiento como residuo de evaporación que se somete opcionalmente a un procedimiento de destilación adicional;

(d) recuperar un disolvente que contiene compuesto(s) volátil(es) mediante condensación de los vapores obtenidos en (c) y reutilizar parte del condensado para la preparación de la disolución de amina (i) y opcionalmente otra parte del condensado para la preparación de la disolución de fosgeno (ii);

(e) retirar una corriente de disolvente enriquecida en contaminantes volátiles, aromáticos, sin NCO del procedimiento de producción de poliisocianato para su tratamiento adicional o destrucción.

La reacción de fosgenación se lleva a cabo de cualquier manera conocida, utilizando disoluciones de poliaminas en disolventes inertes y fosgeno opcionalmente como disolución en disolventes inertes. En el procedimiento de la

presente invención, esta reacción de fosgenación puede llevarse a cabo o bien en una etapa o bien en varias etapas. Por ejemplo, puede llevarse a cabo la fosgenación formando suspensiones de cloruros de ácido carbámico a bajas temperaturas y luego convirtiendo estas suspensiones en disoluciones de poliisocianato a temperaturas elevadas ("fosgenación en dos etapas, frío/calor").

Alternativamente, pueden emplearse dispositivos de mezclado especiales para permitir un mezclado rápido de las corrientes de amina y fosgeno para minimizar las reacciones secundarias y que predomine la reacción de fosgenación preferida. Se conocen muchas variaciones de un procedimiento de este tipo. Materiales de partida de poliamina particularmente adecuados son las poliaminas técnicamente importantes tales como 2,4', 2,2' y 4,4'-diaminodifenilmetano y sus mezclas con homólogos superiores (conocidas como "mezclas de poliamina de la serie del difenilmetano") que pueden obtenerse de manera conocida mediante condensación de anilina/formaldehído. Otros materiales de partida pueden incluir hexametildiamina; 2,4 y/o 2,6-diaminotolueno; 1,5-diaminonaftaleno; 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometil-ciclohexano (isoforondiamina); tris-(isocianatofenil)-metano y diaminodifenilmetanos perhidrogenados y sus mezclas con homólogos superiores.

En el procedimiento de la presente invención, pueden utilizarse los materiales de partida de amina tales como aquellos mencionados como ejemplos anteriormente en forma de disoluciones a del 3 al 50% en peso, preferiblemente a del 5 al 40% en peso en disolventes inertes. Se utiliza generalmente el fosgeno requerido para la reacción de fosgenación en forma de una disolución a del 10 al 60% en peso, preferiblemente una disolución a del 25 al 50% en peso en disolventes inertes u, opcionalmente, sin disolvente.

Los expertos en la técnica conocen disolventes inertes adecuados tanto para la poliamina como para el fosgeno. Disolventes a modo de ejemplo son hidrocarburos de arilo y alquilarilo clorados, especialmente monoclorobenceno (MCB). Pueden utilizarse otros disolventes con variaciones de procedimiento adecuadas e incluyen o-diclorobenceno, triclorobenceno y los compuestos correspondientes de tolueno, xileno, metilbenceno y naftaleno, y muchos otros conocidos en la técnica tales como tolueno, xilenos, nitrobenceno, cetonas y ésteres.

Tras haberse llevado a cabo la fosgenación mediante métodos conocidos en la técnica, se retiran el fosgeno en exceso y el cloruro de hidrógeno formado mediante métodos conocidos en la técnica, tales como soprándolos con gas inerte o mediante destilación parcial. Entonces se separa el producto de fosgenación presente en forma de disolución, o bien simplemente mediante evaporación o bien mediante destilación fraccionada, en una fase gaseosa que contiene disolvente junto con compuestos volátiles y una fase líquida constituida sustancialmente por poliisocianato en bruto. La fase líquida obtenida, si se desea, puede someterse a tratamiento final mediante destilación de una manera conocida si va a producirse un poliisocianato puro. Esta separación de poliisocianato en bruto y compuestos volátiles se lleva a cabo generalmente a una temperatura de desde 80 hasta 220°C (preferiblemente desde 120 hasta 190°C) a una presión de desde 10 hasta 4000 mbar (preferiblemente desde 100 hasta 3000 mbar). Se condensa el vapor que contiene disolvente junto con compuestos volátiles para formar un condensado de disolvente que contiene contaminantes volátiles. Esto puede procesarse posteriormente, por ejemplo, mediante destilación fraccionada adicional, para dar una corriente de disolvente enormemente enriquecida en los compuestos contaminantes volátiles. Entonces se retira esta corriente del procedimiento de producción de poliisocianato para un procesamiento más adicional o destrucción, por ejemplo, mediante incineración. Opcionalmente, esto puede incluir almacenamiento temporal en un tanque u otro recipiente adecuado. El procesamiento posterior puede ser por medio de instalaciones *in situ* o externas y puede llevarse a cabo mediante tuberías o transferencia a recipientes transportables. Se presenta como figura 1 una representación esquemática facilitada únicamente para el propósito de ilustración.

Este procedimiento puede combinarse también opcionalmente con un procedimiento o procedimientos para tratar compuestos volátiles, que contienen grupos isocianato, por ejemplo, trimerización de isocianato de fenilo y compuestos similares. Se presenta como figura 2 una representación esquemática facilitada únicamente con propósitos de ilustración.

La calidad del disolvente (monoclorobenceno), ahora sustancialmente libre de contaminantes, puede determinarse mediante técnicas de análisis en línea tales como técnicas espectroscópicas o cromatográficas (espectroscopía de infrarrojo cercano, espectroscopía de infrarrojo, cromatografía de gases) para garantizar que los contaminantes se han retirado hasta los niveles requeridos. Por ejemplo, pueden determinarse todos de isocianato de fenilo, MDI, agua, nitrobenceno, diclorobencenos mediante espectroscopía de FT-IR en línea. Pueden utilizarse los resultados del análisis en línea para monitorizar la eficacia del procedimiento y, si es necesario, ajustar aspectos del control de equipos, o bien automáticamente o bien con intervención manual.

Puede reponerse la cantidad relativamente pequeña de disolvente perdido del sistema junto con los contaminantes con disolvente nuevo del almacenamiento.

Mediante la utilización del procedimiento de la presente invención se obtienen poliisocianatos que contienen en total menos de 50 ppm de contaminantes volátiles, aromáticos, que no contienen grupos NCO; están incluidos poliisocianatos que no contienen tales contaminantes en absoluto dentro de la invención. El contenido de contaminantes volátiles, aromáticos que no contienen grupos NCO individuales (por ejemplo p-diclorobenceno) es

generalmente menor de 10 ppm, preferiblemente menor de 2 ppm y lo más preferiblemente menor de 1 ppm.

El propósito de la presente invención se ilustra, por ejemplo, demostrando la correlación entre un compuesto contaminante sin NCO aromático volátil particular en poliisocianato y el nivel de COV en espuma de poliuretano. Para determinar qué nivel de pDCB en poliisocianato podría detectarse en la prueba de COV, se prepararon cuatro muestras de espuma flexible convencional utilizando poliisocianato dopado especialmente con para-diclorobenceno (pDCB). Se prepararon dos muestras de espuma de referencia a partir de poliisocianato no dopado. Se midió el pDCB desprendido de la espuma derivada en la prueba de COV de Daimler-Chrysler convencional. Se tomaron muestras de cada espuma y se analizaron dos veces. Se facilitan los detalles en la siguiente tabla.

Tabla 1

Espuma	pDCB añadido a isocianato	Razón de isocianato con respecto a poliol	pDCB añadido a espuma	Hallado #A	Hallado #B	Hallado en promedio
	ppm	en espuma	microg/g	microg/g	microg/g	microg/g
1	0	50/100	0	20,8	19,0	19,9
2	504	50/100	168	97,6	97,9	97,8
3	1024	50/100	341	202,1	193,5	197,8
4	504	50/100	181	130,1	133,8	132,0
5	1024	50/100	368	260,7	255,4	258,1
6	0	50/100	0	30,2	32,8	31,5

El hecho de que se midiera significativamente menos pDCB del que se añadió al poliisocianato puede explicarse fácilmente debido a pérdidas de este compuesto relativamente volátil durante el procedimiento de formación de espuma. La aplicación de un ajuste lineal simple a los datos indica que la muestra de poliisocianato original contenía aproximadamente 20 ppm de pDCB. La relación señal:ruido para el método analítico (cromatografía de gases con detección espectrométrica de masas) es tal que se consigue fácilmente una detección de orden de magnitud inferior. Por tanto es deseable poliisocianato con menos de 2 ppm, preferiblemente menos de 1 ppm de pDCB a partir del procedimiento de producción para reducir los COV de este contaminante específico de la espuma derivada. Los expertos en la técnica pueden determinar el grado de concentración de contaminantes en el disolvente de fosgenación separado y la tasa de eliminación de material del procedimiento de producción para lograr el nivel requerido en el producto de poliisocianato.

Debe entenderse que el ejemplo anterior se proporciona sólo como ilustración del principio de la invención. Los expertos en la técnica pueden llevar a cabo una caracterización similar para cualquier contaminante sin NCO objetivo.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar poliisocianatos que contienen menos de 50 ppm de contaminantes volátiles, aromáticos, que no contienen grupos isocianato totales, implicando el procedimiento
- 5
- a) hacer reaccionar disoluciones de (i) poliamina(s) que subyace(n) al/a los poliisocianato(s) en un disolvente inerte con (ii) una disolución de fosgeno opcionalmente en un disolvente inerte en una reacción de fosgenación en una sola etapa o en múltiples etapas;
- 10
- b) separar el fosgeno en exceso y el cloruro de hidrógeno formado de la mezcla de reacción líquida obtenida mediante a);
- c) separar el disolvente junto con compuestos fácilmente volátiles de la disolución obtenida en b) mediante evaporación; y recuperar el producto como residuo de evaporación que luego se somete opcionalmente a un procedimiento de destilación adicional;
- 15
- d) recuperar un disolvente que contiene compuesto(s) volátil(es) mediante condensación de los vapores obtenidos en c) y reutilizar parte del condensado para la preparación de la disolución de amina (i) y opcionalmente otra parte del condensado para la preparación de la disolución de fosgeno (ii);
- 20
- e) retirar una corriente de disolvente enriquecida en contaminantes volátiles, aromáticos, sin NCO del procedimiento de producción de poliisocianato para su tratamiento adicional o destrucción.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que antes de la reutilización de parte del condensado en la etapa d) también se retiran del disolvente compuestos volátiles, aromáticos, que contienen grupos isocianato.
- 25
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que dichos compuestos volátiles, aromáticos, que contienen grupos isocianato se retiran mediante su trimerización.
- 30
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dichos contaminantes se seleccionan del grupo que consiste en isómeros de nitrobenzono, dinitrobenzono, nitrotolueno y dinitrotolueno, isómeros de diclorobenzono, isómeros de triclorobenzono, isómeros de clorotolueno, isómeros de bromobenzono, bromotolueno, isómeros de bromoclorobenzono, isómeros de bromoclorotolueno, isómeros de benzonitrilo, cloroisopropilbenzono, isómeros de diclorotolueno, isómeros de cloronitrobenzono, isómeros de cloronitrotolueno e isómeros de triclorotolueno.
- 35
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el poliisocianato es de la serie del difenilmetano.
- 40
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el contaminante comprende p-diclorobenzono.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el nivel de un contaminante individual es menor de 2 ppm.
- 45
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el nivel de un contaminante individual es menor de 1 ppm.

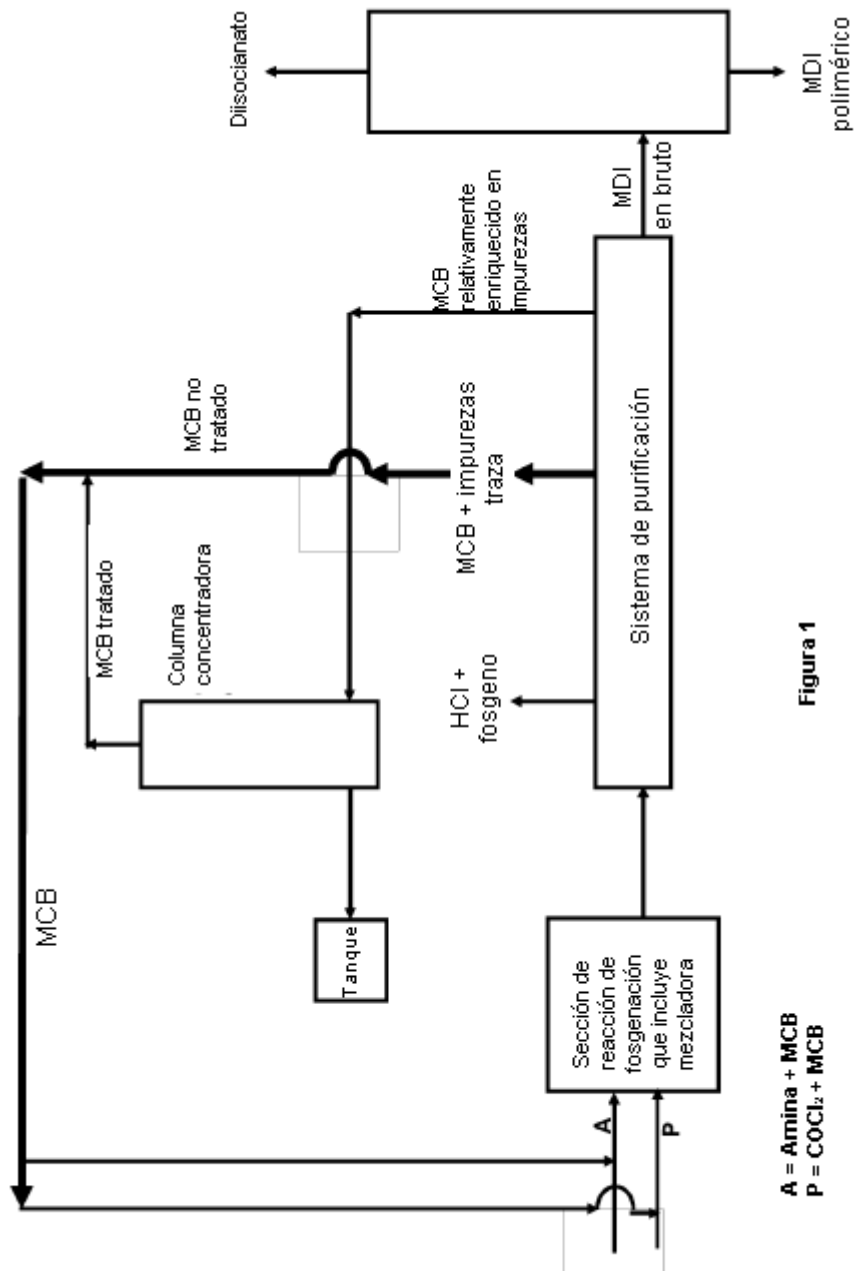


Figura 1
A = Amina + MCB
P = COCl₂ + MCB

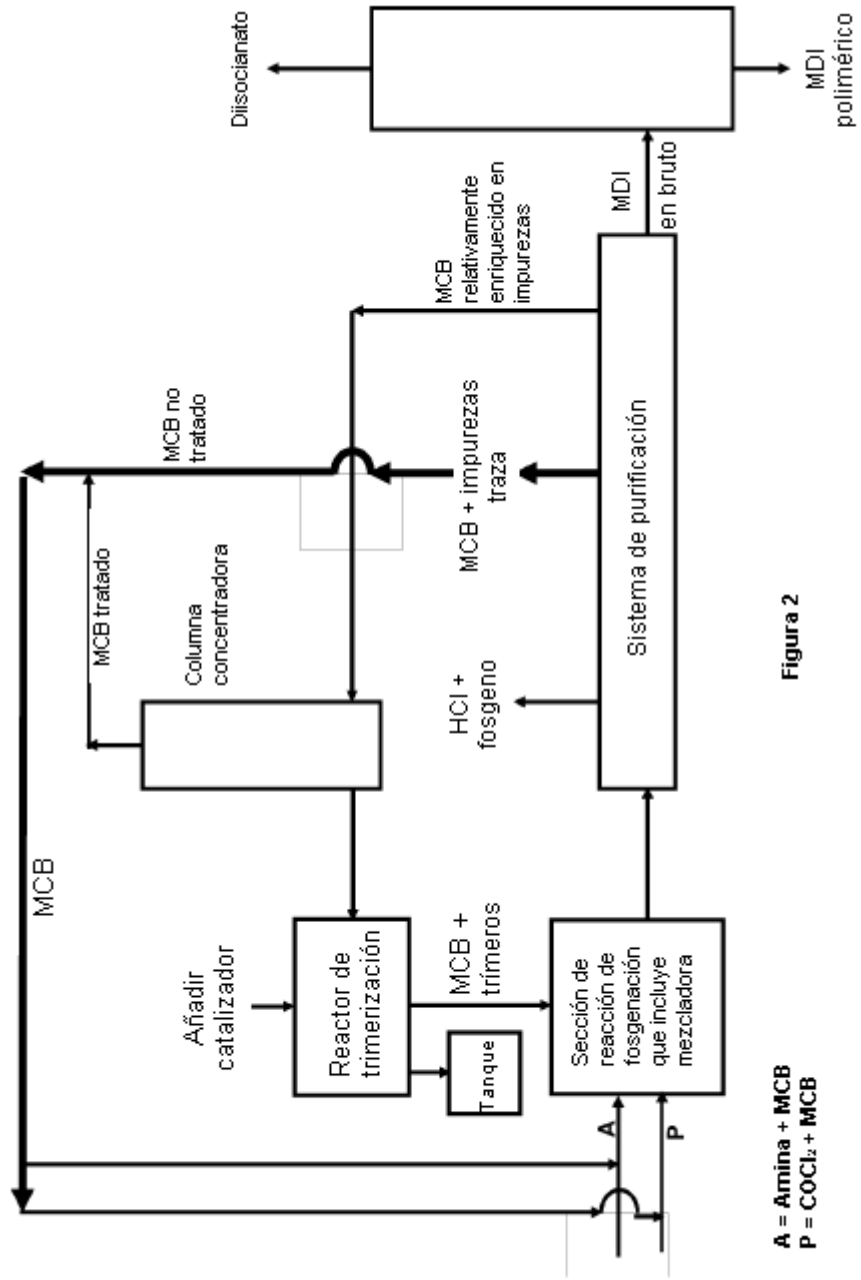


Figura 2