

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 692 542**

51 Int. Cl.:

G05D 11/13 (2006.01)

G05D 24/02 (2006.01)

C07C 263/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.03.2013 PCT/EP2013/054843**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.09.2013 WO13135614**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.03.2013 E 13708444 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.07.2018 EP 2825926**

54 Título: **Procedimiento para la regulación de la viscosidad de una mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad**

30 Prioridad:

13.03.2012 EP 12159139

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

04.12.2018

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**THIELE, KAI;
DUCHEYNE, WOUTER y
JANSEN, BART**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 692 542 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la regulación de la viscosidad de una mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad.

5 La invención se refiere a un procedimiento para la regulación de la viscosidad de una mezcla que contiene por lo menos dos componentes de diferente viscosidad, en particular de monómeros y oligómeros de la serie de los difenilmetanodisocianatos (MDI).

10 En la fabricación de un producto que está compuesto de varios componentes, sus propiedades dependen de la relación de mezcla de los componentes. Frecuentemente tales mezclas surgen como resultado de una o varias reacciones químicas y la relación de mezcla depende de las condiciones prevalentes en la reacción. A pesar de todos los esfuerzos para mantener constantes las condiciones en la reacción, con frecuencia ocurren variaciones que tienen como consecuencia que las propiedades del producto obtenido ya no corresponden a las propiedades requeridas.

15 Por ejemplo, en la síntesis de diaminodifenilmetano (MDA) a partir de anilina y formaldehído mediante catálisis ácida, surge una mezcla de 3 isómeros diferentes del monómero (MDA monomérico) así como diferentes oligómeros de cadena larga. De esta mezcla de MDA crudo se obtiene mediante reacción del MDA crudo con fosgeno una mezcla que contiene difenilmetanodisocianato crudo (MDI crudo). También, el MDI crudo es una mezcla de 3 isómeros diferentes del monómero (MDI monomérico) con diferentes oligómeros de cadena larga, en los que la relación de los componentes corresponde mutuamente esencialmente a la del MDA crudo. A partir del MDI crudo se obtiene una mezcla de difenilmetanodisocianato (MDI), de la cual se separa una parte de los monómeros presentes en la mezcla de partida. La fracción remanente es una mezcla de MDI que contiene el MDI oligomérico y la fracción restante de MDI monomérico, y es denominada frecuentemente como "MDI de polímero". La mezcla de MDI de polímero (PMDI) de esta etapa de separación es descargada en un depósito de tanque. El MDI monomérico obtenido puede ser separado en otra etapa subsiguiente de separación (destilación o cristalización) en diferentes productos de MDI monomérico.

20 Para las propiedades de la mezcla así obtenida de PMDI, en particular para su viscosidad, es decisiva la fracción de MDI monomérico en la mezcla. La viscosidad aumenta por una fracción decreciente de MDI monomérico y se reduce con el aumento de la fracción de MDI monomérico.

30 Para el control de las propiedades del producto, en particular la viscosidad, se toman por ello muestras de la producción regularmente y a continuación se examinan sus propiedades en el laboratorio. Si se establecen desviaciones de las propiedades objetivo, se ajustan los parámetros del proceso de producción. Este procedimiento es desventajoso, el que entre las tomas de muestra y eventuales ajustes necesarios en el proceso, existe un considerable intervalo de tiempo, en el cual el proceso de producción puede no estar regulado. Si las desviaciones establecidas en las propiedades de producto son al respecto muy grandes, en ese tiempo se produce sólo producto rechazado no útil. Por ello, es necesaria una vigilancia continua de la viscosidad, para poder garantizar propiedades de producto que permanecen invariables.

35 A partir del documento EP 1 480 033 A1 se conocen un procedimiento y un dispositivo para la determinación de la composición de isómeros en procesos de fabricación de isocianato. En el procedimiento divulgado, se determina la composición de una mezcla de isómeros de isocianato, de modo que por ejemplo se registra en línea un espectro de la mezcla de isómeros, con un sensor óptico por medio de espectroscopía de infrarrojo cercano, espectroscopía de infrarrojo medio o espectroscopía Raman. El espectro medido es entonces incorporado en un modelo de calibración quimiométrico, que había sido preparado previamente para la mezcla de estos isómeros. Mediante la evaluación del espectro en el modelo quimiométrico de calibración, se obtienen las concentraciones de isómeros en la mezcla de isómeros. Mediante la comparación de la concentración real así obtenida de los isómeros con las concentraciones objetivo especificadas, puede ajustarse nuevamente de modo correspondiente la instalación de separación de isómeros.

40 Es una desventaja del procedimiento, que al comienzo el modelo quimiométrico tiene que ser calibrado nuevamente mediante frecuente toma de muestras y análisis, para cada mezcla de isómeros usada. Además, también en operación posterior tienen que tomarse y analizarse muestras permanentemente para la optimización de este modelo estadístico. También, cuando en promedio resulta sólo una baja desviación estándar, en casos individuales pueden ocurrir grandes desviaciones absolutas. Como consecuencia, la confiabilidad cuantitativa del aparato de espectroscopía no es suficientemente grande para un control eficaz del proceso. La toma de muestras permanente además necesaria y los sensibles sensores necesarios, traen consigo un elevado coste de mantenimiento así como elevados riesgos y desembolsos respecto al trabajo y protección del medio ambiente.

55 A partir del documento US 2004/0177679 A1 se conoce un viscosímetro de rotación y un procedimiento para la medición de la viscosidad de un líquido. Al respecto, se mide la magnitud de la fricción entre el líquido y un

componente rotativo. El componente rotativo es impulsado por un motor y está en contacto con el líquido, en el que un elemento de separación separa el motor de la parte que está en contacto con el líquido. Al respecto, en el lado del motor del elemento de separación se construye una presión, que está sobre la del líquido. Mediante ello debería impedirse que el líquido penetre en el viscosímetro de rotación.

5 En el documento CN 2881601 Y se divulga un dispositivo para la medición de la viscosidad de un líquido, con compensación de temperatura. El dispositivo de compensación comprende una esfera de acero, que se mueve en un tubo de vidrio, en el que la esfera de acero es frenada por el líquido que está en prueba. El líquido es retirado de una conducción principal mediante una conducción de derivación y conducido al dispositivo de medición. El movimiento de la esfera de acero es registrado mediante sensor de proximidad. Además, para una corrección de los valores medidos, se mide la temperatura. Es desventajoso de este y otros procedimientos mecánicos de medición, que estos son susceptibles a fugas y/o tienen que ser sellados de manera muy laboriosa. Además, los elementos mecánicos de medición son susceptibles a obstrucciones. A partir del documento EP 1 932 828 A2 se divulga un procedimiento para el control de la fabricación de difenilmetanodiisocianatos, en el que se mide la viscosidad.

15 Es objetivo de la presente invención, poner a disposición un procedimiento mediante el cual puede asegurarse una viscosidad objetivo preestablecida de una mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad.

El objetivo es logrado mediante un procedimiento para la regulación de por lo menos uno de dos componentes con diferente viscosidad, de acuerdo con la reivindicación independiente 1. La mezcla cuya viscosidad debería ser regulada es una mezcla de por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, en la que las propiedades de la mezcla, en particular su viscosidad, son dependientes de la relación de mezcla de los componentes. Los componentes pueden ser diferentes isómeros y/o diferentes oligómeros de un compuesto químico. La mezcla puede ser el resultado de una reacción química, en la que las condiciones prevalentes en la reacción tienen influencia en la relación de mezcla de los componentes. La mezcla puede ser también el producto de una etapa de procesamiento, mediante la cual se agregan o se retiran componentes de la mezcla. Además, la relación de mezcla puede cambiarse en el almacenamiento, por reacciones que transcurren de modo adicional.

En la primera etapa (a) del procedimiento, se determina la viscosidad de la mezcla. Esto ocurre mediante mediciones de ultrasonido sobre o en una conducción que conduce la mezcla o en un recipiente, que recibe la mezcla. El dispositivo de medición por ultrasonido usado puede al respecto ser aplicado directamente a una conducción que conduce la mezcla, por ejemplo sobre una brida de una tubería, en la que una sonda de medición extiende el dispositivo de medición por ultrasonido hasta la mezcla. Así mismo, es posible mediante una derivación retirar de la tubería una parte de la mezcla y conducirla al dispositivo de medición. En la medición de la viscosidad de la mezcla en un recipiente, preferiblemente el dispositivo de medición está aplicado a una pared de recipiente o ésta integrado a ella.

35 En la siguiente etapa (b) del procedimiento se estandariza el valor de medición determinado en la primera etapa (a), a condiciones estándar. Las condiciones estándar comprenden una temperatura estándar preestablecida. Para ello se mide la temperatura de la mezcla que contiene por lo menos dos componentes y se usa junto con un modelo para la estandarización a temperatura estándar. Como temperatura estándar se elige por ejemplo una temperatura en el intervalo de 20°C a 50°C. Al respecto, ya con un modelo sencillo que prevé un factor B de proporcionalidad y un factor y de corrección de temperatura, pueden alcanzarse buenos resultados:

$$U_{25^{\circ}\text{C}} = B^{-1} \cdot Q \cdot (T/25)^y \quad (\text{I})$$

Al respecto, $U_{25^{\circ}\text{C}}$ es la viscosidad estandarizada a una temperatura de 25°C, Q es la viscosidad medida y T es la temperatura medida. El factor B de proporcionalidad y el factor y de corrección de temperatura son determinados mediante análisis en el laboratorio de algunas muestras de la mezcla y subsiguiente ajuste de curvas.

45 Con una constante adicional puede usarse el modelo en otra unidad de temperatura, por ejemplo en Kelvin:

$$U_{298\text{K}} = B^{-1} \cdot Q \cdot ((T+A)/273,14)^y \quad (\text{II})$$

La constante A, el factor B de proporcionalidad y el factor y de corrección de temperatura son determinados mediante análisis de algunas muestras de la mezcla, en el laboratorio.

50 En la tercera etapa (c) del procedimiento se compara el valor medido de viscosidad estandarizado a condiciones estándar, como valor real, con un valor objetivo preestablecido. Si el valor real y el valor objetivo se desvían uno de otro, en la última etapa (d) del procedimiento se ajusta la viscosidad de la mezcla, en lo cual se modifica la relación mutua de mezcla de los componentes individuales. Esto es alcanzado cuando la fracción de por lo menos un componente de la mezcla, sube o baja.

En una forma de realización del procedimiento, la mezcla compuesta por varios componentes es obtenida mediante destilación o cristalización de una mezcla cruda, en las que se separa por lo menos parcialmente un componente. Al respecto, la viscosidad de la mezcla obtenida mediante destilación o cristalización es determinada mediante mediciones por ultrasonido en la corriente que fluye.

5 El ajuste de la viscosidad en la etapa (d) del procedimiento ocurre entonces por ejemplo por aumento o disminución de la cantidad separada del por lo menos un componente separado mediante destilación o cristalización. Otra variante para el ajuste de la viscosidad es la mezcla de una cantidad parcial del por lo menos un componente separado mediante destilación o cristalización.

10 En tanto la mezcla cruda sea resultado de un proceso de fabricación, para el ajuste de la viscosidad en la etapa (d) del procedimiento, puede modificarse la composición de la mezcla cruda, mediante cambio de los parámetros de proceso del proceso de fabricación.

15 Al respecto, dependiendo de la forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, aparte de las tres posibilidades que se acaban de describir para el ajuste de la viscosidad, es imaginable usar también una combinación de varias de estas posibilidades. Al respecto, es posible además ejecutar el ajuste de la viscosidad, de modo que es constante la cantidad del por lo menos un componente separado o la cantidad de la mezcla obtenida mediante destilación o cristalización.

20 Un ejemplo para una mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad es diisocianatodifenilmetano (MDI). La fabricación de MDI ocurre en varias etapas. En la primera etapa se sintetiza diaminodifenilmetano (MDA) a partir de anilina y formaldehído, mediante catálisis ácida. El MDA crudo así obtenido es una mezcla de 3 diferentes isómeros del monómero (MDA monomérico) así como diferentes oligómeros de cadena larga.

En la segunda etapa del procedimiento de fabricación se sintetiza fosgeno a partir de monóxido de carbono y cloro, el cual reacciona en la tercera etapa con el MDA crudo de la primera etapa, en un solvente hasta dar MDI crudo. Como solvente se usa por regla general mono- o diclorobenceno.

25 También el MDI crudo es una mezcla de 3 diferentes isómeros del monómero MDI con diferentes oligómeros de cadena larga, en la que la relación de los componentes corresponde mutuamente esencialmente a la del MDA crudo. A partir del MDI crudo se obtiene una mezcla de difenilmetanodiisocianatos (MDI), en lo cual una parte del MDI monomérico presente en la mezcla inicial, es separada por destilación al vacío. La mezcla remanente de MDI, que contiene el MDI oligomérico y la fracción residual de MDI monomérico, es denominada "MDI de polímero"
30 (PMDI) y es descargada de esta etapa de separación a un tanque de depósito. El MDI monomérico obtenido es separado en otra etapa de separación subsiguiente, por ejemplo destilación o cristalización, en diferentes productos de MDI. Los productos principales son 4,4'-MDI con una pureza de aproximadamente 98% y una mezcla de 2,4'- y 4,4'-MDI con una relación de mezcla de aproximadamente 50:50, donde esta última y la mezcla de PMDI remanente después de la destilación, contienen pequeñas cantidades del isómero 2,2'.

35 Para las propiedades de la mezcla de PMDI así obtenida, en particular para su viscosidad, es decisiva la cantidad de MDI monomérico. La viscosidad aumenta por una cantidad decreciente de MDI monomérico y se reduce con el aumento de la cantidad de MDI monomérico.

40 La viscosidad de la mezcla de PMDI es en consecuencia dependiente de qué tanto MDI monomérico es separado en la destilación. Esto a su vez depende de las condiciones de proceso así como de la composición original del MDI crudo. Además, por almacenamiento de MDI fresco ocurren reacciones secundarias, mediante las cuales se reduce la cantidad de MDI monomérico y se eleva la viscosidad.

Si el procedimiento de acuerdo con la invención es usado en un proceso en el cual se obtiene una mezcla de PMDI mediante separación de MDI monomérico por medio de destilación de una mezcla de MDI crudo, la viscosidad del producto es determinada preferiblemente mediante mediciones por ultrasonido en la corriente que fluye.

45 Con ayuda de los valores determinados medidos de viscosidad, estandarizados a condiciones estándar, puede ocurrir una regulación de modo que el valor real medido se acerca a un valor objetivo preestablecido.

Una regulación tal puede ocurrir mediante cambio de los parámetros de proceso en la destilación de modo que, dependiendo de la viscosidad determinada, se regula la cantidad de MDI monomérico separado de la mezcla de MDI crudo. Esto puede ocurrir por ejemplo mediante la regulación de la energía o calor suministrados.

50 La regulación puede ocurrir también mediante la incorporación mezclando de una parte del MDI monomérico separado por destilación, en la mezcla de PMDI, en la que la cantidad que va a ser incorporada mezclando depende de la viscosidad real estandarizada y medido y de la viscosidad objetivo preestablecida de la mezcla de MDI.

Además, dependiendo de la viscosidad determinada puede regularse la composición de la mezcla de MDI crudo. Puesto que la composición de isómeros de MDI crudo corresponde esencialmente a la del MDA crudo original, ésta puede ser alcanzada mediante un ajuste de las condiciones de proceso en la síntesis de MDA. Al respecto, se influye por ejemplo en la fracción de isómeros en la mezcla de MDA crudo, mediante cambio de la relación de cantidades de anilina a formaldehído y/o las cantidades usadas de catalizadores ácidos.

Dependiendo de la forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, una de las tres aproximaciones de regulación que se acaban de mencionar puede ser usada sola o también como una combinación con varias de las aproximaciones de regulación descritas. Al respecto, si se mantiene constante la relación de MDA crudo añadido y no se modifica la composición de la mezcla de MDA crudo, varían las cantidades de MDI monomérico separado y mezcla de PMDI remanente. Mediante la regulación adicional de la composición de MDA crudo y/o la cantidad de MDA crudo añadido puede, adicionalmente a la viscosidad de la mezcla de PMDI, también influirse en la relación entre la mezcla de PMDI producida y la cantidad de MDI monomérico separado.

Otro ejemplo de aplicación para el procedimiento de acuerdo con la invención es resultado de la circunstancia según la cual la viscosidad de una mezcla recientemente producida de MDI, aumenta con el tiempo de almacenamiento. La razón de este efecto son las reacciones secundarias que transcurren en la mezcla, que conducen a la formación de oligómeros de cadena larga con alta viscosidad. Esto tiene como consecuencia sin embargo que la mezcla almacenada no exhibe ya en ningún caso las propiedades requeridas.

De acuerdo con esto, se propone regular la viscosidad de una mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, mediante modificación de su composición, en la que la medición de la viscosidad de la mezcla es ejecutada en una conducción entre el recipiente que contiene la mezcla compuesta por al menos dos componentes, y un dispositivo de llenado.

Dependiendo de la viscosidad estandarizada determinada en la mezcla, puede modificarse entonces la composición de la mezcla mantenida en el recipiente. Esto puede ser logrado por ejemplo mediante la adición de otra mezcla, en la que para muy baja viscosidad de la mezcla en el recipiente se añade una mezcla con mayor viscosidad que la de la mezcla mantenida del tanque de depósito, y para muy alta viscosidad de la mezcla del recipiente, se añade una mezcla con menor viscosidad que la de la mezcla mantenida en el recipiente.

En el caso de una mezcla de PMDI como mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, se suministra PMDI recientemente producido a un recipiente, en el cual se mantiene el PMDI, en la que la viscosidad del producto recientemente producido es influida en la producción, dado el caso mediante modificación del valor objetivo para la viscosidad. A su vez, este valor objetivo es elegido de modo que la viscosidad del PMDI almacenado en el recipiente se aproxima a la viscosidad deseada en el llenado.

Si la mezcla de PMDI suministrada al recipiente es obtenida mediante separación de MDI monomérico por medio de destilación o cristalización, entonces puede disponerse en cascada el procedimiento de acuerdo con la invención. Al respecto, en una primera etapa de acuerdo con uno de los procedimientos descritos anteriormente, se regula la viscosidad de una mezcla de PMDI recientemente producida y con ésta, en una segunda etapa se ajusta la viscosidad de una mezcla de PMDI almacenada en un recipiente. Al respecto, los valores real y objetivo de la segunda etapa son usados para calcular el valor objetivo para la viscosidad en la primera etapa. El valor objetivo de la segunda etapa es la viscosidad requerida en el dispositivo de llenado, el valor real de la viscosidad de la segunda etapa es medido en la conducción de unión entre el recipiente y el dispositivo de llenado. El valor real de la primera etapa es la viscosidad medida en una conducción de unión entre el dispositivo, en el cual se obtiene la mezcla reciente de PMDI, y el recipiente. El valor objetivo de la primera etapa es el valor objetivo para la viscosidad de la mezcla de PMDI recientemente suministrada al recipiente y es ajustada de acuerdo con ello, dependiendo de la viscosidad real medida en la conducción de unión entre el recipiente y el dispositivo de llenado. Además, en el cálculo del valor objetivo de la primera etapa se llega también a la viscosidad objetivo necesaria para la mezcla de PMDI empacada. Mediante este encadenamiento de regulaciones de viscosidad de producción y almacenamiento, se genera una mezcla fresca de PMDI, cuya viscosidad real es adecuada para aproximar la viscosidad de la mezcla de PMDI almacenada en el recipiente a la viscosidad objetivo requerida en el dispositivo de llenado.

En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, la mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad es mantenida en por lo menos dos recipientes, en los que la relación de mezcla de los componentes de la mezcla es mutuamente diferente en los respectivos recipientes. Al respecto, se prevé empacar la mezcla desde dos recipientes mediante un dispositivo de llenado, mezclar la mezcla de los recipientes individuales antes del llenado en un dispositivo de mezcla y determinar la viscosidad de la mezcla mediante mediciones por ultrasonido, en una conducción de unión entre el dispositivo de mezcla y el dispositivo de llenado. La elección de la relación de mezcla determina entonces la viscosidad de la mezcla que se empaca. El dispositivo de mezcla puede ser un mezclador estático, otro recipiente o un tanque de depósito, los cuales están conectados mediante correspondientes tuberías con los recipientes individuales y la instalación de llenado. Aparte de la medición de la viscosidad de la mezcla, mediante dispositivos adicionales de medición pueden medirse

también las viscosidades de las mezclas almacenadas en los diferentes recipientes. Estos dispositivos adicionales de medición están dispuestos por ejemplo directamente en los recipientes o en las correspondientes conducciones de unión.

5 Puesto que en el caso de PMDI como mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, el progresivo aumento de la viscosidad es el resultado de la reducción del contenido de MDI monomérico, en una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, adicionalmente al PMDI almacenado, se mantiene MDI monomérico en por lo menos otro recipiente. Mediante ello, dependiendo de la viscosidad medida en la mezcla antes de empaque del PMDI, puede mezclarse MDI monomérico en un dispositivo de mezcla. La medición de la viscosidad ocurre preferiblemente mediante ultrasonido en una conducción de unión
10 previa a instalación de empaque.

En los casos descritos anteriormente, como dispositivo de mezcla sirve por ejemplo otro tanque de depósito o un mezclador estático como se describe por ejemplo en el documento WO 2005 030841.

A continuación se describe en más detalle la invención, mediante los dibujos y la siguiente descripción. Ellos muestran:

15 Figura 1: una representación esquemática de la regulación de viscosidad en la separación de isómeros,

Figura 2: la estandarización de mediciones de viscosidad por ultrasonido en condiciones estándar,

Figura 3: una representación esquemática de la regulación de viscosidad en la mezcla o almacenamiento de isómeros.

20 En la Figura 1 se representa el esquema de regulación de una separación de isómeros, con regulación de viscosidad.

El material crudo 112 es suministrado a un dispositivo 100 de separación, en el cual se separa total o parcialmente por lo menos un componente 120. La mezcla 125 remanente fluye desde el dispositivo 100 de separación hasta un drenaje 126. La viscosidad de la mezcla 125 remanente depende de qué tanto del por lo menos un componente 120 está presente aún en la mezcla 125. Entre el dispositivo 100 de separación y el drenaje 126 está dispuesto un
25 dispositivo 130 de medición de viscosidad. El dispositivo 130 de medición de viscosidad determina la viscosidad de la mezcla 125 con ayuda de ultrasonido. La viscosidad medida es estandarizada por el dispositivo 130 de medición a condiciones estándar. Para la estandarización se consideran la temperatura así como dado el caso el flujo másico de la mezcla 125. La viscosidad estandarizada es incorporada como viscosidad 132 real en un regulador 136. En el regulador 136 se compara la viscosidad real con una viscosidad 134 objetivo preestablecida. Por desviación de la viscosidad real de la del objetivo se generan, dependiendo de las formas de realización, una o varias señales 140,
30 142, 144 de control. Mediante la señal 140 de control se influye en los parámetros de proceso del dispositivo 100 de separación y con ello se controla la cantidad separada del por lo menos un componente 120. Mediante la señal 142 de control se maneja una válvula 122 de regulación, mediante la cual puede incorporarse mezclando una parte del por lo menos un componente 120 separado de la mezcla 125. Si se separa una mezcla 120 de por lo menos dos
35 componentes, la cual es separada adicionalmente en una etapa posterior de proceso, pueden incorporarse mezclando también partes de uno o varios de los componentes 120 separados, a la mezcla 125. Con la señal 144 de control se influye en los parámetros de proceso en la fabricación 110 de material crudo, mediante lo cual se cambia su composición. Así mismo, con la señal 144 de control es posible controlar la cantidad de material 112 suministrado.

40 En el caso de la fabricación de PMDI, la fabricación 110 de material crudo es la síntesis del MDI crudo y el dispositivo 100 de separación es operado por ejemplo como dispositivo de destilación.

Si el procedimiento de acuerdo con la invención es usado en un proceso en el cual la mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferentes viscosidades es una mezcla que es obtenida mediante separación de MDI monomérico, mediante destilación de una mezcla de MDI crudo, la viscosidad es determinada preferiblemente
45 mediante mediciones por ultrasonido en la corriente de drenaje del producto. Al respecto, el MDI monomérico es el componente 120 separado y consiste en una mezcla de los diferentes isómeros de MDI monomérico.

La viscosidad de la mezcla de PMDI es determinada en la conducción que lleva al drenaje 126 con un dispositivo 130 de medición de viscosidad formado como dispositivo de medición por ultrasonido, en el que en el dispositivo 130 de medición de viscosidad ocurre también una compensación de temperatura así como dado el caso una
50 compensación por el flujo másico. Con ayuda del valor 132 de viscosidad medido determinado, estandarizado a condiciones estándar, puede ocurrir ahora mediante el regulador 136 una regulación, de modo que la viscosidad 132 real medida se aproxima a una viscosidad 134 objetivo preestablecida.

Una regulación tal puede ocurrir mediante la señal 140 de regulación, mediante cambio de los parámetros de

proceso en la destilación 100 de modo que, dependiendo de la viscosidad 132 determinada, se regula la cantidad de la mezcla 120 de MDI monomérico separada de la mezcla 112 de MDI crudo. Esto puede ocurrir por ejemplo mediante regulación del calor o energía suministrados.

5 La regulación puede ocurrir también por incorporación mezclando nuevamente mediante una válvula 122, una parte del MDI 120 monomérico separado por destilación, en la mezcla 125 de PMDI, en la que la cantidad que va a ser incorporada mezclando depende de la viscosidad 132 real medida y estandarizada y la viscosidad 134 objetivo preestablecida de la mezcla de PMDI y es transmitida mediante la señal 142 de regulación a válvula 122. De acuerdo con el mismo principio, también puede suministrarse a la mezcla 125 de PMDI una parte de uno o varios componentes de la mezcla de MDI 120 monomérico separado aún más en un proceso subsiguiente.

10 Además, mediante la señal 144 de control, dependiendo de la viscosidad 132 real determinada, puede regularse la cantidad y composición de la mezcla 112 de MDI crudo. Puesto que la composición de isómeros de la mezcla 112 de MDI crudo corresponde esencialmente a la del MDA crudo que surge como producto intermedio, esta puede ser alcanzada mediante un ajuste de las condiciones de proceso en la síntesis de MDA. Al respecto, se influye por ejemplo en la cantidad de monómeros en la mezcla de MDA crudo, mediante modificación de la relación de
15 cantidades de anilina a formaldehído y/o la cantidad usada de catalizador ácido.

Dependiendo de la forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, una de las tres aproximaciones de regulación que acabamos de mencionar, puede ser usada sola o también como una combinación de varias de las aproximaciones de regulación descritas.

20 En la Figura 2 se representa una medición de la viscosidad de MDI en función de la temperatura, con y sin estandarización.

En el diagrama representado en la Figura 2 está una gráfica de la viscosidad de una muestra de MDI contra la temperatura. Al respecto, el eje Y muestra la viscosidad [U] y en el eje X está la gráfica de la temperatura [T], en la que el eje X comprende un intervalo de temperatura de 0°C a 60°C. La curva 12 muestra al respecto la viscosidad medida de la muestra. El punto de medición a una temperatura de 25°C es usado para estandarizar la viscosidad de la muestra, a condiciones estándar. El resultado de la estandarización es representado en el diagrama como
25 curva 14.

En la Figura 3 se representa el esquema de regulación para la regulación de viscosidad en el almacenamiento o empaque de una mezcla, que contiene por lo menos dos componentes con diferentes viscosidades.

30 Antes de empacar la mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferentes viscosidades mediante la conducción 212 de llenado, se determina su viscosidad con un dispositivo 220 de medición por ultrasonido. La viscosidad medida de la mezcla es estandarizada desde el dispositivo 220 de medición, a condiciones estándar. La viscosidad real 222 estandarizada a condiciones estándar es comparada en un regulador 230 con una viscosidad 224 objetivo preestablecida. Para desviaciones de la viscosidad 222 real, frente a la viscosidad 224 objetivo, se generan una o varias señales 232 de regulación, con las cuales se controla el suministro de una o varias mezclas
35 240 al dispositivo 200 de mezcla.

En el caso de PMDI como mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferentes viscosidades, el regulador 230 puede regular la alimentación de PMDI recientemente producido hacia un dispositivo 200 de mezcla operado como tanque, en función de la desviación de la viscosidad 222 real frente a la viscosidad 224 objetivo, mediante una señal 232 de regulación. Al respecto, dado el caso puede influirse en la viscosidad del PMDI recientemente producido, mediante modificación del valor objetivo para la viscosidad en la producción.
40

Si están a disposición muchas diferentes mezclas de MDI con diferentes viscosidades, mediante el regulador 230 puede ajustarse la relación en la cual las diferentes mezclas de MDI son suministradas al dispositivo 200 de mezcla. Puesto que en una mezcla de PMDI el progresivo aumento de la viscosidad es el resultado de una reducción en el contenido de MDI monomérico, en una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, adicionalmente a la mezcla de PMDI almacenada, en por lo menos otro tanque de depósito se mantiene MDI monomérico. Mediante ello, en función de la viscosidad 222 real medida de la mezcla, mediante la señal 232 de regulación puede incorporarse mezclando MDI monomérico en un dispositivo 200 de mezcla, antes del empaque de la mezcla PMDI.
45

En una variante del procedimiento, puede determinarse la viscosidad de la mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferentes viscosidades, en un dispositivo 200 de mezcla operado como tanque, sin empacar la mezcla. Para ello mediante la conducción 210 la mezcla pasa por el dispositivo 220 de medición por ultrasonido, y mediante la conducción 214 de retorno alcanza de vuelta al tanque 200.
50

Lista de referencias

[U] Viscosidad

[T] Temperatura

12 viscosidad

14 viscosidad estandarizada

5 100 dispositivo de separación

110 producción de MDI crudo

112 material crudo

120 componente separado (MDI monomérico)

122 válvula

10 124 MDI de 2 núcleos devuelto

125 mezcla remanente

126 drenaje (mezcla de PMDI)

130 dispositivo de medición de viscosidad

132 viscosidad real

15 134 viscosidad objetivo

136 regulador

140 señal de control de separación (destilación/cristalización)

142 señal de control de retorno

144 señal de control de producción de MDI

20 200 dispositivo de mezcla

212 conducción de llenado

214 conducción de retorno

220 dispositivo de medición

222 viscosidad real

25 224 viscosidad objetivo

230 regulador

232 señal de regulación

240 mezcla

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la regulación de la viscosidad de una mezcla (125; 210) que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, que comprende las siguientes etapas:

(a) determinación de la viscosidad de la mezcla (125; 210) mediante mediciones por ultrasonido,

5 (b) estandarización de la viscosidad (132; 222) estandarizada a condiciones estándar,

(c) comparación de la viscosidad estandarizada con un valor (134; 224) objetivo preestablecido,

(d) ajuste de la viscosidad de la mezcla (125; 210) mediante aumento o disminución de la cantidad de por lo menos un componente de la mezcla,

10 en el que la mezcla (125) que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, contiene difenilmetanodiisocianatos monoméricos así como difenilmetanodiisocianatos oligoméricos, en el que las mediciones por ultrasonido según la etapa (a) ocurren sobre o en una tubería que conduce la mezcla o en un recipiente, en el que la mezcla (125) compuesta por varios componentes es obtenida mediante destilación o cristalización de una mezcla (112) cruda de difenilmetanodiisocianatos (MDI), en el que por lo menos un componente es separado al menos parcialmente y en el que la mezcla (112) de MDI crudo es resultado de un
15 proceso de fabricación en el cual la mezcla (112) de MDI crudo es generada a partir de una mezcla de diaminodifenilmetano (MDA) crudo por reacción con fosgeno, y para el ajuste de la viscosidad en la etapa (d) del procedimiento, se aumenta o disminuye la cantidad separada del por lo menos un componente mediante la destilación o cristalización y la composición de la mezcla (112) de MDI crudo por cambio de los parámetros de
20 proceso para la síntesis de MDA es modificada, de modo que la cantidad del por lo menos un componente separado o la cantidad de la mezcla (125) obtenida por destilación o cristalización, es constante.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la viscosidad de la mezcla (125) obtenida mediante destilación o cristalización, es determinada por medio de mediciones (130) por ultrasonido en la corriente que fluye.

25 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el ajuste de la viscosidad en la etapa (d) del procedimiento, ocurre mediante aumento o disminución de la cantidad separada de por lo menos un componente separado por la destilación o cristalización, mediante modificación el suministro de energía o retiro de energía.

30 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el ajuste de la viscosidad en la etapa (d) del procedimiento, ocurre mediante introducción y mezcla de una cantidad parcial de por lo menos un componente separado por la destilación o cristalización o por incorporación y mezcla de una mezcla de producto crudo con otra composición.

35 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad es mantenida en un recipiente (200) y puede ser empacada mediante un dispositivo de llenado y porque la medición de la viscosidad de la mezcla en la etapa (a) del procedimiento es realizada en una conducción (210) de unión entre el recipiente y el dispositivo de llenado.

40 6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 5, caracterizado porque para viscosidad muy baja de la mezcla mantenida en el recipiente (200), se aumenta la viscosidad mediante suministro de una mezcla con mayor viscosidad que la de la mezcla mantenida en el recipiente (200) y porque para una viscosidad muy baja de la mezcla mantenida en el recipiente (200), se disminuye la viscosidad mediante suministro de una mezcla con menor viscosidad que la de la mezcla mantenida en el recipiente (200).

45 7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado porque se realizan en cascada dos regulaciones, en el que en una primera etapa se regula la viscosidad de la mezcla suministrada al recipiente (200), mediante un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6 y con esta mezcla fresca en una segunda etapa se ajusta la viscosidad de la mezcla mantenida en el recipiente (200), en el que en el cálculo del valor (134) objetivo de la primera etapa se consideran la viscosidad medida en la conducción (210) de unión entre el recipiente y el dispositivo de llenado, y el valor objetivo de la viscosidad de la segunda etapa.

50 8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la mezcla que contiene por lo menos dos componentes con diferente viscosidad, es mantenida en por lo menos dos recipientes y puede ser empacada mediante un dispositivo de llenado, en el que la relación de mezcla de los componentes de la mezcla es mutuamente diferente en los respectivos recipientes, y porque la mezcla de los recipientes individuales es mezclada antes del empaque en un dispositivo de mezcla y se determina la viscosidad de la mezcla mediante mediciones por ultrasonido en una conducción de unión entre el dispositivo de mezcla y el dispositivo de llenado, en el que

mediante la elección de la relación de mezcla, se ajusta la viscosidad de la mezcla empacada.

9. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 8, en el que como dispositivo (200) de mezcla se usa otro recipiente o un mezclador estático.

5 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque en la destilación o cristalización se separan los difenilmetanodiisocianatos monoméricos, por lo menos parcialmente de la mezcla.

11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la medición por ultrasonido de acuerdo con la etapa (a) ocurre mediante medición de la pérdida de emisión de una sonda de ultrasonido circundada por la mezcla.

10 12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en la estandarización de la viscosidad determinada a condiciones estándar en la etapa (b) del procedimiento, se compensan las desviaciones de medición debidas a una temperatura de mezcla que se desvía de las condiciones estándar.

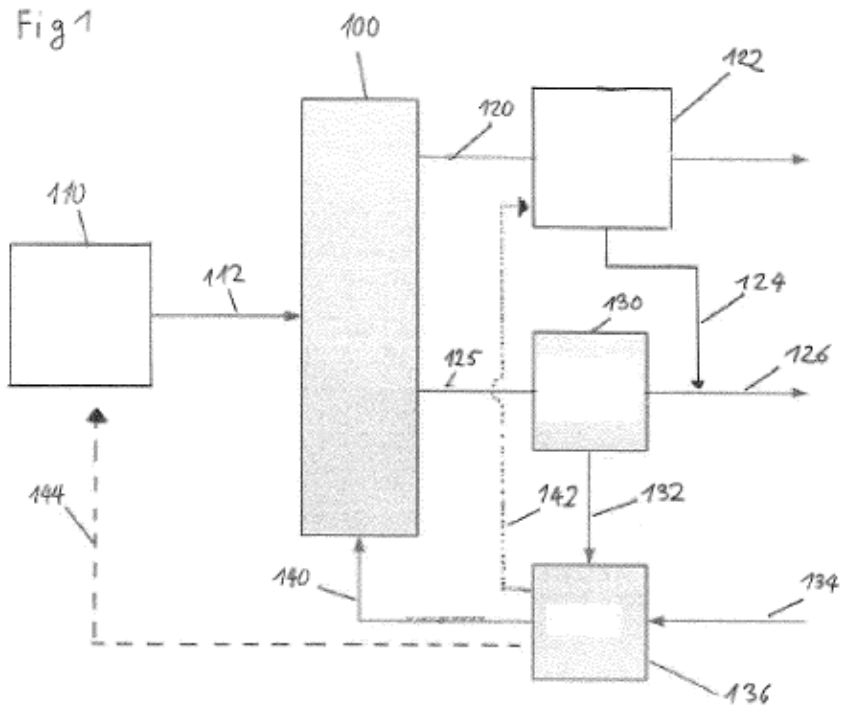


Fig. 2

