

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 753 382**

51 Int. Cl.:

C07C 263/10 (2006.01)

C07C 265/12 (2006.01)

C07C 265/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.05.2005** **PCT/EP2005/005520**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.12.2005** **WO05115974**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2005** **E 05752554 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2019** **EP 1753715**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de isocianatos**

30 Prioridad:

25.05.2004 DE 102004026095

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

08.04.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

WÖLFERT, ANDREAS;
PALLASCH, HANS-JÜRGEN;
STROEFER, ECKHARD;
PENZEL, ULRICH y
DEBERDT, FILIP

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 753 382 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 preparación de isocianatos

Procedimiento para la preparación de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno, en el que el flujo de fosgeno, que se alimenta al mezclado de amina y fosgeno,

- 5 (i) está esencialmente libre de isocianatos y
(ii) presenta un contenido en masa de cloruro de hidrógeno inferior al 0,4 % en masa, en el que la cantidad necesaria de HCl en el flujo de producto de partida que contiene fosgeno (11) se facilita mediante adición de HCl en el fosgeno fresco (1) o se ajusta en el flujo de fosgeno reconducido (10) mediante procesamiento en el procesamiento de fosgeno (IX) con consideración de la cantidad alimentada de fosgeno fresco (1).
- 10 Se han descrito en la bibliografía ya distintos procedimientos para la preparación de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno.

El documento EP-A-322 647 describe la preparación continua de mono- o poliisocianatos en una combinación de una boquilla mezcladora, en la que se mezclan de manera intensiva el flujo de amina y el flujo de fosgeno y un reactor tubular perpendicular conectado posteriormente, que se conecta en cascada mediante bases perforadas. Es
15 desventajoso en este procedimiento la tendencia a la obstrucción en la boquilla mezcladora, lo que reduce la estabilidad de funcionamiento del procedimiento.

Así describe por tanto el documento EP 0830 894 el uso de pasadores de limpieza en el dispositivo de mezclado, para mejorar la capacidad de funcionamiento de la boquilla mezcladora. Es desventajoso el uso de piezas móviles en el dispositivo de mezclado. En los sitios de realización existe el riesgo de una salida indeseada del fosgeno
20 tóxico. Otros planteamientos en cuanto a la optimización del procedimiento existen en la optimización de los flujos de producto de partida usados para mejorar el procedimiento en cuanto al rendimiento espacio-tiempo.

El documento WO 96/16028 describe un procedimiento continuo para la preparación de isocianatos, caracterizado por conducción de reacción en una etapa en cuanto a la temperatura, uso de isocianato como disolvente para el fosgeno, siendo el contenido en cloro del isocianato inferior al 2 %. Para la fosgenación puede usarse un reactor
25 tubular. Es desventajoso en el procedimiento que el isocianato se reconduzca de manera continua a la zona de reacción, donde puede reaccionar en presencia de la amina libre para dar ureas, que precipitan como sólido. El funcionamiento estable de un procedimiento de este tipo está en peligro sin embargo mediante la problemática de sólidos. Mediante la alta cantidad conducida en el circuito de isocianato resulta un volumen de reacción relativamente grande, lo que está unido con un gasto mecánico indeseablemente alto.
- 30 El documento US 4.581.174 describe la preparación continua de mono- y/o poliisocianatos orgánicos mediante fosgenación de la amina primaria en un circuito de mezclado con reconducción parcial de la mezcla de reacción que contiene isocianato, siendo la proporción de HCl en la mezcla reconducida inferior al 0,5 %. También en este caso se aplica que la reconducción continua del isocianato en la zona de reacción con amina libre requiere la formación de urea. La urea precipitada pone en peligro el funcionamiento estable del procedimiento.
- 35 El documento GB 737 442 describe la recuperación de fosgeno de la síntesis de isocianato. El fosgeno recuperado tiene un contenido en HCl del 0,5 al 0,7 %.

El documento EP 0 150 435 da a conocer igualmente un procedimiento para la preparación de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno.
- 40 Se sabe además que el uso de un alto exceso de fosgeno en comparación con la amina usada conduce a altas selectividades con respecto al isocianato preparado y por consiguiente tiene una influencia decisiva sobre la rentabilidad del procedimiento de preparación. Con relación creciente de fosgeno con respecto a grupos amino aumenta tendencialmente el mantenimiento de fosgeno de la instalación y el volumen de instalación. Por otro lado, debido a la toxicidad del fosgeno se tiene como objetivo un mantenimiento de fosgeno a ser posible bajo y una estructura a ser posible compacta de la instalación. Esto representa al mismo tiempo una reducción de los costes de
45 inversión de la instalación y por consiguiente una mejora de la rentabilidad del procedimiento.

Otro aspecto para la obtención de una buena rentabilidad es una alta duración de la instalación sin parada de la instalación. Las paradas son necesarias en las instalaciones de producción de isocianatos habitualmente cuando las partes de instalación se obstruyen mediante los sólidos producidos durante la fosgenación.
- 50 Por tanto, el objetivo de la invención era facilitar un procedimiento para la preparación de isocianatos, que permitiera que las reacciones resultantes se realizaran con alta selectividad y alto rendimiento espacio-tiempo y alta estabilidad de funcionamiento, de modo que el procedimiento pueda constituirse de manera espacialmente compacta y pueda hacerse funcionar de manera rentable.

En particular, el objetivo de la invención era facilitar un procedimiento para la preparación de isocianatos, que permitiera una baja formación de sólidos y deposición de sólidos en la instalación de producción, en particular en la

boquilla mezcladora y en el reactor de tiempo de permanencia.

Se encontró ahora que el procedimiento en cuanto a su capacidad de funcionamiento puede hacerse funcionar de manera especialmente eficaz cuando por un lado se prescinde de la reconducción de isocianatos descrita con frecuencia en el estado de la técnica o el uso de isocianatos como disolvente y por otro lado se mantiene bajo el contenido en HCl en el flujo que contiene fosgeno alimentado a la unidad de mezclado o unidad de reacción.

Por tanto, el objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno, en el que el flujo de fosgeno, que se alimenta al mezclado de amina y fosgeno,

(i) está esencialmente libre de isocianatos y

(ii) presenta un contenido en masa de cloruro de hidrógeno inferior al 0,4 % en masa, en el que la cantidad necesaria de HCl en el flujo de producto de partida que contiene fosgeno (11) se facilita mediante adición de HCl en el fosgeno fresco (1) o se ajusta en el flujo de fosgeno reconducido (10) mediante procesamiento en el procesamiento de fosgeno (IX) con consideración de la cantidad alimentada de fosgeno fresco (1).

Una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención está ilustrada en la figura 1. En la figura 1 significa:

- I recipiente para fosgeno
- II recipiente para amina
- III dispositivo de mezclado
- V reactor
- VI primer dispositivo de procesamiento
- VII segundo dispositivo de procesamiento (opcional)
- VIII recipiente para isocianato
- IX procesamiento de fosgeno
- X procesamiento de disolvente (opcional)
- 1 alimentación de fosgeno fresco
- 2 alimentación de amina fresca
- 3 alimentación de disolvente inerte (opcional)
- 4 cloruro de hidrógeno separado, fosgeno, disolvente inerte y dado el caso bajas cantidades de isocianato
- 6 cloruro de hidrógeno descargado
- 7 isocianato separado (opcional)
- 8, 11 disolvente inerte separado (opcional)
- 9 disolvente inerte procesado (opcional)
- 10 fosgeno procesado
- 11 flujo de producto de partida que contiene fosgeno con las características (i) y (ii) de acuerdo con la invención
- 12 flujo de producto de partida que contiene amina

La amina procedente del recipiente para amina II y el fosgeno, procedente del recipiente para fosgeno I se mezclan en un dispositivo de mezclado III adecuado. El recipiente para fosgeno I puede llenarse con fosgeno fresco 1 o con fosgeno reconducido y procesado 10. El flujo de sustancia transferido desde el recipiente para fosgeno I hacia el dispositivo de mezclado III es el flujo de producto de partida que contiene fosgeno 11 con las características (i) y (ii) de acuerdo con la invención. Tras el mezclado se transfiere la mezcla a un reactor V. Igualmente pueden usarse dispositivos que representa tanto dispositivo de mezclado como también dispositivo de reacción (es decir III y V se combina en un dispositivo), por ejemplo reactores tubulares con boquillas abridadas.

En el dispositivo de procesamiento VI se separa habitualmente del flujo de isocianato cloruro de hidrógeno y eventualmente disolvente inerte y/o bajas proporciones del flujo de isocianato. En el dispositivo de procesamiento VII opcional se separa preferentemente disolvente inerte, a continuación en un dispositivo X adecuado se procesa y se alimenta de nuevo al recipiente para amina II. Por ejemplo, las unidades de destilación habituales pueden representar los dispositivos de procesamiento.

Es esencial de la invención que el fosgeno necesario para la reacción y alimentado (= flujo de producto de partida que contiene fosgeno 11 alimentado) presenta un contenido en masa de cloruro de hidrógeno inferior al 0,4 % en masa (ii). Preferentemente, el flujo de producto de partida que contiene fosgeno presenta un contenido en masa de

cloruro de hidrógeno del 0,00001 % a menos del 0,4 % en masa, más preferentemente del 0,0001 % a menos del 0,3 % en masa, de manera especialmente preferente del 0,0005 % a menos del 0,25 % en masa y de manera muy especialmente preferente del 0,001 % a menos del 0,2 % en masa.

5 En el contexto de esta invención se refiere la indicación en porcentajes en masa del flujo de producto de partida que contiene fosgeno (características (i) y (ii)) a la masa total de la suma de fosgeno, HCl y eventualmente impurezas de isocianato. Esta indicación en porcentajes en masa no se refiere a la masa del flujo de producto de partida que contiene fosgeno incluyendo disolventes, en el caso de que el flujo de producto de partida que contiene fosgeno, que se conduce a la unidad de reacción o de mezclado, contenga aún adicionalmente uno o varios disolventes.

10 La cantidad necesaria de HCl en el flujo de producto de partida que contiene fosgeno 11 puede llevarse a cabo mediante adición de HCl en el fosgeno fresco o preferentemente mediante correspondiente procesamiento del flujo de fosgeno 10 (es decir el procesamiento de fosgeno IX se ajusta de modo que el flujo de fosgeno 10 - con consideración de la cantidad alimentada de fosgeno fresco 1 - facilita la cantidad de HCl (ii) de acuerdo con la invención en el flujo 11).

15 Además es esencial de la invención que el flujo de producto de partida que contiene fosgeno no contengan esencialmente isocianatos (i). Por esto ha de entenderse que en el procedimiento de acuerdo con la invención no se reconducen isocianatos preparados en el reactor (o tampoco otros compuestos de isocianato) y no se alimentan al flujo de producto de partida que contiene fosgeno. que se usan isocianatos como disolvente y se alimentan al flujo de producto de partida que contiene fosgeno.

20 En el dispositivo de procesamiento VI se separa HCl, fosgeno y eventualmente disolvente inerte y también bajas cantidades de isocianato del flujo de producto principal (el isocianato que va a prepararse). La separación de isocianato en el dispositivo VI está condicionada habitualmente de manera técnica, sin embargo no se desea. Además, en general si en el procesamiento de fosgeno IX se separa otra vez isocianato 7, éste puede alimentarse por ejemplo al primer dispositivo de procesamiento VI. Sin embargo puede estar condicionado técnicamente que el dispositivo de procesamiento VI no pueda producir una separación completa, es decir al 100 % de isocianatos.

25 En el contexto de esta invención es importante que el flujo de producto de partida que contiene fosgeno no contenga esencialmente isocianatos (i). No obstante, tal como se ha explicado anteriormente, puede contener el flujo de producto de partida que contiene fosgeno isocianatos en bajas cantidades, por ejemplo, ya que técnicamente no es posible obtener el flujo 10 completamente limpio de isocianatos. "esencialmente ningún isocianato" ha de entenderse por tanto de modo que el flujo de producto de partida que contiene fosgeno contenga habitualmente menos del 1 % en masa, preferentemente del 0,00001 % a menos del 1 % en masa, más preferentemente del 0,0001 % a menos del 0,5 % en masa, aún más preferentemente del 0,001 % a menos del 0,3 % en masa, de manera especialmente preferente del 0,01 % a menos del 0,2 % en masa de isocianatos.

Por "isocianatos" se entiende en el contexto de esta invención todos los compuestos que presenten al menos un grupo isocianato libre.

35 Para el cálculo de la cantidad de HCl e isocianatos en el flujo de producto de partida que contiene fosgeno se recurren eventualmente también a cloruros de carbamoilo. El cloruro de carbamoilo se forma mediante reacción de isocianatos con HCl en una reacción de equilibrio. Siempre que el flujo de producto de partida que contiene fosgeno contenga cloruros de carbamoilo se disocian éstos "teóricamente" en HCl y fosgeno y se consulta la respectiva cantidad de los productos de disociación para el cálculo de las cantidades de isocianato (i) y HCl (ii) de manera conjunta.

Se prefiere además que el flujo de fosgeno, que se alimenta al mezclado de flujo de amina y de fosgeno, contiene ya la cantidad de HCl indicada anteriormente. La cantidad de HCl debía introducirse no en primer lugar, tal como se describe en el documento US 3.234.253, posteriormente en la mezcla de reacción de amina y fosgeno.

45 En el procedimiento de acuerdo con la invención se realiza el mezclado de los reactivos en una unidad de mezclado, que se caracteriza por un alto cizallamiento del flujo de reacción conducido por la unidad de mezclado. Preferentemente se usan como unidad de mezclado una unidad de mezclado giratoria, una bomba mezcladora o una boquilla mezcladora, que está antepuesta al reactor. De manera especialmente preferente se usa una boquilla mezcladora. El tiempo de mezclado en esta unidad de mezclado asciende habitualmente a de 0,0001 s a 5 s, preferentemente a de 0,0005 a 4 s, de manera especialmente preferente a de 0,001 s a 3 s. Como tiempo de mezclado ha de entenderse cualquier tiempo que transcurre desde el inicio del proceso de mezclado, hasta que el 97,5 % de los elementos fluidos de la mezcla obtenida tienen una ruptura de mezclado que con respecto al valor del valor final teórico de la ruptura de mezclado de la mezcla obtenida al conseguir el estado de mezclado perfecto difiere menos del 2,5 % de este valor final de la ruptura de mezclado. (Con respecto al concepto de la ruptura de mezclado véase por ejemplo J. Warnatz, U. Maas, R.W. Dibble: Verbrennung, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1997, 2ª edición, pág. 134).

55 En una forma de realización preferente se realiza la reacción de amina con fosgeno con presiones absolutas de 90 kPa a 40.000 kPa, preferentemente de 300 a 3.500 kPa. La relación molar de fosgeno con respecto a grupos amino usados asciende en general a de 1,1 : 1 a 12 : 1, preferentemente de 1,25:1 a 8:1. El tiempo de permanencia total

en los reactores asciende en general a de 10 segundos a 15 horas, preferentemente a de 3 min a 12 h. La temperatura de reacción asciende en general a de 25 a 260 °C (grados Celsius), preferentemente a de 35 a 240 °C.

El procedimiento de acuerdo con la invención es adecuado para la preparación de todos los isocianatos alifáticos y aromáticos habituales, o una mezcla de dos o más de tales isocianatos. Se prefieren por ejemplo metilendi(fenilisocianato) monomérico (m-MDI) o metilen-di(fenilisocianato) polimérico (p-MDI), toluilendiisocianato (TDI), R,S-1-feniletilisocianato, 1-metil-3-fenilpropilisocianato, naftildiisocianato (NDI), n-pentilisocianato, 6-metil-2-heptanisocianato, ciclopentilisocianato, hexametilendiisocianato (HDI), isoforondiisocianato (IPDI), di-isocianato-metil-ciclohexano (H₆TDI), xilendiisocianato (XDI), di-isocianato-ciclohexano (t-CHDI), di-(isocianato-ciclohexil)-metano (H₁₂MDI).

- 5 De manera especialmente preferente se usa el procedimiento para la preparación de TDI, m-MDI, p-MDI, HDI, IPDI, H₆TDI, H₁₂MDI, XDI, t-CHDI y NDI, en particular para la preparación de TDI.

El procedimiento de acuerdo con la invención comprende procedimientos continuos, semicontinuos y discontinuos. Se prefieren procedimientos continuos.

- 15 La preparación de los isocianatos se realiza habitualmente mediante reacción de la amina primaria correspondiente con un exceso de fosgeno. A este respecto tiene lugar este proceso preferentemente en la fase líquida.

Al procedimiento de acuerdo con la invención puede añadirse un disolvente inerte adicional. Este disolvente inerte adicional es habitualmente un disolvente orgánico o mezclas de los mismos. A este respecto se prefieren clorobenceno, diclorobenceno, triclorobenceno, tolueno, hexano, dietilsoftalato (DEIP), tetrahidrofurano (THF), dimetilformamida (DMF), benceno y sus mezclas. El isocianato que se prepara en la instalación, no puede usarse como disolvente en contra de numerosas publicaciones en el estado de la técnica. Como disolvente se prefiere especialmente clorobenceno.

- 20 El contenido en amina con respecto a la mezcla de amina/disolvente asciende habitualmente a entre el 1 y el 50 % en masa, preferentemente a entre el 2 y el 40 % en masa, de manera especialmente preferente a entre el 3 y el 30 % en masa.

- 25 Tras la reacción se separa la mezcla de sustancias preferentemente por medio de rectificación en isocianato(s), disolvente, fosgeno e cloruro de hidrógeno. Pueden separarse cantidades bajas de productos secundarios que permanecen en el (los) isocianato(s) por medio de rectificación adicional o también cristalización del (de los) isocianato(s) deseado(s).

- 30 Dependiendo de las condiciones de reacción puede contener el producto disolvente inerte, cloruro de carbamoilo y/o fosgeno y puede procesarse posteriormente según los procedimientos conocidos.

Durante la conversión reacción el fosgeno en primer lugar con los grupos amino para dar el denominado cloruro de carbamoilo con disociación de cloruro de hidrógeno. El grupo cloruro de carbamoilo se convierte entonces con disociación posterior de cloruro de hidrógeno para dar el grupo isocianato.

- 35 Tras finalizar la reacción se separan habitualmente el cloruro de hidrógeno formado y el fosgeno en exceso de la mezcla de reacción mediante destilación o mediante destilación estabilizadora con un gas inerte. La mezcla de cloruro de hidrógeno/fosgeno se separa habitualmente mediante destilación (FR 1 469 105) o mediante lavado con un hidrocarburo en cloruro de hidrógeno y fosgeno, determinándose el gasto para la separación de HCl y fosgeno mediante los requerimientos de pureza del HCl o bien del fosgeno. Según esto ha de diferenciarse el contenido de fosgeno en el HCl y el contenido de HCl en el fosgeno. El fosgeno así obtenido, liberado del HCl se mezcla con el fosgeno fresco procedente de la síntesis de fosgeno y se alimenta de nuevo a la reacción para la preparación del isocianato.

- 40 Dependiendo del modo de funcionamiento de la instalación, el flujo que contiene fosgeno, que se alimenta a la unidad de reacción o de mezclado, contiene además de fosgeno y las proporciones mencionadas de HCl también aún el disolvente, en el que se realiza la fosgenación. Esto es en particular el caso cuando la separación del fosgeno y del cloruro de hidrógeno se realiza por medio de lavado con el disolvente.

- 45 La instalación de producción adecuada para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención comprende los dispositivos I, II, III, V, VI y eventualmente los dispositivos VII, VIII, IX y IX de acuerdo con la figura 1. Es esencial que el fosgeno que se encuentra en el recipiente para fosgeno I presente

- 50 (i) un contenido en masa de isocianato del 0,00001 al 1 %, preferentemente del 0,0001 % a menos del 0,5 % en masa, más preferentemente del 0,001 % a menos del 0,3 % en masa, de manera especialmente preferente del 0,01 % a menos del 0,2 % en masa, y
(ii) un contenido en masa de cloruro de hidrógeno del 0,00001 % a menos del 0,4 % en masa, preferentemente del 0,0001 % a menos del 0,3 % en masa, de manera especialmente preferente del 0,0005 % a menos del 0,25 % en masa y de manera muy especialmente preferente del 0,001 % a menos del 0,2 % en masa.

- 5 El procedimiento de acuerdo con la invención conlleva por consiguiente la ventaja de que el número de las paradas para la limpieza de la boquilla y con ello el número de las detenciones de la instalación pueden reducirse considerablemente en comparación con procedimientos conocidos. Para la limpieza de la boquilla debe hacerse que habitualmente la instalación esté libre de fosgeno y entonces debe abrirse. Al mismo tiempo, mediante la reducción de las aperturas se mejoró por tanto también la capacidad de manejo de la instalación. El efecto técnico del procedimiento de acuerdo con la invención es en particular por tanto sorprendente, ya que durante la reacción de la formación de isocianato se forma un múltiplo del cloruro de hidrógeno introducido en el procedimiento mediante la reconducción del fosgeno en exceso.

Ejemplo de acuerdo con la invención 1

- 10 En la boquilla mezcladora de doble tubo coaxial de una instalación de ensayo se mezclaron un flujo de solución de toluileno y un flujo de solución de fosgeno. El flujo de solución de toluilendiamina de 5 kg/h, que estaba constituido en el 85 % en peso por monoclorobenceno (MCB) y en el 15 % en peso por toluilendiamina (TDA), estando constituida la TDA en el 80 % en peso por 2,4-TDA y en el 20 % en peso por 2,6-TDA, se inyectó con una velocidad de 7 m/s a través del tubo interno. El flujo de solución de fosgeno de 6,78 kg/h se alimentó a través del espacio anular exterior con una velocidad de 5,8 m/s. El flujo de solución de fosgeno contenía además del 90 % en peso de fosgeno y al menos el 9 % en peso de MCB, el 0,02 % en peso de cloruro de hidrógeno (HCl). Las temperaturas de los flujos de producto de partida se ajustaron de modo que el flujo que sale de la boquilla mezcladora tenía una temperatura de 150 °C. Este flujo se condujo entonces por un recipiente agitador con un tiempo de permanencia de 20 min. La presión en el recipiente agitador ascendía a 1.000 kPa absolutos. La descarga de la reacción líquida se condujo a través de una válvula de regulación vertical, la descarga de reacción gaseosa se condujo a través de una válvula de retención a presión en una columna en la que se separaron por destilación un flujo que contiene fosgeno e hidrocarburo. La columna trabajaba a una presión de 350 kPa absolutos. La instalación se hizo funcionar durante 72 horas sin problemas de obstrucción.

Ejemplo de comparación 2

- 25 Tal como en el ejemplo 1 se mezclaron en la boquilla mezcladora de doble tubo coaxial de una instalación de ensayo un flujo de solución de toluilendiamina y un flujo de solución de fosgeno. El flujo de solución de toluilendiamina de 5 kg/h, que estaba constituido en el 85 % en peso por monoclorobenceno (MCB) y en el 15 % en peso por toluilendiamina (TDA), estando constituida la TDA en el 80 % en peso por 2,4-TDA y en el 20 % en peso por 2,6-TDA, se inyectó con una velocidad de 7 m/s a través del tubo interno. El flujo de solución de fosgeno de 6,78 kg/h se alimentó a través del espacio anular exterior con una velocidad de 5,8 m/s. El flujo de solución de fosgeno contenía además del 90 % en peso de fosgeno y al menos el 9 % en peso de MCB aún el 0,70 % en peso de cloruro de hidrógeno (HCl). Las temperaturas de los flujos de producto de partida se ajustaron de modo que el flujo que sale de la boquilla mezcladora tenía una temperatura de 150 °C. Este flujo se condujo entonces por un recipiente agitador con un tiempo de permanencia de 20 min. La presión en el recipiente agitador ascendía a 1.000 kPa absolutos. La descarga de la reacción líquida se condujo a través de una válvula de regulación vertical, la descarga de reacción gaseosa se condujo a través de una válvula de retención a presión en una columna en la que se separaron por destilación un flujo que contiene fosgeno e hidrocarburo. La columna trabajaba a una presión de 350 kPa absolutos. Tras 3,6 h debía desconectarse la instalación debido a problemas de obstrucción en la válvula de regulación vertical del recipiente agitador.

40

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de isocianatos mediante reacción de aminas con fosgeno, en el que el flujo de fosgeno, que se alimenta al mezclado de amina y fosgeno,
 - (i) está esencialmente libre de isocianatos y
 - (ii) presenta un contenido en masa de cloruro de hidrógeno inferior al 0,4 % en masa, en el que la cantidad necesaria de HCl en el flujo de producto de partida que contiene fosgeno (11) se facilita mediante adición de HCl en el fosgeno fresco (1) o se ajusta en el flujo de fosgeno reconducido (10) mediante procesamiento en el procesamiento de fosgeno (IX) con consideración de la cantidad alimentada de fosgeno fresco (1).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el procedimiento se realiza en una instalación de producción constituida por un recipiente para amina, un recipiente para fosgeno, un dispositivo de mezclado, un reactor y un dispositivo de procesamiento, en el que el fosgeno que se encuentra en el recipiente para fosgeno
 - (i) presenta un contenido en masa de isocianato del 0,00001 al 1 % y
 - (ii) un contenido en masa de cloruro de hidrógeno del 0,00001 % a menos del 0,4 % en masa.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el flujo de fosgeno, que se alimenta al mezclado de amina y fosgeno, presenta un contenido en masa de cloruro de hidrógeno del 0,00002 % al 0,3 %.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el flujo de fosgeno, que se alimenta al mezclado de amina y fosgeno, se mezcla con un flujo de amina, que se alimenta al mezclado de amina y fosgeno, en un tiempo de mezclado de 0,0001 segundos a 5 segundos.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque éste se usa para la preparación de TDI, m-MDI, p-MDI, HDI, IPDI, H6TDI, H12MDI, XDI, t-CHDI y NDI.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la reacción se realiza en un intervalo de temperatura de 25 a 260 °C y con presiones absolutas de 90 kPa a 40.000 kPa, en el que la relación molar de fosgeno con respecto a grupos amino usados asciende a de 1,1 : 1 a 12 : 1.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque éste se realiza en un procedimiento continuo y la reacción de fosgeno con amina se realiza en la fase líquida.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado porque la relación molar de fosgeno con respecto a grupos amino asciende a de 1,1 : 1 a 12 : 1.

Figura 1

