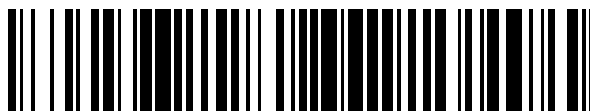


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 774 898**

51 Int. Cl.:

**B01J 19/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.08.2015 PCT/EP2015/068883**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.02.2016 WO16026826**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.08.2015 E 15760100 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2019 EP 3194065**

54 Título: **Procedimiento para fosgenación de compuestos que contienen grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida**

30 Prioridad:

**20.08.2014 DE 102014111903**

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

**23.07.2020**

73 Titular/es:

**BAYER AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)  
Kaiser-Wilhelm-Allee 1  
51373 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**ROGGAN, JENS STEFAN;  
MLECZKO, LESLAW;  
METAXAS, KONSTANTINOS;  
GOTTFRIED, MICHAEL;  
PECKERMANN, ILJA;  
SCHUBERT, STEPHAN y  
BARTH, EKKEHARD**

74 Agente/Representante:

**GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo**

ES 2 774 898 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 fosgenación de compuestos que contienen grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida

Los trabajos, que han conducido a esta invención, fueron financiados de acuerdo con del acuerdo de subvención n.º 245988 en el transcurso del Séptimo Programa Marco de la Unión Europea (FP7/2007-2013).

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la reacción de un primer compuesto con un segundo compuesto, en el que el primer compuesto presenta un etiquetado de sustancia peligrosa de acuerdo con GHS de GHS06 y puede obtenerse a partir de la reacción de al menos un primer y un segundo compuesto precursor y en el que el segundo compuesto es capaz de una reacción química con el primer compuesto. En particular, se trata de procedimientos de fosgenación de alcoholes aromáticos. Se refiere además a un reactor que es adecuado para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención.

10 Fosgeno ( $\text{COCl}_2$ ) es un reactivo clave en la producción de productos farmacéuticos, poliuretanos y policarbonatos. Es un producto químico muy reactivo pero también muy tóxico, y, debido a las cantidades de fosgeno (hold-up (retención)) presentes en una instalación, el procedimiento de producción a gran escala siempre alberga riesgos para el medio ambiente en el caso de una liberación accidental por fugas en tuberías u otros daños en partes de la instalación.

15 Un ejemplo del uso a gran escala de fosgeno como reactivo clave es la producción de carbonato de difenilo (DPC). DPC es un intermedio importante para la síntesis de policarbonatos de alta calidad, por ejemplo, mediante transesterificación con bisfenol A. La síntesis de DPC a partir de fenol y fosgeno (fosgenación directa) discurre en dos etapas: la primera etapa comprende la producción de fosgeno en una reacción en fase gaseosa a partir de monóxido de carbono y cloro, que normalmente tiene lugar/se lleva a cabo sobre catalizadores de carbón activado en un reactor de lecho fijo de múltiples tubos. En función de la temperatura de ebullición del medio refrigerante en los reactores, se diferencia entre una producción de fosgeno en combinadores fríos o combinadores calientes. Mediante reacción de fenol con fosgeno en presencia de un catalizador adecuado se obtiene por último DPC. La producción de DPC a través de la fosgenación directa con fenol ofrece a este respecto, en comparación con los procedimientos de interfase convencionales (reacción de fenolato de sodio con fosgeno), la ventaja de que se evita la formación de grandes cantidades de productos de desecho de NaCl.

20 Tanto la síntesis de fosgeno como la síntesis de DPC son reacciones fuertemente exotérmicas con entalpías de reacción de  $-107$  y  $-54$  kJ/mol. En particular, la exotermia de la síntesis de fosgeno en la fase gaseosa requiere sistemas de refrigeración eficientes, pero los denominados puntos calientes (hot spots) en el reactor con temperaturas localizadas de más de  $500$  °C no pueden evitarse (véase Mitchell et al., Catal. Sci. Technol., 2012). La aparición de temperaturas superiores a  $300$  °C no solo conduce a una sollicitación de material elevada en el reactor, sino que afecta de manera negativa a la reacción de equilibrio de la formación de fosgeno (la descomposición del fosgeno predomina a más de  $300$  °C) y aumenta además la velocidad de desactivación del catalizador, de modo que, en conjunto, el rendimiento espacio-tiempo y la eficiencia del proceso disminuyen.

35 El documento EP0520238 divulga un procedimiento y un reactor para la reacción de fosgeno (compuesto GHS06) con un compuesto que contiene grupos hidroxilo (fenol).

40 El documento WO 2003/072237 A1 divulga un reactor para producir fosgeno mediante reacción en fase gaseosa de monóxido de carbono y cloro en presencia de un catalizador sólido, con un haz de tubos dispuestos en paralelo entre sí, en la dirección longitudinal del reactor, que están fijados en sus extremos en plataformas de tubos, con, respectivamente, una campana en ambos extremos del reactor, así como con deflectores dispuestos en perpendicular a la dirección longitudinal del reactor en el espacio intermedio entre los tubos de contacto, que dejan libre aberturas de paso opuestas entre sí de manera alterna en la pared interior del reactor, estando los tubos de contacto llenos de catalizador sólido, la mezcla de reacción gaseosa se conduce desde un extremo de reactor a través de una campana a través de los tubos de contacto y se extrae del extremo de reactor opuesto a través de la segunda campana y se conduce a través del espacio intermedio alrededor de los tubos de contacto un medio de intercambio de calor líquido, careciendo de tubos el reactor en la zona de las aberturas de paso.

45 También el procedimiento descrito con este reactor produce grandes cantidades de fosgeno, que, no obstante, se han reaccionar de manera independiente espacialmente y desplazada en el tiempo.

50 El documento US 2013/303783 A1 se refiere a un procedimiento continuo para la producción de CO y  $\text{Cl}_2$  y el consumo del fosgeno así generado en una reacción en fase líquida, para obtener productos orgánicos P. El procedimiento se implementa en dos reactores sucesivos R1 y R2, siendo el primer reactor R1 un reactor para la síntesis catalítica de fosgeno a partir de CO y gas  $\text{Cl}_2$  y el segundo reactor un reactor de pistón con un equipo agitador mecánico.

55 Si se considera el desarrollo actual, entonces se aprecia la necesidad de un procedimiento con retención de fosgeno reducida. En el marco de la presente invención se proporciona un procedimiento de este tipo. En particular, la invención se ha planteado el objeto de proporcionar un procedimiento de fosgenación, en el que están presentes las cantidades más pequeñas posibles de fosgeno libre en la instalación de reacción.

De acuerdo con la invención, este objetivo se consigue mediante un procedimiento para la reacción de un primer

compuesto con un segundo compuesto,  
 en el que el primer compuesto presenta un etiquetado de sustancia peligrosa de acuerdo con GHS de GHS06 y puede obtenerse a partir de la reacción de al menos un primer compuesto precursor fluido y un segundo compuesto precursor fluido

5 y en el que el segundo compuesto es capaz de una reacción química con el primer compuesto, que comprende las etapas:

(I) proporcionar una fase líquida, que contiene el segundo compuesto, en un reactor con un extremo superior e inferior visto en la dirección de la fuerza de la gravedad;

(II) proporcionar un tubo de contacto con un extremo superior e inferior en el reactor, en el que

10 el extremo inferior del tubo de contacto se sumerge en la fase líquida que contiene el segundo compuesto y

en el tubo de contacto está presente un lecho de catalizador, que está ajustado para catalizar la reacción del primer y segundo compuesto precursor para dar el primer compuesto;

(III) introducir el primer y segundo compuesto precursor a través del tubo de contacto, saliendo el primer compuesto formado en el tubo de contacto del extremo inferior del tubo de contacto y entrando en contacto con la fase líquida que contiene el segundo compuesto.

De acuerdo con la invención, está previsto que el primer compuesto es un etiquetado de sustancias peligrosas de acuerdo con GHS (Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación, Etiquetado y Envasado de Productos Químicos de las Naciones Unidas) de GHS06. En la Unión Europea existe el conjunto de normas del Reglamento (CE) n.º 1272/2008, también denominado Reglamento CLP. La clasificación GHS06 indica sustancias tóxicas o muy tóxicas.

20 Con respecto al primer compuesto precursor fluido y el segundo compuesto precursor fluido, de acuerdo con la invención, están previstos gases y líquidos, incluyendo soluciones de sólidos en un disolvente.

En particular, el primer compuesto puede ser fosgeno, el primer compuesto precursor fluido puede ser monóxido de carbono, el segundo compuesto precursor fluido puede ser cloro, el catalizador presente en el lecho de catalizador puede ser un catalizador de carbón activado y el segundo compuesto un compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida.

Se prefiere asimismo que el catalizador de carbón activado presente una superficie BET de  $\geq 300$  a  $\leq 2000$  m<sup>2</sup>/g y un valor d<sub>90</sub> de la distribución del tamaño de partícula de 25 µm a 4 mm. La superficie BET se encuentra más preferentemente en un intervalo de  $\geq 800$  a  $\leq 1200$  m<sup>2</sup>/g; el valor d<sub>90</sub> de la distribución del tamaño de partícula en un intervalo de  $\geq 25$  µm a  $\leq 4$  mm. En menor escala de reacción, es en particular favorable un valor d<sub>90</sub> de la distribución del tamaño de partícula de  $\geq 40$  µm a  $\leq 120$  µm; a escala industrial, son extruidos de carbón activado con un valor d<sub>90</sub> de la distribución del tamaño de partícula de  $\geq 1$  mm a  $\leq 4$  mm.

Debido a la extraordinaria importancia de la reacción de fosgeno con un compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida, la presente invención se explica en relación con este primer y segundo compuesto, sin embargo, sin estar limitada a esto.

35 En el procedimiento de acuerdo con la invención, fosgeno aparece solo como producto intermedio de vida relativamente corta. La mezcla de gases de monóxido de carbono y cloro, reacciona dando fosgeno al pasar a través de un tubo de contacto. El fosgeno formado *in situ* sale en el extremo inferior del tubo de contacto, se eleva y reacciona con el compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida.

40 Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención puede evitarse que en la instalación de reacción estén presentes grandes cantidades de fosgeno. El compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida sirve asimismo para eliminar el calor de reacción. Adicionalmente, se evita la formación de NaCl como producto secundario con respecto al procedimiento de transferencia de fase convencional. Puede recuperarse cloro a partir del HCl generado a través de procedimientos de reciclaje conocidos. En conjunto, mediante la integración de dos reacciones en un procedimiento aumenta el rendimiento espacio-tiempo del procedimiento durante un periodo de tiempo más largo y se reduce la carga térmica de la instalación.

45 De acuerdo con la etapa (I) del procedimiento de acuerdo con la invención, se proporciona una fase líquida. Esta puede contener en particular reactante fundido o reactante disuelto en un disolvente. La forma constructiva del reactor no se especifica adicionalmente en primer lugar y puede ser, por ejemplo, un reactor tubular el funcionamiento continuo o un reactor de caldera para un funcionamiento discontinuo. El reactor presenta un extremo superior y uno inferior, sirviendo la dirección de la fuerza de la gravedad como referencia.

50 La etapa (II) del procedimiento de acuerdo con la invención incluye proporcionar (al menos) un tubo de contacto en el reactor, presentando el tubo de contacto igualmente un extremo superior y uno inferior con respecto a la dirección de la fuerza de la gravedad. El extremo inferior del tubo de contacto se sumerge en este sentido en la fase líquida. Para optimizar la eficiencia del procedimiento, el tubo de contacto puede sumergirse lo más profundamente posible en la

fase líquida.

5 En la etapa (III) del procedimiento de acuerdo con la invención, se introducen monóxido de carbono y cloro en el tubo de contacto y reaccionan allí para dar fosgeno. Debido a la presión de gas de los gases de reactante, el fosgeno gaseoso sale en el extremo inferior del tubo de contacto, entra en contacto con la fase líquida y sube hacia arriba. En este sentido, la reacción tiene lugar con el compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida.

Mediante la elección de presiones de líquido y de gas adecuadas en los dos espacios de reacción puede evitarse el paso de reactivos líquidos al interior del tubo de contacto.

El fondo del tubo de contacto puede estar formado, por ejemplo, por una membrana o una frita.

10 Ejemplos de compuestos que contienen grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida adecuados son alcoholes aromáticos tales como fenol, alcoholes alifáticos, aminas aromáticas primarias, aminas aromáticas secundarias, aminas alifáticas primarias, aminas alifáticas secundarias, N,N-dimetilformamida y N-metilformanilida. En particular, se prefieren alcoholes y formamidas aromáticos y alifáticos; los primeros debido a la aplicación de los productos de reacción en la producción de policarbonato y las segundas debido a su empleo en las formulaciones de Vilsmeier-Haack. Además se prefieren aminas primarias, dado que pueden convertirse por fosgenación en los isocianatos correspondientes, que se usan en la producción de poliuretano.

En conjunto, el tubo de contacto puede considerarse también como reactor de lecho fijo para una reacción gaseosa.

Las superficies sensibles a la corrosión en el reactor pueden, por ejemplo, protegerse mediante un revestimiento de acero fino o SiO<sub>2</sub>.

20 Con respecto a las condiciones de reacción en el procedimiento de acuerdo con la invención, la temperatura de reacción para la síntesis de fosgeno puede encontrarse ventajosamente entre 80 y 300 °C y para la fosgenación (en particular de fenol) entre 80 y 300 °C. Se prefiere especialmente una temperatura de reacción en la fase líquida en el reactor de 190 a 210 °C.

25 Para que la fase líquida pueda servir de manera especialmente efectiva como medio de disipación de calor, es conveniente cuando la temperatura para la síntesis de fosgeno y la temperatura en la fase líquida no difieren entre sí más de 20 °C, 10 °C o 5 °C. Es especialmente conveniente cuando la temperatura de la síntesis de fosgeno (dentro de las fluctuaciones habituales relacionadas con el procedimiento) es igual a la temperatura en la fase líquida.

Se prefiere un exceso molar de fenol de  $\geq 4$  a  $\leq 6$ .

Otras formas de realización y aspectos de la presente invención se explican a continuación. Pueden combinarse entre sí de manera discrecional, siempre que el contexto no indique claramente lo contrario.

30 En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, el procedimiento se lleva a cabo en un reactor que comprende:

una campana en el extremo superior del reactor, que en el interior del reactor se delimita por una plataforma de tubos;

35 una pluralidad de tubos de contacto, que están dispuestos en la dirección longitudinal del reactor, estando fijados los tubos de contacto con sus extremos superiores a la plataforma de tubos;

y proporcionándose la fase líquida que contiene el segundo compuesto en el espacio intermedio alrededor de los tubos de contacto.

40 En una forma de realización adicional del procedimiento de acuerdo con la invención, también está presente un catalizador en la fase líquida que contiene el segundo compuesto. El catalizador, especialmente para la reacción de fosgeno con el compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida, está disuelto preferentemente en el medio de reacción, que se encuentra en el segundo espacio de reacción. En el caso de la fosgenación de alcoholes aromáticos tales como fenol, pueden emplearse por ejemplo TiCl<sub>4</sub> o piridina.

En una forma de realización adicional del procedimiento de acuerdo con la invención, el compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida es fenol, dimetilformamida o N-metilformanilida.

45 En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, el tubo de contacto o los tubos de contacto presentan una relación de longitud con respecto a diámetro de  $\geq 15:1$  a  $\leq 1600:1$ . Preferentemente, la relación se encuentra en un intervalo de  $\geq 50:1$  a  $\leq 350:1$ .

50 En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, la suma de las presiones parciales del primer compuesto precursor y el segundo compuesto precursor asciende a  $\geq 1$  bar a  $\leq 26$  bar. Se prefiere una suma de estas presiones parciales de  $\geq 11$  a  $\leq 15$  bar. Independientemente de esto, se prefiere que la presión en la parte del reactor que contiene la fase líquida que contiene el segundo compuesto, sea  $\geq 3$  a  $\leq 6$  bar, en particular  $\geq 4$  a  $\leq 5$

bar, menor que la suma de las presiones parciales del primer compuesto precursor y el segundo compuesto precursor.

La invención se refiere además a un reactor para la reacción de fosgeno con compuestos que contienen grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida, que comprende:

5 una campana en el extremo superior del reactor, que en el interior del reactor se delimita por una plataforma de tubos;

una pluralidad de tubos de contacto, que están dispuestos en la dirección longitudinal del reactor, estando fijados los tubos de contacto con sus extremos superiores a la plataforma de tubos,

en el que

10 en los tubos de contacto está presente un lecho de catalizador, que está ajustado para catalizar la reacción de monóxido de carbono y cloro;

el reactor está ajustado para introducir gas monóxido de carbono y gas cloro en el espacio formado entre la campana y la plataforma de tubos, de modo que estos gases fluyen a través de los tubos de contacto;

15 el reactor está ajustado para introducir un compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida en el espacio intermedio alrededor de los tubos de contacto y extraer los productos de reacción líquidos de este compuesto con fosgeno de este espacio intermedio y

el reactor está ajustado además para extraer los productos de reacción gaseosos en el lado de la plataforma de tubos orientada en sentido opuesto a la campana.

20 En una forma de realización del reactor de acuerdo con la invención, el catalizador de carbón activado presenta una superficie BET de  $\geq 300$  a  $\leq 2000$  m<sup>2</sup>/g y un valor  $d_{90}$  de la distribución del tamaño de partícula de 25  $\mu$ m a 4 mm. La superficie BET se encuentra más preferentemente en un intervalo de  $\geq 800$  a  $\leq 1200$  m<sup>2</sup>/g, el valor  $d_{90}$  de la distribución del tamaño de partícula en un intervalo de  $\geq 25$   $\mu$ m a  $\leq 4$  mm. En menor escala de reacción, es en particular favorable un valor  $d_{90}$  de la distribución del tamaño de partícula de  $\geq 40$   $\mu$ m a  $\leq 120$   $\mu$ m; a escala industrial, son extruidos de carbón activado con un valor  $d_{90}$  de la distribución del tamaño de partícula de  $\geq 3$  mm a  $\leq 4$  mm.

25 En otra forma de realización del reactor de acuerdo con la invención, los tubos de contacto presentan una relación de longitud con respecto a diámetro de  $\geq 15:1$  a  $\leq 1600:1$ . Preferentemente, la relación se encuentra en un intervalo de  $\geq 50:1$  a  $\leq 350:1$ .

La presente invención se explica en detalle por medio de las siguientes figuras y ejemplos, sin embargo, sin estar limitada a esto. Muestran:

30 La figura 1 muestra una sección transversal a través de un reactor para el procedimiento de acuerdo con la invención

La figura 2 muestra una sección transversal a través de un reactor de acuerdo con la invención

35 La figura 1 muestra una sección transversal esquemática a través de un reactor, en el que se lleva a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención. Un reactor de tanque agitado con un revestimiento de calentamiento / enfriamiento lateral se cargó con fenol fundido. El nivel del líquido se representa mediante la línea de puntos en el reactor. En el reactor está dispuesto un tubo de contacto 100 con lecho fijo de catalizador de carbón activado, sumergiéndose el extremo inferior del tubo de contacto 100 en el fenol fundido.

40 A través de la conducción 101 puede retirarse de nuevo gas introducido en el reactor. El gas puede ser, por ejemplo, nitrógeno, cuando el reactor se inertiza antes del comienzo de la reacción. Además, pueden introducirse sustancias en el reactor a través de la conducción 101. En este sentido, puede tratarse en particular de catalizadores para la producción de DPC, tales como, por ejemplo, TiCl<sub>4</sub>.

El sensor de temperatura TX1 mide la temperatura en la fase líquida dentro del reactor. La temperatura en el interior del tubo de contacto se mide mediante el sensor de temperatura TX2.

45 Al conducirse monóxido de carbono y cloro a través del tubo de contacto 100, se forma fosgeno, que sale en forma de burbujas de gas desde el extremo inferior del tubo de contacto 100 y sube hacia arriba a través del fenol. En este sentido se forma DPC.

50 La figura 2 muestra una sección transversal esquemática a través de un reactor de acuerdo con la invención, en el que se lleva a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención. En su extremo superior visto con respecto a la dirección de la fuerza de la gravedad se encuentra una campana 200. En el reactor está presente asimismo una plataforma de tubos 300, que delimita la campana capó 200 en el interior. De este modo se forma un espacio de gas 500.

La plataforma de tubos 300 porta varios tubos de contacto 110, que están fijados a la plataforma de tubos 300 con sus extremos superiores. Los tubos de contacto 110 están dispuestos en la dirección longitudinal del reactor. En el lado que está orientado en sentido opuesto a la plataforma de tubos 300, los tubos de contacto 110 forman un espacio intermedio 400.

5 El espacio intermedio 400 se carga con fenol líquido. El nivel del líquido se representa mediante la línea de puntos en el reactor. Al mismo tiempo, se introducen monóxido de carbono y gas cloro en la campana 200, llegan mezclados en el espacio 500 a través de las aberturas en el extremo superior de los tubos de contacto 110 al interior de los mismos. Como se describe ya anteriormente, en los tubos de contacto 110 se forma fosgeno, que sale en las aberturas de los extremos inferiores de los tubos de contacto 110, sube hacia arriba a través del fenol y a este respecto reacciona con el fenol con la formación de DPC.

En el extremo superior del nivel de líquido se extraen DPC y fenol en exceso ("PhOH(exc.)"). Por encima del nivel de líquido en el lado orientado en sentido opuesto a la campana 200 de la plataforma de tubos 300, se extraen los componentes gaseosos HCl y monóxido de carbono en exceso ("CO(exc.)").

10 La plataforma de tubos 300, además de las aberturas, que se forman por los extremos superiores de los tubos de contacto 110, no presenta aberturas adicionales. De esta manera, el espacio de gas 500 puede separarse del espacio intermedio 400. Esto tiene la ventaja de que puede evitarse el contacto de gas cloro con fenol y la formación de compuestos cloroaromáticos como productos secundarios.

### Ejemplos

15 Realización del procedimiento de acuerdo con la invención a escala de laboratorio

La configuración del ensayo tuvo lugar de manera análoga a la disposición esquemática mostrada en la figura 1. Un recipiente de presión de 600 ml, equipado con un agitador de gasificación y termómetro interno (véase TX1 en la figura 1), se cargó con 280,4 g (2,98 mol) de fenol y este último se fundió mediante calentamiento a aproximadamente 45-50 °C. El cartucho de catalizador (véase 100 en la figura 1; longitud: 118 mm, diámetro: 12 mm) se cargó con 2,59 g de polvo de carbón activado (tamaño de partícula 45 - 125 µm) y se atornilló firmemente a la tapa del recipiente de presión. El fondo del cartucho estaba provisto de un taladro (0,5 mm de diámetro). En una corriente de nitrógeno se atornilló la tapa de reactor provista del cartucho de catalizador integrado (véase 100 en la figura 1) y, por lo tanto, el cartucho de catalizador se sumergió así en la masa fundida de fenol. La medición de la temperatura interna del cartucho tuvo lugar a través de un elemento térmico adicional (véase TX2 en la figura 2) en la posición de cartucho central. En este momento, la salida de reactor (véase conducción 101 en la figura 1) estaba todavía abierta y el reactor se inertizó mediante corriente de N<sub>2</sub> constante (6,0 ml/min) durante 30 min con agitación. A continuación, a través de la válvula presente en esta conducción (véase conducción 101 en la Figura 1), se añadieron 0,1 ml de TiCl<sub>4</sub> al PhOH líquido. Ahora se calentó a 200 °C bajo flujo de N<sub>2</sub> constante (6,0 ml/min). La válvula de salida del reactor (véase conducción 101 en la figura 1) se cerró en este sentido a una temperatura interna de TX1 = 130 °C. Después de alcanzar 200 °C de temperatura interior de reactor, se dosificaron 4,5 ml/min de CO y 4,3 ml/min de Cl<sub>2</sub> con interrupción simultánea de la adición de N<sub>2</sub> (cartucho de catalizador; véase 100 en la figura 1). Después de la introducción de, en total, 1,12 l de CO (0,050 mol) y 1,06 l de Cl<sub>2</sub> (0,047 mol), se finalizó la adición de Cl<sub>2</sub> y CO y se cambió a 3,0 ml/min de N<sub>2</sub>. La presión en el reactor ascendió en este momento a 12 bar. La mezcla de reacción se agitó a 200 °C durante 60 minutos y entonces se enfrió a 50 °C durante varias horas. Después de alcanzar 120 °C, el reactor se descomprimió. Bajo una corriente de N<sub>2</sub> constante adicional (3,0 ml/min) y agitación (2000 rpm<sup>-1</sup>), el reactor se inertizó durante la noche y se liberó de posibles restos de HCl, COCl<sub>2</sub> CO o Cl<sub>2</sub>. La formación de DPC se determinó mediante análisis de la mezcla de producto obtenida por medio de cromatografía de gases.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la reacción de un primer compuesto con un segundo compuesto, en el que el primer compuesto presenta un etiquetado de sustancia peligrosa de acuerdo con GHS de GHS06 y puede obtenerse a partir de la reacción de al menos un primer compuesto precursor fluido y un segundo compuesto precursor fluido  
5 y en el que el segundo compuesto es capaz de una reacción química con el primer compuesto, que comprende las etapas:
- (I) proporcionar una fase líquida, que contiene el segundo compuesto, en un reactor con un extremo superior y otro inferior visto en la dirección de la fuerza de la gravedad;  
10 (II) proporcionar un tubo de contacto (100, 110) con un extremo superior y otro inferior en el reactor, en donde el extremo inferior del tubo de contacto se sumerge en la fase líquida que contiene el segundo compuesto y en el tubo de contacto está presente un lecho de catalizador, que está ajustado para catalizar la reacción del primer y del segundo compuesto precursores para dar el primer compuesto;
- (III) introducir el primer y el segundo compuesto precursores a través del tubo de contacto (100, 110), saliendo el primer compuesto formado en el tubo de contacto del extremo inferior del tubo de contacto y entrando en contacto con la fase líquida que contiene el segundo compuesto.  
15
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el primer compuesto es fosgeno, el primer compuesto precursor es monóxido de carbono, el segundo compuesto precursor es cloro, el catalizador presente en el lecho de catalizador es un catalizador de carbón activado y el segundo compuesto es un compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida.  
20
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el catalizador de carbón activado presenta una superficie BET de  $\geq 300$  a  $\leq 2000$  m<sup>2</sup>/g y un valor d<sub>90</sub> de la distribución del tamaño de partícula de 25  $\mu$ m a 4 mm.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, llevándose a cabo el procedimiento en un reactor, que comprende:  
25 una campana (200) en el extremo superior del reactor, que en el interior del reactor se delimita mediante una plataforma de tubos (300); una pluralidad de tubos de contacto (100, 110), que están dispuestos en la dirección longitudinal del reactor, estando fijados los tubos de contacto con sus extremos superiores a la plataforma de tubos (300);  
30 y proporcionándose la fase líquida que contiene el segundo compuesto en el espacio intermedio (400) alrededor de los tubos de contacto (100, 110).
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que en la fase líquida que contiene el segundo compuesto está presente además un catalizador.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el tubo de contacto o los tubos de contacto (100, 110) presentan una relación de longitud con respecto a diámetro de  $\geq 15:1$  a  $\leq 1600:1$ .
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la suma de las presiones parciales del primer compuesto precursor y el segundo compuesto precursor asciende a  $\geq 1$  bar a  $\leq 26$  bares.  
35
8. Reactor para la reacción de fosgeno con compuestos que contienen grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida, que comprende:  
40 una campana (200) en el extremo superior del reactor, que en el interior del reactor se delimita mediante una plataforma de tubos (300); una pluralidad de tubos de contacto (100, 110), que están dispuestos en la dirección longitudinal del reactor, estando fijados los tubos de contacto con sus extremos superiores a la plataforma de tubos (300),
- caracterizado porque**  
45 en los tubos de contacto (100, 110) está presente un catalizador de carbón activado, que está ajustado para catalizar la reacción de monóxido de carbono y cloro; el reactor está ajustado para introducir gas monóxido de carbono y gas cloro en el espacio (500) formado entre la campana y la plataforma de tubos, de modo que estos gases fluyen a través de los tubos de contacto (100, 110); el reactor está ajustado para introducir un compuesto que contiene grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida en el espacio intermedio (400) alrededor de los tubos de contacto (100, 110) y extraer los productos de reacción líquidos de este compuesto con fosgeno de este espacio intermedio y  
50 el reactor está ajustado además para extraer los productos de reacción gaseosos en el lado de la plataforma de tubos (300) orientada en sentido opuesto a la campana (200).
9. Reactor de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el catalizador de carbón activado presenta una superficie BET

de  $\geq 300$  a  $\leq 2000$  m<sup>2</sup>/g y un valor  $d_{90}$  de la distribución del tamaño de partícula de 25  $\mu\text{m}$  a 4 mm.

10. Reactor de acuerdo con las reivindicaciones 8 o 9, en el que los tubos de contacto (100, 110) presentan una relación de longitud con respecto a diámetro de  $\geq 15:1$  a  $\leq 1600:1$ .

5 11. Uso de un reactor según las reivindicaciones 8 a 10 para la reacción de fosgeno con compuestos que contienen grupos hidroxilo, tiol, amino y/o formamida.



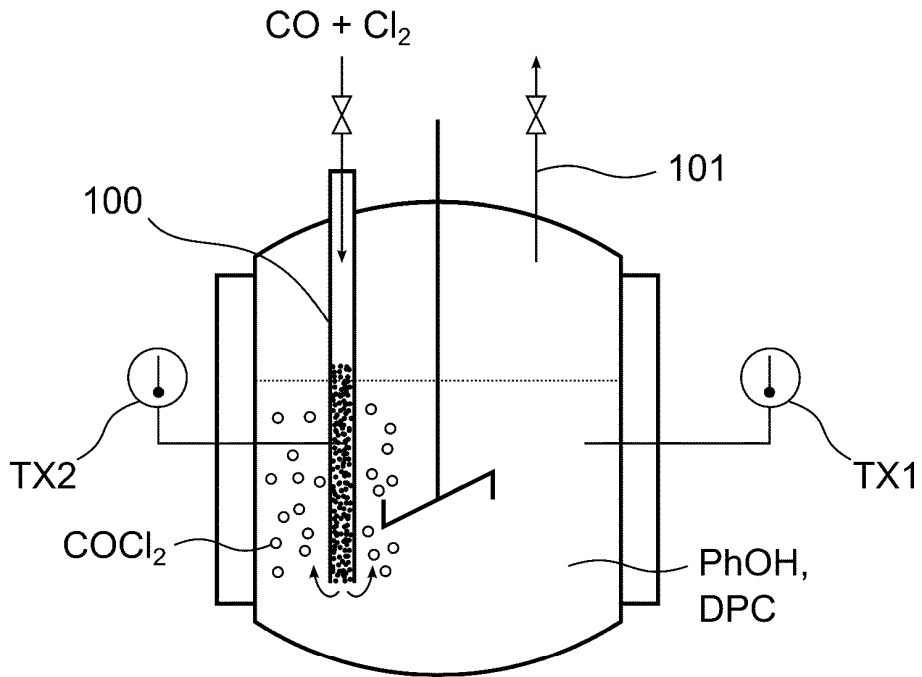


FIG. 1

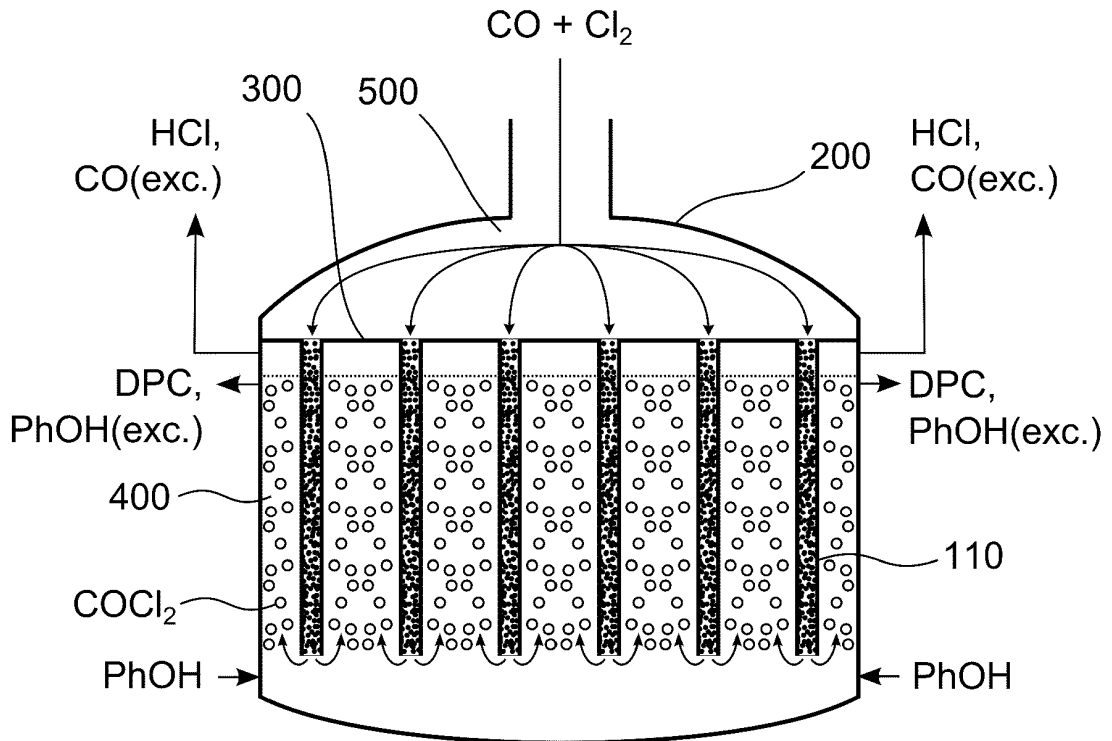


FIG. 2