



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 338 537**

51 Int. Cl.:
C07C 263/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02795066 .6**

96 Fecha de presentación : **19.11.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1451150**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **01.09.2004**

54 Título: **Producción de isocianatos en fase gaseosa.**

30 Prioridad: **28.11.2001 DE 101 58 160**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
10.05.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
10.05.2010

73 Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es: **Wölfert, Andreas;**
Müller, Christian;
Ströfer, Eckhard;
Pfeffinger, Joachim;
Weber, Markus y
Knösche, Carsten

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Producción de isocianatos en fase gaseosa.

5 La invención se refiere a un método para la producción de isocianatos mediante reacción de aminas primarias con fosgeno en fase gaseosa, caracterizado porque la reacción de amina y fosgeno ocurre en un canal de reacción, preferiblemente en un reactor de placas, donde las dimensiones internas del canal de reacción exhiben una relación de ancho a altura de por lo menos 2 : 1.

10 A partir del estado de la técnica se conocen diferentes métodos para la producción de isocianatos mediante la reacción de aminas con fosgeno en fase gaseosa. EP-A-593 334 describe un método para la producción de diisocianatos aromáticos en fase gaseosa, *caracterizado porque* la reacción de la diamina con fosgeno tiene lugar en un reactor de tubos sin partes móviles y con un estrechamiento de las paredes a lo largo del eje longitudinal del reactor de tubos. Sin embargo, el método presenta problemas puesto que el solo mezclado de la corriente de reactivos funciona mal en un estrechamiento de la pared del tubo, en comparación de la aplicación con el empleo de un dispositivo adecuado de mezcla. Comúnmente un mal mezclado conduce a una formación indeseablemente alta de sustancias sólidas.

15 EP-A-699 657 describe un método para la producción de diisocianatos aromáticos en fase gaseosa, *caracterizado porque* la reacción de la diamina correspondiente con el fosgeno tiene lugar en un reactor de dos zonas, donde la primera zona, la cual equivale a 20% a 80% del volumen total del reactor, mezcla de manera ideal y la segunda zona, la cual equivale a 80% a 20% del volumen total del reactor, puede ser caracterizada por un flujo en pistón. Sin embargo, como idealmente por lo menos 20% del volumen de reacción es retromezclado, resulta una distribución no homogénea de tiempos de residencia, lo cual puede conducir a una formación indeseablemente alta de sustancias sólidas.

20 EP-A-289 840 describe la producción de diisocianatos mediante la adición de fosgeno en fase gaseosa, donde de acuerdo con la invención la producción tiene lugar en una corriente turbulenta a temperaturas entre 200°C y 600°C en un espacio cilíndrico sin partes móviles. Evitando las partes móviles se reduce el peligro de una fuga de fosgeno. Mediante la corriente turbulenta en el espacio cilíndrico (tubo), cuando se obvian elementos fluidos en la cercanía de la pared, se alcanza una relativamente buena distribución homogénea de flujo en el tubo y con ello una reducida distribución de tiempos de residencia, lo cual, como se describe en EP-A-570 799, puede conducir a una disminución de la formación de sólidos.

25 EP-A-570 799 se refiere a un método para la producción de diisocianatos aromáticos en fase gaseosa, *caracterizado porque* la reacción de la respectiva diamina con el fosgeno es llevada a cabo en un reactor de tubos por encima de la temperatura de ebullición de la diamina dentro de un tiempo promedio de contacto de 0,5 a 5 segundos. Como se describe en el escrito, tiempos muy largos así como también tiempos muy cortos de reacción conducen a una indeseada formación de sólidos. De allí que se manifiesta un método, en el cual la tolerancia media del tiempo promedio de contacto es tan baja como 6%. El cumplimiento de este tiempo de contacto se alcanza, llevando a cabo la reacción en un flujo en el tubo que está caracterizado por un número Reynolds superior a 4.000 y un número Bodenstein superior a 100.

30 EP-A-749 958 describe un método para la producción de triisocianatos mediante la adición de fosgeno en fase gaseosa a triaminas (ciclo)alifáticas con tres grupos amino primarios, caracterizado porque, se hace reaccionar conjuntamente la triamina y el fosgeno en un espacio cilíndrico de reacción calentado de manera continua desde 200°C a 600°C, con una velocidad de flujo de por lo menos 3 m/s.

35 EP-A-928785 describe el empleo de mezcladores de microestructura para la adición de fosgeno a aminas en fase gaseosa. Es una desventaja del empleo de micromezcladores, que ya las cantidades más pequeñas de materia sólida, cuya formación no se excluye totalmente en la síntesis de los isocianatos, pueden conducir a la obstrucción del mezclador, lo cual reduce la disponibilidad temporal de la instalación de adición de fosgeno.

40 Para la producción de isocianatos a gran escala técnica, en los métodos conocidos de adición de fosgeno en fase gaseosa, los cuales emplean un espacio cilíndrico de reacción, se ofrecen dos posibilidades de ejecución técnica. En uno la reacción puede ser llevada a cabo en una sola línea de tubos, cuyo diámetro tiene que ser adaptado a la capacidad de producción de la instalación. Para instalaciones de producción muy grandes este concepto tiene por desventaja que mediante un calentamiento de la pared del tubo ya no es realizable un temperado exacto del flujo de reacción (fosgeno y amina) en el núcleo del flujo. La falta de homogeneidad de temperaturas locales puede conducir, a temperaturas muy altas, a la descomposición del producto o, a temperaturas muy bajas, a una reacción insuficiente de los reactivos para dar el isocianato deseado.

45 La segunda posibilidad de la ejecución técnica es la partición de la mezcla de reacción en corrientes parciales individuales, las cuales entonces son conducidas de manera paralela a través de pequeños tubos individuales, los cuales pueden ser temperados mejor debido a su menor diámetro. Es una desventaja de esta variante del método que ella es relativamente susceptible a la obstrucción, cuando no se regula el flujo volumétrico a través de cada tubo individual. Si se forman por ejemplo depósitos en un sitio de uno de los tubos, entonces la pérdida de presión del flujo a través de este tubo es mayor. Por eso el gas de reacción esquivará automáticamente intensificarse sobre los otros tubos.

El tubo con los depósitos tiene menor circulación. Cuando el flujo en el tubo que comienza a obstruirse es menor, el flujo en este tubo tiene un mayor tiempo de residencia mayor, lo cual como ya fue aclarado en la EP 570 799 conduce a un aumento en la formación de materia sólida. Además, eventuales materias sólidas pueden depositarse de manera esencialmente más fácil desde una corriente lenta sobre la pared del tubo, lo cual acelera la obstrucción.

Del empleo de un tubo grande en la adición de fosgeno en fase gaseosa a gran escala se ha hablado en forma resumida el problema del temperado del flujo total y del empleo de tubos muy pequeños el peligro de la circulación no uniforme. Ambas fuentes de problema conducen a un progreso irregular de la reacción y con ello a materias sólidas, lo que reduce la capacidad de la instalación para ser operada.

De allí que es objetivo de la invención poner a disposición un método para la producción de isocianatos, mediante la adición de fosgeno en fase gaseosa, donde se alcanza una alta superficie de intercambio de calor así como también, a pesar de no impedirse totalmente la formación de materias sólidas, en cuanto se pueda se alcanza un largo tiempo de operación de la instalación de producción, en particular una instalación de producción a escala industrial.

De modo sorprendente se encontró que puede ser ejecutada de manera ventajosa la adición continua de fosgeno a aminas en fase gaseosa, es decir por ejemplo en un número esencialmente más alto de horas de operación de la instalación de producción, cuando se lleva a cabo la reacción en un canal de reacción que no es cilíndrico, preferiblemente en un reactor de placas, el cual exhibe una altura que hace posible un temperado ventajoso de los reactantes y el cual exhibe un ancho que es por lo menos el doble de la altura.

De allí que es objetivo de la invención un método para la producción de isocianatos mediante la reacción en fase gaseosa de aminas primarias con fosgeno, *caracterizado porque* la reacción de amina y fosgeno ocurre en un canal de reacción, donde las dimensiones internas del mismo exhiben una relación de ancho a altura de por lo menos 2 : 1.

Además es objetivo de la invención el empleo de un reactor de placas, donde las dimensiones internas del mismo exhiben una relación de ancho a altura de por lo menos 2 : 1, para la producción en fase gaseosa de isocianatos mediante la reacción de aminas primarias con fosgeno.

Finalmente es objetivo de la invención el empleo de un bloque reactor, que contiene por lo menos dos de los reactores de placas previamente descritos, para la producción en fase gaseosa de isocianatos mediante la reacción de aminas primarias con fosgeno.

En general, el canal de reacción empleado en la presente invención consiste de un material que es esencialmente inerte frente a la reacción de adición de fosgeno. Además debería resistir en general presiones de hasta 10 bar, preferiblemente hasta 20 bar. Son materiales adecuados por ejemplo metales, acero, plata o cobre, vidrio, cerámica o mezclas homogéneas o heterogéneas de ellos. Preferiblemente se emplean reactores de acero.

Preferiblemente, el canal de reacción empleado tiene esencialmente forma de paralelepípedo. El canal de reacción empleado en exhibe una relación de ancho a altura de por lo menos 2 : 1, preferiblemente por lo menos 3 : 1, particularmente preferido por lo menos 5 : 1 y en particular por lo menos 10 : 1. El límite superior de la relación de ancho a altura depende de la capacidad deseada del canal de reacción y en principio no está limitado. Técnicamente ha probado ser razonable un canal de reacción con una relación de ancho a altura de hasta máximo 5000 : 1, preferiblemente 1000 : 1.

En general, la altura del canal de reacción no está limitada. De este modo es por ejemplo posible llevar a cabo la reacción en un canal de reacción alto con una altura de por ejemplo 40 cm. Sin embargo, en tanto deba ocurrir un mejor intercambio de calor en las paredes del reactor, puede llevarse a cabo la reacción en canales con menores alturas, por ejemplo sólo unos centímetros o milímetros.

En general el canal de reacción exhibe una altura de 1 milímetro a 50 centímetros, preferiblemente de 2 milímetros a 20 centímetros, particularmente preferido de 3 milímetros a 3 centímetros.

La longitud del canal de reacción depende del grado de reacción deseado y alcanza en general 10 veces la altura del mismo, preferiblemente de 10 veces, en particular 50 veces la altura del canal de reacción. Preferiblemente la longitud del reactor no supera 10000 veces, particularmente preferido 5000 veces, y en particular 4000 veces de la altura del canal de reacción.

En una forma preferida de operar, la longitud del canal es de por lo menos 1 metro, comúnmente 2 a 50 metros, preferiblemente 5 a 25 metros, particularmente preferido 10 a 20 metros.

Preferiblemente el canal de reacción empleado tiene esencialmente forma de paralelepípedo. Dependiendo de la modificación técnica, sin embargo puede exhibir esquinas y/o bordes redondeados. Así mismo, las superficies que forman el paralelepípedo pueden no ser planas sino curvas. En tanto la altura, ancho o largo no sean iguales en todos los sitios del paralelepípedo, entonces los valores manifestados en la descripción y en las reivindicaciones para las dimensiones internas del canal de reacción se refieren a la altura promedio (es decir media), ancho promedio o largo promedio. En la figura 1, ilustraciones 1 a 8, se muestran formas posibles de operación del canal de reacción.

ES 2 338 537 T3

Las paredes del canal de reelección pueden ser planas o perfiladas. Como perfiles son adecuados por ejemplo hendiduras u ondas.

En el canal de reacción empleado en la presente invención se trata preferiblemente de un reactor de placas. Éste es construido preferiblemente de capas en forma de placas. De modo particularmente preferido se emplean capas rectangulares en forma de placas. En general el reactor de placas puede estar compuesto de cuatro materiales rectangulares en forma de placas, de modo que el reactor exhibe preferiblemente la forma de un paralelepípedo. Las aristas de tal paralelepípedo pueden exhibir un ángulo de 90°, sin embargo ellas pueden por el contrario ser también redondeadas.

Así mismo, es posible componer el reactor de placas de dos capas en forma de placas con por lo menos una arista curvada a aproximadamente 90°, de manera que se forme un canal de reacción en forma de paralelepípedo.

En una forma preferida de operar, el canal de reacción contiene en la abertura de entrada un elemento distribuidor, donde el elemento distribuidor contiene elementos adecuados de desvío, los cuales distribuyen de la manera más homogénea posible la corriente de gas esencialmente sobre la totalidad del ancho del canal de reacción. Los elementos de desvío mencionados pueden por ejemplo consistir de láminas curvas.

El mezclado de los componentes de la reacción, amina y fosgeno puede ocurrir antes o en el canal de reacción. De este modo es posible colocar aguas arriba del canal de reacción una unidad de mezclado, por ejemplo una tobera, mediante lo cual una corriente de gas ya mezclado, que contiene amina y fosgeno, alcanza el canal de reacción.

En una forma preferida de operar, primero que todo la corriente de fosgeno es distribuida de manera tan homogénea como es posible por medio de un elemento distribuidor sobre la totalidad del ancho del canal de reacción. La alimentación de la corriente de amina ocurre en el comienzo del canal de reacción, al cual está incorporado un canal de distribución, huecos o toberas de mezcla, donde este canal de distribución alcanza preferiblemente la totalidad de ancho del canal de reacción. Por los huecos o toberas de mezcla se alimenta la amina, la cual dado el caso está mezclada con un medio inerte, al fosgeno.

En el medio inerte se trata de un medio que está en forma de gas a temperatura de reacción y no reacciona con los reactantes. Por ejemplo pueden emplearse nitrógeno, gases nobles como helio o argón o aromáticos como clorobenceno, diclorobenceno o xileno. Como medio inerte se emplea preferiblemente nitrógeno.

Para el método acorde con la invención pueden emplearse aminas primarias, las cuales preferiblemente pueden ser llevadas a la fase gaseosa sin descomposición. Son particularmente adecuadas aquí aminas, en particular diaminas, a base de hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos con 1 a 15 átomos de carbono. Son aquí ejemplos de ello 1,6-diaminohexano, 1-amino-3,3,5-trimetil-5-amino-metilciclohexano (IPDA) y 4,4'-diaminodiecilohexilmetano. Se emplea preferiblemente 1,6-diaminohexano (HDA).

Así mismo para el método acorde con la invención pueden emplearse aminas aromáticas que preferiblemente pueden ser llevadas a la fase gaseosa sin descomposición. Son ejemplos de aminas aromáticas preferidas toluidiaminas (TDA), como isómeros 2,4- o 2,6- o como mezclas de ellos, diaminobenceno, naftildiamina (NDA) y 2,4'- o 4,4'-metilen (difenilamina) (MDA) o mezclas de isómeros de ellas.

En el método acorde con la invención es ventajoso emplear en exceso de fosgeno respecto a los grupos amino. Comúnmente está presente una relación molar de fosgeno a grupos amino de 1,1 : 1 a 20 : 1, preferiblemente de 1,2 : 1 a 5 : 1.

Para la ejecución del método acorde con la invención puede ser ventajoso, precalentar los flujos de los reactantes antes del mezclado, comúnmente a temperaturas de 100 a 600°C, preferiblemente de 200 a 500°C. La reacción tiene lugar en el canal de reacción comúnmente a una temperatura de 150 a 600°C, preferiblemente de 250 a 500°C. El método acorde con la invención es ejecutado preferiblemente de manera continua.

En una forma preferida de operar, se determinan las dimensiones del canal de reacción y las velocidades de flujo de modo que está presente un flujo turbulento, es decir un flujo con un número Reynolds de por lo menos 2300, preferiblemente por lo menos 2700, donde el número Reynolds es formado con el diámetro hidráulico del canal de reacción. Preferiblemente los participantes en la reacción en forma de gas recorren el canal de reacción con una velocidad de flujo de 20 a 150 metros/segundo, preferiblemente de 30 a 100 metros/segundo.

En el método acorde con la invención, en general el tiempo promedio de contacto asciende a 0,05 a 5 segundos, preferiblemente de 0,06 a 1, particularmente preferido de 0,1 a 0,45 segundos. Se entiende por tiempo de contacto el período de tiempo desde el comienzo del mezclado de los reactantes hasta el lavado del gas de reacción después de abandonar el canal de reacción en la etapa de reacondicionamiento. En una forma preferida de operar, el flujo en el método acorde con la invención está caracterizado por un número Bodenstein mayor a 10, preferiblemente mayor a 100 y particularmente preferido mayor a 500.

Una forma preferida de operar del método acorde con la invención es ilustrada esquemáticamente en la figura 2.

ES 2 338 537 T3

En la figura 2 significan:

- I Entrada de amina
- 5 II Entrada de fosgeno
- III Unidad de mezcla
- IV Canal de reacción
- 10 V Etapa de reacondicionamiento
- VI Etapa de purificación
- 15 1 Alimentación de solvente
- 2 Alimentación de amina
- 3 Alimentación de medio inerte
- 20 4 Alimentación de fosgeno
- 5 Salida de cloruro de hidrógeno, fosgeno y/o medio inerte
- 25 6 Salida de solvente
- 7 Salida de isocianato

30 En la alimentación de amina se suministra la amina en fase gaseosa, dado el caso junto con un medio inerte como gas de soporte como por ejemplo nitrógeno, y se alimenta a la unidad de mezclado. Así mismo el fosgeno es llevado de la alimentación de fosgeno a la unidad de mezclado. Después de mezclar en la unidad de mezclado, la cual puede consistir por ejemplo en una tobera o un mezclador estático, se lleva la mezcla gaseosa de fosgeno, amina y dado el caso medio inerte al canal de reacción. Como se ilustra en la figura 2, en la unidad de mezclado no tiene que tratarse de una etapa de reacción independiente, más bien puede ser ventajoso integrar la unidad de mezclado al canal de reacción. En la figura 3 se representa una forma preferida de operar de una unidad integrada de unidad de mezclado y canal de reacción.

40 Después de que la mezcla de reacción se transformó en el canal de reacción, alcanza la etapa de reacondicionamiento. Aquí se trata preferiblemente de una denominada torre de lavado, donde se separa isocianato el formado de la mezcla gaseosa mediante condensación en un solvente inerte, mientras que el exceso de fosgeno, cloruro de hidrógeno y dado el caso medio inerte pasan en forma de gas la etapa de reacondicionamiento. Como solvente inerte son adecuados preferiblemente hidrocarburos aromáticos, que dado el caso están sustituidos con átomos de halógeno, como por ejemplo, clorobenceno, diclorobenceno y tolueno. En ello, se prefiere particularmente mantener la temperatura del solvente inerte por encima de la temperatura de descomposición del cloruro de carbamilo perteneciente a la amina.

50 En la subsiguiente etapa de purificación se separa el isocianato del solvente, preferiblemente mediante destilación. Así mismo, puede ocurrir aquí la separación de contaminantes residuales que incluyen cloruro de hidrógeno, medio inerte y/o fosgeno.

55 La figura 3 ilustra una forma preferida de operar de un canal de reacción. En esta forma de operar el canal de reacción consiste en un reactor, el cual contiene ambas aberturas de salida un elemento distribuidor y un elemento colector.

En la figura 3 significan:

- 1 Flujo de alimentación de fosgeno
- 60 2 Elemento distribuidor
- 3 Elemento de desvío
- 65 4 Canal distribuidor con aberturas de entrada para amina
- 5 Alimentación de amina

6 Reactor de placas

7 Elemento colector

5 8 Canal de salida

9 Aberturas de salida para amina

10 El flujo gaseoso de fosgeno empleado es distribuido de la manera más homogénea posible mediante un elemento distribuidor sobre el ancho total del reactor de placas. Para esto pueden emplearse elementos de desvío, los cuales pueden por ejemplo consistir de láminas anguladas. La adición de la amina ocurre por un canal distribuidor, el cual preferiblemente se extiende sobre el ancho total de reactor de placas y está dispuesto preferiblemente en las cercanías espacial elemento distribuidor. Preferiblemente el canal distribuidor está dispuesto a la mitad de la altura del reactor de placas y contiene huecos o toberas de mezclado, por las que se suministra el flujo de amina al reactor de placas y con ello se mezcla con el flujo y fosgeno. En el otro extremo del reactor de placas se enfoca el flujo de gas en un elemento colector y a continuación se conduce a la etapa de reacondicionamiento.

20 La adición del solvente inerte para el lavado del isocianato puede ocurrir en la torre de lavado y/o ya en la zona de salida del reactor de placas 6 y/o entre el reactor de placas 6 y el elemento colector 7 y/o en el elemento colector 7 y/o en el canal de salida 8. Una forma ventajosa de operar se caracteriza porque los gases de reacción del canal de reacción son puestos en contacto con el solvente inerte, en cuanto sea posible después del mismo tiempo de residencia en el canal de reacción. En una forma preferida de operar, el solvente inerte es puesto en contacto con el gas de reacción por medio de toberas, las cuales están instaladas en los lugares arriba mencionados.

25 En una forma preferida de operar se realiza el método acorde con la invención en un bloque reactor, donde el bloque reactor contiene dos o más, preferiblemente, 2 a 20, canales de reacción descritos previamente, preferiblemente reactores de placas. Los canales de reacción pueden estar dispuestos de cualquier manera dentro del bloque reactor, preferiblemente ellos están dispuestos uno sobre otro. Como bloque reactor es adecuado por ejemplo un tubo dimensionado de manera correspondiente, en cuyo interior están dispuestos dos o más canales de reacción. La reacción de fosgeno con amina tiene lugar por consiguiente solamente en los canales de reacción acordes con la invención, no en el bloque reactor. El bloque reactor sirve solamente como un tipo de carcasa para los canales de reacción.

35 En una forma particularmente preferida de operar, el bloque reactor contiene, además de los canales de reacción adicionalmente un fluido que pueden fluir entre los canales de reacción individuales. Este fluido sirve para conducir el calor, es decir para regular la temperatura dentro de los canales de reacción. Como fluidos son adecuadas las sustancias que mantienen su estado sin descomposición a temperaturas hasta de 350°C como por ejemplo aceites portadores de calor, como por ejemplo Marlotherm®, o fundidos de sales, como por ejemplo nitritos de Na/K y/o nitratos de Na/K. Así mismo es posible la conducción de calor mediante enfriamiento por evaporación, por ejemplo mediante agua.

40 En virtud de los siguientes ejemplos se ilustra la invención.

Ejemplo 1

45 Empleo de un reactor de placas

Se mezclaron mutuamente 40 mol/h de hexametildiamina y 40 mol/h de monoclorobenceno, se evaporaron y precalentaron a 320°C. Se mezcló el flujo de gas resultante con 160 mol/de fosgeno gaseoso, el cual así mismo fue calentado previamente a una temperatura de 320°C, en un equipo de mezclado por tobera compuesto por una cámara de mezclado con dos aberturas ubicadas una frente a otra, con una velocidad de entrada de, en cada caso, 80 m/s en las entradas de fosgeno y hexametildiamina/monoclorobenceno. La mezcla gaseosa que sale de la cámara de mezclado fue conducida a un canal rectangular de 8 mm de ancho y una altura de 62,8 mm y una longitud de 20 m. Se temperó el canal en los dos lados de 62,8 mm de ancho a una temperatura de 320°C con cintas eléctricas calefactoras. Después de salir del canal se lavó el hexametildiisocianato (HDI) de manera selectiva desde la mezcla de reacción en una manera conocida (ver por ejemplo US 2 480 089) por encima de la temperatura de descomposición del correspondiente cloruro de carbamilo con monoclorobenceno a una temperatura de 165°C. Se separó por destilación el HDI deseado del agente de lavado monoclorobenceno, con un rendimiento de 98,5%. Mediante la aplicación de una baja presión en la torre de lavado se ajustó en esta y en los tubos de reacción conectados aguas arriba, una presión absoluta de 350 mbar. Se instalaron medidores de presión entre el canal y el equipo de mezcla así como en la torre de lavado. Al comienzo del ensayo se ajustó una diferencia de presión de aproximadamente 79 mbar entre el sitio de medición de reacción entre el mezclado y el canal, y el sitio de medición de presión en la entrada de la torre de lavado, lo cual corresponde aproximadamente a la pérdida de presión por fricción en el tubo.

65 Después de un período de operación de 24 h no se reconoció ningún indicio de una elevación de la diferencia de presión, que fuera un síntoma del estrechamiento de la sección transversal libre debida a la formación de materia sólida.

Ejemplo de comparación 2

Empleo de un reactor de tubos compuestos de 10 tubos parciales paralelos, donde la superficie transversal total de todos los tubos corresponde a la superficie transversal entre las dos placas

De manera análoga al ejemplo 1 se mezclaron mutuamente 40 mol/h de hexametilendiamina y 40 mol/h de monoclorobenceno, se evaporaron y se precalentaron a 320°C. Se mezcló el flujo resultante de gas con 160 mol/h de fosgeno gaseoso, el cual así mismo fue calentado previamente a una temperatura de 320°C, en un equipo con tobera de mezclado compuesto por una cámara de mezcla y dos aberturas ubicadas de manera opuesta una respecto a la otra, con una velocidad de entrada de, en cada caso, 80 m/s en la entrada de fosgeno y hexametilendiamina/ monoclorobenceno. La mezcla de gases que salía de la cámara de mezcla fue distribuida en 10 tubos paralelos con un diámetro de forma circular de 8 mm y una longitud de 20 m. Se templaron los tubos a una temperatura de 320°C con cintas eléctricas calefactoras. Después de la salida de los tubos se lavó el hexametilendiisocianato (HDI) de manera selectiva de la mezcla de reacción de la manera conocida (ver por ejemplo US 2 480 089) por encima de la temperatura de descomposición del cloruro de carbamilo con monoclorobenceno a una temperatura de 165°C. El HDI deseado fue separado por destilación del agente de lavado monoclorobenceno con un rendimiento de 98,5%. Mediante la aplicación de una baja presión en la torre de lavado se ajustó en la misma y en los reactores conectados aguas arriba una presión absoluta de 350 mbar. Se instalaron medidores de presión entre los tubos y el equipo de mezcla así como en la torre de lavado. Al comienzo del ensayo se ajustó una diferencia de presión de aproximadamente 162 mbar entre el sitio de medición de presión ubicado entre el mezclador y el tubo de reacción y el sitio de medición de presión a la entrada de la torre de lavado, lo cual corresponde aproximadamente a la pérdida de presión del flujo por fricción en el tubo. Después de un período de operación de 24 h aumentó la diferencia de presión en uno de los tubos de 162 mbar a 187 mbar, lo cual es un indicio del estrechamiento de la sección transversal libre por formación de materia sólida en el tubo. Como resultado de ello se suspendió el ensayo.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para la producción de isocianatos por reacción en fase gaseosa de aminas primarias con fosgeno, **carac-**
terizado porque la reacción de amina y fosgeno ocurre en un canal de reacción, donde las dimensiones internas del
canal de reacción exhiben una relación de ancho a altura de por lo menos 2 : 1.
2. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en el canal de reacción se trata de un reactor de placas,
donde las dimensiones interiores del mismo exhiben una relación de ancho a altura de por lo menos 2 : 1.
- 10 3. Método según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** porque las dimensiones internas del canal de reacción
exhiben una altura de 1 milímetro a 50 centímetros.
4. Método según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la longitud del canal de reacción asciende
15 a por lo menos 10 veces el ancho del canal de reacción.
5. Método según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque como amina primaria se emplea tolui-
lendiamina, 1,6-diaminohexano, 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminometilciclohexano o 4,4'-diaminodiclohexilmetano.
- 20 6. Método según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque el fosgeno gaseoso empleado es distri-
buido mediante un elemento distribuidor a la entrada del canal de reacción sobre el ancho total del mismo y la amina
gaseosa es conducida hacia la corriente distribuida de fosgeno.
7. Método según una de las reivindicaciones 2 a 6, **caracterizado** porque la reacción ocurre en un bloque reactor
25 contiene dos o más de los reactores de placas descritos en la reivindicación 2.
8. Método según la reivindicación 7, **caracterizado** porque el bloque reactor contiene un fluido para la regulación
de la temperatura, el cual reviste por lo menos parcialmente los reactores de placas.
- 30 9. Empleo de un canal de reacción según una de las reivindicaciones 1 a 4 para la producción de isocianatos
mediante la reacción en fase gaseosa de aminas primarias con fosgeno.
10. Empleo de un bloque reactor según las reivindicaciones 7 o 8 para la producción en fase gaseosa de isocianatos
mediante reacción de aminas primarias con fosgeno.

FIG.1

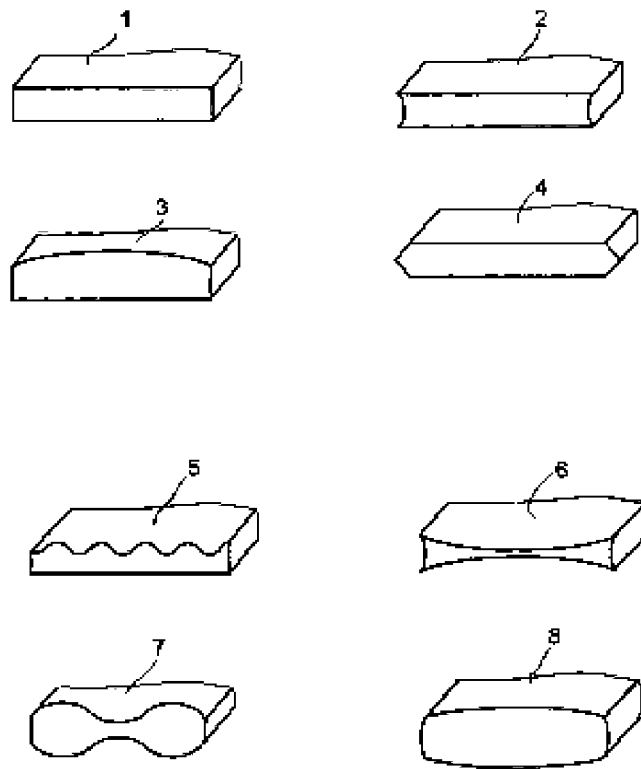


FIG.2

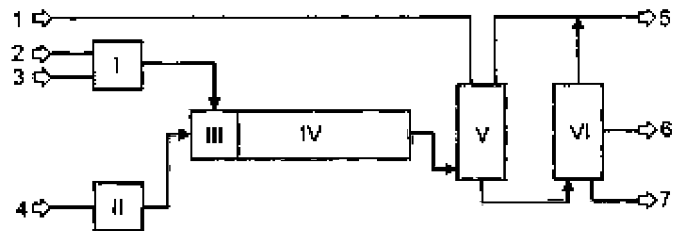


FIG.3

