



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 334 065**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07007795 .3**

96 Fecha de presentación : **17.04.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1849767**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **31.10.2007**

54 Título: **Procedimiento de producción de isocianatos.**

30 Prioridad: **24.04.2006 US 409940**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**04.03.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**04.03.2010**

73 Titular/es: **Bayer MaterialScience L.L.C.**  
**100 Bayer Road**  
**Pittsburgh, Pennsylvania 15205, US**  
**Bayer MaterialScience Ag**

72 Inventor/es: **Lorenz, Wolfgang;**  
**Bohm, Matthias;**  
**Brady, Bill y**  
**Pferdehirt, Donald**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

**ES 2 334 065 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 de producción de isocianatos.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de isocianatos en el que la mezcla de vapor formada cuando se hacen reaccionar el fosgeno y amina se somete a al menos un tratamiento de absorción isotérmica y al menos un tratamiento de absorción adiabática.

10 La producción de isocianatos se conoce bien en la técnica anterior. Como regla, fosgeno se usa en un exceso estequiométrico con respecto a la amina o una mezcla de dos o más aminas. Los procedimientos para la producción de isocianatos orgánicos a partir de aminas primarias y fosgeno se describen en la bibliografía, por ejemplo en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª Edición, Vol. A 19 p. 390 ff., VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1991 y G. Oertel (Ed.) Poliurethane Handbook, 2ª Edición, Hanser Verlag, Munich, 1993, p. 60 ff. así como G. Wegener *et al.* Applied Catalysis A: General 221 (2001), p. 303-335, Elsevier Science B.V.

15 La síntesis del fosgeno usado en la fosgenación de la amina se conoce bien y se describe, por ejemplo, en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 3a Edición, Vol. 13, p. 494-500. Otros procedimientos para la producción de fosgeno se describen, por ejemplo, en el documento US 4764308 y WO 03/072237. A escala industrial, fosgeno se produce principalmente mediante reacción de monóxido de carbono con cloro, preferiblemente sobre carbón activado como catalizador. La reacción en fase gaseosa altamente exotérmica se lleva a cabo a temperaturas de al menos 250°C a como mucho 600°C, como regla en los reactores con camisa y de tubo. El calor de reacción se puede disipar de diversas maneras, por ejemplo, mediante un medio de intercambio de calor líquido, como se describe, por ejemplo, en el documento WO 03/072237, o mediante enfriamiento por calor mediante un circuito de enfriamiento secundario con utilización simultánea del calor de reacción con el fin de generar vapor, como se describe, por ejemplo, en el documento US 4.764.308.

20 En la fosgenación de amina, el fosgeno sin reaccionar se produce la mayoría de las veces al menos en parte en forma gaseosa conjuntamente con el cloruro de hidrógeno liberado. Las fracciones de fosgeno y cloruro de hidrógeno todavía contienen en la corriente de producto que lleva isocianato líquido se separan durante el curso de la fase de procesamiento del isocianato. Como regla, esta corriente de producto todavía puede contener fracciones de disolvente, gases inertes, tales como por ejemplo nitrógeno y monóxido de carbono, y productos de la síntesis de fosgeno, tales como dióxido de carbono y posiblemente isocianato incorporado. Con el fin de poner en marcha en procedimiento para la producción de isocianatos tan económicamente como sea posible, es esencial recuperar el exceso de fosgeno con pérdidas tan pequeñas como sea posible y recircularlo para el procedimiento de fosgenación. También es necesario separar y usar el gas de cloruro de hidrógeno que se produce de manera estequiométrica. Los usos adecuados para el cloruro de hidrógeno se determinan en base de los requerimientos de pureza sobre el cloruro de hidrógeno para cualquier aplicación dada.

25 Los posibles usos del cloruro de hidrógeno incluyen la comercialización de la solución acuosa (ácido clorhídrico) o usando el ácido clorhídrico en otros procesos industriales o químicos. Una de las formas posibles más comunes de usar cloruro de hidrógeno gaseoso es para la oxiclорación de etileno con cloruro de hidrógeno para formar dicloruro de etileno. Los procedimientos de recirculación para el cloruro de hidrógeno y retorno del cloro y/o hidrógeno para el procedimiento de producción en el que se forma el cloruro de hidrógeno están también entre los procedimientos preferidos. Estos procedimientos de recirculación incluyen la oxidación catalítica de cloruro de hidrógeno, por ejemplo de acuerdo con el procedimiento de Deacon, la electrolisis de cloruro de hidrógeno gaseoso, así como la electrolisis de una solución acuosa de cloruro de hidrógeno (ácido clorhídrico). El documento WO-A-04/14845 desvela un procedimiento para la oxidación catalítica de acuerdo con el procedimiento de Deacon, y el documento WO-A-97/24320 describe un procedimiento para la electrolisis en fase gaseosa de cloruro de hidrógeno. Una revisión de los procedimientos de recirculación electroquímica se proporciona en el artículo "Chlorine Regeneration from Anhydrous Hidrógeno" por Dennie Turin Mah, publicado en "12ª International Forum Electrolysis in Chemical Industry - Clean and Efficient Processing Electrochemical Technology for Synthesis, Separation, Recycle and Environmental Improvement", 11-15 de octubre de 1998, Sheraton Sand Key, Clearwater Beach, FL.

30 La oxidación electroquímica de una solución acuosa de cloruro de hidrógeno (ácido clorhídrico) usando un electrodo de difusión de gas como cátodo se describe en los documentos WOA-00/73538 y WO-A-02/18675.

35 En la electrolisis de cloruro de hidrógeno acuoso mediante el procedimiento de diafragma o membrana, se usa el ácido clorhídrico como electrolito en el espacio apropiado así como en el espacio de cátodo. En la electrolisis, se produce cloro en el ánodo y se produce hidrógeno en el cátodo.

40 Las posibilidades anteriormente mencionadas de uso de cloruro de hidrógeno imponen ciertos requerimientos de pureza y de esta manera suponen el gasto y equipo de purificación después de la separación de la mayoría de los otros componentes en la corriente gaseosa que contiene fosgeno y cloruro de hidrógeno. La oxidación catalítica de cloruro de hidrógeno mediante el procedimiento de Deacon se lleva a cabo con un catalizador que requiere la purificación preliminar del gas cloruro de hidrógeno a partir de un procedimiento de fosgenación mediante la absorción sobre un lecho de purificación, o la combustión catalítica de los restos de disolvente contenidos en el cloruro de hidrógeno (documento WO-A04/014845). En la electrolisis de fase gaseosa de cloruro de hidrógeno mediante los llamados sistemas de electrolito sólidos de acuerdo con el documento WO-A-97/24320, una contaminación de la membrana de

## ES 2 334 065 T3

intercambio iónico o el material catalíticamente activo es inadmisibles con el fin de evitar que se tengan que reemplazar las unidades. En la oxidación electroquímica de una solución acuosa de cloruro de hidrógeno que usa un electrodo de difusión de gas como cátodo, se sugiere en el documento WO-A-02/18675 que el cloruro de hidrógeno (ácido clorhídrico) se purifique mediante carbón activado, si es necesario adicionalmente mediante una resina de intercambio iónico. Para el uso de gas cloruro de hidrógeno en la oxiclорación se puede usar una condensación de dos fases para separar las impurezas que interfieren, tales como restos de disolventes (documento US-A-6.719. 957).

Una solución acuosa de cloruro de hidrógeno (ácido clorhídrico) para uso en la industria de productos alimenticios debe tener un grado correspondientemente alto de pureza, que se puede lograr mediante un estudio de absorción después de la purificación sobre un lecho de carbón activado, como se sabe de la técnica anterior.

El tratamiento de las corrientes de sustancias que contienen fosgeno y cloruro de hidrógeno a partir de la producción de isocianato de acuerdo con la técnica anterior se describe en el presente documento más adelante.

El propósito general es aislar las corrientes de sustancias que contienen fosgeno y cloruro de hidrógeno con componentes secundarios contenidos en ellas, tal como un disolvente, en la pureza requerida tanto como la pureza sea económicamente posible con el fin de permitir volver a usar fosgeno en la fosgenación de amina y pasar el cloruro de hidrógeno a una fase de utilización adecuada. Los procedimientos de condensación, condensación parcial, lavado/limpieza, absorción, absorción y destilación se emplean normalmente para este propósito.

Una condensación parcial de fosgeno a partir del gas de proceso se puede lograr bajo alta presión, por ejemplo a una presión entre 10 y 50 bar (100 y 500 kPa), de una manera que ahorre energía mediante agua de enfriamiento, aunque para la explotación a escala industrial las mediciones rigurosas de seguridad con relación a una pérdida que implique el escape de fosgeno se deben de tener en cuenta, como se describe en el documento DE-A-3212510.

La reacción de fosgenación y procesamiento de la fase gaseosa a presión elevada también se describe en el documento US-A-3.544.611. En un intervalo de presión de entre 10 y 50 bar (100 y 500 kPa) el gas de procesamiento se enfría con agua con el fin de condensar una gran parte del fosgeno que se usa en exceso estequiométrico. Un agotamiento adicional de fosgeno en la corriente de cloruro de hidrógeno requiere el uso de agentes de enfriamiento. En este caso, la ventaja económica de la fosgenación de amina con procesamiento del gas del procedimiento a presión elevada también se refleja en el ahorro de energía para el enfriamiento de la condensación de fosgeno. Una alternativa se describe en el documento US-A-3.544.611 en el que el cloruro de hidrógeno se condensa a partir de la corriente de gas del procedimiento a 33 bar (3300 kPa) y a una temperatura de refrigeración de -20°C. En este caso, fosgeno se condensa mediante enfriamiento con agua y separación en una fase preliminar. Las purezas respectivas para requeridas de los dos componentes se logra mediante una columna de destilación/depuración entre las dos fases de condensación.

En el documento de-a-1 0260084 se hace referencia al documento US-A-3544611 junto con un incremento potencial de riesgo en el caso de una pérdida debida a este procedimiento presurizado. También hay que observar que en los procedimientos descritos existe una alta concentración no deseada de cloruro de hidrógeno en el fosgeno usado para la fosgenación, y también se pierde fosgeno con la corriente de cloruro de hidrógeno (primer variante). En la segunda variante, aparte de los comentarios sobre el peligro potencial ya mencionado, también se hace referencia a la licuefacción de cloruro de hidrógeno desfavorable de manera energética a bajas temperaturas y altas presiones. Para una utilización adicional, el cloruro de hidrógeno se debe evaporar después, que de nuevo usa energía.

En el procedimiento descrito en el documento GB-A-827376, se lleva a cabo a una fosgenación de amina a una presión de aproximadamente 3 bar (300 kPa). Después de la finalización de la reacción, el exceso de fosgeno y cloruro de hidrógeno que se forman se separan por la parte superior en una columna a temperatura elevada. Fosgeno se separa por condensación a partir de la fase gaseosa, y el cloruro de hidrógeno se flamea (expande) y se elimina. Sin embargo, cantidades altas residuales de fosgeno en el cloruro de hidrógeno así como altos contenidos no deseables de cloruro de hidrógeno en el fosgeno recuperado se puede esperar con tal separación sencilla.

La fosgenación de amina en clorobenceno para formar TDI y MDI se describe en el documento US-A-3.3812.025. Después de la finalización de la reacción, disolvente conjuntamente con fosgeno y cloruro de hidrógeno se eliminan por destilación, clorobenceno y fosgeno se condensan después y se reciclan para la fosgenación, y cloruro de hidrógeno que contiene cantidades residuales considerables de fosgeno se pasa a través de un absorbedor para eliminar el fosgeno. En este caso la demasiada separación de fosgeno/cloruro de hidrógeno es incompleta en ambas corrientes, de manera que las pérdidas de fosgeno se producen a través de cloruro de hidrógeno y fracciones no deseables están contenidas en el fosgeno, que promueven una formación de cloruro de amina desventajosa en la fosgenación.

La fosgenación de amina a isocianato combinada con el procesamiento descrito en el documento SU-A-1811161 se describe en el documento DE-A-10260084. En el documento DE-A-1 0260084, también se reseña que el fosgeno se absorbe en forma gaseosa en el disolvente clorobenceno sin condensación anterior. Después de la reacción de fosgenación, se separan cloruro de hidrógeno, fosgeno y hasta algún grado disolvente en fase gaseosa. Después de la condensación parcial, la fase gaseosa se pasa a un absorbedor, la fase líquida se deposita como lecho en una columna de destilación en la que se separan cloruro de hidrógeno y fosgeno por la parte superior, y se condensa parcialmente y del mismo modo se pasa a través del absorbedor. Una solución de aproximadamente 70% en peso de fosgeno en clorobenceno se forma en el absorbedor. La corriente de cloruro de hidrógeno gaseoso de la parte superior del absorbedor todavía contiene aproximadamente 4% de fosgeno y se pasa a una fase de tratamiento adicional. De

## ES 2 334 065 T3

acuerdo con el documento DE-A-1 0260084, la solución de fosgeno en clorobenceno todavía contiene cantidades relativamente grandes de cloruro de hidrógeno debido al lavado de clorobenceno a baja temperatura. De acuerdo con los detalles proporcionados en el documento DE-A10260084, cloruro de hidrógeno y fosgeno después de su separación todavía están mutuamente contaminados hasta un grado que, como ya se ha descrito, cloruro de hidrógeno no se puede pasar sin procesamiento adicional a una de las fases de utilización convencionales y la solución de fosgeno que se obtiene no es económica para el procedimiento de fosgenación.

En el documento EP-A-0570799, que es una publicación con relación a la fosgenación de amina en la fase gaseosa, se hace referencia a la separación de una manera conocida *per se* de exceso de fosgeno después de la condensación del isocianato que se forma. Esto se puede lograr mediante una trampa fría, absorción en un disolvente inerte (por ejemplo, clorobenceno o diclorobenceno) mantenido a una temperatura de -10°C a 8°C, o mediante la adsorción e hidrólisis sobre carbón activado. La última variante no parece factible de manera económica para la implementación a gran escala. El gas cloruro de hidrógeno que pasa a través de la fase de recuperación de fosgeno se puede reciclar de una manera conocida *per se* para recuperar el cloro requerido para la síntesis de fosgeno.

Un procedimiento de fosgenación de amina continuo de dos fases en la fase líquida se describe en el documento US-A3.226.410. Una solución de fosgeno se mezcla en un exceso estequiométrico de una solución de amina en un reactor tubular reactor a temperaturas de hasta 90°C. La segunda fase tiene lugar en una caldera a 110° hasta 135°C. La fase gaseosa, compuesta de fosgeno, cloruro de hidrógeno y fracciones de disolvente, se retira por la parte superior de la segunda fase, se condensa en un procedimiento de dos fases, y se pasa al recipiente de la solución de fosgeno. Las fracciones no condensables pasan al interior de la columna de absorción, donde el fosgeno contenido todavía en la corriente de gas se absorbe mediante eliminación del disolvente de la fase líquida de la fosgenación y se pasa al recipiente de la solución de fosgeno. Las fracciones no absorbidas de la columna de absorción que la mayoría son gas cloruro de hidrógeno, se alimentan a un absorbedor de HCl que funciona con agua, en el que se forma el ácido clorhídrico acuoso.

Aparte de la producción de isocianato, también es necesaria una separación de fosgeno/cloruro de hidrógeno en la fosgenación alcoholes para formar cloroformiatos. De acuerdo con el procedimiento descrito en el documento DE-A69820078, esto tiene lugar a altas presiones en un a columna conectada hacia abajo del reactor. La presión del reactor varía entre 2 y 60 bar (200 y 6000 kPa), preferiblemente 6 a 40 bar (600 a 4000 kPa). Cuando se usa alta presión en la separación de fosgeno/cloruro de hidrógeno, se indica que, desde el punto de vista económico, los condensadores no se tienen que utilizar más a bajas temperaturas. En el documento DE-A-3000524 y documento US-A3,211,776, se hace referencia simplemente a una retirada por soplado de exceso de fosgeno en el procesamiento de la formación del cloroformiato a partir de alcohol, fosgeno y catalizador.

Una separación química de cloruro de hidrógeno y fosgeno es menos significativa para la producción industrial de isocianato debido al uso extensivo de, por ejemplo, bases, pérdida de cloruro de hidrógeno, y alta incidencia de subproductos. Por ejemplo, en el documento EP-A-1 020435 y documento DEA-1233854, se usan aminas terciarias como trampas de cloruro de hidrógeno que precipitan como sólidos en la forma de clorhidrato. Se usan sales u óxidos de metales alcalinos o alcaliотérreos para este propósito en el documento JP-A09208589.

El propósito de la obtención el cloruro de hidrógeno lo más puro posible y fosgeno puro de una mezcla de sustancia tal como se usa normalmente en la producción de isocianatos mediante reacción aminas con fosgeno se adopta en el documento DE-A-1 0260084. Se describe un procedimiento de cuatro fases, cuyas fases esenciales requieren columnas separadas y equipo adicional. El gas del procedimiento de la producción de isocianato se compone principalmente de fosgeno, cloruro de hidrógeno, fracciones de disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes (por ejemplo, monóxido de carbono y dióxido de carbono). La primera etapa del procedimiento es la condensación parcial del gas de procedimiento, que puede tener lugar en un a o más fases, en la que dependiendo de la presión del equipo, el procedimiento se puede llevar a cabo desde 40°C mediante el enfriamiento de agua -40°C con enfriamiento de salmuera. La mezcla parcialmente condensada obtenida de esta manera después se pasa, entre la sección de destilación y la sección de rectificación, a la siguiente columna de destilación. En el ejemplo dado, que usa clorobenceno como disolvente, esta columna se diseña como una columna de tapón con burbuja con 22 bandejas en la sección de destilación y 11 bandejas en la sección de rectificación. La columna sirve para separar cloruro de hidrógeno del fosgeno y está equipada para este propósito con un evaporador de circulación forzada (evaporador Robert) y un intercambiador de calor de camisa-tubo como condensador de cabecera. A 24,5°C de temperatura de alimentación, 38°C de temperatura en el fondo, -9°C de temperatura de cabecera y 2,5 bar (250 kPa) de presión de cabecera, la temperatura de reflujo del condensado parcial en la cabecera de la columna es -20°C. En estas condiciones, el producto del fondo tiene un contenido de cloruro de hidrógeno de 0,01% en peso, contenido en fosgeno de 89% en peso y contenido en cloro de 10% en peso. Esta corriente se pasa a la parte de reacción de la síntesis del isocianato.

Como una alternativa al evaporador anteriormente mencionado en la columna de destilación, la retirada de cloruro de hidrógeno de la corriente de gas de desecho del procedimiento a tratar también puede tener lugar mediante la destilación de la corriente de gas de desecho del procedimiento con un gas inerte tal como nitrógeno, con el vapor del disolvente del procedimiento, fosgeno, o con otra sustancia gaseosa a evaporarse.

La fracción no condensada que contiene 74% en peso de cloruro de hidrógeno y 26% en peso de fosgeno en el condensador de cabecera de la columna de destilación se alimenta a -20°C en la región inferior de una columna de absorción que está equipada con tres secciones de anillos de alambre gasa. Clorobenceno a una temperatura de -25°C

## ES 2 334 065 T3

se añade a la cabecera del lavador, y el calor de la solución de cloruro de hidrógeno en el clorobenceno se retira con un enfriador intermedio que funciona a  $-30^{\circ}\text{C}$ . Se forman vapores en la parte superior del lavador, que se incorporan después de un separador de partículas a un condensador de cabecera que funciona a  $-30^{\circ}\text{C}$ . Aquí las gotitas se retienen, que conjuntamente con una pequeña fracción de vapores condensados vuelven a regresar al fondo de este absorbedor o lavador. La cabecera de la columna funciona a 2,2 bar (220 kPa) a  $-8^{\circ}\text{C}$ , y el fondo a  $6^{\circ}\text{C}$ . El producto retirado de la cabecera después del condensador tiene un contenido en cloruro de hidrógeno de 99,5% en peso, un contenido en fosgeno de 0,1% en peso y un contenido en clorobenceno de 0,1% en peso. El producto retirado del fondo contiene un 19% en peso de fosgeno, 78% en peso de clorobenceno y 3% en peso de cloruro de hidrógeno.

En el ejemplo del documento DE-A-10260084, el extracto gaseoso de la parte superior se purifica posteriormente con un filtro de carbón activado. Los restos de fosgeno o clorobenceno no se pueden detectar mediante análisis de cromatografía de gas o mediante espectroscopía IR.

El extracto del fondo del absorbedor que contiene los contenidos anteriormente mencionados de fosgeno y cloruro de hidrógeno se deben después pasar como líquido de reflujo a una columna de reacción, a una columna para la separación de fosgeno, o para procesamiento de la mezcla de reacción. En el último caso, se hace referencia a la posibilidad de ahorrar un condensador de vapor para generar al líquido de reflujo.

Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para la producción de isocianatos y para la purificación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes de la fosgenación de amina, de una manera tal que se pueda lograr una concentración residual de fosgeno en la corriente de cloruro de hidrógeno de cómo mucho 0,5% en peso, preferiblemente como mucho 0,2% en peso y lo más preferiblemente como mucho 0,1% en peso. De esta forma, la pérdida de la material prima fosgeno se debe minimizar. Se evitarán de esta manera los problemas de seguridad y de procedimientos debido a un alto contenido en fosgeno en la corriente de cloruro de hidrógeno.

Ahora se ha encontrado que éste y otro objetos que serán evidentes para los expertos en la técnica se puede lograr mediante al menos una secuencia de dos fases de etapas de absorción y opcionalmente etapas de condensación, en las que al menos una etapa de absorción isotérmica y al menos una etapa de absorción adiabática están incluidas. A este respecto, la absorción isotérmica se puede llevar a cabo en el disolvente usado para la fosgenación, que ya puede contener cantidades de fosgeno, y la posterior absorción adiabática se puede del mismo modo llevar a cabo en el disolvente usado para la fosgenación. El gas cloruro de hidrógeno puede posteriormente liberado de cantidades residuales de fosgeno o disolvente mediante condensación parcial en un intercambiador de calor a bajas temperaturas. De este modo el procedimiento combinado proporciona un bajo contenido de fosgeno y bajo contenido de cloruro de hidrógeno en disolvente, que se puede usar de manera ventajosa para los procedimientos posteriores. Además, el alto grado de de recuperación del fosgeno que se usa proporciona una ventaja económica.

En el procedimiento de acuerdo con la invención se presta particular atención al aspecto de seguridad descrito anteriormente con respecto a la técnica anterior con relación a las fugas cuando se manipula fosgeno y cloruro de hidrógeno gaseoso. En la práctica de la presente invención, las etapas de procedimiento de absorción isotérmica, absorción adiabática, condensación parcial posible posterior y destilación posible se puede llevar a cabo en un aparato. Por medio de tal disposición, el número de bridas y superficies de sellado, que son sitios potenciales de fugas, se puede reducir drásticamente. Además, la ejecución de las operaciones anteriormente mencionados se lleva a cabo en una realización que optimiza energía en la que la pureza de la solución de fosgeno generado para la recirculación se puede adaptar según sea necesario a los requerimientos específicos de la implementación de la fosgenación de amina.

La figura 1 es una representación esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción.

La figura 2 es una representación esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción con condensación parcial de fosgeno hacia arriba.

La figura 3 es una representación esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción con condensación parcial de fosgeno hacia arriba y sobreenfriamiento del disolvente que todavía está contenido en la corriente de la parte superior gaseosa de la columna de absorción.

La figura 4 en una representación esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción con condensación parcial de fosgeno hacia arriba y sobreenfriamiento del disolvente que todavía está contenido en la corriente de la parte superior gaseosa de la columna de absorción así como destilación de la solución de fosgeno.

## ES 2 334 065 T3

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de isocianatos, en el que

5 a) al menos una amina se hace reaccionar con fosgeno, opcionalmente en la presencia de un disolvente, en el que se obtienen el isocianato correspondiente y la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes, y

10 b) la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes se separa en al menos una secuencia de dos fases de etapas de absorción que comprende al menos una etapa de absorción isotérmica y al menos una etapa de absorción adiabática, en el que se obtienen una corriente de cloruro de hidrógeno que contiene fosgeno en concentraciones de como mucho 0,5% en peso, preferiblemente de como mucho 0,2% en peso y lo más preferiblemente de como mucho 0,1% en peso, basándose en el peso de la corriente de cloruro de hidrógeno, y una corriente de fosgeno líquido, y

15 c) la corriente de fosgeno líquido se recicla después a la reacción de la amina con fosgeno.

20 La reacción de amina y fosgeno en la etapa a) tiene lugar en la fase líquida en la presencia de un disolvente, o en la fase gaseosa. En la fase gaseosa, la reacción preferiblemente tiene lugar en la ausencia de un disolvente orgánico. El término disolvente se entiende en esta configuración que significa disolventes orgánicos tales como o-diclorobenceno, pero sin embargo no gases inertes tales como nitrógeno o materiales que hierven a bajas temperaturas, tales como cloroformo. Los gases inertes están en el presente documento más adelante denominados sustancias inertes, y materiales que hierven a bajas temperaturas (por ejemplo, cloroformo) se denominan compuestos de bajo punto de ebullición.

25 Si la reacción de amina y fosgeno en la etapa a) se lleva a cabo en la fase líquida en la presencia de un disolvente, entonces se usa preferiblemente un agente de absorción para la absorción isotérmica y para la absorción adiabática el disolvente que también se emplea como disolvente en la fosgenación en la etapa a). La corriente de fosgeno líquido obtenida en la etapa c) entonces preferiblemente contiene, además del disolvente, también 20 a 80% en peso de fosgeno, basándose en el peso de la corriente de fosgeno líquido (Es decir, la mezcla). Esta corriente de fosgeno  
30 líquido que contiene disolvente y fosgeno se puede después reciclar a la reacción en la etapa a), preferiblemente sin la desorción previa de fosgeno.

35 Si la reacción de amina y fosgeno en la etapa a) se lleva a cabo en la fase gaseosa, entonces en la etapa c) se obtiene del mismo modo una corriente de fosgeno líquido, conteniendo preferiblemente, además del disolvente usado como agente de absorción, también 20 a 80% en peso de fosgeno, basándose en el peso de la corriente de fosgeno líquido (Es decir, la mezcla). Después se separa el fosgeno, preferiblemente mediante desorción, a partir de esta corriente de fosgeno líquido y se vuelve a la reacción en la etapa a). El disolvente separado (agente de absorción) se puede volver a utilizar en la absorción.

40 Preferiblemente, la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en la etapa b) se lleva a cabo de tal forma que primero todo el fosgeno se retira por condensación parcialmente de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes. La corriente resultante que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición  
45 y sustancias inertes se separa después en al menos una etapa de absorción isotérmica y al menos una etapa de absorción adiabática.

50 Más preferiblemente, los vapores (sustancialmente cloruro de hidrógeno y posiblemente compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes) que dejan la condensación parcial del fosgeno de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes se lava en corriente paralela con el disolvente usado en la etapa a).

55 Lo más preferiblemente, la absorción isotérmica en el disolvente usado en la etapa a) tiene lugar en contracorriente. Lo más preferiblemente, la absorción adiabática en el disolvente usado en la etapa a) tiene lugar del mismo modo tiene lugar en contracorriente.

60 Lo más preferiblemente, el disolvente residual se retira por condensación en contracorriente de la corriente de cloruro de hidrógeno después de la absorción adiabática en el disolvente usado en la etapa a). Preferiblemente, este disolvente retirado por condensación se vuelve después a la reacción en la etapa a), opcionalmente después de la purificación con la corriente de fosgeno líquido obtenida en la etapa c).

65 En una realización preferida de la presente invención, la corriente que contiene fosgeno líquido tratada de acuerdo con la etapa b) en primer lugar se purifica mediante la destilación de cloruro de hidrógeno y compuestos de bajo punto de ebullición, y después se vuelve a la reacción de amina con fosgeno en la etapa c).

A este respecto, la absorción se entiende que significa la captación y disolución de gases y vapores en líquidos. La absorción es un procedimiento de separación térmica en el que una sustancia auxiliar, el llamado lavado, solución o agente de absorción, se emplea. El absorbato se puede regenerar mediante desorción o destilación. La captación de

gas en el disolvente (agente de absorción) en general se promueve mediante bajas temperaturas y altas presiones, y recíprocamente temperaturas más altas y presiones inferiores se deben usar en la desorción. La absorción de gases en disolventes (agentes de absorción) es un proceso exotérmico, es decir, se libera calor, que es responsable de la transmisión de calor relativamente escasa se transfiere solamente a un grado ligero a la fase gaseosa y se transfiere principalmente a la fase líquida. El resultado de incremento de temperatura del disolvente (agente de absorción) es, de acuerdo con la ley de Henry, una reducción en la capacidad de absorción del disolvente (agente de absorción) para la sustancia a disolver. En un procedimiento industrial esto al mismo tiempo significa una mayor demanda de disolvente de una cantidad constante de absorbato. Si el calor de absorción no se disipa o se disipa solamente después que la absorción ha tenido lugar, se habla de absorción adiabática. Si el calor de absorción se elimina de manera uniforme durante la absorción y la temperatura del disolvente se mantiene al mismo tiempo sustancialmente constante, se habla de absorción isotérmica, que en la práctica se prefiere para la mejor utilización del disolvente (agente de absorción), como ya se ha descrito.

Preferiblemente la absorción adiabática tiene lugar en disolvente reciente (como agente de absorción), que corresponde al disolvente usado en la etapa a). En el procedimiento de acuerdo con la invención, se ha mostrado que es particularmente ventajoso para absorber la parte principal del fosgeno contenido en la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes, opcionalmente después de la condensación parcial, mediante una absorción isotérmica en contracorriente en tan poco disolvente (agente de absorción) como sea posible, y después retirar las cantidades todavía remanentes de fosgeno mediante absorción adiabática en contracorriente en disolvente reciente (agente de absorción) con solamente un ligero incremento de temperatura adiabática. La concentración óptima de flujo saliente de fosgeno en la corriente de vapor obtenida a partir de la absorción isotérmica (corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes) se maneja en esta dirección mediante la cantidad de disolvente (cantidad de agente de absorción) en la absorción adiabática y el incremento de temperatura adiabática que se puede tolerar que tiene relación con la capacidad de absorción del disolvente (agente de absorción) durante el curso de la absorción adiabática. Los incrementos de temperatura adiabática entre 0,1° y 20°C, preferiblemente entre 2° y 5°C han demostrado que son convenientes en este caso.

A este respecto, las relaciones de peso de disolvente a fosgeno en el punto de entrada a la absorción isotérmica se ajustan preferiblemente hasta entre 0,1: 1 y 10: 1, lo más preferiblemente entre 1:1 y 3: 1. El disolvente usado para la absorción isotérmica puede en esta conexión añadirse o bien completamente o también en parte ya en al principio de la absorción adiabática.

La producción de isocianatos mediante reacción de amina con fosgeno, la llamada fosgenación, tiene lugar a escala industrial normalmente en la fase líquida, en la que el fosgeno y la amina se pueden disolver en un disolvente. Los disolventes preferidos son: hidrocarburos aromáticos clorados, por ejemplo clorobenceno, o-diclorobenceno, p-diclorobenceno, triclorobencenos, los correspondientes clorotoluenos o cloroxilenos, cloroetilbenzeno, monoclorodifenilo,  $\alpha$ -y  $\beta$  cloruro de naftilo, benzoato de etilo, dialquil ésteres de ácido ftálico, diisodietil ftalato, tolueno y xilenos, así como cloruro de metileno, percloroetileno, triclorofluorometano y acetato de butilo. También se pueden usar mezclas de los disolventes mencionados a modo de ejemplo. Los ejemplos adicionales de disolventes adecuados son los conocidos de la técnica anterior. También se sabe a partir de la técnica anterior, por ejemplo, el documento WO-A96/16028, fosgeno así como el propio isocianato formado puede actuar como disolvente. En otra realización preferida, la fosgenación, en particular de diaminas aromáticas y alifáticas adecuadas, tiene lugar en la fase gaseosa, es decir, por encima del punto de ebullición de la amina. La fosgenación en fase gaseosa se describe, por ejemplo, en el documento EP-A570 799. Las ventajas de este procedimiento comparadas con la fosgenación de otra manera en fase líquida convencional son el ahorro de energía, debido a la minimization de un disolvente costoso y circulación de fosgeno. Como regla, disolvente también se usa en la fosgenación en fase gaseosa, pero en cantidades menores que en la fosgenación en fase líquida, como se describe, por ejemplo, en el documento DE-A-10245704, de manera que aquí es demasiado en principio el objeto de separar fosgeno, cloruro de hidrógeno y disolvente.

Las aminas orgánicas adecuadas son en principio todas aminas primarias que contienen uno o más grupos amino primarios que pueden reaccionar con fosgeno para formar uno o más isocianatos que contienen uno o más grupos isocianato. Las aminas contienen al menos uno, preferiblemente dos o posiblemente tres o más grupos amino primarios. Las aminas primarias orgánicas adecuadas incluyen aminas, diaminas y/o poliaminas alifáticas, cicloalifáticas, alifáticas/aromáticas, aromáticas tales como metilamina, etilamina, butilamina, estearilamina, anilina, fenilaminas halógeno sustituidas (por ejemplo, 4-clorofenilamina), 1,4diaminobutano, 1,6-diaminohexano, 1,8-diaminohexano, 1-amino-3,3,5-trimetil-5-aminociclohexano, lisina etil éster, lisine aminoetil éster, 1,6, 11-triaminoundecano o 1,5-naftilendiamina, 1,4-diaminobenceno, p-xililendiamina, 2,4 y/o 2,6-diaminotolueno perhidrogenado, 2,2'-, 2,4'-y/o 4,4'-diaminodiciclohexilmetano, 2,4-, 2,6-diaminotolueno y sus mezclas, 4,4'-, 2,4'- y/o 2,2'-difenilmetanodiamina y sus mezclas, así como de derivados de mayor peso molecular isoméricos, oligoméricos o poliméricos de estas aminas y poliaminas. Otras aminas posibles se conocen de la técnica anterior. Las aminas preferidas para la presente invención son las diaminas y poliaminas de las series de difenilmetano (MDA, aminas monoméricas, oligoméricas y poliméricas), 2,4-, 2,6-diaminotolueno (TDA, tolulendiaminas), por ejemplo mezclas técnicas de 2,4-, 2,6-diaminotolueno (TDA, tolulendiaminas) en una relación de peso de 80:20, isoforona diamina y hexametildiamina. Los correspondientes diisocianatodifenilmetano isocianatos (MDI, isocianatos monoméricos, oligoméricos y poliméricos), toluen diisocianato (TDI), hexametil diisocianato (HDI) e isoforona diisocianato (IPDI) se obtienen en la fosgenación.

## ES 2 334 065 T3

Las aminas se pueden hacer reaccionar con fosgeno en una reacción de una fase, dos fases o posiblemente de múltiples fases. Al mismo tiempo, es posible un modo continuo o por lotes de operación.

Si se elige una fosgenación de una fase en la fase gaseosa, entonces la reacción tiene lugar por encima del punto de ebullición de la amina, preferiblemente dentro de un tiempo medio de contacto de entre 0,5 y 5 segundos y a temperaturas de entre 200° y 600°C.

En la fosgenación en la fase líquida, las temperaturas de entre 20° y 240°C y presiones de entre aproximadamente 1 bar (100 kPa) y aproximadamente 50 bar (5000 kPa) se usan normalmente. La fosgenación en la fase líquida se puede llevar cabo en un procedimiento de una fase o de múltiples fases, en la que se puede usar fosgeno en exceso estequiométrico. La solución de amina y la solución de fosgeno se combinan preferiblemente usando un elemento de mezcla estático y después se alimentan, por ejemplo, desde abajo hacia arriba mediante una o más torres de reacción, donde la mezcla reacciona completamente para formar el isocianato deseado. Además de las torres de reacción que se proporcionan con los elementos de mezcla adecuados, también se pueden usar recipientes de reacción equipados con un dispositivo de agitación. Se pueden emplear elementos de mezcla estáticos o elementos de mezcla dinámicos especiales. Los elementos de mezcla estáticos y dinámicos adecuados se conocen de la técnica anterior.

Como regla, la producción en fase líquida continua de isocianatos a escala industrial se lleva a cabo en dos fases. En la primera fase que en general se lleva a cabo a temperaturas de como mucho 220°C, preferiblemente a como mucho 160°C, se forma cloruro de carbamoilo a partir de la amina y fosgeno y clorhidrato de amina se forma a partir de la amina y cloruro de hidrógeno que se ha retirado por separación. Esta primera fase es altamente exotérmica. En la segunda fase, el cloruro de carbamoilo se escinde para formar isocianato y cloruro de hidrógeno y el clorhidrato de amina reacciona para formar cloruro de carbamoilo. La segunda fase en general se lleva a cabo a temperaturas de al menos 90°C, preferiblemente entre 100° y 240°C.

Después de la fosgenación de amina, los isocianatos formados en la fosgenación están en general separados de la mezcla de reacción mixture. Esto se lleva a cabo, por ejemplo, separando primero la mezcla de reacción de fosgenación en una corriente de producto líquido y una corriente de producto gaseoso de una manera conocida por los expertos en la técnica.

Los procedimientos relevantes de describen, por ejemplo, en el documento US-A-3544611 y documento GB-A-827376. La corriente de producto líquido contiene esencialmente el isocianato o la mezcla de isocianato, disolvente que se pueden haber usado, así como una pequeña proporción de fosgeno sin reaccionar. La corriente de productos gaseosos se compone sustancialmente de gas cloruro de hidrógeno, exceso de fosgeno, posiblemente cantidades pequeñas de disolvente, así como productos secundarios de la producción de fosgeno, tal como dióxido de carbono. El procesamiento adicional de la corriente de producto líquido puede dar como resultado la separación adicional de cantidades residuales de fosgeno.

Por lo tanto se desea que se complete una recuperación del exceso de fosgeno tanto como sea posible para la reutilización en la fosgenación así como el aislamiento de cloruro de hidrógeno que sea tan puro como sea posible para la utilización adicional, particularmente por razones económicas.

La corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, los compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes, que normalmente se producen en la reacción de aminas alifáticas y aromáticas con fosgeno en la fase líquida para formar los isocianatos correspondientes en la etapa a), preferiblemente contiene entre 20 y 75% en peso de fosgeno, entre 5 y 50% en peso de disolvente y entre 5 y 50% en peso de cloruro de hidrógeno. La amplitud de estos intervalos para la composición de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes se debe al número de procedimientos diferentes posibles para la fosgenación que se caracterizan mediante diferentes presiones, temperaturas y disolventes de proceso, y que pueden opcionalmente tener lugar en la fase gaseosa o libre de disolvente.

La corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes, que normalmente se producen en la reacción de aminas alifáticas o aromáticas con fosgeno en la fase gaseosa para formar los isocianatos correspondientes en la etapa a), preferiblemente contiene entre 20 y 50% en peso de disolvente, entre 30 y 40% en peso de fosgeno, entre 10 y 50% en peso de cloruro de hidrógeno y menos de 1% en peso de los compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes.

El calor de absorción producido en la absorción isotérmica del fosgeno en el líquido de lavado se disipa de manera indirecta mediante una superficie de intercambio de calor de manera uniforme y ya durante su producción a un medio de enfriamiento adecuado con una temperatura de preferiblemente -40° a 0°C, lo más preferiblemente -25° a -15°C, por lo cual la temperatura del agente de absorción se mantiene constante a a un valor correspondientemente bajo. De esta manera es posible, a pesar de la dependencia de temperatura no favorable del coeficiente de distribución sobre el absorbato en el absorbente, para lograr una alta capacidad de disolución de fosgeno del agente de absorción y por lo tanto una demanda particularmente económica para el agente de absorción.

La absorción isotérmica se lleva a cabo preferiblemente en el procedimiento de acuerdo con la invención con un absorbedor de película decreciente como aparato (por ejemplo, como se ilustra en la Fig. 1). Los intercambiadores de camisa y tubo, preferiblemente dispuestos vertical mente, intercambiadores de camisa y tubo con escape se usan

## ES 2 334 065 T3

normalmente para este propósito. El agente de absorción y los vapores cargados se pueden llevar a cabo tanto en el interior como en el exterior de los tubos, en flujo paralelo o en contracorriente con el medio de enfriamiento, que se sitúa de manera correspondiente sobre el otro lado de la pared del tubo. Sin embargo el agente de absorción y los vapores cargados se dirigen preferiblemente dentro de los tubos en contracorriente y el refrigerante se dirige preferiblemente fuera de los tubos. Debido a las diferencias de concentración relativamente grandes entre los vapores cargados y absorbentes del líquido de lavado, el consumo puede caer con el modelo de contracorriente de operación. El diámetro del tubo puede estar entre 10 y 200 mm, preferiblemente entre 40 y 100 mm, lo más preferiblemente entre 50 y 70 mm. La longitud del tubo está normalmente entre 1 y 10 m, preferiblemente entre 3 y 8 m, lo más preferiblemente entre 5 y 7 m. El número de tubos varía en una escala factible técnicamente entre 100 y 3000, preferiblemente entre 600 y 1800. Los tubos opcionalmente se pueden proporcionar con los materiales de carga, envases u otros ajustes internos que corresponden a la técnica anterior y se conocen por los expertos en la técnica, con el fin de proporcionar una gran superficie de intercambio de material tanto como sea posible y tan grande como un coeficiente de transferencia material como se a posible entre los vapores y el agente de absorción. Éstos pueden ser tipos convencionales de envases para la absorción, tal como por ejemplo B1, C1 (Montz) o Mellapak, Kerapak (Sulzer) o Ralupak (Raschig) o Rombopak (Kühni) o también todos los otros tipos convencionales de envase para los propósitos de rectificación o tipos de materiales de llenado (todos especialmente identificados mediante VFF), tal como por ejemplo, anillos de Raschig, anillos de Pall, o bridas del Intalox, Berl, Super-Torus (Raschig) o Super, Interpack, Top-Pak, Hacketten, Igel, vsp o Hiflow-Ring type (Rauschert) en los tamaños comercialmente disponibles hechos de materiales conocidos por los expertos en la técnica que son resistentes en las condiciones de predominantes a las sustancias en el sistema. Además, también se pueden usar los ajustes internos tales como mezclas estáticas, por ejemplo, del tipo SMV de KochGlitsch, o también tubuladores de flujo, por ejemplo, del tipo Hi-Tran de Cal Gavin, también se pueden emplear lo más preferiblemente materiales de carga.

La solución de fosgeno purificado (la corriente de fosgeno líquido) retirado de la absorción isotérmica puede (opcionalmente después del procesamiento adicional o después la desorción del fosgeno) volver a la parte de reacción de la síntesis del isocianato. Dependiendo del tamaño de planta para la producción de isocianato, el fosgeno gaseoso producido recientemente, se puede o bien condensar conjuntamente con la corriente de vapor a partir de la fosgenación en el absorbedor y disolverse, o condensarse en una condensación de fosgeno separado dentro de la producción de fosgeno y llevar a cabo de una manera separada en la parte de reacción. La temperatura de los vapores a la salida de la absorción isotérmica está preferiblemente en el intervalo entre 10° y -20°C, más preferiblemente entre 0° y -20°C, lo más preferiblemente entre -5° y -15°C. Los vapores de la absorción isotérmica, que todavía contiene solamente una cantidad de fosgeno menor, y después preferiblemente se lavó en la absorción adiabática en contracorriente con disolvente del proceso frío con el fin de eliminar fosgeno y posiblemente otros componentes, tales como compuestos de bajo punto de ebullición, que son solubles en los agentes de absorción de la corriente de vapor. La función disolvente del proceso frío se puede efectuar preferiblemente mediante un distribuidor líquido correspondiente a la técnica anterior. Para la absorción adiabática se pueden usar bandejas, materiales o envases de llenado para el material de intercambio. Los envases estructurados, por ejemplo, del tipo Mellapak (Sulzer) son los empleados más preferiblemente para este propósito. La corriente de cloruro de hidrógeno purificado se elimina después preferiblemente en la parte superior de la columna de absorción, que en una realización preferida de la presente invención incluye las fases del procedimiento de absorción isotérmica y adiabática.

Debido a la particularmente ventajosa combinación de absorción isotérmica y adiabática en la secuencia descrita anteriormente (preferiblemente en un aparato) es posible, comparada con la absorción puramente adiabática, absorber el fosgeno de manera eficaz usando una pequeña cantidad de disolvente del procedimiento. Además, se evitan los intercambiadores de calor dispuestos externamente, que pueden presentar un problema de seguridad y son requeridos como enfriadores intermedios en la absorción puramente adiabática con el fin de eliminar el calor de absorción. La disposición de las dos etapas de absorción, que se conoce por los expertos en la técnica, se implementa de acuerdo con el principio de absorción de manera isotérmica tanto que el fosgeno que en la absorción adiabática el incremento de temperatura del agente de absorción es todavía tolerable con respecto a la solubilidad del fosgeno.

La temperatura en la parte superior de la columna de absorción en la combinación preferida de absorción isotérmica y adiabática en un aparato está preferiblemente entre -40° y 0°C, lo más preferiblemente entre -30° y -20°C. La presión de cabecera está preferiblemente entre 1 y 35 bar (100 y 3500 kPa) absoluta, lo más preferiblemente entre 1,2 y 3 bar (120 y 300 kPa) absoluta.

La invención se describe en más detalle en el presente documento más adelante con la ayuda de los dibujos.

La figura 1 es una representación esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción.

La corriente (1) que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes, que normalmente se produce en la reacción de aminas alifáticas o aromáticas con fosgeno para formar los isocianatos correspondientes es, en una realización especial de la invención para la separación, introducida directamente en una columna de absorción (51), mostrada de manera de diagrama en La figura 1, debajo de la fase *e* de absorción isotérmica. En la parte superior de la columna de absorción isotérmica *e* el flujo saliente (12) de la fase de absorción adiabática *f* así como posiblemente disolvente parcialmente cargado con fosgeno y cloruro de hidrógeno (corriente 10), que se origina del sistema de vacío de la separación del disolvente de la síntesis del isociana-

## ES 2 334 065 T3

to, se enfría opcionalmente, y se añade como agente de absorción mediante un distribuidor líquido en contracorriente a la fracción gaseosa de la corriente de la mezcla de sustancia (1).

El absorbato (9) de la fase de absorción isotérmica *e* se pasa a la parte inferior *d* de la columna de absorción (51).  
5 La solución (8) de fosgeno purificado (la corriente de fosgeno líquido) se puede devolver a la parte de reacción de la síntesis del isocianato. Dependiendo del tamaño de la planta para la producción de isocianato, el fosgeno gaseoso recientemente producido, se puede o bien condensar conjuntamente con la corriente de vapor de la fosgenación en el absorbador y disolver o condensar en una condensación de fosgeno separado dentro de la producción de fosgeno y llevarse de manera separada en la parte de reacción. La temperatura de los vapores a la salida de la absorción isotérmica está preferiblemente en el intervalo entre 10° y -20°C, más preferiblemente entre 0° y -20°C, lo más preferiblemente entre -5° y -15°C. Los vapores (11) de la absorción isotérmica *e*, que solamente contienen una cantidad menor de fosgeno, después se lavan en la fase *f* de absorción adiabática en contracorriente con el disolvente (13) de procedimiento frío con el fin de liberar en gran cantidad la corriente de vapor (11) del fosgeno y posiblemente de otros componentes, tales como compuestos de bajo punto de ebullición, que son solubles en el agente de absorción.  
10 La función del disolvente del procedimiento frío (13) se realiza mediante un distribuidor de líquido que corresponde a la técnica anterior. Para las bandejas de absorción adiabática, se pueden usar materiales o envases de llenado para el intercambio de material, envases estructurados, por ejemplo, del tipo Mellapak (Sulzer), lo más preferiblemente que se emplean para este propósito. La corriente de cloruro de hidrógeno purificado (19) se retira después en la parte superior de la columna de absorción (51), que en esta realización incluye las fases de procedimiento de absorción térmica y  
15 adiabática.  
20

La figura 2 es una ilustración esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción con condensación parcial de fosgeno hacia arriba.  
25

En la realización ilustrada en la figura 2, tanto como sea posible se separa en forma de condensado mediante condensación parcial en un intercambiador de calor (condensador) de la corriente (1) que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes que se producen en la reacción de aminas alifáticas o aromáticas con fosgeno para formar los isocianatos correspondientes, antes de la combinación ya descrita de absorción isotérmica y adiabática (mostrada en la figura 1).  
30

Todos los condensadores que corresponden a la técnica anterior son adecuados como intercambiadores de calor. Con el fin de ahorrar energía de enfriamiento cara para la salmuera fría, en lugar de un procedimiento de una fase en el que la corriente de mezcla de sustancia (1) también se enfría mediante salmuera fría, se puede emplear un procedimiento de dos fases o posiblemente de fases múltiples. El número de fases para la condensación y enriamiento parcial y sus temperaturas pueden variar dependiendo de sus factores locales.  
35

La etapa de condensación preferiblemente se lleva a cabo con salmuera fría a temperatura de preferiblemente entre -40° y -0°C, lo más preferiblemente a -20° a -10°C. La etapa de condensación puede, como se ilustra en la figura 2, se puede llevar a cabo bajo la adición de disolvente débilmente cargado con fosgeno (es decir, menos de 1% en peso, preferiblemente por debajo de 0,5% en peso basándose en el peso de la mezcla) y cloruro de hidrógeno, que se origina del sistema de líquido del anillo de las bombas de vacío o de la separación del disolvente de la síntesis de isocianato o de una mezcla arbitraria de ambas corrientes (corriente 5), conjuntamente con la corriente 1 que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes. La etapa de condensación con salmuera fría preferiblemente precedida por una etapa de condensación con salmuera fría enfriada con hielo, a preferiblemente entre 25° y 50°C, lo más preferiblemente a 30° a 40°C, y opcionalmente además mediante la adición de una etapa de enfriamiento con salmuera fría más caliente a preferiblemente 0° a 25°C (no mostrado en la figura 2).  
40  
45

La absorción del fosgeno de la corriente de sustancia (6) que se obtiene a partir de la condensación parcial en el condensador *a*, tiene lugar de manera similar al al procedimiento ilustrado en la figura 1. La corriente de condensado (4) de la condensación parcial en el condensador *a* se lleva a la parte inferior *d* de la columna de absorción (51) y se puede regresar, conjuntamente con el absorbato, como solución de fosgeno (8) a la parte de reacción de la síntesis del isocianato. Dependiendo del tamaño de la planta para la producción de isocianato, el fosgeno gaseoso producido recientemente se puede o bien condensar conjuntamente con la corriente de vapor de la fosgenación en el absorbador y disolverse, o o condensarse en una condensación de fosgeno con la producción de fosgeno y conducir de manera separada a la parte de reacción. Debido a la conexión hacia arriba de una condensación parcial de una fase o de fases múltiples, las cantidades necesarias de agente de absorción se pueden reducir y de esta forma las corrientes circulantes del disolvente del procedimiento se minimizan, y de acuerdo con lo anterior se reduce el consumo de energía en la síntesis de isocianato. Además, el tamaño del absorbador de la película que cae teniendo una o más etapas de condensación.  
50  
55  
60

La figura 3 es una ilustración esquemática de la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción con la condensación de fosgeno conectada hacia arriba y el sobreenfriamiento del disolvente todavía contenida en la corriente de la parte superior gaseosa de la columna de absorción. En la realización ilustrada en la figura 3, fosgeno se separa de la corriente (1) que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes que se producen en la reacción de aminas alifáticas  
65

## ES 2 334 065 T3

o aromáticas con fosgeno para formar los isocianatos correspondientes, en la que a modo de amplificación de la realización ilustrada en la figura 2 (combinación de condensación parcial de fosgeno así como absorción isotérmica y adiabática de fosgeno), disolvente todavía contenido en la corriente de la parte superior gaseosa de la columna de absorción se separa mediante sobreenfriamiento en un intercambiador de calor y la energía de enfriamiento se recupera después en la parte superior de la columna mediante una disposición adecuada.

La corriente (1) que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes, como ya se ha ilustrado en la figura 2, primero se separa mediante condensación parcial seguido de la absorción isotérmica y adiabática.

Los vapores (14) de la fase *f* de absorción adiabática se sobreenfrían en gran medida una vez más en el condensador posterior *g*, y el disolvente que está todavía presente se condensa parcialmente y se añade como reflujo líquido (15) a la fase de absorción adiabática *f*. Las fracciones no condensadas (16) se conducen a través del intercambiador de calor *h* para recuperar la energía y ahí se enfría la corriente de disolvente del procedimiento 17, que después se lleva a la corriente preenfriada (18) en el intercambiador de calor *i* de una fase o de múltiples fases para un enfriamiento adicional se añade a continuación como corriente (13), conjuntamente con el reflujo de líquido (15), como agente de absorción en la parte superior de la fase *f* de absorción adiabática. La corriente de cloruro de hidrógeno purificada (19) se retira en forma gaseosa en el intercambiador de calor *h*, que al mismo tiempo forma la parte superior de la columna de absorción, incluyendo dichas columnas las etapas de absorción isotérmica, absorción adiabática, post-condensación y recuperación de energía. Todos los intercambiadores de calor que corresponden a la técnica anterior son adecuados como intercambiadores de calor para la post-condensación y recuperación de energía y los intercambiadores de calor de camisa y tubo con conmutación de corriente cruzada-contracorriente siendo lo más preferiblemente usado, que directamente se incorporan en la parte superior de la columna de absorción. El gas fluye desde la parte superior hacia abajo o desde la parte inferior hacia arriba de manera transversal y en contracorriente a los tubos a través de los cuales fluye la salmuera.

La temperatura en la parte superior de la columna de absorción (51) es, mediante el uso de la disposición de ahorro de energía preferiblemente entre -20° y 40°C, lo más preferiblemente entre -10° y 20°C. La presión en la parte superior está preferiblemente entre 1 (100 kPa) y 35 bar (3500 kPa) absoluta, particularmente preferiblemente entre 1,2 (120 kPa) y 3 bar (300 kPa) absoluta. La temperatura de la corriente de gas entre el post-condensador y recuperación de está preferiblemente entre -40° y -10°C, lo más preferiblemente entre -40° y -25°C.

La figura 4 muestra en forma de diagrama la separación de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una columna de absorción con condensación de fosgeno parcial corriente arriba y sobreenfriamiento de disolvente que está todavía contenido en la corriente de la parte superior gaseosa de la columna de absorción, así como destilación de la solución de fosgeno.

En la realización ilustrada en la figura 4, la pureza de la corriente de fosgeno líquido (8) (solución de fosgeno) que se retira en la parte inferior de la columna de absorción (51) se puede incrementar una vez más, particularmente con respecto a los compuestos de bajo punto de ebullición que son solubles en fosgeno y/o en el disolvente, tal como por ejemplo cloruro de hidrógeno. Ya que en la realización ilustrada en la figura 4 las corrientes de sustancias adicionales formadas dentro de la columna de absorción en comparación con las realizaciones mostradas en las Figuras 1, 2 y 3, el procedimiento de acuerdo con La figura 4 se describirá una vez más en detalle en el presente documento más adelante.

La corriente (1) que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes que normalmente se producen en la reacción de aminas alifáticas o aromáticas con fosgeno para formar los isocianatos correspondientes se condensan parcialmente, opcionalmente conjuntamente con una corriente de disolvente (5) cargado ligeramente con fosgeno (es decir, menos de 1% en peso, preferiblemente por debajo de 0,5% en peso basándose en el peso de la mezcla) y cloruro de hidrógeno, en primer lugar en un primer intercambiador de calor *a* a temperaturas de preferiblemente 25° a 50°C, lo más preferiblemente 30° a 40°C, y se enfría. La mezcla de sustancia enfriada obtenida de esta manera se condensa después preferiblemente parcialmente en un segundo intercambiador de calor (no mostrado en la figura 4), de nuevo a temperaturas de preferiblemente 0° a 25°C, lo más preferiblemente 5° a 15°C, y se enfría. El condensado 4 se añade a la parte superior de la sección de destilación *j*. la fracción no condensada preferiblemente se puede condensar parcialmente (no mostrado en la figura 4) mediante un intercambiador de calor adicional y bajo la adición de disolvente cargado ligeramente con fosgeno (es decir, menos de 1% en peso, preferiblemente por debajo de 0,5% en peso basándose en el peso de la mezcla) y cloruro de hidrógeno, que se origina del sistema de líquido del anillo de las bombas de vacío o de la separación del disolvente de la síntesis de isocianato o de una mezcla arbitraria de ambas corrientes (corriente 5), a temperaturas de preferiblemente entre -40° y 0°C, particularmente preferiblemente a -10° a -20°C, y se enfría. El condensado que se obtiene de esta manera se puede añadir de manera similar a la parte superior de la sección de destilación *j*.

Los vapores no condensador (6) que todavía contienen grandes cantidades de fosgeno, así como los vapores (20) de la sección de destilación *j* de la solución de fosgeno, se añaden al de la fase de absorción isotérmica *e*. El calor de absorción que se produce se libera inmediatamente a un medio de enfriamiento. El flujo de salida líquido (12) de la fase de la absorción adiabática *f* así como el disolvente posiblemente parcialmente cargado con fosgeno y cloruro de hidrógeno (corriente 10), que se origina del sistema o de vacío y la separación del disolvente de la síntesis de isocianato, se enfría opcionalmente en la parte superior de la fase de absorción isotérmica *e* y se añade como agente de absorción mediante un distribuidor de líquido en contracorriente a los vapores no condensados (6) y (20).

## ES 2 334 065 T3

El disolvente cargado (9) de la fase de absorción isotérmica  $f$  así como el condensado (4) de la condensación parcial en el condensador  $a$ , que dependiendo de la solubilidad todavía se carga con ciertas cantidades de compuestos de bajo punto de ebullición, se añaden a la parte superior de la sección de destilación  $j$  y después se destilan en contracorriente con la corriente de vapor (22). La corriente de vapor (22) está compuesta preferiblemente en la mayor parte por fosgeno y 5 las impurezas normales en la producción de fosgeno, tales como hidrógeno, oxígeno, pequeñas cantidades de cloruro de hidrógeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono, etc. La solución de fosgeno destilada fosgeno se desarrolla en la parte inferior de la columna de absorción (51). Ahí una solución de fosgeno (8) en gran cantidad libre de cloruro de hidrógeno (corriente de fosgeno líquido) se retira, y se puede volver a la parte de reacción de la síntesis de isocianato. Dependiendo del tamaño de la planta para la producción de isocianato, el fosgeno gaseoso recientemente producido se puede o bien condensar conjuntamente con la corriente de vapor de la fosgenación en el 10 absorbedor y disolverse, o condensarse en una condensación de fosgeno separada dentro de la producción de fosgeno y llevarse de manera separada a la parte de la reacción. Dependiendo de los requerimientos de la pureza de la solución de fosgeno, la corriente de condensado (4) de la condensación parcial en el condensador  $a$  se puede también pasar directamente a la parte inferior  $d$  de la columna de absorción (51). La proporción de cloruro de hidrógeno y otros 15 compuestos de bajo punto de ebullición se incrementa de alguna manera algo.

La implementación de la sección  $j$  de destilación corresponde a la técnica anterior conocida. El diseño se ejecuta teniendo relación con el contenido deseado de los compuestos de bajo punto de ebullición en la corriente de la parte inferior, de una manera y forma conocida por los expertos en la técnica y de manera convencional se emplea para tales 20 separaciones. El aparato puede incluir una sección de envasado, sección de material de llenado o sección de columna de bandejas.

La integración de la separación de los compuestos de bajo punto de ebullición en la columna de absorción mientras se ahorran intercambiadores de calor adicionales dispuestos en el exterior de la columna y la energía de calentamiento y/o enfriamiento que de otra manera se ha de suministrar de manera separada logrado mediante el procedimiento de la presente invención es particularmente ventajoso con respecto a los costes de inversión de operación y también 25 seguridad. Sin embargo también es posible producir la corriente de vapor (22) para la destilación de la solución de fosgeno en un intercambiador de calor dispuesto en el exterior o posiblemente en el interior, mediante la evaporación de parte de la solución de fosgeno (8) (Corriente de fosgeno líquido) que de la parte inferior de  $d$  de la columna de absorción (51). 30

Los vapores remanentes (11) de la fase de absorción isotérmica  $e$  que contiene todavía solamente una pequeña cantidad de fosgeno se llevan al pie de la fase de absorción adiabática  $f$ . El disolvente frío (13) y el condensado (15) que fluye fuera de la post-condensación posterior se añaden en contracorriente a esta conducción de de la parte superior de la fase de absorción adiabática  $f$ . 35

Los vapores (14) de la fase de absorción adiabática  $f$  se enfrían fuertemente una vez más en el post-condensador  $g$ , y el fosgeno todavía presente y el disolvente del procedimiento  $are$  se condensar parcialmente o completamente y se añaden al reflujo de líquido (15) a la fase de absorción adiabática  $f$ . Las fracciones no condensables (16) se conducen a través del intercambiador de calor  $h$  para la recuperación de la energía y ahí parcialmente enfrían las corrientes de disolvente (17), que después se conduce a una corriente (18) enfriada previamente en el intercambiador de calor  $i$  de una fase o múltiples fases para enfriamiento adicional, y a continuación se añade como corriente (13), conjuntamente con el reflujo del líquido (15), como agente de absorción en la parte superior de la fases de absorción adiabática  $f$ . La corriente de cloruro de hidrógeno purificado (19) se retira en forma gaseosa del intercambiador de calor  $h$ , que al mismo tiempo forma la parte superior de la columna de absorción, que incluye las etapas de destilación, absorción 45 isotérmica, absorción adiabática, post-condensación recuperación de energía.

La temperatura de la parte superior de la columna de absorción en el modo de ahorro de energía es preferiblemente  $-20^{\circ}$  a  $40^{\circ}\text{C}$ , lo más preferiblemente  $-10^{\circ}$  a  $20^{\circ}\text{C}$ . La presión de la parte superior preferiblemente entre 1 bar (100 kPa) y 35 35 bar (3500 kPa) absoluta, lo más preferiblemente entre 1,2 bar (120 kPa) y 3 bar (300 kPa) absoluta.

Pequeñas cantidades de disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y fosgeno que todavía están presentes se puede eliminar de la corriente de cloruro de hidrógeno que contiene fosgeno y disolvente mediante la post-purificación por medio de adsorción, por ejemplo sobre carbón activado, o mediante otros procedimientos adecuados, 55 tales como por ejemplo retirada por condensación de una fase o múltiples fases o retirada por congelación a muy bajas temperaturas, dependiendo del punto fijado del disolvente de procedimiento que se usa y la presión seleccionada, o mediante una destilación del cloruro de hidrógeno condensado. El cloruro de hidrógeno altamente puro que se obtiene de esta manera después se puede usar para la producción de bicloruro de etileno (cloruro de vinilo), en un procedimiento Deacon, o para electrolisis de cloruro de hidrógeno. 60

Debido a la combinación particularmente ventajosa de absorción isotérmica y adiabática es posible, en contraste a la absorción puramente adiabática, absorber el fosgeno particularmente de manera eficaz con solamente una pequeña cantidad de disolvente. Esto constituye una etapa adicional en la minimización de las circulaciones de disolvente intensivas de energía en la síntesis de isocianato a gran escala. 65

En la realización de la presente invención ilustrada en la figura 4, la concentración de cloruro de hidrógeno y otros compuestos de bajo punto de ebullición en la solución de fosgeno (Corriente de fosgeno líquido) se puede reducir adicionalmente todavía, si es necesario mediante una parte de destilación en la columna de absorción, por debajo de

## ES 2 334 065 T3

la absorción isotérmica, sin la necesidad de una columna separada extra con evaporador en el fondo y condensador en la parte superior, mediante el uso de una corriente de vapor a partir de la producción de fosgeno de la síntesis de isocianato a medida que se destila el gas y se condensa el caudal durante la destilación. Normalmente esta corriente de corriente de vapor en la síntesis de isocianato se licua en una condensación separada y después se añade a la solución de fosgeno. En el procedimiento de acuerdo con la invención, la condensación se realiza opcionalmente mediante el calor latente de la solución de fosgeno que fluye de la absorción isotérmica.

Una ventaja adicional del procedimiento de la presente invención en comparación con los procedimientos que emplean tanto una absorción puramente adiabática como una destilación anterior para reducir la concentración de cloruro de hidrógeno en la solución de fosgeno, es el consumo de energía a notablemente inferior de salmuera de enfriamiento, ya que la absorción combinada, en particular la combinación eficaz de absorción isotérmica y adiabática con destilación mediante vapores de fosgeno, no requiere energía de evaporación adicional y por lo tanto ninguna energía de condensación adicional. La energía usada para condensar los vapores de fosgeno empleados para la destilación se ahorra en la producción de fosgeno para la síntesis de isocianato.

Con relación al aspecto de seguridad del procedimiento de la presente invención, cuando se manipula el fosgeno, es particularmente ventajoso llevar a cabo la absorción isotérmica y adiabática, así como opcionalmente la posterior post-condensación seguido de la recuperación de energía y opcionalmente la destilación de la solución de fosgeno, preferiblemente en una sola pieza de aparato, ya que de esta forma la posibilidad de fugas se reduce minimizando el número de conexiones con bridas de tuberías localizadas externamente.

### Ejemplo

La separación de una corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes que normalmente se producen en la reacción de aminas alifáticas o aromáticas con fosgeno para formar los isocianatos correspondientes se efectúa mediante condensación parcial de tres fases, en la que en la tercera fase se añade adicionalmente clorobenceno en corriente común, seguido de una absorción isotérmica parcial del fosgeno con clorobenceno en contracorriente, seguido de una absorción adiabática del fosgeno remanente con clorobenceno en contracorriente, y finalmente mediante una post-condensación del clorobenceno residual a partir de la corriente de cloruro de hidrógeno que contiene pequeñas cantidades de fosgeno y disolvente como se ilustra en la figura 4.

La solución de fosgeno formado en el fondo de la columna de absorción, conjuntamente con los condensados de la condensación parcial, después se libera parcialmente del cloruro de hidrógeno mediante una disolución con una corriente de fosgeno gaseoso a partir de la producción de fosgeno, que corresponde a la figura 4.

Una corriente de cloruro de hidrógeno (1) de 39,2 kg/hora se emplea para la condensación parcial en tres intercambiadores de calor sucesivos que funcionan a 45°C (enfriamiento por aire) + 10°C (enfriamiento por salmuera) y -17°C (enfriamiento por salmuera). La corriente de cloruro de hidrógeno que se usa contiene 25,3% en peso de cloruro de hidrógeno, 42,3% en peso de clorobenceno, 32,4% en peso de fosgeno y cantidades pequeñas de bajo punto de ebullición típicos para una síntesis de isocianato. En la última etapa de etapa de condensación a la menor temperatura, se añade una cantidad adicional 0,53 kg/hora de clorobenceno en la corriente común con el fin de mejorar el comportamiento de condensación. Los condensados líquidos de la segunda y tercera fases se añaden directamente a la parte de destilación. Los gases de desecho 6 de la tercera fase se incorporan en la absorción isotérmica.

La siguiente combinación de absorción isotérmica y adiabática con post-condensación del disolvente a partir del gas de desecho y de la destilación de los compuestos de bajo punto de ebullición a partir de la solución de fosgeno tiene lugar en este ejemplo en una combinación de varios aparatos, que estaban conectados como si las etapas implementadas se hayan dispuesto dentro de un cuerpo de columna.

Un intercambiador de calor dispuesto verticalmente con un tubo se usó para la absorción isotérmica. El enfriamiento se llevó a cabo con enfriamiento por salmuera a -17°C. El tubo tenía un diámetro de 54,4 mm, una longitud de 3 mm y se llenó con anillos de Pall de tamaño 15 x 15 mm. La corriente de gas de desecho 6 de la condensación parcial se añadió a una velocidad de 13,4 kg/hora y a una temperatura de -10°C al extremo inferior del intercambiador de calor. La composición de este gas de desecho era aproximadamente 69,28% en peso de cloruro de hidrógeno, 0,04% en peso de clorobenceno, 30,68% en peso de fosgeno y pequeñas cantidades de compuestos de bajo punto de ebullición típicos de una síntesis de isocianato. La alimentación y la parte superior de la absorción isotérmica estaba compuesta de 2,1 kg/hora de clorobenceno ligeramente cargado con fosgeno (2,6% en peso de fosgeno) y la salida de flujo de 7,56 kg/hora de la absorción adiabática (12) (4,8% en peso de cloruro de hidrógeno, 93,9% en peso de cloro y 1,3% en peso de fosgeno). La corriente de cloruro de hidrógeno (11) de 9,92 kg/hora purificado previamente mediante la absorción isotérmica y que tiene una composición de 98,1% en peso de cloruro de hidrógeno, 0,2% en peso de clorobenceno, 1,0% en peso de fosgeno y 0,7% en peso de los compuestos de bajo punto de ebullición típicos para una síntesis de isocianato se incorporó a la fase de absorción adiabática, y la solución de fosgeno 9 de salida de flujo se incorporó a la parte de destilación.

La absorción adiabática se lleva a cabo en una columna de empaquetamiento de un diámetro de 55 mm. La altura de empaquetamiento era 1 m. Para la absorción, 7,08 kg/hora de clorobenceno (13) a -35°C y la corriente de condensado (15) de 0,012 kg/hora de la post-condensación se añadió en contracorriente a la parte superior de la absorción

## ES 2 334 065 T3

adiabática. La corriente de cloruro de hidrógeno (14) de 9,45 kg/hora que deja la absorción adiabática y libre de fosgeno se componía de 99,1% en peso de cloruro de hidrógeno, 0,14% en peso de clorobenceno, 0,03% en peso de fosgeno y 0,73% en peso de los compuestos de bajo punto de ebullición típicos de una síntesis de isocianato. Esta corriente estaba libre en gran cantidad en la siguiente post-condensación a -35°C también de cantidades residuales de disolvente. Se obtuvieron 9,44 kg/hora de cloruro de hidrógeno industrial (16), con una composición de 99,21% en peso de cloruro de hidrógeno, 0,03% en peso de clorobenceno, 0,03% en peso de fosgeno y 0,73% en peso de los compuestos de bajo punto de ebullición típicos para una síntesis de isocianato. La presión de la parte superior era 2,5 bar (250 kPa) absoluta y la temperatura de la parte superior es -35°C.

La solución de salida de flujo de fosgeno de la condensación parcial 4 se añadió conjuntamente con la de la absorción isotérmica (9) a la parte superior de la columna de destilación. La solución de fosgeno 40,52 kg/hora con una composición de 2,9% en peso de cloruro de hidrógeno, 64,7% en peso de clorobenceno y 32,4% en peso de fosgeno se destiló en contracorriente mediante 1,39 kg/hora de la corriente de fosgeno gaseosa (22) a partir de la producción de fosgeno. Se usó una columna de empaquetamiento de 25 mm como columna de destilación, la altura de empaquetamiento era 0,2 m. La solución de fosgeno de flujo saliente (8) tenía una composición de 1,4% en peso de cloruro de hidrógeno, 64,2% en peso de clorobenceno, 34,4% en peso de fosgeno y un caudal de corriente de 40,84 kg/hora.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de un isocianato, que comprende:

5 a) hacer reaccionar al menos una amina con fosgeno, opcionalmente en la presencia de un disolvente, para producir un isocianato correspondiente y una corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes,

10 b) separar la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes en una secuencia al menos de dos fases de etapas de absorción que comprende (1) al menos una etapa de absorción isotérmica y (2) al menos una etapa de absorción adiabática, para obtener (i) una corriente de cloruro de hidrógeno que contiene no más de 0,5% en peso, basándose en el peso total de la corriente de cloruro de hidrógeno, de fosgeno y (ii) una corriente de fosgeno líquido, y

15 c) reciclar la corriente de fosgeno líquido (ii) a la etapa a).

2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la reacción en la etapa a) se lleva a cabo en la fase gaseosa.

20 3. El procedimiento de la reivindicación 2 en el que la corriente de fosgeno líquido (ii) contiene entre 20 y 80% en peso de fosgeno, basándose en el peso total de la corriente de fosgeno líquido.

25 4. El procedimiento de la reivindicación 2 en el que el fosgeno se separa mediante desorción de la corriente de fosgeno líquido (ii) y el fosgeno separado se usa en la etapa a).

5. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la reacción en la etapa a) se lleva a cabo en la fase líquida en presencia de un disolvente.

30 6. El procedimiento de la reivindicación 5 en el que el disolvente usado en la etapa a) se usa en la etapa b) como un agente de absorción en la al menos una etapa de absorción isotérmica y la al menos una etapa de absorción adiabática.

7. El procedimiento de la reivindicación 6 en el que la corriente de fosgeno líquido (ii) contiene entre 20 y 80% en peso de fosgeno, basándose en el peso total de la corriente de fosgeno líquido.

35 8. El procedimiento de la reivindicación 7 en el que se usa la corriente de fosgeno líquido (ii) en la etapa a).

40 9. El procedimiento de la reivindicación 5 en el que el fosgeno se retira por condensación parcialmente de la corriente que contiene cloruro de hidrógeno, fosgeno y opcionalmente disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y sustancias inertes antes de la separación en la al menos secuencia de dos fases de etapas de absorción.

10. El procedimiento de la reivindicación 9 en el que los vapores de la condensación parcial del fosgeno se lavan a contracorriente con el disolvente usado en la etapa a).

45 11. El procedimiento de la reivindicación 5 en el que la absorción isotérmica (1) y la absorción adiabática (2) se llevan a cabo a contracorriente.

12. El procedimiento de la reivindicación 9 en el que disolvente se retira por condensación de la corriente de cloruro de hidrógeno (i) después de la absorción adiabática (2) y se usa en la etapa a).

50 13. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la corriente de fosgeno líquido (ii) se purifica mediante estabilización de cloruro de hidrógeno y compuestos de bajo punto de ebullición de la corriente y la corriente de fosgeno purificado se usa en la etapa a).

55

60

65

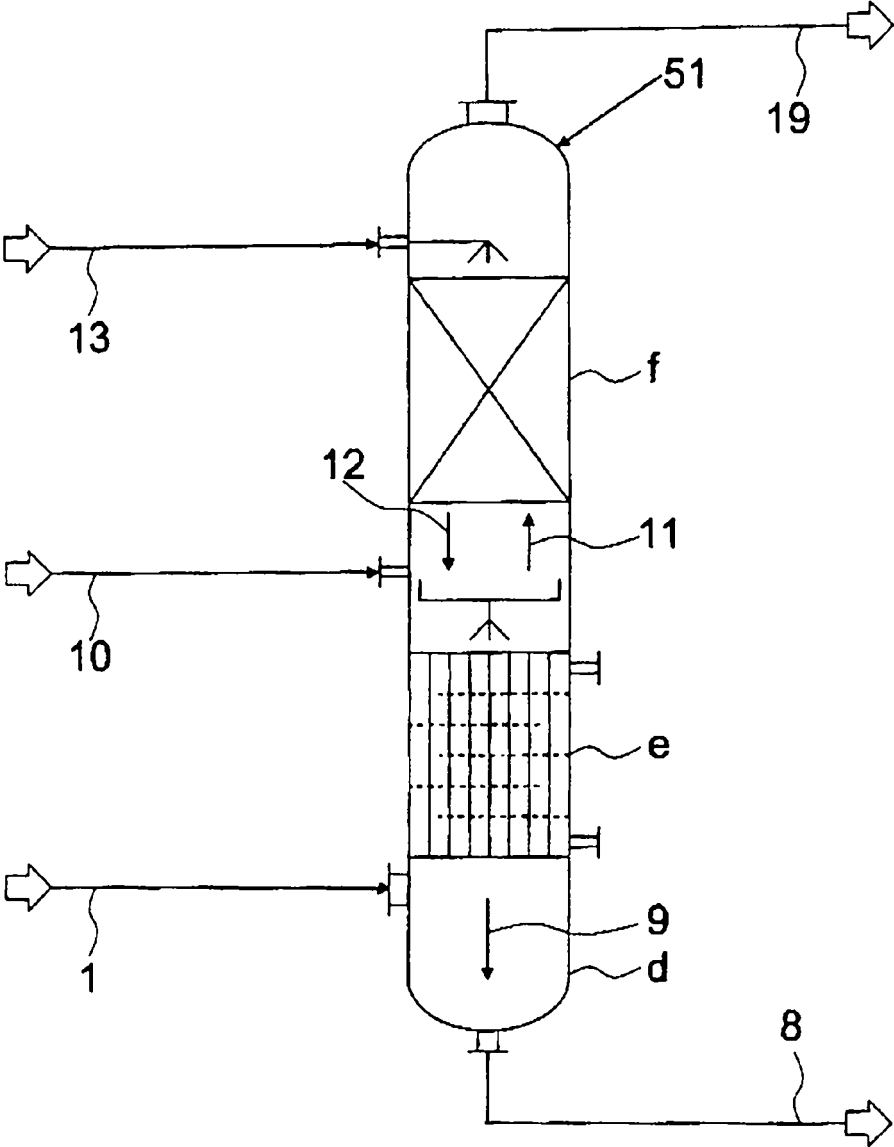


Fig. 1

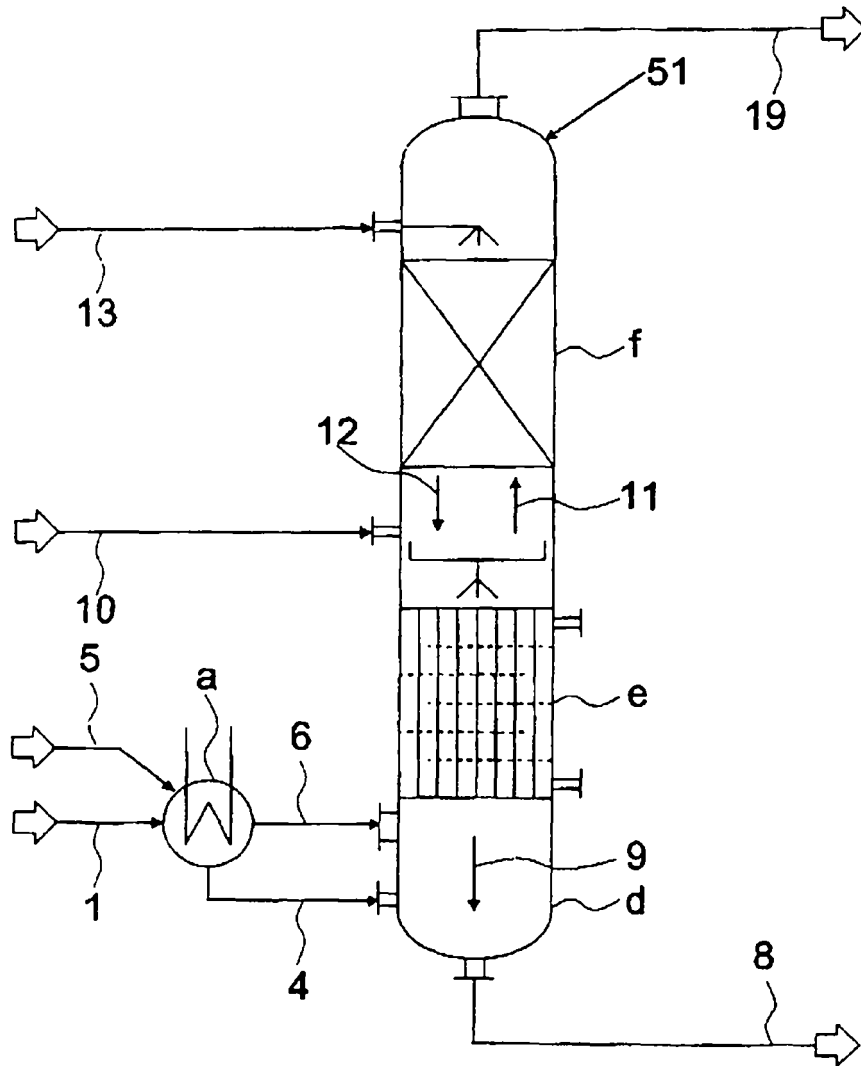


Fig. 2

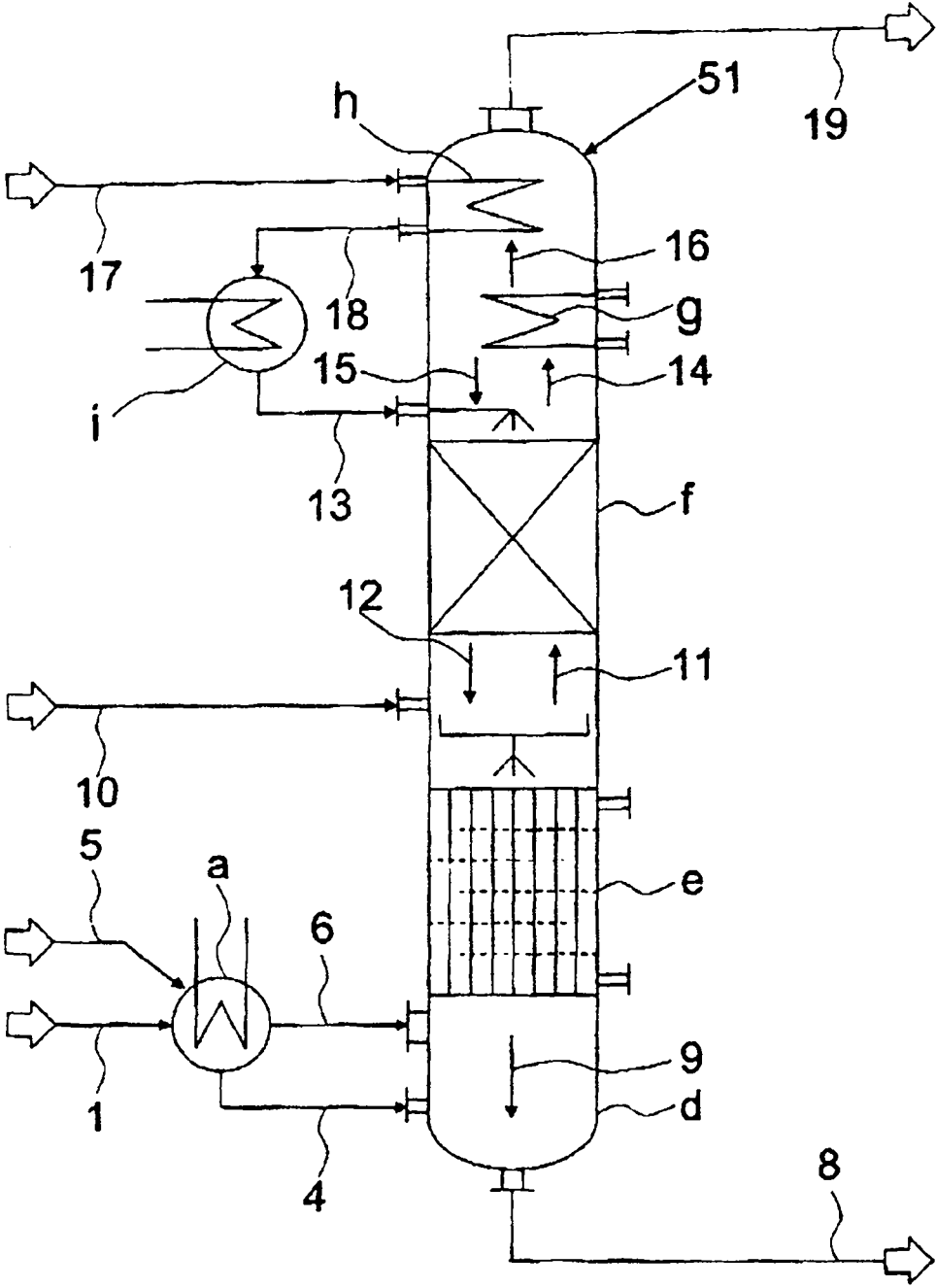


Fig. 3

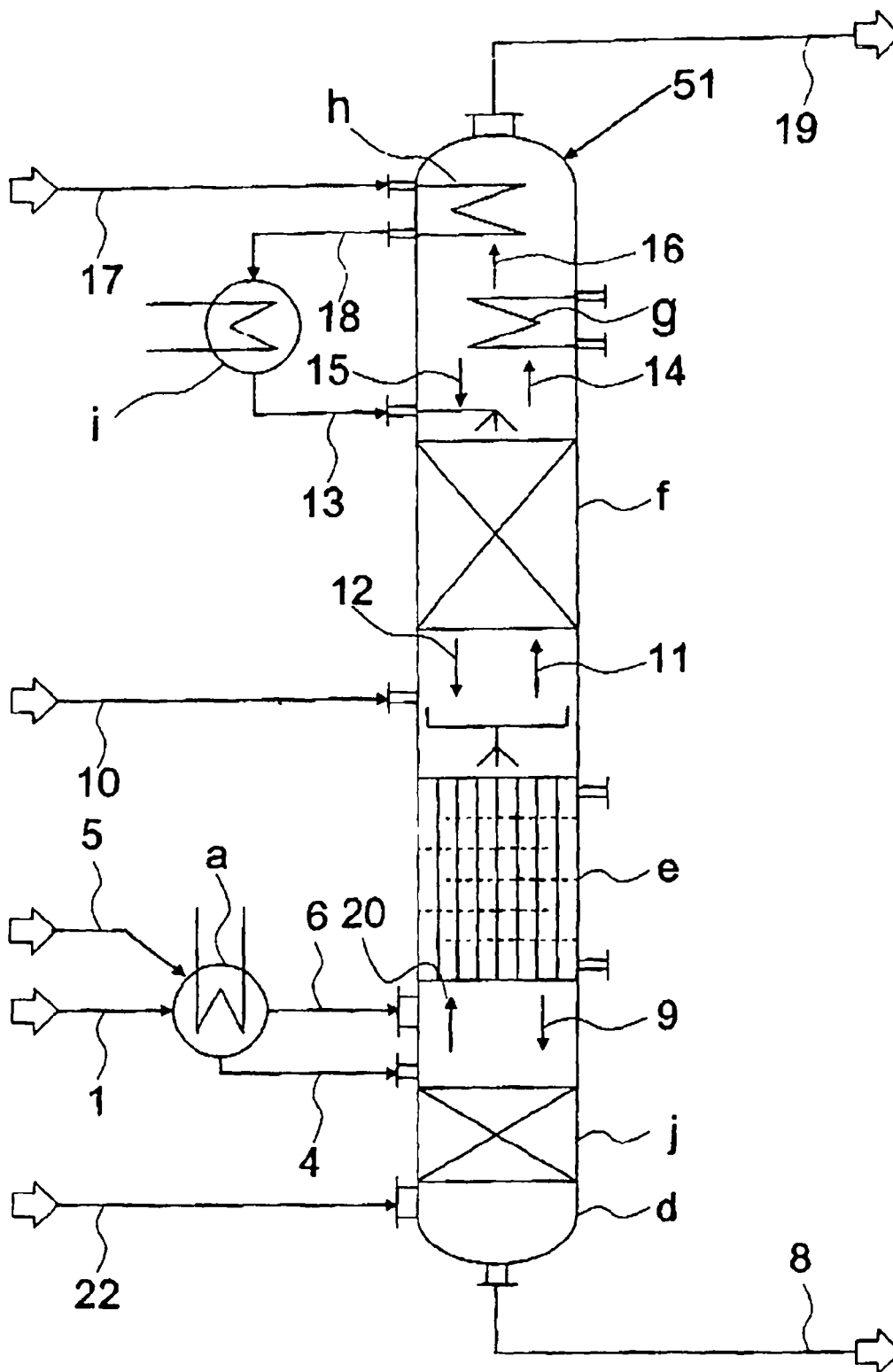


Fig. 4