

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成30年5月10日(2018.5.10)

【公表番号】特表2017-512793(P2017-512793A)

【公表日】平成29年5月25日(2017.5.25)

【年通号数】公開・登録公報2017-019

【出願番号】特願2016-559191(P2016-559191)

【国際特許分類】

C 07 C 263/10 (2006.01)

C 07 C 265/04 (2006.01)

C 07 C 265/10 (2006.01)

C 07 C 265/12 (2006.01)

【F I】

C 07 C 263/10

C 07 C 265/04

C 07 C 265/10

C 07 C 265/12

【手続補正書】

【提出日】平成30年3月23日(2018.3.23)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

アミン(2)を、前記アミン(2)の第一級アミノ基に対して化学量論的に過剰なホスゲン(1)と反応させて、それに相当するイソシアネート(4)をもたらす、気相ホスゲン化プラント(100)の運転方法であって、前記気相ホスゲン化プラント(100)は、少なくとも

(i) ホスゲン(1)に加えて不活性物質(3)を含んでもよい気体ホスゲン流(10)を供給する装置1000と、

(ii) アミン(2)に加えて不活性物質(3)を含んでもよい気体アミン流(20)を供給する装置2000と、

(iii) 前記流れ(10)と(20)を混合する混合ゾーン(3100)であって、前記装置1000および前記装置2000に装置(1100、2100)のそれぞれによって接続される混合ゾーン(3100)と、

(iv) 先に混合された前記流れ(10)および(20)のさらなる変換のために前記混合ゾーン(3100)の下流に配置される反応ゾーン(3200)と、

(v) 反応を終わらせるために前記反応ゾーン(3200)の下流に配置される反応停止ゾーン(4000)と、

必要に応じて、

(vi) 未変換ホスゲン(1")の回収およびリサイクルのための装置(5100)と、純粋な形態で調製されたイソシアネートを得るための装置(5200)とを含んでなる処理部分(5000)と、

を含んでなるものであり、

前記気相ホスゲン化プラント(100)は、次のステップ：

(I) 前記装置2100、前記混合ゾーン(3100)、前記反応ゾーン(3200)

)、および前記反応停止ゾーン(4000)を通して気体不活性ガス流(30)を維持しながら、前記アミンの質量流量M'(2)をゼロに低減し；

(II) 前記気相ホスゲン化プラント(100)の通常運転において、M'(2)がゼロになる瞬間から計算して、前記装置1000よりの流出から前記反応停止ゾーン(4000)よりの流出までのホスゲン(1)の滞留時間の少なくとも10倍、好ましくは滞留時間の少なくとも30倍、より好ましくは滞留時間の少なくとも60倍、最も好ましくは滞留時間の少なくとも90倍に相当する時間が経過した後にのみ、前記装置1100、前記混合ゾーン(3100)、前記反応ゾーン(3200)、および前記反応停止ゾーン(4000)を通して気体不活性ガス流(30)を維持しながら、前記装置1000を出るホスゲンの質量流量M'(1)をゼロに低減し；

(III) 前記装置1000を出るホスゲンの前記質量流量M'(1)がゼロになる瞬間から計算して、前記混合ゾーン(3100)への流入から前記反応停止ゾーン(4000)よりの流出までの前記不活性ガス流(30)の滞留時間の少なくとも3倍、好ましくは100倍、より好ましくは200倍、最も好ましくは350倍に相当する時間の間、少なくとも(I)からの前記不活性ガス流(30)、好ましくは(I)および(II)からの前記不活性ガス流(30)を維持する、

ステップを運用することによって停止されることを特徴とする、方法。

#### 【請求項2】

前記気相ホスゲン化プラント(100)は、前記処理部分(5000)を含み、前記気相ホスゲン化プラント(100)の通常運転において、前記ホスゲンガス流(10)における前記ホスゲン(1)は、新しいホスゲン(1')と前記装置5100で回収されたりサイクルホスゲン(1")との混合物である、請求項1に記載の方法。

#### 【請求項3】

前記アミン質量流量M'(2)がゼロに低減された後、

(II.a) まず、新しいホスゲン(1')の供給を停止し、次いで、

(II.b) 前記気相ホスゲン化プラント(100)の通常運転において、M'(2)がゼロになる瞬間から計算して、前記装置1000よりの流出から前記反応停止ゾーン(4000)よりの流出までのホスゲン(1)の滞留時間の少なくとも10倍、好ましくは滞留時間の少なくとも30倍、より好ましくは滞留時間の少なくとも60倍、最も好ましくは滞留時間の少なくとも90倍に相当する時間が経過した後にのみ、前記装置1000を出るホスゲンの前記質量流量M'(1)がゼロとなるようにリサイクルホスゲン(1")の供給もまた停止し、

それとともに、前記装置1100、前記混合ゾーン(3100)、前記反応ゾーン(3200)、および前記反応停止ゾーン(4000)を通して、気体不活性ガス流(30)を(II.a)および(II.b)の間維持する、請求項2に記載の方法。

#### 【請求項4】

通常運転中の前記気相ホスゲン化プラント(100)の運転において、流れ20における前記アミン(2)の第一級アミノ基に対して化学量論的過剰で、理論の少なくとも150%のホスゲン(1)が流れ10において存在するように、流れ10と20の組成および質量流量を互いに対して適合させる、請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項5】

ステップ(I)において、前記アミン質量流量M'(2)を、連続的または段階的、好ましくは連続的にゼロに低減させる、請求項1～4のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項6】

ステップ(II.a)において、新しいホスゲン(1')の供給を、連続的または段階的、好ましくは連続的にゼロに低減させる、請求項2～5のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項7】

前記反応ゾーン(3200)から流出する気体工程生成物を不活性溶剤に接触させることによって、前記イソシアネート(4)の沸点より低く、前記アミン(2)に相当する塩

化カルバモイルの分解温度より高い温度で、前記反応停止ゾーン（4000）を運転する、請求項1～6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項8】

前記装置1000を出るホスゲンの前記質量流量M'（1）がゼロになった後に、前記反応停止ゾーン（4000）を非運転状態にする、請求項7に記載の方法。

【請求項9】

ステップ（I）における前記不活性ガス流（30）を前記装置2000または前記装置2100に導入し、ステップ（II）における前記不活性ガス流（30）を前記装置1000または前記装置1100に導入する、請求項1～8のいずれか一項に記載の方法。

【請求項10】

室温および標準圧力で好ましくは液体であり、前記装置2000に導入される不活性物質（3）を加熱することによって、ステップ（I）における前記不活性ガス流（30）を得、室温および標準圧力で好ましくは液体であり、前記装置1000に導入される不活性物質（3）を加熱することによって、ステップ（II）における前記不活性ガス流（30）を得る、請求項1～8のいずれか一項に記載の方法。

【請求項11】

前記アミン（2）は、イソホロンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ビス（p-アミノシクロヘキシル）メタン、トリレンジアミン、およびジフェニルメタンジアミンからなる群より選択される、請求項1～10のいずれか一項に記載の方法。