

【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 0 7 C 263/10 (2006.01)

C 0 7 C 265/04 (2006.01)

C 0 7 C 265/10 (2006.01)

C 0 7 C 265/12 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 263/10

C 0 7 C 265/04

C 0 7 C 265/10

C 0 7 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。