



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 271 171**

(51) Int. Cl.:
C07C 263/20 (2006.01)
C07C 263/10 (2006.01)
C07C 265/14 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **02023662 .6**
(86) Fecha de presentación : **22.10.2002**
(87) Número de publicación de la solicitud: **1413571**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **28.04.2004**

(54) Título: **Procedimiento para la purificación de toluendiisocianato que incorpora una columna de destilación de pared divisoria para la purificación final.**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

(73) Titular/es: **Bayer MaterialScience AG.**
51368 Leverkusen, DE

(72) Inventor/es: **Grün, Marcus Paul;**
Brady, Bill, Jr.;
Keggenhoff, Berthold;
Verkerk, Kai y
Schal, Hans-Peter

(74) Agente: **Carpintero López, Francisco**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la purificación de toluendiisocianato que incorpora una columna de destilación de pared divisoria para la purificación final.

La presente invención se refiere a una mejora de un procedimiento de recuperación y purificación de toluendiisocianato (TDI) que usa una columna de pared divisoria para la purificación final del producto TDI. El procedimiento de la presente invención se beneficia de la capacidad de lograr una pureza de TDI más elevada.

La presente invención se refiere a un procedimiento en el que toluendiamina se hace reaccionar con fosgeno en presencia de una solución disolvente en la fase líquida o en el que toluendiamina se hace reaccionar con fosgeno directamente en la fase gaseosa con un disolvente usado en la inactivación por vapor de dicha reacción; el fosgeno en exceso se elimina parcial o completamente después a partir de la mezcla de reacción que resulta y la alimentación de destilación del bruto desfosgenado alimenta un procedimiento de fraccionamiento en el que se eliminan el disolvente y opcionalmente el residuo. La posterior alimentación de TDI bruto alimenta una columna de destilación de pared divisoria en la que se recuperan cuatro fracciones:

- 1) un producto en fase de vapor enriquecido en compuesto de bajo punto de ebullición y disolvente del cual se recuperan y devuelven preferentemente las especies condensables para la desfosgenación, eliminación de residuo o procedimiento de eliminación del disolvente,
- 2) un producto enriquecido en compuesto de bajo punto de ebullición que después se devuelve preferentemente para la desfosgenación, eliminación de residuo o procedimiento de eliminación del disolvente o se recupera como una corriente de producto por separado,
- 3) un producto de caldera enriquecido en compuesto de alto punto de ebullición que se envía preferentemente a un sistema de eliminación de residuo para la recuperación adicional de los volátiles,
- 4) una corriente de producto isocianato.

El campo de la técnica a la que pertenece esta invención es un procedimiento para la purificación de mezclas de toluendiisocianato (TDI). Las mezclas de TDI se producen generalmente haciendo reaccionar tolueno con ácido nítrico para producir dinitrotolueno (DNT), hidrogenando el dinitrotolueno (DNT) resultante para producir toluendiamina (TDA) y haciendo reaccionar la toluendiamina (TDA) con fosgeno para dar toluendiisocianato (TDI). El toluendiisocianato (TDI) es un material disponible comercialmente usado en particular en la preparación de polímeros de poliuretanos, poliurea y poliisocianurato, en especial polímeros celulares.

El documento DE-A1-3.736.988 enseña que mono- o poliisocianatos orgánicos se preparan en continuo haciendo reaccionar la correspondiente mono- o poli-amina disuelta en un disolvente orgánico inerte con fosgeno también disuelto en un disol-

vente orgánico inerte a una temperatura por debajo de 150°C. Las soluciones de amina y fosgeno se combinan y se permite que pasen a través de una o más columnas de reacción conectadas de abajo a arriba en serie y que tienen al menos 10 cámaras en total separadas una de otra por placas perforadas, teniendo los huecos de las mismas, preferentemente un diámetro máximo de 20 mm.

El documento EP-A1-570.799 enseña que la producción de diisocianatos aromáticos se efectúa mediante reacción de diaminas y fosgeno. El fosgeno y la diamina están por encima de la temperatura de ebullición de la diamina y la reacción tiene un tiempo de contacto medio de 0,5-5 segundos. La mezcla se pasa en continuo a través de un espacio de reacción cilíndrico a 200-600°C para completar la reacción evitando la mezcla de reflujo. La mezcla de gas se enfría después para condensar los diisocianatos, manteniéndose la temperatura por encima de la temperatura de descomposición de cloruros de ácido carbámico que corresponden a las diaminas usadas. El diisocianato sin condensar se lava de la mezcla de gas con un disolvente inerte y el disolvente inerte se recupera por destilación.

El manual *Polyurethane* (Oertel, G. (Editor), Polyurethane Handbook, Munich, Alemania: Hanser Publishers, 1985, págs. 62-73) da una descripción de un estado de la técnica para la fosgenación y el procedimiento de destilación para la producción de toluendiisocianato. En el procedimiento de destilación, el disolvente se elimina completamente de la mezcla TDI en bruto como el producto de cabeza de una columna de disolvente, devolviéndose este disolvente a la fosgenación o a la recuperación de fosgeno en exceso. La corriente restante inferior de isocianato en bruto de la columna de disolvente se envía a un predestilador en el que se consiguen dos productos: un producto de cabeza rico en isocianato y una corriente inferior enriquecida en residuo que alimenta la eliminación del residuo. En la eliminación del residuo se eliminan después los volátiles de esta corriente enriquecida con residuo y se condensan. Los volátiles condensados de la eliminación del residuo junto con la corriente de cabeza condensada de la evaporación previa se combinan después y alimentan una columna de isocianato. En la columna de isocianato, el producto de isocianato se recupera como una corriente superior mientras que la corriente inferior enriquecida en compuestos de bajo punto de ebullición vuelve a la etapa de evaporación previa. Este procedimiento está limitado por el hecho de que toda la eliminación del disolvente se lleva a cabo en una columna de disolvente. Aunque se sabe que los rendimientos de TDI se ven afectados de forma negativa por temperaturas más altas, la eliminación del disolvente completa necesita trabajar a presiones relativamente bajas para lograr temperaturas de depósito suficientemente bajas para prevenir una pérdida de rendimiento, necesitando además una columna más grande. Por lo tanto, el largo tiempo de permanencia del isocianato junto con residuo en zonas de calentamiento puede llevar a una velocidad más elevada de formación de residuo. Finalmente, la condensación de la corriente de cabeza de la evaporación previa anterior a la alimentación de la columna de isocianato es ineficiente energéticamente.

En *Industrielle Aromatenchemie* (Franck H.-G. y Stadelhofer, J., Industrielle Aromatenchemie. Berlín,

Alemania: Springer Verlag, 1987, pág. 253), se describe un segundo procedimiento del estado de la técnica. En el procedimiento descrito, la mezcla TDI bruto-disolvente alimenta una etapa de evaporación previa de dos etapas que da como resultado un producto de vapor de cabeza de bajo punto de ebullición y el producto de caldera enriquecido en residuo libre de disolvente que es alimentado a la eliminación de residuo. En el procedimiento de eliminación de residuo, se eliminan después los volátiles de esta corriente enriquecida de residuo y se condensan. El producto de cabeza de la evaporación previa alimenta a una columna de disolvente. En la columna de disolvente, el disolvente se elimina completamente como producto de cabeza, devolviéndose el disolvente a la fosgenación o a la recuperación de fosgeno en exceso. La corriente inferior de isocianato en bruto restante de la columna de disolvente alimenta junto con los volátiles condensados de la eliminación de residuo una columna de isocianato. En la columna de isocianato, el producto de isocianato se recupera como una corriente superior mientras que una inferior enriquecida en compuestos de alto punto de ebullición (isocianato polimérico y compuestos de cloruro hidrolizables (CCH) y otros no volátiles) se devuelve a la etapa de evaporación previa. Este procedimiento está también limitado por el hecho de que la eliminación del disolvente completa debe llevarse a cabo en una columna de disolvente. Como en el procedimiento descrito en el *Polyurethane Handbook*, la eliminación de disolvente completa necesita trabajar a presiones relativamente bajas para lograr temperaturas de depósito suficientemente bajas para prevenir una pérdida de rendimiento, dando como resultado una columna de disolvente más larga. Sin embargo, este procedimiento, en comparación con el procedimiento mencionado anteriormente logra un tiempo de permanencia reducido de isocianato junto con residuo en zonas de calentamiento que llevan posiblemente a una velocidad mucho más baja de formación de residuo. Sin embargo, ya que es necesaria la condensación de un vapor que alimenta la columna de isocianato, este procedimiento será más eficiente energéticamente.

De Chem System's *PERP Report for TDI/MDI* (Chem Systems, Process Evaluation Research Planning TDI/MDI 98/99S8. Tarrytown, Nueva York, EE.UU.: Chem Systems, 1999, págs. 27-32) para TDI/MDI puede aprenderse que el fraccionamiento de un producto de alimentación por destilación de TDI bruto puede completarse de la siguiente manera. Normalmente, el producto líquido de la etapa de desfosgenación se envía a un evaporador previo que produce una fase líquida rica en residuo como producto de caldera y un producto en fase de vapor que contiene principalmente disolvente e isocianato como producto de cabeza. El producto de caldera de la evaporación previa se envía a un procedimiento para la eliminación de compuestos volátiles de los residuos de la reacción (eliminación de residuos). Los componentes volátiles eliminados en la etapa de eliminación de residuos así como el producto en fase de vapor del evaporador previo se envían a una columna de disolvente, en la que se completa una separación inicial del isocianato del disolvente así como la eliminación de cualquier fosgeno remanente. Los productos resultantes son un producto de cabeza enriquecido en fosgeno, una corriente de disolvente relativamente pura como producto intermedio y un producto de calde-

ra enriquecido en isocianato. La corriente de fosgeno se devuelve después al procedimiento de desfosgenación o al procedimiento de recuperación de fosgeno en exceso. El producto disolvente se usa después en la sección de fosgenación así como en la recuperación del fosgeno en exceso. El producto de caldera enriquecido con isocianato se envía después a una segunda columna de eliminación de disolvente donde se elimina el disolvente restante. El producto disolvente superior de esta etapa, cuando es relativamente puro, puede usarse en fosgenación o recuperación de fosgeno en exceso o puede devolverse a la etapa de eliminación de disolvente primaria. El producto de caldera de isocianato libre de disolvente final se envía a una columna de isocianato, dando como resultado un producto de cabeza de isocianato y una corriente inferior de producto enriquecido con compuesto de cloruro hidrolizables (CCH) y un residuo que se devuelve a las etapas de evaporación previa o eliminación de residuo. Este procedimiento similar al procedimiento descrito en *Industrielle Aromatenchemie*, en comparación con el procedimiento descrito en el *Polyurethane Handbook*, logra un tiempo de permanencia reducido del isocianato junto con el residuo en zonas de calentamiento que da lugar posiblemente a una velocidad más baja de formación del residuo. De manera adicional, como el procedimiento descrito en *Industrielle Aromatenchemie*, ya que es necesaria la condensación de un vapor para la alimentación de la columna de isocianato, este procedimiento será más eficiente energéticamente que el procedimiento descrito en el *Polyurethane Handbook*. Tiene la ventaja adicional, de que la eliminación del disolvente se completa en dos etapas. Aprovechando que el disolvente tiene un punto de ebullición más bajo que el isocianato, la mayoría del disolvente puede eliminarse a presiones más altas reduciendo por lo tanto, el coste de las inversiones necesarias para la eliminación del disolvente. De manera adicional, el uso de dos etapas de eliminación del disolvente añade flexibilidad al funcionamiento. Sin embargo, la presencia de una tercera columna añade más complejidad al procedimiento.

En el fraccionamiento, a veces se desea separar una corriente de alimentación multi-componente en un número de corrientes que contengan varias fracciones de componentes deseables en las corrientes del producto. Para el caso de una corriente de alimentación y dos corrientes de producto, la separación puede llevarse a cabo por destilación y obtención de producto de caldera. Además, la destilación puede llevarse a cabo por repetición del procedimiento de dos corrientes de producto de destilado o las corrientes de producto de caldera. Sin embargo, la introducción de columnas adicionales requerirá un correspondiente número de evaporadores y condensadores. Ese requisito, a su vez, requiere costes de funcionamiento adicionales al repetirse los procedimientos de condensación y evaporación. Pueden encontrarse numerosas referencias en la técnica anterior para documentar los esfuerzos para disminuir tanto los costes de inversión como los de funcionamiento en la separación de varias fracciones de una corriente de alimentación multi-componente. El punto de referencia del menor consumo de energía se ha obtenido por el antiguo y bien conocido sistema PETLYUK (Agrawal, R. y Fidkowski, Z., Are Thermally Coupled Distillation Columns Always Thermodynamically More Efficient for Ternary Dis-

tillations?, Industrial & Engineering Chemistry Research, 1998, 37, págs. 3444-3454). En esta configuración, una columna de prefraccionamiento separa la alimentación en dos corrientes usando un separador de corrientes de vapor desde la sección de agotamiento de la columna principal y un separador de corriente de líquidos desde la sección de rectificación de la columna principal. Las corrientes de vapor y líquido resultantes que salen desde la columna de prefraccionamiento son más ricas en componentes ligeros y pesados respectivamente. Estas dos corrientes semi-procesadas realimentan después a la columna principal. Esta configuración proporciona una ventaja que permite a la columna de fraccionamiento principal mejorar la pureza de la corriente lateral obtenida. A su vez, la columna de fraccionamiento principal proporciona también la sección de agotamiento y la sección de rectificación con alimentación de mejor calidad. El efecto combinado es un uso muy eficaz de la circulación de vapor/líquido para producir tres corrientes de producto.

El documento US-A-2.471.134 enseña una mejora del procedimiento Petyluk con una proposición que combina el prefraccionamiento y columnas principales en una unidad de fraccionamiento levantando una división a lo largo de la parte central de una columna. La columna está equipada con un condensador en la parte alta y un evaporador en el fondo.

La columna de destilación de pared divisoria según el documento US-A-2.471.134 es una torre de fraccionamiento de columna vertical, equipada con evaporador y condensador, que se divide en cuatro secciones de columna definidas mediante el uso de una división central en la parte intermedia de la columna. Estas secciones son unas secciones inferior (agotamiento) y domo (rectificación) comunes y las secciones de prefraccionamiento y fraccionamiento principal en la parte intermedia de la columna separadas por una pared divisoria. La mezcla multi-componente alimenta a la sección de prefraccionamiento, el producto de cabeza se toma de la sección de rectificación común, un producto de caldera se toma de la sección de agotamiento común y la corriente de producto intermedio se toma como un producto lateral de la sección de fraccionamiento principal. Una ventaja significativa del uso de una columna de destilación de pared divisoria es el hecho de que el producto lateral obtenido puede obtenerse de la columna de destilación de pared divisoria con unas concentraciones más bajas de impurezas de bajo punto de ebullición que aquellas de un producto lateral obtenido de una columna de producto lateral simple.

Esta columna de destilación de pared divisoria es eficaz para reducir limitaciones hidráulicas en el sistema PETLYUK. Al mismo tiempo, reduce los costes de inversión al tener sólo un cartucho común. La columna de destilación de pared divisoria descrita en el documento US-A-2.471.134, ha encontrado aplicaciones en diversos procedimientos.

En la presente invención, el uso de la columna de destilación de pared divisoria para la purificación final del producto TDI en el procedimiento de destilación de TDI permite una mejora sorprendente en la pureza de TDI por la reducción de la cantidad de impurezas de bajo punto de ebullición con requisitos de energía y costes de inversión reducidos en comparación con una columna de obtención lateral convencional para lograr la misma calidad de producto. Ejemplos de es-

tas impurezas incluyen disolventes, impurezas de disolventes, monoisocianatos aromáticos, monoisocianatos aromáticos clorados, etc.

La invención está dirigida a un procedimiento para la purificación de toluendiisocianato a partir de una alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno por:

- a) fraccionamiento de la alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno para eliminar el disolvente y opcionalmente los residuos de la reacción para producir una alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprenda menos de 20% en peso de disolvente y
- b) separación de la alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprenda menos de 20% en peso de disolvente en una columna de destilación en cuatro fracciones de producto P1-P4, en las que
 - P1 es una corriente de gas enriquecida en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente en fase de vapor
 - P2 es un producto enriquecido en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente,
 - P3 es un producto de caldera enriquecido en compuestos de alto punto de ebullición que comprende toluendiisocianato y
 - P4 es una corriente de producto de toluendiisocianato pobre en compuestos de bajo punto de ebullición, de alto punto de ebullición y residuos de reacción.

La invención está dirigida también a un procedimiento para la producción de toluendiisocianato que comprende las etapas de:

- a) reacción de toluendiamina con fosgeno dando como resultado una alimentación de destilación en bruto,
- b) separación del fosgeno de la alimentación de destilación en bruto de la etapa a) si la alimentación de destilación en bruto de la etapa a) comprende 2% en peso o más de fosgeno dando como resultado una alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno,
- c) fraccionamiento de la alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno para eliminar el disolvente y opcionalmente los residuos de la reacción para producir una alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprende menos de 20% en peso de disolvente y
- d) separación de la alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprende menos de 20% en peso de disolvente en una columna de destilación de pared divisoria en cuatro fracciones de producto P1-P4, en las que

P1 es una corriente de gas enriquecida en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente en fase de vapor

P2 es un producto enriquecido en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente,

P3 es un producto de caldera enriquecido

en compuestos de alto punto de ebullición que comprende toluendiisocianato y

P4 es una corriente de producto de toluendiisocianato pobre en compuestos de bajo punto de ebullición, de alto punto de ebullición y residuos de reacción.

La fosgenación se lleva a cabo según el estado de la técnica. Se hace reaccionar toluendiamina con fosgeno en presencia de una solución de disolvente en la fase líquida o con fosgeno directamente en la fase de gas con un disolvente usado en la inactivación por enfriamiento de dicha reacción. La mezcla de reacción resultante tiene, preferentemente una composición de 5-40% en peso de toluendiisocianato, 1-2% en peso de ácido clorhídrico, 1-5% en peso de fosgeno, 0,1-2% en peso de compuestos de alto punto de ebullición (isocianatos poliméricos, compuestos de cloruro hidrolizables (CCH)) siendo el resto disolvente. En este caso, los compuestos de cloruro hidrolizables se definen como compuestos en los que el cloro disponible está "lábilmente" unido. Las siguientes especies ilustran estos compuestos: $\text{ClCH}_2\text{C}_6\text{H}_3(\text{NCO})_2$ y $(\text{CH}_3\text{NCOCl})\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{NCO})$.

El contenido de compuestos de *cloruro* hidrolizables se determina generalmente por reacción del cloro disponible en la muestra con una solución agua-alcohol en caliente dando como resultado HCl y una valoración posterior para determinar la concentración de *cloro* hidrolizable. Se informa generalmente de este valor como fracción en peso de "cloro hidrolizable" (CH).

Los hidrocarburos aromáticos clorados son especies en las que el cloro está unido "fuertemente". Son ilustrativos de tales compuestos los disolventes comunes o-diclorobenceno y clorobenceno y compuestos relacionados.

Tras la reacción, se alimenta una etapa de separación con la mezcla de reacción resultante si la mezcla de reacción (alimentación de destilación en bruto) comprende 2% en peso o más de fosgeno. En esta etapa de separación, el fosgeno en exceso es al menos eliminado en parte dando como resultado la alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno. La separación del fosgeno puede llevarse a cabo usando muchos procedimientos diferentes o combinaciones de los mismos. Ejemplos de estos procedimientos son separación instantánea de vapor/líquido simple, con o sin el aumento de temperatura o una disminución en la presión, agotamiento de gas, destilación, etc.

Se alimenta una columna de destilación o sistema de columnas de destilación con la alimentación de destilación en bruto resultante que comprende menos de 2% en peso de fosgeno, en la que el disolvente y opcionalmente los residuos de la reacción se eliminan de la alimentación de destilación en bruto resultante que comprende menos de 2% en peso de fosgeno para producir una alimentación de toluendiisocianato que comprende menos de 20% en peso de disolvente. La(s) columna(s) de destilación usada(s) para la eliminación del disolvente y opcionalmente los residuos de la reacción pueden ser una columna de destilación convencional o una columna de destilación de pared divisoria. Preferentemente, se usa una columna de destilación convencional según el estado de la técnica.

Se alimenta después una columna de destilación

de pared divisoria con la alimentación de toluendiisocianato en bruto resultante y se separa en cuatro fracciones de producto P1-P4.

La fracción de producto P1 es un producto en fase de vapor enriquecido en compuesto de bajo punto de ebullición y disolvente que comprende 20-99% en peso de especies condensables (es decir disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y TDI) siendo el resto gases no condensables, es decir, aire, cloruro de hidrógeno, etc. La fracción condensable de este producto puede comprender disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y TDI. Las especies condensables se recuperan y devuelven preferentemente a la desfosgenación, eliminación de residuos o procedimiento de eliminación de disolvente.

La fracción de producto P2 es un producto en fase de vapor enriquecido en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente que se devuelve preferentemente a la desfosgenación, eliminación de residuos o procedimiento de eliminación de disolvente o se recupera como una corriente de producto por separado. La fracción de producto P2 puede comprender disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y TDI.

La fracción de producto P3 es un producto de caldera enriquecido en compuestos de alto punto de ebullición que se envía preferentemente a un sistema de eliminación de residuos para la recuperación adicional de los volátiles. La fracción P3 comprende preferentemente 0,5-15% en peso de compuestos de alto punto de ebullición (isocianatos poliméricos, compuestos de cloruro hidrolizables (CCH) y otros no volátiles) siendo el resto principalmente toluendiisocianato.

La fracción de producto P4 es una corriente de producto de isocianato. La fracción P4 comprende preferentemente menos de 200 ppm en peso de disolvente y/o hidrocarburos aromáticos clorados (en total), menos de 100 ppm en peso de cloro hidrolizable (CH), menos de 40 ppm en peso de acidez, con una concentración de toluendiisocianato de al menos 99,5% en peso.

El procedimiento de fraccionamiento que incluye una columna de destilación de pared divisoria puede usarse satisfactoriamente para la purificación de un producto de reacción de TDI parcialmente o totalmente desfosgenado como resultado de la reacción de toluendiamina con fosgeno en presencia de una solución de disolvente o de esta reacción en fase de gas con un disolvente usado en la inactivación por enfriamiento tras la reacción. La alimentación de destilación resultante contiene fosgeno y otros componentes de bajo punto de ebullición, disolvente, toluendiisocianato, compuestos de cloruro hidrolizables y residuos de alto punto de ebullición. Esta corriente se fracciona a su vez para lograr la eliminación del disolvente y de manera opcional el residuo de reacción para lograr TDI en bruto con el que se alimenta después una columna de purificación de TDI de pared divisoria. Los cuatro productos de la columna de pared divisoria son un producto enriquecido en compuesto de bajo punto de ebullición y gas inerte, de los que se recuperan preferentemente las especies condensables y se devuelven a la desfosgenación, eliminación de residuos o procedimiento de eliminación del disolvente, un producto líquido enriquecido en compuestos de bajo punto de ebullición que se devuelve después preferentemente a la desfosgenación,

eliminación de residuos o procedimiento de eliminación del disolvente o se recupera como una corriente de producto por separado, un producto de caldera enriquecido en compuesto de alto punto de ebullición que se envía preferentemente a un sistema de eliminación de residuos para la recuperación además de volátiles y una corriente de producto isocianato. El disolvente que se va a usar puede ser cualquier disolvente adecuado, preferentemente o-diclorobenceno, p-diclorobenceno, clorobenceno, tolueno, benceno, nitrobenceno, anisol, xileno o cualquier mezcla de los mismos. Dependiendo de las condiciones de reacción pueden obtenerse diferentes concentraciones de TDI en la alimentación de destilación en bruto.

La purificación final de la alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprende menos de 20% en peso de disolvente se lleva a cabo en una columna de destilación de pared divisoria según la figura 1. Esta columna de destilación de pared divisoria está equipada al menos con un evaporador y un condensador. El evaporador puede ser cualquiera de los tipos convencionales que se encuentran normalmente en la industria química, que incluyen en parte evaporadores de película de escurrimiento, evaporadores de circulación forzada, evaporadores de ebullición libre (calentadores de agua), evaporadores de circulación natural, etc. El condensador puede ser cualquiera de los tipos de uso común en la industria química que incluyen los que son a corriente y contracorriente (condensadores de reflujo). La columna puede equiparse con cualquier elemento interno de transferencia de masa que sea de uso común en la industria química. Estas incluyen, en parte, placas tamiz, placas de válvulas, placas de válvulas fijas, así como paquetes de destilación estructurados o al azar.

La invención se describe con más detalle seguidamente haciendo referencia a los dibujos adjuntos, en los que

la figura 1 muestra un esquema de la columna de destilación de pared divisoria que se usa en el procedimiento para la purificación de mezclas de TDI,

la figura 1 muestra una columna de destilación de pared divisoria 1 que está equipada con un evaporador 2, un condensador 3 una pared divisoria 4 y elementos internos de transferencia de masa 5.

La columna de destilación de pared divisoria 1 se divide en cuatro zonas de funcionamiento diferenciadas, una zona de prefraccionamiento en la que se introduce el alimentación, una zona de agotamiento con el producto de compuestos de alto punto de ebullición P3, una zona principal de fraccionamiento con el producto de isocianato P4 y una zona de rectificación con un producto de compuestos de bajo punto de ebullición en fase de vapor P1 y un producto de bajo punto de ebullición en fase líquida y enriquecido con disolvente P2. Las zonas de prefraccionamiento y de fraccionamiento principal se extienden de lado a lado en la columna de destilación de pared divisoria 1 con una pared de división 4 que separa las dos zonas.

Zona de prefraccionamiento

La alimentación de destilación en bruto A alimenta la zona de prefraccionamiento, en la que se separa en dos corrientes, un residuo y una corriente de compuestos de cloruro hidrolizable (CCH) enriquecido con TDI líquido B y una corriente de vapor enriquecida en compuestos de bajo punto de ebullición

C. Esta separación se efectúa mediante dos corrientes, una líquida D y una de vapor E. La corriente líquida D, que contiene tanto compuestos de bajo punto de ebullición como TDI, entra en la zona de prefraccionamiento desde la zona de rectificación. La corriente de vapor E, que contiene TDI y CCH entra a la zona de prefraccionamiento desde la zona de agotamiento.

Zona de agotamiento

El producto líquido B de la zona de prefraccionamiento así como el TDI y producto líquido F que contiene CCH de la zona de fraccionamiento principal entran en la sección superior de la zona de agotamiento. El vapor G generado desde el evaporador 2 en la corriente R provoca la separación del componente intermedio del componente pesado. El líquido enriquecido con residuo resultante que contiene compuestos de alto punto de ebullición se hace que salga como corriente de producto de caldera P3. La columna está diseñada para una presión de funcionamiento de modo que la temperatura que se logra en el evaporador estará preferentemente en el intervalo de 140-190°C. Las corrientes de vapor enriquecidas con TDI E y H alimentan la zona de prefraccionamiento y la zona de fraccionamiento principal respectivamente. La distribución del flujo de vapor a la zona de prefraccionamiento y zona principal de fraccionamiento se efectúa mediante la diferencia de presión inherente en la sección de la columna respectiva.

Zona de rectificación

Los productos de vapor enriquecidos en compuestos de bajo punto de ebullición C de la zona de prefraccionamiento y I de la zona de fraccionamiento principal, conteniendo ambos productos intermedios así como componentes de bajo punto de ebullición entran en la zona de rectificación en la sección inferior. El producto de vapor J de la zona de rectificación alimenta un condensador 3 y después una porción del producto condensado generado del condensador se devuelve como reflujo K a la zona superior de la zona de rectificación provocando la separación de componentes ligeros del componente intermedio. La fracción restante del producto líquido del condensador se hace llegar como corriente de producto líquido enriquecido con disolvente y compuestos de bajo punto de ebullición P2. El producto de vapor sin condensar del condensador es la corriente de producto de compuestos de bajo punto de ebullición P1. El reflujo interno del interior de la columna genera una corriente líquida. Esta corriente líquida, que contiene principalmente compuestos de bajo punto de ebullición y TDI, se divide en dos corrientes L y D que se hacen llegar a la zona de fraccionamiento principal y a la zona de prefraccionamiento, respectivamente. La distribución proporcional de estas corrientes líquidas está controlada para lograr la calidad de producto requerida. De manera opcional, el producto P2 puede tomarse como producto lateral obtenido de cualquier etapa en la zona de rectificación.

Zona de fraccionamiento principal

Una corriente de producto de vapor enriquecido con TDI H de la zona de agotamiento entra en la zona principal de fraccionamiento desde la caldera. Una porción del producto líquido L de la zona de rectificación entra en la zona de fraccionamiento principal superior. El fraccionamiento resultante genera tres productos: una alimentación de vapor I a la zona de rectificación y una alimentación líquida E a la zona

de agotamiento y un producto lateral P4 que contiene el producto de isocianato de calidad deseada. De manera opcional, el producto P2 puede tomarse como

un producto lateral de cualquier etapa en la etapa de eliminación de producto para P4 en la zona de fraccionamiento principal.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la purificación de toluendiisocianato a partir de una alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno por:

- a) fraccionamiento de la alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno para eliminar el disolvente y opcionalmente los residuos de la reacción para producir una alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprenda menos de 20% en peso de disolvente y

- b) separación de la alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprenda menos de 20% en peso de disolvente en una columna de destilación de pared divisoria en cuatro fracciones de producto P1-P4, en las que

P1 es una corriente de gas enriquecida en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente en fase de vapor,

P2 es un producto enriquecido en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente,

P3 es un producto de caldera enriquecido en compuestos de alto punto de ebullición que comprende toluendiisocianato y

P4 es una corriente de producto de toluendiisocianato pobre en compuestos de bajo punto de ebullición, de alto punto de ebullición y residuos de reacción.

2. Procedimiento para la producción de toluendiisocianato que comprende las etapas de:

- a) reacción de toluendiamina con fosgeno dando como resultado una alimentación de destilación en bruto,

- b) separación del fosgeno de la alimentación de destilación en bruto de la etapa a) si la alimentación de destilación en bruto de la etapa a) comprende 2% en peso o más de fosgeno dando como resultado una alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno,

- c) fraccionamiento de la alimentación de destilación en bruto que comprende menos de 2% en peso de fosgeno para eliminar el disolvente y opcionalmente los residuos de la reacción para producir una alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprende menos de 20% en peso de disolvente y

- d) separación de la alimentación de toluendiisocianato en bruto que comprende menos de 20% en peso de disolvente en una columna de destilación de pared divisoria en cuatro fracciones de producto P1-P4, en las que

P1 es una corriente de gas enriquecida en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente en fase de vapor,

P2 es un producto enriquecido en compuestos de bajo punto de ebullición y disolvente,

P3 es un producto de caldera enriquecido en compuestos de alto punto de ebullición que comprende toluendiisocianato y

P4 es una corriente de producto de toluendiisocianato pobre en compuestos de bajo punto de ebullición, de alto punto de ebullición y residuos de reacción.

3. El procedimiento de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la fracción de producto P1 comprende 20-99% en peso de disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y toluendiisocianato.

4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la fracción de producto P2 comprende disolvente, compuestos de bajo punto de ebullición y toluendiisocianato.

5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la fracción de producto P3 comprende toluendiisocianato y 0,5-15% en peso de compuestos de alto punto de ebullición.

6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la fracción de producto P4 tiene una concentración de toluendiisocianato de al menos 99,5% en peso y comprende menos de 200 ppm en peso de disolvente y/o hidrocarburos aromáticos clorados, menos de 100 ppm en peso de cloro hidrolizable y menos de 40 ppm en peso de acidez.

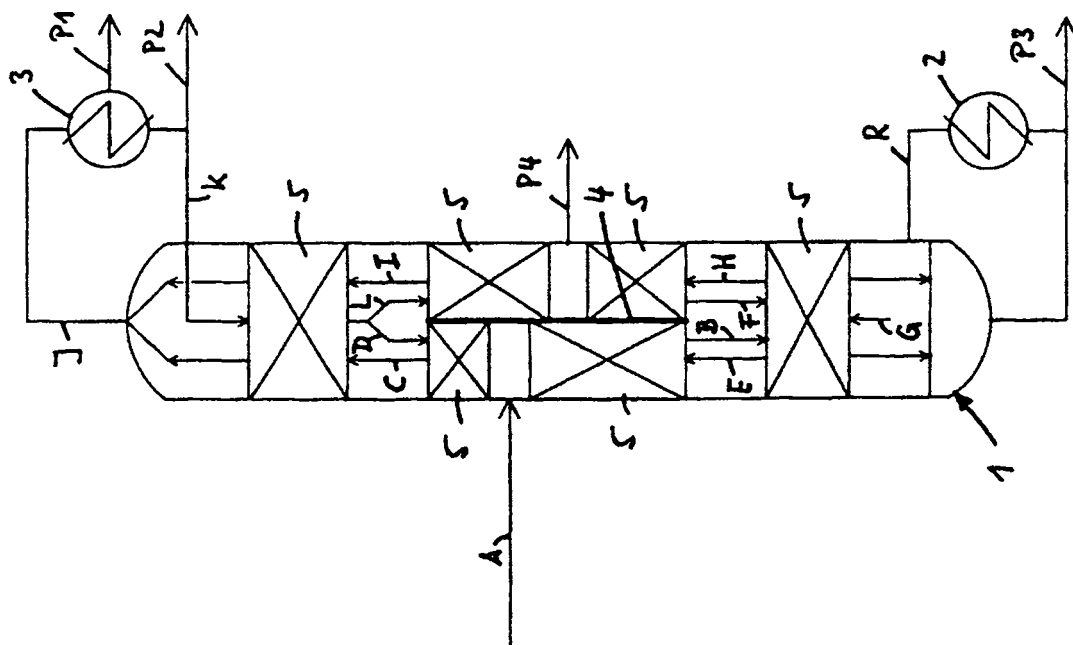


Fig. 1