

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5443487号  
(P5443487)

(45) 発行日 平成26年3月19日(2014.3.19)

(24) 登録日 平成25年12月27日(2013.12.27)

(51) Int.Cl.		F I
<b>C O 7 C 263/10</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 263/10
<b>C O 7 C 265/14</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 7 C 265/14

請求項の数 13 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2011-521576 (P2011-521576)	(73) 特許権者	508020155
(86) (22) 出願日	平成21年8月6日(2009.8.6)		ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
(65) 公表番号	特表2011-529947 (P2011-529947A)		ア
(43) 公表日	平成23年12月15日(2011.12.15)		B A S F S E
(86) 国際出願番号	PCT/EP2009/060184		ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
(87) 国際公開番号	W02010/015667		D-67056 Ludwigshafen, Germany
(87) 国際公開日	平成22年2月11日(2010.2.11)	(74) 代理人	100100354
審査請求日	平成24年7月27日(2012.7.27)		弁理士 江藤 聡明
(31) 優先権主張番号	08161976.9	(72) 発明者	ペンツェル, ウルリヒ
(32) 優先日	平成20年8月7日(2008.8.7)		ドイツ、01945、テタウ、ヴィンツァーガセ、12
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 芳香族イソシアネートの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

適当なら少なくとも一種の不活性の媒体の存在下で、液相中でアミンとホスゲンを反応させるイソシアネートの製造方法であって、

アミンとホスゲンをまず混合槽(1)で混合して反応混合物を得て、この反応混合物を反応器に供給し、

該アミンが混合槽(1)に同軸状に設けられた開口部(3)から添加され、ホスゲンが混合槽の軸に直角に配置された少なくとも二面(7、9)にある供給開口部(5)を通して添加されるか、あるいは

ホスゲンが混合槽(1)に同軸状に設けられた開口部(3)から添加され、アミンが混合槽(1)の軸(11)に直角に配置された少なくとも二面(7、9)にある供給開口部(5)を通して添加され、

少なくとも一面(9)が、反応混合物の主流動方向においてアミン添加用開口部(3)の上流にあり、少なくとも一面(7)が下流にあり、

反応混合物の混合槽(1)内での平均滞留時間が18.5ms以下であることを特徴とする方法

【請求項2】

ホスゲンが混合槽の軸に直角に配置された少なくとも二面(7、9)にあるそれぞれ少なくとも2個の供給開口部(5)から供給される請求項1に記載の方法。

【請求項3】

10

20

ホスゲン供給用の供給開口部(5)は、供給開口部(5)の主方向が混合槽(1)の軸(11)中で出会うように設けられている請求項2に記載の方法。

【請求項4】

混合槽(1)が、その下流の末端に直径収縮部(13)を有し、このため反応混合物が逆混合される請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】

混合槽(1)の下流末端の直径収縮部(13)が、混合槽(1)の軸(11)に対して10～80°の範囲の角度で設けられている請求項4に記載の方法。

【請求項6】

混合槽(1)の下流に逆混合の少ない一定直径の領域(15)が設けられている請求項1～5のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項7】

反応混合物の、一定直径の領域(15)中での滞留時間が50ms以下である請求項6に記載の方法。

【請求項8】

一定直径の領域(15)の下流に断面が拡大する領域(17)が設けられ、この断面拡大部(17)が、流動の不連続を起こさない開口角度( )を有している請求項6または7に記載の方法。

【請求項9】

断面拡大部(17)の、断面拡大領域(17)の軸(11)に対する開口角度(13)が15°未満である請求項8に記載の方法。

20

【請求項10】

適当なら少なくとも一種の不活性の媒体の存在下で、液相中でアミンとホスゲンを反応させてイソシアネートを製造する装置であって、

アミンとホスゲンを混合して反応混合物を与えるための混合槽(1)と、混合槽(1)と同軸状に設けられ、混合槽(1)に開く開口部(3)と混合槽(1)の軸(11)に垂直に設けられた少なくとも二面(7、9)にある、混合槽(1)に開く供給開口部(5)とを含み、

少なくとも一面(9)が、反応混合物の主流動方向において混合槽(1)と同軸状に設けられた開口部(3)の上流に設けられ、少なくとも一面(7)が下流に設けられており、

混合槽(1)が、下流の末端に、混合槽(1)の軸(11)に対して10～80°の範囲の角度( )で設けられた直径収縮部(13)を持つことを特徴とする装置。

30

【請求項11】

直径収縮部(13)の下流に一定直径の領域(15)が設けられている請求項10に記載の装置。

【請求項12】

一定直径の領域(15)の下流に断面が拡大する領域(17)があり、断面拡大部(17)の流動に不連続がでない開口角度( )を有している請求項11に記載の装置。

【請求項13】

断面拡大部(17)の、断面が拡大する領域の軸(11)に対する開口角度( )が15°未満である請求項12に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は、適当なら少なくとも一種の不活性媒体の存在下で、液相中でアミンとホスゲンを反応させるイソシアネートの製造方法であって、アミンとホスゲンをまず混合槽中で混合して反応混合物を得て、この反応混合物を反応器に供給する方法に関する。アミンは混合槽と同軸状に設けられた開口部を通して添加され、ホスゲンは混合槽の軸に直角に設けられた少なくとも二面にある供給開口部を通して添加される。少なくとも一面が、反応混合物の主流動方向においてアミン添加用開口部の上流に設けられ、一面が下流に設けられる。

【背景技術】

【0002】

50

イソシアネートは、原理的には液相または気相のホスゲン化により、相当するアミンをホスゲン化して製造できる。液相ホスゲン化は、気相ホスゲン化に比べて低温で反応を実施でき、反応物の気化の必要がないのが利点である。

【0003】

液相ホスゲン化では、アミン含有反応物流が液相で供給される。これがホスゲン含有反応物流と混合される。このホスゲンは不活性溶媒に溶解していてもよい。次いで、このホスゲン含有反応物流が混合槽中に噴霧され、アミン含有反応物流と混合される。アミンとホスゲンはHClを放出しながら反応して、相当するイソシアネートを与える。

【0004】

アミンとホスゲンの高速混合が必要である。これは、ホスゲン濃度が低すぎる場合、生成するイソシアネートが過剰のアミンと反応して、尿素または他の厄介な高粘度固体副生成物を与えるためである。このため、反応槽中での高速混合と短滞留時間が求められる。

【0005】

アミンとホスゲンをまず混合槽中で混合して反応混合物を得てこの反応混合物を反応器に供給する装置であって、アミンを混合槽と同軸状に設けた開口部を通して添加し、ホスゲンを混合槽の軸に直角に配置された少なくとも二面にある供給開口部を通して添加する装置が、例えばDD-A300168に記載されている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の目的は、液相中でアミンとホスゲンを反応させるイソシアネートの製造方法であって、従来法と比べると二次成分の生成が低レベルとなる方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本目的は、適当なら少なくとも一種の不活性の媒体の存在下で、液相中でアミンとホスゲンを反応させるイソシアネートの製造方法であって、アミンとホスゲンをまず混合槽中で攪拌して反応混合物を得て、この反応混合物を反応器に供給することを特徴とする方法により達成される。このアミンは、混合槽に同軸上に配置された開口部を通して添加され、ホスゲンは、混合槽の軸に直角に配置された少なくとも二面にある供給開口部を通して添加される。少なくとも一面は反応混合物の主流動方向においてアミン添加用開口部の蒸留に配置され、一面が下流に配置される。本発明によれば、反応混合物の混合槽中での平均滞留時間は18.5ms以下である。

【0008】

混合槽中での反応混合物の滞留時間が18.5ms以下と小さいため、従来法と比べて二次成分の生成が低レベルとなる。

【0009】

混合槽中での平均滞留時間は、次式で計算される。

$$t_s = V/V^*$$

【0010】

式中、 $t_s$ は滞留時間を意味し、 $V$ は混合槽の容量を示し、 $V^*$ は反応物流の全体積流量である。混合槽の容量は、収縮が終了するところまでの容量であり、混合槽の下流に続く一定断面の領域の入り口までの容量である。混合槽中に突き出ている中央のノズルの容量は、混合槽の容量の一部ではない。

【0011】

イソシアネートの製造に用いられるアミンは、例えばモノアミン、ジアミン、トリアミンまたは多官能性アミンである。しかしながら、モノアミンまたはジアミンの使用が好ましい。用いるアミンに応じて、相当するモノイソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネートまたは多官能性イソシアネートが生成する。本発明の方法によりモノイソシアネートまたはジイソシアネートを製造することが好ましい。

【0012】

10

20

30

40

50

これらのアミンやイソシアネートは、脂肪族であっても、脂環式であっても、芳香族であってもよい。脂環式イソシアネートは、少なくとも一個の脂環式の環系を有するものである。

【 0 0 1 3 】

脂肪族のイソシアネートは、直鎖又は分岐鎖にイソシアネート基のみが結合したものである。

【 0 0 1 4 】

芳香族イソシアネートは、少なくとも一種の芳香族の環系に結合した少なくとも一種のイソシアネート基をもつものである。

【 0 0 1 5 】

本出願において、脂肪族(環式)イソシアネートは、脂環式及び/又は脂肪族イソシアネートを短縮したものである。

【 0 0 1 6 】

芳香族ジイソシアネートの例としては、モノマーのジフェニルメタン2,4'-または4,4'-ジイソシアネート(MDI)およびこれらのオリゴマー(PMDI)またはこれらの混合物、トルエン2,4-及び/又は2,6-ジイソシアネート(TDI)およびナフタレン1,5-または1,8-ジイソシアネート(NDI)があげられる。

【 0 0 1 7 】

好ましい脂肪族(環式)のジイソシアネートは、炭素原子数が4~20のものである。

【 0 0 1 8 】

通常脂肪族ジイソシアネートの例としては、テトラメチレン1,4-ジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート(1,6-ジイソシアナトヘキサン)、オクタメチレン1,8-ジイソシアネート、デカメチレン1,10-ジイソシアネート、ドデカメチレン1,12-ジイソシアネート、テトラデカメチレン1,14-ジイソシアネート、リンジイソシアネートの誘導体、テトラメチルキシリレンジイソシアネート(TMxDI)、トリメチルヘキサレンジイソシアネートまたはテトラメチルヘキサレンジイソシアネート、3(または4),8(または9)-ビス(イソシアナトメチル)トリシクロ[5.2.1.0<sup>2,6</sup>]デカン異性体混合物、および1,4-,1,3-または1,2-ジイソシアナトシクロヘキサンや、4,4'-または2,4'-ジ(イソシアナトシクロヘキシル)メタン、1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-(イソシアナトメチル)シクロヘキサン(イソホロンジイソシアネート)、1,3-または1,4-ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、2,4-または2,6-ジイソシアナト-1-メチルシクロヘキサンなどの脂環式ジイソシアネートがあげられる。

【 0 0 1 9 】

MDI/PMDI異性体やオリゴマー混合物やTDI異性体混合物が特に好ましい。

【 0 0 2 0 】

モノイソシアネートの製造に、脂肪族、脂環式または芳香族アミンを使用することもできる。好ましい芳香族アミンは特にアニリンである。

【 0 0 2 1 】

ホスゲンは混合槽への添加の前に不活性溶媒に溶解させてもよい。ホスゲンの溶解に好適な不活性溶媒は、例えばモノクロロベンゼンやジクロロベンゼンなどの塩素化芳香族炭化水素またはトルエンである。ホスゲンの不活性溶媒に対する比率は、好ましくは1:0~1:2の範囲、特に1:0~1:1の範囲である。

【 0 0 2 2 】

ある好ましい実施形態においては、ホスゲンが、いずれの場合も混合槽の軸に直角に配置された少なくとも二面にある少なくとも2個の供給開口部から供給される。ホスゲンを添加する供給開口部は、これらの供給開口部の主方向が混合槽の軸の上で出会うように配置することが好ましい。主方向が混合槽の軸上で出会うような供給開口部の配列のため、供給開口部から加えられるホスゲンの噴流が、混合槽と同軸状に配置された開口部から加えられるアミンに直接添加される。このためホスゲンとアミンが急速に混合される。特に、供給開口部から出たホスゲンの噴流が混合槽の軸上で出会う。この結果、アミンの流動

10

20

30

40

50

方向においてホスゲン分布が均一となる。

【0023】

第一の面の供給開口部が、第二の面の供給開口部対して混合槽の軸の周りを回転させたものであること好ましい。各面にそれぞれ2個の供給開口部がある場合、供給開口部が相互に対して90度回転していることが特に好ましい。

【0024】

アミンとホスゲンとが混合される混合槽の長さ/直径比(L/D比)は、1~2の範囲であり、特に1~1.5の範囲である。混合槽の軸に同軸状に配置されるアミン添加用の開口部は、混合槽中に突き出ていることが好ましい。このために、このアミン添加用の開口部は、例えばノズルとして設けられる。その場合、アミン添加用の開口部は、そのノズルの開口部となる。混合槽の直径に対するアミン添加用開口部の直径の比率は、好ましくは0.05~0.5の範囲であり、より好ましくは0.1~0.4の範囲、特に0.15~0.35の範囲である。

10

【0025】

混合槽の軸に直角に配置された二面にある供給開口部を通してホスゲンを供給し、その一面が反応混合物の主流動方向においてアミン添加用開口部の上流に設けられ一面が下流に設けられている場合、アミン添加用の開口部の下流に設けられた面のアミン添加用の開口部からの距離の混合槽の直径に対する比率は、0~1の範囲であり、より好ましくは、0.01~0.5の範囲、特に0.05~0.2の範囲である。反応混合物の主流動方向においてアミン添加用の開口部の下流に配置された、混合槽の軸に直角に配置された二面以上にある供給開口部からホスゲンを添加する場合、アミン添加用の開口部に最も近い面の供給開口部の距離が、アミン添加用の開口部の下流に一面のみが配置された場合の供給開口部の面の距離に相当する。

20

【0026】

混合槽の軸に直角に配置された二面内の供給開口部からホスゲンが添加され、一面が反応混合物の主流動方向においてアミン添加用開口部の上流にあり一面が下流にある場合、アミン添加用の開口部の上流に配置された面のアミン添加用の開口部からの距離の、混合槽の直径に対する比率は、0~1の範囲であり、より好ましくは0.01~0.5の範囲、特に0.05~0.2の範囲である。混合槽の軸に直角に配置された二面以上にある供給開口部を通してホスゲンが供給され、これらの面が反応混合物の主流動方向においてアミン添加用開口部の上流にある場合、アミン添加用の開口部に最も近い面の供給開口部の距離が、一面のみがアミン添加用の開口部の上流に配置されている場合の供給開口部の面の距離に相当する。

30

【0027】

ホスゲンは、混合槽の軸に直角に配置された最大で五面にある供給開口部を通して添加することが好ましい。混合槽の軸に直角に配置された最大で三面にある供給開口部を通してホスゲンが添加されることがより好ましく、混合槽の軸に直角に配置された最大で二面にある供給開口部を通してホスゲンが添加されることが特に好ましい。

【0028】

それぞれの面の供給開口部の数は、好ましくは5以下であり、より好ましくは4以下、特に2である。それぞれの面の供給開口部の数により、混合槽中でのホスゲンの分布がよくなる。この点で、それぞれの面の開口部を相互に回転させ、それぞれの面の供給開口部が流動方向に並ばないようにすることがさらに好ましい。三面以上に供給開口部がある場合、個々の面の供給開口部は、相互に均一の回転していることが好ましい。個々の面が相互に回転する角度は、好ましくは次式で計算される。

40

$$=180/Z_0$$

【0029】

式中、 $\theta$  は面が相互に回転している角度であり、 $Z_0$  は、一面の開口部の数である。

【0030】

ホスゲン供給用の供給開口部の直径は、供給開口部が配置される面間の距離より小さいことが好ましい。混合槽の直径に対する供給開口部の直径の比率は、好ましくは0.01~0.

50

5の範囲であり、より好ましくは0.02~0.3の範囲、特に0.03~0.25の範囲である。

【0031】

これらの供給開口部はいかなる角度で混合槽に開いていてもよい。供給開口部の軸は混合槽の軸と交わること好ましい。供給開口部が混合槽中に90°の角度で開いていることがより好ましい。

【0032】

ホスゲン供給用の供給開口部は、好ましくはノズル開口部である。これは、ホスゲンがラインを通じて混合槽に供給され、ラインの末端でノズル状の断面が収縮していることを意味する。この後、ホスゲンがノズルから混合槽中に出て行く。ホスゲンの供給開口部は、好ましくは混合槽の壁面と同一平面上にある。これらのノズルは、円形の開口部であつても円形でない開口部であつてもよい。

10

【0033】

アミンとホスゲンが混合される混合槽は、好ましくは回転対称である。混合槽が円形の断面を持たない場合、混合槽の直径は常に水力直径を意味する。

【0034】

この混合槽は、好ましくは下流の末端部で直径の収縮があり、このため反応混合物が逆混合(再混合)される。この逆混合(再混合: backmixing)は、直径の収縮による流動方向の変化の結果として起こる。

【0035】

混合槽の下流末端での直径の収縮は、好ましくは混合槽の軸に対して、10~80°の範囲の角度で行われることが好ましい。下流末端での直径収縮は、より好ましくは混合槽の軸に対して15~60°の角度で、特に好ましくは18~40°の角度で行われる。混合槽の下流末端での直径の収縮は、好ましくは円錐状の収縮である。混合槽の直径に対する断面の収縮後の径の比率は、0.2~0.7の範囲であり、より好ましくは0.25~0.65の範囲、特に0.3~0.6の範囲である。逆混合に加えて、直径の収縮により反応混合物の流動速度が増加する。

20

【0036】

流動を均一にするために、直径収縮の後に径が一定で逆混合の少ない領域を設けることが望ましい。

【0037】

一定直径の領域中での反応混合物の滞留時間は、好ましくは50ms以下であり、特に30ms以下である。この一定直径の領域の長さとの領域の径との比(L/D比)は、好ましくは1~10の範囲であり、より好ましくは1.5~9の範囲、特に2~8の範囲である。

30

【0038】

一定直径の領域の下流には断面が広がる領域があり、この断面は、流動の不連続(剥離)のない領域の軸に対して、ある開口角度で広がっている。つまり、この断面の拡大はディフューザーの形をとっている。この断面の拡大は、その直径が、好ましくは円管状の反応器の直径となるまで続く。この点で、この直径が段階的に広がってもよく、その場合は一定直径の領域が、直径の広がる個々のステージの間に設けられる。

【0039】

流動の不連続を避けるためには、断面の拡大のその領域の軸に対する開口角度は、15°未満であり、より好ましくは10°未満、好ましくは8°未満である。

40

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1】図1はアミンとホスゲンとを液相で混合する装置を示す図である。

【0041】

本発明の一例を図に示し、以下の明細書中で詳細に説明する。

【0042】

この唯一の図は、アミンとホスゲンとを液相で混合する装置を示す。

【0043】

50

アミンとホスゲンとを液相で反応させてイソシアネートを製造する工程において、アミンとホスゲンは前もって混合され、その後その混合反応物が反応が起こる反応器に供給される。

【0044】

アミンとホスゲンの混合用の装置は混合槽1であり、ここにホスゲンとアミンが供給される。アミンは、好ましくは混合槽1と同軸状に配置された開口部3から添加される。しかしこれに代えて、混合槽と同軸状に配置された開口部3からホスゲンを供給してもよい。しかしながら、混合槽と同軸状に配置された開口部3からアミンを添加することが好ましい。この混合槽1と同軸状に配置された開口部3は、例えばここに示すように、混合槽1中に突き出たノズルの形であってもよい。

10

【0045】

また、このホスゲンとアミンの混合用の装置は、ホスゲン添加用の、あるいは混合槽の軸と同軸状に配置された開口部からホスゲンを添加する場合はアミン添加用の供給開口部5を有している。供給開口部5もノズルとすることが好ましい。これらの供給開口部5は、混合槽の軸に直角に配置された少なくとも二面(面7と面9)に配置されている。面7と面9は、図中では点線で示されている。ここに示される実施形態においては、供給開口部5が面7と面9内に配置されている。第一の面7は、同軸状に配置された開口部3の下流にあり、第二の面9は上流にある。

【0046】

ここに示す供給開口部5が作られる面7と面9をもつ実施形態に代えて、供給開口部が三面以上に作られていてもよい。供給開口部5が面7と面9以外にも設けられる場合は、いずれの場合も、少なくとも一面が同軸状に配置された開口部3の上流に設けられ、少なくとも一面が下流に設けられる。

20

【0047】

好ましくは2個の供給開口部5がそれぞれ面7と面9に設けられ、供給開口部5のそれぞれが、相互にまったく反対側に位置する。供給開口部5が相互にまったく反対側に位置する配列のため、これらの供給開口部5の主方向が混合槽の軸1上で出会うこととなる。

【0048】

第一の面7と混合槽と同軸状に配置された開口部3との間の距離 $L_1$ と、混合槽1の直径 $D_M$ との比は、好ましくは0~1の範囲であり、より好ましくは0.01~0.5の範囲、特に0.05~0.2の範囲である。混合槽と同軸状に配置された開口部3の下流の一面以上に供給開口部5が設けられている場合は、この距離は、混合槽と同軸状に配置された開口部3に最も近い面の距離である。

30

【0049】

同軸状に配置された開口部3の上流に設けられた第二の面9の混合槽1との距離 $L_2$ の、混合槽1の直径 $D_M$ に対する比率は、同様に好ましくは0~1の範囲であり、より好ましくは0.01~0.5の範囲、特に0.05~0.2の範囲である。混合槽1と同軸状に配置された開口部3の上流にある二面に以上に供給開口部5が設けられている場合は、この距離は、開口部3に最も近い面の距離に相当する。

【0050】

混合槽1は、好ましくはその下流の末端に直径収縮部13を有している。この直径収縮部13は好ましくは円錐状であり、混合槽1の軸11に対して10~80°の範囲の角度で、好ましくは15~60°の範囲、特に好ましくは18~40°の範囲の角度で設けられている。

40

【0051】

この直径収縮部13の下流には、一定直径の領域15が設けられている。この一定直径の領域15の直径は $D_A$ であり、一定直径の領域15の直径 $D_A$ の混合槽1の直径 $D_M$ との比は、上述のように0.2~0.7の範囲であり、より好ましくは0.25~0.65の範囲、特に0.3~0.6の範囲である。直径収縮部13では、直径が混合槽1の直径 $D_M$ から一定直径の領域15の直径 $D_A$ に減少する。

【0052】

50

一定直径の領域15の下流には断面拡大部17がある。この断面拡大部17は好ましくはディフューザーの形で設けられる。断面拡大部17は、断面拡大部17で流動の不連続が起こらないように選ばれた開口角度を有している。この円錐状の断面拡大部17をもつ実施様態に代えて、例えば断面拡大部17の直径が段階的に広がるようにすることもできる。この場合、直径が広がる個々のステージの間に一定直径の領域が設けられる。また、直径が円錐状に広がる領域が、個々のステージの間に設けられてもよい。

【0053】

しかしながら、断面拡大部17が円錐状の形をとることがより好ましく、断面拡大部17の開口角度は、好ましくは $<15^\circ$ であり、より好ましくは $<10^\circ$ 、特に好ましくは $<8^\circ$ である。

10

【0054】

断面拡大部17の長さは、アミンとホスゲンの混合用の装置の下流にある図示していない反応器の直径まで直径が広がるように選ばれる。

【0055】

混合槽1内での短滞留時間と高混合速度を達成するためには、混合槽1の長さ $L_M$ の直径 $D_M$ に対する比率は、好ましくは1~2の範囲であり、特に1~1.5の範囲である。一定直径の領域15の長さ $L_A$ の一定直径の領域の直径 $D_A$ に対する比率は、好ましくは1~10の範囲であり、より好ましくは1.5~9の範囲、特に2~8の範囲である。

【実施例】

【0056】

MDI/PMDIの製造のために、直径が40mmで長さが66mmの混合槽を持つ装置を用いる。アミン供給部は混合槽につながり、直径が20mmでノズル径が5.5mmで混合槽中に26mm突き出ている。ホスゲンの供給のために、中央のノズルの出口断面の上部6mmに二個の供給開口部が設けられ、中央のノズルの出口断面の下6mmに二個の供給開口部が設けられている。中央ノズルの出口断面の上の供給開口部の径は5.1mmで、供給部の直径は15mmであり、下の、即ち中央ノズルの下流の供給開口部のノズル径は、6.9mmで、供給部の直径は20mmである。この混合槽は、角度が $25^\circ$ の円錐状収縮部をもち、径が混合槽直径の40mmから出口の直径25mmに減少する。円柱部と円錐部を含む混合槽の全長は66mmである。この混合槽の下流には、長さが180mmの一定直径の領域がある。この一定直径の領域の下流には、開口角度が $6^\circ$ の拡大部がある。拡大部では、直径が下流の円管状反応器の直径にまで減少する。

20

30

【0057】

中央ノズルは $3.75\text{m}^3/\text{h}$ のアミン含有流を供給するのに用いられ、供給開口部は、 $2\text{m}^3/\text{h}$ のホスゲン含有流を供給するのに用いられる。このアミン含有流は、34~36重量%のMDA/PMDA(そのうち、50.4~51.1重量%がMDAで54~56重量%がモノクロロベンゼン)を含み、ホスゲン含有流は、66~70重量%のホスゲンと30~34重量%のモノクロロベンゼンを含んでいる。

【0058】

混合領域中での滞留時間は17msである。一定直径の領域中での滞留時間は約21msである。

40

【符号の説明】

【0059】

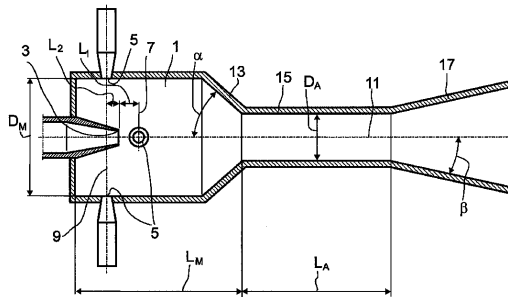
- 1 混合槽
- 3 混合槽と同軸の開口部
- 5 供給開口部
- 7 第一の面
- 9 第二の面
- 11 軸
- 13 直径収縮部
- 15 一定直径の領域

50

- 17 断面の拡大  
 $D_A$  一定直径の領域15の直径  
 $D_M$  混合槽1の直径  
 $L_A$  一定直径の領域15の長さ  
 $L_M$  混合槽1の長さ  
 $L_1$  第一の面7の開口部3からの距離  
 $L_2$  第二の面9の開口部3からの距離  
 直径収縮部13が設けられる角度  
 断面拡大部17の開口角度

【図1】

FIG.1



## フロントページの続き

- (72)発明者 マトケ, トルステン  
ドイツ、67251、フラインスハイム、ライボルトシュトラッセ、14、デー
- (72)発明者 ヴェルフフェルト, アンドレアス  
ドイツ、74906、パート、ラペナウ、ケルレガルテンシュトラッセ、12
- (72)発明者 ヤコブス, ヨハネス  
オランダ、NL - 4641、ペーエー、オセンドレヒト、トラムバーン、35
- (72)発明者 チョン, ツォン - チェ  
ドイツ、64646、ヘペンハイム、イン、デン、マーデン、16
- (72)発明者 ハイネン, ケルスティン  
ドイツ、64653、ロルシュ、アイヒェンドルフシュトラッセ、1、ペー
- (72)発明者 シュトレファー, エックハルト  
ドイツ、68163、マンハイム、カール - クンツ - ヴェーク、9
- (72)発明者 マイクスナー, シュテファン  
ドイツ、68723、シュヴェツィンゲン、ケーニヒスエカー、53
- (72)発明者 マッケンロト, ヴォルフガング  
ドイツ、67098、パート、デュルクハイム、イム、レーリッヒ、77
- (72)発明者 トラグト, クリステリアン  
ベルギー、B - 1933、シュテレベック、ツォネヴェーゲル、14
- (72)発明者 ティーレ, カイ  
ベルギー、B - 2040、アントヴェルペン、4、ヴァレンヘック、74
- (72)発明者 ウォン, ミュン ウン  
韓国、ソホ ドン イェオス シティー、10 - 102 ビーエーエスエフ コリア、カンパニー  
、ハウス

審査官 斉藤 貴子

- (56)参考文献 特表2004 - 501758 (JP, A)  
特開平02 - 000756 (JP, A)  
特表2010 - 504918 (JP, A)  
特表2010 - 508373 (JP, A)  
特開2003 - 192658 (JP, A)  
特開2005 - 126437 (JP, A)  
特開2004 - 067669 (JP, A)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 263/10  
C07C 265/00