



發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：96147336

※ 申請日期：96.12.12

※IPC 分類：C07C 263/10 (2006.01)

C07C 263/120 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

氣相中製備異氰酸酯之方法

PROCESS FOR THE PREPARATION OF ISOCYANATES IN THE GAS
PHASE

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

拜耳材料科學股份有限公司

BAYER MATERIALSCIENCE AG

代表人：(中文/英文)

1. 潘尼爾/PERCHENEK, NILS

2. 包彼得/BAILLY, PETER

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國利佛可生城 51368 號

51368 LEVERKUSEN, GERMANY

國 籍：(中文/英文)

德國/GERMANY

三、發明人：(共 5 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 保菲瑞/POHL, FRITZ

2. 畢斯庫/BISKUP, KLAUS

3. 柏魯奈/BRUNS, RAINER

4. 史帝分/STEFFENS, FRIEDHELM

5. 史杜茲/STUTZ, HERBERT

國 籍：(中文/英文)

1.-5.均為德國/GERMANY

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

德國；西元 2006 年 12 月 13 日；10 2006 058 633.6

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

一種在氣相中製備異氰酸酯的方法，在絕熱條件下通過使伯胺與光氣反應製備異氰酸酯，該反應是在氣相中、
5 在所述胺的沸點以上、在平均接觸時間為 0.05-15 秒的條件下進行的。

10 六、英文發明摘要：

An isocyanate is produced by reacting a primary amine with phosgene in the gas phase above the boiling point of the amine over an average contact time of 0.05 to
15 15 seconds under adiabatic conditions.

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（無）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明涉及一種在絕熱條件下，使伯胺與光氣反應製備異氰酸酯的方法，該方法是在所述胺的沸點上、在平均接觸時間為 0.05-15 秒的條件下進行的。

【先前技術】

從現有技術中已知在氣相中通過將胺與光氣反應製備異氰酸酯的各種方法。EP-A593 334 描述了一種在氣相中製備芳族二異氰酸酯的方法，其中二胺與光氣的反應在管式反應器中進行，該反應器不具有動態元件(parts)，但管壁沿著該管式反應器的縱軸變窄。然而，該方法存在問題，因為離析(educt)物流僅通過管壁變窄來混合的功能不如使用適當的混合元件(elements)的功能好。不良混合常常導致形成大量不希望的固體。

EP-A-699 657 描述了一種在氣相中製備芳族二異氰酸酯的方法，其中適當的二胺與光氣的反應在兩區反應器中進行，其中第一區占總反應器體積的約 20-80%，具有理想混合系統，第二區占總反應器體積的 80-20%，具有活塞流。然而，由於理想上至少 20% 的反應體積被返混，因此所得的停留時間分佈是不均勻的，這可能導致形成大量不希望的固體。

EP-289 840 描述了在氣相中通過光氣化製備二異氰酸酯。在此公開的方法中，反應是在不具有動態元件的圓柱室

中在 200-600°C 在湍流中進行。動態元件的省略降低了光氣洩漏的危險。除管壁附近的流體元件外，圓柱室(管道)中的湍流使得在管道中獲得了較良好的流動均勻分佈，並因此獲得了較窄的停留時間分佈，如 EP-A-570 799 所述，這可以減少固體形成。

EP-A-570 799 描述了一種製備芳族二異氰酸酯的方法，其中適當的二胺與光氣的反應是在管式反應器中在該二胺的沸點以上在平均接觸時間為 0.5-5 秒的條件下進行。如該說明書中所述，太長和太短的反應時間都導致形成不需要的固體，因此，公開了一種其中平均接觸時間的平均偏差小於 6% 的方法。通過在管式流中進行該反應觀察到了這種接觸時間，該管式流的特徵是雷諾數大於 4000 或波登斯坦(Bodenstein)數大於 100。

EP-A-749 958 描述了一種通過使具有三個伯胺基的(環)酯族三胺進行氣相光氯化而製備三異氰酸酯的方法，其中該三胺與光氣在加熱至 200-600°C 的圓柱反應室中以至少 3m/s 的流速一起連續反應。

EP-A-928 785 描述了在氣相下進行胺的光氯化過程中使用微結構混合器。使用這種微混合器的缺點在於：即使極小量的固體，該固體的形成在異氰酸酯合成中是不能完全排除的，可能導致混合器的堵塞，從而縮短光氯化裝置的可利用時間。

WO 03/045900 詳細描述了通過氣相光氯化來製備工業規模的異氰酸酯。如 WO 03/045900 所述，存在兩種使用圓

柱反應室進行已知氣相光氯化過程的可行技術方法。在第一種方法中，反應可以在單根長管道中進行，其直徑必需與裝置的生產能力相匹配。根據 WO 03/045900，這種設計的缺點在於，對於非常大的生產裝置而言，不再能通過加熱管壁來精確控制流動中心的反應物流的溫度。局部溫度的不均勻可能導致(a)如果溫度過高的話，產物分解或(b)如果溫度過低的話，離析物未充分轉化成所需的異氰酸酯。

第二種可行的技術方法，即將反應混合物分成單獨的部分物流，然後使其平行通過較小的單獨的管道，基於管道的較小的直徑，其溫度能夠較好地控制，在 WO 03/045900 中也認為是有缺陷的。根據 WO 03/045900，該方法變體的缺點是如果不控制通過各個單獨管道的體積流速，那麼較容易受堵塞的影響。WO 03/045900 通過如下解釋而證實了這一點：當這些管道中的一個在某點上有沉澱物積存時，通過該管道的流動的壓力損失增加並且反應氣體顯著地自動切換至其他管道。其結果就是更少的氣體流經含有沉澱物的管道，使得通過該管道的流動經歷了變長的停留時間，如 EP-A-570 799 所述，這導致固體形成的增加。

總之，WO 03/045900 解釋說，在工業氣相光氯化中，使用一根大的管道具有整個流動的溫控問題，使用許多小的管道存在通過這些管道的不均勻流動的風險。

根據 WO 03/045900 的教示，如果反應在非圓柱反應室(優選板式反應器，高度優選提供有利的反應物溫度控制，並且寬度至少為高度的 2 倍)中進行，則可避免上述缺點並

且可以有利地在氣相中進行胺的連續光氯化，生產裝置的作業小時數明顯增加。如 WO 03/045900 所述，對反應室高度通常沒有限制並且反應可在具有例如 40 cm 高度的反應室中進行。然而，如果要實現與反應器壁的較好的熱交換，WO 03/045900 教導了反應應在高度小的反應室(例如僅僅幾釐米或幾毫米)中進行，因此具有這樣的反應器尺寸，如 WO 03/045900 在評論 EP-928 758 時指出：即使最少量的固體，其形成在異氰酸酯的合成中不能完全避免，而可能導致反應器的堵塞，從而減少光氯化裝置可利用的時間。

【發明內容】

令人驚訝地，現在已經發現：在絕熱狀態下通過確保在反應室中的平均停留時間為 0.05-15 秒，可以在氣相中進行合適的伯胺與光氣的反應以製備異氰酸酯。因此可以，有利地並且獨立於反應器的幾何結構，避免溫度控制問題並以工業規模獲得異氰酸酯，同時具有高的空/時(space/time)產率和明顯高的生產裝置的作業小時數。

【實施方式】

本發明提供一種通過將合適的伯胺與光氣反應製備異氰酸酯的方法，其中光氣和伯胺在所述胺的沸點以上在平均接觸時間為 0.05-15 秒的條件下反應，該反應在絕熱條件下進行。

優選地，本發明的方法包括一個或多個下列步驟 a)-d)，

特別優選地進行 a)-d) 的所有步驟。步驟 a)-d) 如下：

- a) 分別加熱汽化的胺 (vaporized amine) 和光氣至 200-600°C 並連續混合，其中所述的汽化的胺任選地被惰性氣體或惰性溶劑的蒸汽稀釋。
- b) 由汽化的胺和光氣組成的反應混合物連續通過反應室，同時避免返混，並且在絕熱條件下在平均接觸時間為 0.05-15 秒的條件下在其中反應，
- c) 將離開反應室的氣體混合物冷卻而冷凝所形成的異氰酸酯，溫度被保持在相應於反應的胺的胺基甲醯氯的分解點以上，和
- d) 通過用液體洗滌將未冷凝的異氰酸酯從氣態混合物中分離。

優選地，步驟 b) 中使用的反應室在反應混合物的流動方向上具有恒定或增加的流動面積的旋轉對稱幾何結構。優選地，所用的反應室是在反應混物流動方向具有基本上恒定或增加的流動面積的管式反應器。在另一個優選的實施方案中，反應室，優選管式反應器，在流動方向上具有恒定且增加的流動面積的截面/部分(section)。

本發明的實施方案，其中反應室具有旋轉對稱幾何結構以及在流動方向上流動面積的階梯式變化和/或連續變化，具有可以調節沿著反應室軸向的流速的優點。由於在光氯化過程中體積增加，在流體方向上的恒定的流動面積導致流動加速。通過在流動方向上適當地加寬流動面積，反應混合物的流速相對於反應器長度，可以保持恒定，因而對於相同的

反應器長度，可以提高有效的(available)反應時間。當使相對非反應性的芳族胺反應時，這個優點尤為重要。

在本發明的方法中，伯胺可用作起始原料。優選使用能夠轉化成為氣相而不分解的伯胺。特別適合的胺，尤其是二胺，是那些基於具有 1-15 個碳原子的脂族烴或環脂族烴。優選的胺的例子為 1,6-二胺基己烷、1-胺基-3,3,5-三甲基-5-胺基甲基環己烷(IPDA)和 4,4'-二胺基二環己胺。特別優選使用 1,6-二胺基己烷(HDA)。

芳族胺，優選可以轉化為氣相而不分解的那些，也可用作本發明方法的起始原料。優選的芳族胺的實例是甲苯二胺(TDA)，特別是 2,4-TDA 和 2,6-TDA 以及它們的混合物；二胺基苯；萘二胺(NDA)；以及 2,2'-、2,4'-或 4,4'-亞甲基二苯基二胺(MDA)或這些異構體的混合物。甲苯二胺(TDA)是特別優選的，特別是 2,4-TDA 和 2,6-TDA 以及它們的混合物。在進行本發明方法前，原料胺通常汽化加熱至 200°C-600°C，優選 201°C-500°C，最優選 250°C-450°C，並且任選地用惰性氣體如 N₂、He 或 Ar 或惰性溶劑例如任選鹵代的芳族烴如氯苯或鄰二氯苯的蒸汽稀釋，並導入到反應室中。

原料胺的汽化可在已知的蒸發設備中進行。優選的蒸發系統是其中少量的操作滯留量(operating hold-up)通過具有高迴圈率的降膜式蒸發器的那些，其中，為了使原料胺的熱應力最小化，該蒸發過程任選地如上所述，通過在惰性氣體或者惰性溶劑的蒸汽中進料得以維持。汽化的胺還可以含有

未汽化的胺的液滴(氣溶膠)。然而，優選地，汽化的胺基本上不含有未汽化的胺的液滴(即，至多 0.5 wt%的胺，更優選不多於 0.05 wt%的胺，基於胺的總重量，以未汽化的液滴形式存在，並且其餘的胺以蒸汽形式存在)。最優選地，汽化的胺不含未汽化的胺的液滴。優選地，在汽化後，通過後加熱器使汽化的胺(任選地用惰性氣體或惰性溶劑蒸汽稀釋)達到所需要的進料溫度。

在本發明的一個優選實施方案中，原料胺的汽化和過熱在幾個段(stage)進行以便在汽化的胺物流中避免未汽化的胺的液滴。特別優選使用多段蒸發步驟，其中液滴分離器添加在蒸發和過熱系統之間和/或蒸發裝置還充當液滴分離器。合適的液滴分離器被描述於例如以下文獻中："Droplet Separation", A. Bürkholz, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim - New York - Basle - Cambridge, 1989。特別優選的液滴分離器是導致低壓力損失的那些。最優選地，汽化的胺通過另外充當液滴分離器的後加熱器而達到所需要的進料溫度。這種後加熱器優選具有用於連續排空分離器的液體出口。通過使汽化的原料胺物流在其進入反應器前基本上不含液滴而顯著增加反應器的工作時間。

在本發明的方法中，使用相對於胺基過量的光氣是有利的，光氣相對於胺基的摩爾比通常為 1.1:1-20:1，優選 1.2:1-5:1。光氣也加熱到 200°C-600°C 的溫度，並且任選地用惰性氣體如 N₂、He 或 Ar 或惰性溶劑如任選鹵代的芳族烴如氯苯或鄰二氯苯的蒸汽稀釋，然後其被導入反應室。

本發明的方法以這樣的方式進行：分別將被加熱的反應物導入至少一個反應室中、混合並通過觀察合適的反應時間在絕熱條件下反應。然後異氰酸酯通過使氣體物流冷卻到相應的胺基甲醯基(即例如對於 TDA 來說，甲苯二胺醯基)的分解點以上的溫度而冷凝。

使胺基與光氣反應而得到產物異氰酸酯所需要的停留時間為 0.05-15 秒，這取決於所用的胺的類型、起始溫度、反應室中絕熱溫度的增加、原料胺對光氣的摩爾比以及任何用惰性氣體稀釋反應物的程度。

如果，對於特定系統(起始溫度、絕熱溫度的增加、反應物的摩爾比、稀釋氣體、原料胺)，完全反應的預定最小停留時間超過小於 20%、優選小於 10%時，可以很大程度上(extensively)避免二次反應產物如異氰脲酸酯和碳二亞胺的形成。

在這種對於化學反應來說非常窄的接觸時間範圍(spectrum)內，反應物必須盡可能均勻地混合並且後續反應必須發生。後續反應優選在無返混的情況下進行，返混將具有加寬接觸週期的作用以及因此增加不希望的副產物和二次產物的形成。

當在實踐中進行本方法時，由於混合反應物所要求的時間，因此可能會偏離平均接觸時間。如果反應物還沒有均勻地混合，反應器仍含有未混合或部分混合的大量氣體，其中在反應物之間仍然存在著未接觸或仍未完全接觸。因此反應物應當優選在 0.01-0.3 秒的時間內混合至高達至少 10^{-1} 的分

離度(segregation degree)。分離度是混合不完全的量度(參見例如, Chem.-Ing.-Techn. 44 (1972), 第 1051 頁及下文; Appl. Sci. Res. (The Hague) A3 (1953), 第 279 頁)。

獲得較短的混合時間的方法在理論上是已知的。合適的混合裝置的例子包括具有動態或靜態混合元件(elements)或噴嘴的混合單元或混合區。靜態混合器如描述於例如 EP-A-1 362 847、EP-A-1 526 129 或 EP-A-1 555 258 中的那些是優選的。

在反應組分混合後, 反應混合物流經反應室。混合區和鄰接的反應室都沒有加熱表面, 這會引起熱應力, 導致二次反應例如形成異氰脲酸酯和碳二亞胺; 也沒有冷卻表面, 這會引起冷凝, 導致沉積。組分在絕熱條件下反應, 反應器中的絕熱溫度的增加通過離析物流的溫度、組成和相對比例, 以及通過在反應器中的停留時間來單獨調節。

通過反應室的流動應當優選以大約 90% 活塞流的形式進行, 這樣流動體積的所有部分都具有大約一樣的流動時間, 從而使任何進一步加寬反應物之間的接觸時間分佈最小化。理想活塞流(與平均停留時間的平均偏差為 0)的實現程度在流動技術中由波登斯坦數 Bo 來描述(Fitzer, Techn. Chemie, Springer 1989, pp 288-295)。優選地, 根據本發明方法的波登斯坦數應當至少為 10, 優選大於 100 並且最優選大於 250。

在步驟 c) 中, 光氯化反應在反應室中發生後, 氣態混合物, 連續離開反應室, 其優選含有至少一種異氰酸酯、光氣

和氯化氫，不含所形成的異氰酸酯。這可以在單個段中通過例如在惰性溶劑中選擇性冷凝來實現，如已被推薦用於其他的氣相光氯化(EP-A-0 749 958)。

然而，優選地，冷凝是通過將一種或多種合適的液體物流(驟冷液體)噴到離開反應室的氣態混合物中而實現的。如EP-A-1 403 248 中所述，這提供了一種不需要使用冷表面的氣態混合物的快速冷卻。然而，與冷卻類型無關，選擇冷卻區的溫度以使得其高於相應於異氰酸酯的胺基甲鹽基的分解點，並且使得異氰酸酯，以及任選的在胺蒸汽流和/或光氣流中作為稀釋劑伴隨使用的溶劑冷凝或溶解於該溶劑中，同時使過量的光氣、氯化氫和伴隨用作稀釋劑的任何惰性氣體通過冷凝或驟冷段。溫度保持在 80-200°C(優選 80-180°C)的溶劑，例如，氯苯和/或二氯苯、或保持在該溫度範圍的異氰酸酯、或異氰酸酯與氯苯和/或二氯苯的混合物，特別適用於從離開反應室的氣態混合物中選擇性地獲得異氰酸酯。

對於本發明的方法來說必不可少的、基本上沒有來自混合區的通過反應室的返混的、主要以活塞流形式的氣態反應混合物的流動的產生是通過混合區的離析物進料管線和冷凝或驟冷段的出口之間的壓力差來確保的。通常，在混合區的離析物進料管線中，絕對壓力是 200-3000 mbar，而在冷凝或驟冷段的下游，絕對壓力是 150-2500 mbar。然而，壓力差的維持基本上僅僅用來確保定向流動之目的。

在步驟 d)中，離開冷凝或驟冷段的氣態混合物不包含具

有下游氣體洗滌器中合適的洗滌液體的殘餘異氰酸酯，並且於是不包含已知方式中的過量的光氣。這可以通過冷阱、通過在惰性溶劑(例如氯苯或二氯苯)中吸收或通過在活性炭上吸附並水解來實現。通過光氣回收段的氯化氫氣體能夠以已知方式再迴圈以便回收光氣合成所需要的氯。在用於氣體洗滌器後在步驟 d)中獲得的洗滌液體然後優選作為驟冷液體用於步驟 c)以冷卻離開管式反應器的氣態混合物。

然後優選地通過蒸餾後處理來自冷凝或驟冷段的溶液或混合物使異氰酸酯純化。

實施例

實施例 1 “TDA 的非絕熱的光氯化”(對比例)

在 400°C，20 kg/h 由重量比為 80%：20%的 2,4-和 2,6-甲苯二胺組成的混合物被汽化並以氣態形式導入管式反應器。同時在平行操作中，將 100 kg/h 的氣態光氣加熱到 310°C 並同樣地導入到管式反應器中。物流在進入反應室之前通過噴嘴注入到混合區並混合。使混合區熱絕緣以防止在混合前和混合期間熱損失。反應室沒有熱絕緣並且通過熱輻射得以冷卻。反應條件因此是非絕熱的。2.2 秒後離開管式反應器的氣態混合物的最終溫度為 380°C 並通過注射鄰二氯苯來冷卻。所形成的異氰酸酯經過冷凝、洗滌並然後通過已知的方法進行蒸餾後處理。在 TDA 進料管線和冷凝段之間的壓力差為 200 mbar，以便在混合區的進料管線和冷凝段之間實現氣體的定向流動。在反應 96 小時後，由於反應中所形成

的沉澱物使得管式反應器的反應室在管壁處變窄，TDA 進料管線中的壓力急劇增加。沉澱物的形成可歸因於增加的副產物的形成。實驗因此不得不終止。

5 實施例 2 “TDA 的絕熱的光氯化”(本發明)

在 320°C, 20.5 kg/h 由重量比為 80%:20% 的 2,4-和 2,6-
10 甲苯二胺組成的混合物連同 500 kg/h 的氮氣被汽化並以氣態形式導入管式反應器。同時在平行操作中，將 182 kmol/h 的氣態光氣與 1000 kg/h 的鄰二氯苯加熱到 360°C 並同樣地
15 導入到管式反應器中。物流在進入反應室之前通過噴嘴注入到混合區並混合。使混合區和反應室熱絕緣，使得不會因為加熱而產生額外的熱量輸入，也不會由於外部冷卻或熱輻射而產生熱散逸。反應因此在絕熱條件下進行。在反應室出口處，使用表面溫度計測量的最終溫度為 405°C。5.5 秒後離開反應室的氣態混合物通過注射鄰二氯苯來冷卻，並且所形成的異氰酸酯經過冷凝、洗滌並然後通過已知的方法進行蒸餾後處理。在 TDA 進料管線和冷凝段之間的壓力差為 60 mbar，以便在混合區的進料管線和冷凝段之間實現氣體的定向流動。即使在反應 720 小時後測量，壓力差也沒有增加，
20 表明在反應中沒有沉澱物的形成。反應室的檢查也沒有表明有殘餘物的形成。

實施例 3 “IPDA 的絕熱的光氯化”(本發明)

17.6 kmol/h 的異佛爾酮二胺連同 42 kg/h 的氮氣被汽

化，過熱到 300°C 的溫度並以氣態形式導入管式反應器。同時在平行操作中，將 64 kmol/h 的氣態光氣加熱到 300°C 並同樣地導入到管式反應器中。物流在 0.02 秒的混合時間內進行混合並進入反應室。使混合區和反應室熱絕緣，這樣不會因為加熱而產生額外的熱量輸入，也不會由於外部冷卻或熱輻射而產生熱散逸。反應因此在絕熱條件下進行。在反應室出口處，使用表面溫度計測量的最終溫度為 450°C。0.1 秒後離開反應室的氣態混合物通過注射單氯苯冷卻，並且所形成的異氰酸酯經過冷凝、洗滌並然後通過已知的方法進行蒸餾後處理。在 IPDA 進料管線和冷凝段之間的壓力差為 200 mbar，並且光氣進料管線和冷凝段之間的壓力差為 40 mbar，以便在混合區的進料管線和冷凝段之間實現氣體的定向流動。即使在反應 1000 小時後，也沒有觀察到壓力升高。在後來對反應室的檢查中沒有發現明顯的殘餘沉澱。

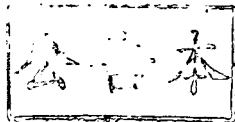
儘管在上文中本發明基於闡述的目的已經詳細描述，需要理解的是這種詳述僅僅為此目的，並且除了申請專利範圍中限定的以外，本領域技術人員在不背離本發明的精神和範圍的情況下可在其中作出各種變化。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無



十、申請專利範圍：

1. 一種製備異氰酸酯的方法，包括在絕熱條件下、在氣相中、在胺的沸點以上的溫度、在平均接觸時間為 0.05-15 秒的條件下，使伯胺與光氣反應。
2. 根據申請專利範圍第 1 項的方法，進一步包括(i)通過冷卻含有異氰酸酯的氣體流至高於相應的胺基甲醯氯的分解點的溫度，冷凝伯胺和光氣反應混合物中的異氰酸酯，(ii)從伯胺和光氣反應混合物中除去過量的光氣，和(iii)再迴圈氯化氫氣體以回收光氣合成中使用的氯。
3. 根據申請專利範圍第 1 項的方法，其中在與光氣反應之前，胺被汽化並任選地用惰性氣體或惰性溶劑的蒸汽稀釋並加熱到 200-600°C 以形成基本上不含未汽化的胺的液滴的汽化的胺。
4. 根據申請專利範圍第 1 項的方法，進一步包括：
 - a) 分別加熱任選地用惰性氣體或惰性溶劑的蒸汽稀釋的胺氣和光氣至 200-600°C 的溫度，並連續混合胺和光氣以製備氣態反應混合物，
 - b) 將步驟 a)製備的氣態混合物連續通過沒有返混的反應室，在絕熱條件下、在平均接觸時間為 0.05-15 秒的條件下，使胺和光氣在其中反應，形成含有異氰酸酯的氣體流，
 - c) 冷卻離開反應室的含有異氰酸酯的氣體流至高於所述胺相應的胺基甲醯氯的分解點的溫度，以冷凝異氰酸酯，和

- d) 通過用液體洗滌將未冷凝的異氰酸酯從氣體流中分離。
5. 根據申請專利範圍第 4 項的方法，其中反應室在反應混合物的流動方向上具有恒定或增加的流動面積的旋轉對稱幾何結構。
6. 根據申請專利範圍第 4 項的方法，其中反應室在流動方向上具有恒定且增加的流動面積的截面。
7. 根據申請專利範圍第 4 項的方法，其中離開反應室的氣態混合物包括至少一種異氰酸酯、光氣和氯化氫，並且氣態混合物在步驟 c) 中通過使至少一種液體物流噴射到其中而冷卻。
8. 根據申請專利範圍第 7 項的方法，其中在用於氣體洗滌器後在步驟 d) 中獲得的至少部分洗滌液體被用於步驟 c) 中以冷卻離開反應室的氣態混合物。
9. 根據申請專利範圍第 7 項的方法，其中在步驟 c) 中冷凝後獲得的至少部分混合物用於步驟 c) 中以冷卻離開反應室的氣態混合物。
10. 根據申請專利範圍第 1 項的方法，其中異氰酸酯是甲苯二異氰酸酯、亞甲基二苯基二異氰酸酯、二環己基甲烷二異氰酸酯、亞己基二異氰酸酯和/或異氟爾酮二異氰酸酯。
11. 根據申請專利範圍第 3 項的方法，其中汽化的胺不含任何未汽化的胺的液滴。