

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 808 946**

51 Int. Cl.:

C08G 18/76 (2006.01)

C07C 263/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.09.2016 PCT/EP2016/073103**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.04.2017 WO17063883**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.09.2016 E 16775207 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.06.2020 EP 3362496**

54 Título: **Procedimiento para controlar el proceso de elaboración de isocianatos**

30 Prioridad:

16.10.2015 EP 15190116

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

02.03.2021

73 Titular/es:

**HUNTSMAN INTERNATIONAL LLC (100.0%)
10003 Woodloch Forest Drive
The Woodlands, TX 77380, US**

72 Inventor/es:

**MULLER, PETER y
CARR, ROBERT, HENRY**

74 Agente/Representante:

LOZANO GANDIA, José

ES 2 808 946 T3

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 controlar el proceso de elaboración de isocianatos

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar poliisocianatos aromáticos en una planta de isocianato haciendo reaccionar una corriente de fosgeno con una o más de la corriente de amina aromática primaria correspondiente. En particular, la invención está relacionada con el control de la reacción y el ajuste de las condiciones de reacción.
- 10 Los isocianatos y las mezclas de isocianatos pueden prepararse mediante procesos conocidos haciendo reaccionar aminas primarias con un exceso de fosgeno.
- Los materiales de partida generalmente se alimentan junto con un disolvente por medio de una entrada a una sección de reacción, donde los compuestos se mezclan y reaccionan en un reactor para formar el isocianato correspondiente.
- 15 Después de esta reacción, la mezcla de reacción se pasa a una sección de procesamiento de la planta que se encuentra más adelante de la sección de reacción y en la que se lleva a cabo un procesamiento para dar corrientes de producto que comprenden isocianato, disolvente y gases residuales. El disolvente purificado procesado generalmente se realimenta al proceso.
- 20 Hay subproductos formados durante la reacción de aminas aromáticas primarias y compuestos de fosgeno. Estos subproductos proporcionan una mayor viscosidad y se consideran "grupos isocianato perdidos" o "NCO perdidos", ya que estos no pueden contribuir totalmente o solo parcialmente a la formación de poliuretanos y otros productos derivados del uso de poliisocianatos.
- 25 La reacción inicial de la amina aromática primaria con los compuestos de fosgeno es muy rápida. Desde el momento en que estos compuestos entran en contacto, comienza la reacción. Se han desarrollado dispositivos de mezclado muy especiales y combinaciones especiales de dispositivos de mezclado y reactores para hacer que la reacción sea eficiente de modo que se forme un mínimo de subproductos. Se describe tal tipo de dispositivos de mezclado, por ejemplo, en los documentos EP 1868712 B1 o EP 1758673 A1.
- 30 Para averiguar la eficiencia de la formación de poliisocianatos aromáticos, se analiza el producto que entra en la sección de procesamiento y el producto (parcialmente) procesado, por ejemplo, determinando el valor de NCO, el valor de cloro hidrolizable, la viscosidad, el valor de acidez, etc. Estos se realizan mediante la toma de muestras que luego se llevan a laboratorios *in situ*, o mediante técnicas que analizan las muestras "en línea". Todas estas técnicas se usan y describen convencionalmente.
- 35 Sigue existiendo la necesidad de nuevas mejoras y de encontrar otras maneras de determinar si se forman subproductos cuando se preparan poliisocianatos aromáticos.
- 40 Además, es necesario analizar antes si se forman subproductos en el proceso de producción de isocianatos, de modo que las condiciones de reacción puedan cambiarse antes para minimizar la formación adicional de subproductos.
- Los objetos anteriores, entre otros, pueden resolverse, al menos parcialmente, mediante un procedimiento según la reivindicación 1.
- 45 En particular, los objetivos entre otros objetos pueden resolverse mediante un primer aspecto de la invención, que es un procedimiento para preparar un poliisocianato aromático en una planta de isocianato que comprende una sección de reacción para una reacción de fosgenación, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
- 50 a) proporcionar una corriente de amina aromática primaria y una corriente de fosgeno a través de una entrada a la sección de reacción;
- b) hacer reaccionar la amina aromática primaria con los compuestos de fosgeno en la sección de reacción para obtener un producto de reacción que comprende isocianato;
- 55 c1) medir la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción;
- d1) analizar la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción mediante la comparación con una concentración de CO₂ de fondo;
- 60 e) ajustar las condiciones en la reacción de fosgenación en caso de que la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción sea mayor que la concentración de CO₂ de fondo y/o se desvíe más del 2 % en volumen, preferiblemente más del 1 % en volumen, más preferiblemente más del 0,6 % en volumen en vista del volumen total de los gases procedentes de la sección de reacción.
- 65 Los inventores encontraron sorprendentemente que, ya en la sección de reacción, se puede determinar si se forman

5 subproductos. Esto se hace midiendo la concentración de CO₂ de la fase gaseosa en la sección de reacción y ajustando las condiciones de reacción como respuesta a los resultados del análisis. Los subproductos que se forman durante la reacción de aminas aromáticas primarias con compuestos de fosgeno y/o reacciones posteriores con compuestos de fosgeno, son compuestos de cloroformamidina y compuestos de cloruro de cloroformamidin-N-carbonilo (CCC). Estos subproductos se forman por reacción de un grupo amina de la amina aromática primaria con un grupo isocianato del isocianato aromático formado, que forma un compuesto de urea. El compuesto de urea reacciona adicionalmente con compuestos de fosgeno y forma cloroformamidina y cloruro de cloroformamidin-N-carbonilo. Cuando se forman estos subproductos, se forma también CO₂.

10 En la sección de reacción, está presente una fase gaseosa y puede retirarse. Los gases comprenden principalmente compuestos de fosgeno, cloruro de hidrógeno, monóxido de carbono y dióxido de carbono. Parte del CO₂ en la sección de reacción está presente debido a la formación de subproductos. La corriente de fosgeno proporcionada para la reacción con la amina aromática primaria a menudo también comprende CO₂ y parte del CO₂ en los gases de la sección de reacción deriva de la corriente de fosgeno. Un aumento del nivel de CO₂ encontrado en los gases de la
15 sección de reacción en comparación con el nivel de CO₂ derivado de la corriente de fosgeno inicialmente proporcionada significa que las condiciones de reacción ya no son óptimas y se están formando (más) subproductos. Se puede evitar una mayor formación de los subproductos cambiando las condiciones de la reacción de fosgenación.

20 En un segundo aspecto, la invención también está relacionada con un procedimiento para preparar un poliisocianato aromático en una planta de isocianato que comprende una sección de reacción para una reacción de fosgenación y una sección de procesamiento que está más adelante de la sección de reacción y trata la corriente que comprende isocianato, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

25 a) proporcionar una corriente de amina aromática primaria y una corriente de fosgeno a través de una entrada a la sección de reacción;

b) hacer reaccionar las aminas aromáticas primarias con los compuestos de fosgeno en la sección de reacción para obtener un producto de reacción que comprende isocianato;

30 c2) medir la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento;

d2) analizar la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento comparándola con una concentración de CO₂ de fondo;

35 e) ajustar las condiciones en la reacción de fosgenación en caso de que la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento sea mayor que la concentración de CO₂ de fondo y/o se desvíe más del 2 % en volumen, preferiblemente más del 1 % en volumen, más preferiblemente más del 0,6 % en volumen en vista del volumen total de los gases procedentes de la sección de reacción.

40 Según esta invención, la concentración de CO₂ de fondo es el CO₂ que deriva de la corriente de fosgeno. El CO₂ de fondo puede comprender además CO₂ que deriva de H₂O que entra a través de la corriente de amina aromática primaria, cuya H₂O puede reaccionar adicionalmente en la sección de reacción de modo que también se forme CO₂. No todo el H₂O reacciona adicionalmente en la sección de reacción, y solo se forma una pequeña cantidad de CO₂. El CO₂ de fondo deriva principalmente de la corriente de fosgeno. Por lo tanto para medir la concentración de CO₂ de fondo, a menudo es suficiente solo medir el CO₂ en la corriente de fosgeno. Obsérvese que cuando se mide una
45 cantidad muy alta de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción y/o sección de procesamiento, esto es a menudo una señal de que hay una entrada de agua o una cantidad demasiado alta de agua está entrando a través de la corriente de amina aromática primaria. Esto necesita otros ajustes de las condiciones de reacción que los descritos en esta invención. La concentración de CO₂ procedente de la sección de reacción o la sección de reacción y la sección de procesamiento que se está midiendo es la suma de la concentración de CO₂ de fondo y el CO₂ que se desprende cuando se forman subproductos. Sin limitarse a una teoría y, a modo de ejemplo, los subproductos se pueden formar de la manera que se muestra en el esquema de reacción (I), en el que solo se muestran los grupos
50 funcionales de reacción y R representa el resto de la molécula de amina o isocianato.

55 $R-NH_2 + COCl_2 \rightarrow R-NCO + 2HCl$



primarios aromáticos fenilendiisocianato, metilfenildiisocianato, 1,5-naftilendiisocianato, 2,4- o 2,6-TDI o mezclas de los mismos, 4,4'-, 2,4'- o 2,2'-MDI o mezclas de los mismos y también derivados isoméricos, oligoméricos o poliméricos de mayor peso molecular de los isocianatos mencionados anteriormente.

5 La corriente de fosgeno comprende compuestos de fosgeno (es decir, COCl_2 , COClBr o COBr_2) que se mezclan opcionalmente con un disolvente. Un disolvente típico que se usa en una planta de isocianato es el monoclorobenceno (MCB). También son adecuados otros disolventes como diclorobenceno, por ejemplo, o-diclorobenceno y p-diclorobenceno, triclorobenceno, los correspondientes toluenos y xilenos, cloroetilbenceno, monoclorobifenilo, cloruro de α -y β -naftilo y ftalatos de dialquilo tales como el isoftalato de dietilo. Los disolventes pueden usarse individualmente
10 o como mezclas.

Las realizaciones descritas a continuación son realizaciones tanto del primer como del segundo aspecto. Un experto se dará cuenta de que algunas de las realizaciones se pueden combinar para obtener un ajuste de las condiciones de reacción de forma que la concentración de CO_2 se reduzca.

15 En una realización, el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación se realiza ajustando una boquilla de mezclado. En esta realización, la entrada comprende una boquilla mezcladora. La boquilla tiene al menos dos conductos, teniendo un extremo de conducto y una abertura de conducto en el extremo del conducto, en la que al menos un conducto proporciona la corriente de fosgeno y al menos otro conducto proporciona la corriente de amina aromática primaria, formando cada corriente un chorro cuando se libera desde la abertura del conducto y el chorro de corriente de fosgeno y el chorro de corriente de amina aromática entran en contacto entre sí y pueden mezclarse. De esta manera, se forma una nueva corriente de chorro de mezclado en la que las aminas aromáticas primarias y el compuesto de fosgeno comienzan a reaccionar. Esta nueva corriente de chorro de reacción forma parte de la sección de reacción. Los conductos de la boquilla mezcladora pueden comprender cualquiera de los descritos en la técnica anterior, tales como conductos de sección transversal circular o rectangular dispuestos concéntricamente, conductos que están directamente opuestos entre sí, en línea recta o en algún otro ángulo de modo choquen las al menos dos corrientes de chorro.

20 En caso de que la concentración de CO_2 en los gases procedentes de la sección de reacción sea mayor que la concentración de CO_2 de fondo en vista del volumen total de los gases procedentes de la sección de reacción, entonces se pueden ajustar partes de la boquilla.

25 En una realización, el ajuste de la boquilla mezcladora es ajustar al menos una abertura del extremo del conducto en la boquilla. Con ajuste de la abertura del extremo del conducto de la boquilla, se entiende que la abertura del extremo del conducto aumenta o disminuye. Es posible que la abertura del extremo del conducto del conducto que proporciona la corriente de fosgeno aumente o disminuya, que la abertura del extremo del conducto del conducto que proporciona la corriente de amina aromática aumente o disminuya, o que ambas aberturas de extremo de conducto de la corriente de amina aromática y la corriente de fosgeno aumenten o disminuyan. En la mayoría de los casos, la disminución de al menos una de las aberturas de extremo del conducto conducirá a una disminución de los subproductos y una disminución en la concentración de CO_2 . El ajuste de la apertura de los extremos de conducto de la boquilla influirá en el mezclado inicial del compuesto de fosgeno y la amina primaria. Cuando el mezclado es insuficiente, se pueden formar más subproductos. Esto se refleja en un aumento de la concentración de CO_2 en comparación con la concentración de CO_2 de fondo. Disminuir la abertura de los extremos de conducto de la boquilla aumentará la potencia del chorro de corriente, lo que puede ayudar a mejorar el mezclado inicial de los reactivos para que se formen menos subproductos. Cuando disminuye la abertura del extremo de conducto, se establece más presión en las corrientes, lo que provoca un mejor mezclado de las corrientes.

30 En otra realización, el ajuste de la boquilla mezcladora es ajustar el ángulo de al menos dos de los conductos, o la distancia entre al menos dos de los conductos. Esta realización puede funcionar especialmente para boquillas mezcladoras en las que los conductos están directamente opuestos entre sí, también conocidas como boquillas de impacto.

35 En otra realización más, la entrada comprende un dispositivo de mezclado que es un mezclador de rotor-estator. Tales mezcladores de rotor-estator son generalmente conocidos. En esta realización, el ajuste de las condiciones en la reacción de fosgenación, en caso de que la concentración de CO_2 en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento sea mayor que la concentración de CO_2 de fondo, se puede realizar aumentando o disminuyendo la velocidad del rotor en el mezclador de rotor-estator.

40 En caso de que se usen otras entradas conocidas que comprendan un dispositivo de mezclado, un experto conocerá otros ajustes alternativos del dispositivo de mezclado que se pueden realizar en caso de que la concentración de CO_2 en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento sea mayor que la concentración de CO_2 de fondo.

45 En otra realización, el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la relación de flujo de la corriente de amina aromática primaria y la corriente de fosgeno en la entrada de la sección de reacción.

En otra realización más, el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la presión en la sección de reacción. Cuando aumenta la presión, esto puede conducir en la mayoría de los casos a una disminución de los subproductos. Un aumento de la presión en el reactor hace que haya más compuesto de fosgeno en la solución de reacción. Usualmente, la presión en una reacción de fosgenación se establece alrededor de 1-11 bar, preferiblemente 1-7 bar, y aún más preferiblemente 1-3,5 bar.

En otra realización más, el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la temperatura en la sección de reacción o en la corriente de fosgeno y/o la corriente de amina primaria. Además, la temperatura influye en la formación de los subproductos y, por tanto, en el aumento de la concentración de CO₂. Cambiar las condiciones de reacción cambiando la temperatura en la sección de reacción o de la corriente de fosgeno o la corriente de amina primaria puede ayudar a disminuir la formación de subproductos.

En otra realización más, el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar el tiempo de residencia de la mezcla de reacción de los compuestos de amina aromática primaria con los compuestos de fosgeno en la sección de reacción. La mayoría de las plantas de isocianatos tienen sistemas de proceso continuo en los que los reactantes entran en la sección de reacción donde reaccionan para formar una corriente que comprende isocianato, que luego continúa como una corriente a una sección de procesamiento. Al cambiar las condiciones de reacción para que los reactivos permanezcan más tiempo en el reactor, es posible que algunos de los subproductos nocivos no se formen.

En otra realización más, el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la concentración de la amina aromática primaria en la corriente de amina aromática primaria y/o de los compuestos de fosgeno en la corriente de fosgeno. Cuando la corriente de amina aromática primaria está más diluida y/o los compuestos de fosgeno en la corriente de fosgeno están más diluidos, la reacción de fosgenación está más diluida, lo que puede conducir a menos subproductos.

En otra realización, la concentración de CO₂ en los gases de la sección de reacción y/o la sección de procesamiento puede medirse por infrarrojos, cromatografía de gases, titulación, infrarrojo cercano, UV u otros procedimientos que son bien conocidos por un experto. También se puede medir la concentración de CO₂ de fondo en la corriente de fosgeno mediante estas técnicas. Como ejemplo preferido, el infrarrojo se puede usar por medio de un instrumento infrarrojo que tiene una ventana de zafiro. El monóxido de carbono y el dicloro sin reaccionar también se pueden medir a la salida del reactor de fosgeno en un lugar adecuado.

La invención se explica adicionalmente por las siguientes figuras y ejemplos que no son limitantes con el fin de la invención.

La Figura 1 es un diagrama de flujo de un proceso de elaboración de isocianatos. La Figura 2 es un diagrama de flujo que representa una realización de la invención.

La Figura 3 representa una vista en sección transversal de una entrada posible según la invención.

La Figura 4 es una curva que muestra en el eje Y la cantidad de CO₂ que se ha encontrado en los gases procedentes de la sección de procesamiento y la sección de reacción y el eje X muestra la cantidad de contrapresión de la corriente de amina aromática primaria, que es una medida de la abertura de entrada.

La Figura 1 muestra un diagrama donde se representa que la corriente de amina aromática primaria y la corriente de fosgeno entran por una entrada a la sección de reacción. Los gases formados en la reacción se extraen de la sección de reacción (representados como "gases de escape"). Los reactantes entran en la sección de procesamiento, también aquí se extraen los gases que se forman. Durante el procesamiento, se forma la corriente de isocianatos brutos. Los isocianatos brutos se pueden dividir aún más. Todas estas etapas son usadas y conocidas convencionalmente por un experto. Los isocianatos brutos se pueden analizar mediante procedimientos de análisis en línea o fuera de línea, para averiguar si se han formado subproductos en la sección de reacción y en qué cantidad. Cuando se forman subproductos, el controlador del proceso puede ajustar las condiciones del proceso para que se formen menos subproductos.

La Figura 2 representa una realización de la invención. Aquí aparecen las mismas etapas que en la Figura 1, pero además de eso, los gases de escape procedentes de la sección de reacción también pueden analizarse para ver si se forma CO₂ en la sección de reacción, cuyo CO₂ deriva de la formación de subproductos. También se pueden analizar los gases de escape procedentes de la sección de procesamiento, por ejemplo, analizando una corriente de gas combinada procedente de la sección de reacción y la sección de procesamiento (1a) o analizando las corrientes de gas por separado. También se puede analizar la corriente de fosgeno para ver si puede encontrarse aquí CO₂ y en qué medida para que se pueda establecer el CO₂ de fondo. El proceso representado en la Figura 2 permite que el control del proceso pueda ajustarse más rápido en la secuencia de las condiciones del proceso y evita antes en el proceso que se formen más subproductos.

Con referencia ahora a la Figura 3, se muestra un ejemplo de una entrada que comprende una boquilla mezcladora para proporcionar la corriente de amina aromática primaria y la corriente de fosgeno al reactor. La boquilla mezcladora

es un conjunto coaxial de impacto 100 que comprende un conducto interno 101 que tiene una abertura de extremo de conducto interno 102 dispuesta coaxialmente dentro de un conducto externo 103 que tiene una abertura de extremo de conducto externo 104. La cámara de flujo 105 se define como el espacio rectangular dentro del conducto interno 101 y la abertura de extremo del conducto interno 102. La abertura del conducto del extremo interno es el lugar donde se descarga la corriente de fosgeno o la corriente de amina aromática primaria. La cámara de flujo 106 comienza como el espacio rectangular entre el conducto externo 101 y el extremo interno del conducto 102. La cámara de flujo 106 continúa como el espacio rectangular entre el extremo del conducto externo 104 y el conducto interno 101. La cámara de flujo 106 continúa más allá como el espacio rectangular entre la abertura del extremo del conducto exterior 104 y la abertura del extremo del conducto interior 102. La abertura del conducto del extremo externo 104 es el lugar donde se descarga la corriente de fosgeno o la corriente de amina aromática primaria, cuya corriente es diferente de la corriente descargada en la abertura de conducto del extremo interno 102.

Ejemplo 1

En una planta industrial para elaborar MDI, se alimentan una corriente de MDA y una corriente de fosgeno que se disuelve en MCB a través de una boquilla mezcladora a un reactor de fosgenación. Los gases formados en el reactor se extraen y los reactantes se alimentan a la sección de procesamiento. Los gases que se forman en la sección de procesamiento se combinan con los gases procedentes del reactor y se analizan mediante espectroscopía infrarroja para ver la cantidad de CO₂. El CO₂ de fondo era de alrededor de 0,10 % en volumen. La cantidad de CO₂ se consideró demasiado alta (superior al 0,6 % en volumen) y se redujo la abertura de la boquilla. Esto tiene como consecuencia que aumenta la contrapresión [p], que es la presión de la corriente de amina primaria que entra en la boquilla. Esta contrapresión se puede medir y refleja el tamaño de la abertura de la boquilla.

La Figura 4 muestra que cuando la contrapresión es mayor, y por tanto disminuye la abertura de boquilla, se mide menos CO₂ y, por tanto, se han formado menos subproductos.

REIVINDICACIONES

- 5
1. Un procedimiento para preparar un poliisocianato aromático en una planta de isocianato que comprende una sección de reacción para una reacción de fosgenación, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
- a) proporcionar una corriente de amina aromática primaria y una corriente de fosgeno a través de una entrada a la sección de reacción;
- 10 b) hacer reaccionar las aminas aromáticas primarias con los compuestos de fosgeno en la sección de reacción para obtener un producto de reacción que comprende isocianato;
- c1) medir la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción;
- 15 d1) analizar la concentración de CO₂ procedente de la sección de reacción comparándola con una concentración de CO₂ de fondo, en el que la concentración de CO₂ de fondo comprende la concentración de CO₂ en la corriente de fosgeno;
- 20 e) ajustar las condiciones en la reacción de fosgenación en caso de que la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción sea mayor que una concentración de CO₂ de fondo y/o se desvíe más del 2 % en volumen, preferiblemente más del 1 % en volumen, más preferiblemente más del 0,6 % en volumen en vista del volumen total de los gases procedentes de la sección de reacción.
- 25 2. Un procedimiento para preparar un poliisocianato aromático en una planta de isocianato que comprende una sección de reacción para una reacción de fosgenación y una sección de procesamiento que está más adelante de la sección de reacción y trata una corriente que comprende isocianato, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
- a) proporcionar una corriente de amina aromática primaria y una corriente de fosgeno a través de una entrada a la sección de reacción;
- 30 b) hacer reaccionar los compuestos de amina aromática primaria con los compuestos de fosgeno en la sección de reacción para obtener un producto de reacción que comprende isocianato;
- c2) medir la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento;
- 35 d2) analizar la concentración de CO₂ procedente de la sección de reacción y la sección de procesamiento comparándola con un intervalo de concentración de CO₂ de fondo, en el que la concentración de CO₂ de fondo comprende la concentración de CO₂ en la corriente de fosgeno;
- 40 e) ajustar las condiciones en la reacción de fosgenación en caso de que la concentración de CO₂ en los gases procedentes de la sección de reacción y la sección de procesamiento sea mayor que una concentración de CO₂ de fondo y/o se desvíe más del 2 % en volumen, preferiblemente más del 1 % en volumen, más preferiblemente más del 0,6 % en volumen en vista del volumen total de los gases procedentes de la sección de reacción.
- 45 3. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que la entrada comprende una boquilla mezcladora que tiene al menos dos conductos, uno que proporciona la corriente de amina aromática primaria y otro que proporciona la corriente de fosgeno y cuyos conductos tienen una abertura de extremo del conducto donde la corriente de amina aromática primaria y la corriente de fosgeno se descargan en la sección de reacción.
- 50 4. El procedimiento según la reivindicación 3, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es el ajuste del tamaño de al menos una abertura de extremo del conducto en la boquilla.
- 55 5. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que el ajuste del tamaño es disminuir el tamaño de al menos una abertura de extremo del conducto.
- 60 6. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3-5, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es el ajuste del ángulo de al menos uno de los conductos.
7. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 6, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es el ajuste de la distancia entre al menos dos de los conductos.
- 65 8. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que la entrada comprende un dispositivo de mezclado que es un mezclador de rotor-estator que tiene un rotor y el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es el ajuste de la velocidad del rotor.

9. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la relación de flujo de la corriente de compuestos de amina aromática primaria y la corriente de fosgeno en la entrada de la sección de reacción, disminuyendo o aumentando la relación de flujo.
- 5 10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la presión en la sección de reacción.
11. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la temperatura en la sección de reacción.
- 10 12. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar el tiempo de residencia de la mezcla de reacción de los compuestos de amina aromática primaria con los compuestos de fosgeno en la sección de reacción.
- 15 13. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el ajuste de las condiciones de la reacción de fosgenación es ajustar la concentración de la amina aromática primaria en la corriente de amina aromática primaria y/o de los compuestos de fosgeno en la corriente de fosgeno.
- 20 14. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que la concentración de CO₂ se mide por infrarrojos, cromatografía de gases, titulación, infrarrojo cercano y/o UV.
15. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la concentración de CO₂ de fondo comprende, además, la concentración de CO₂ en la corriente de amina aromática primaria.

Figura 1

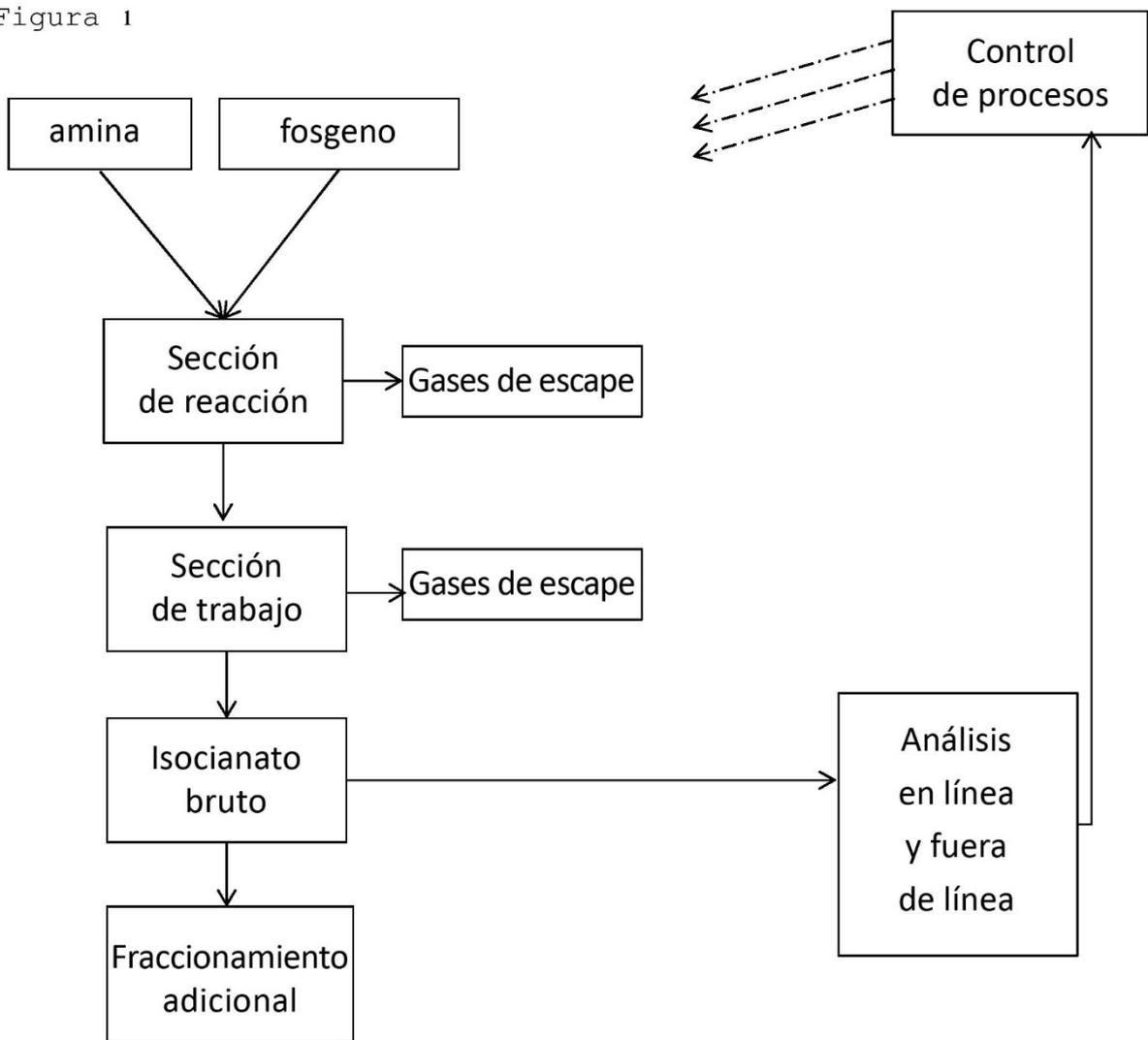


Figura 2

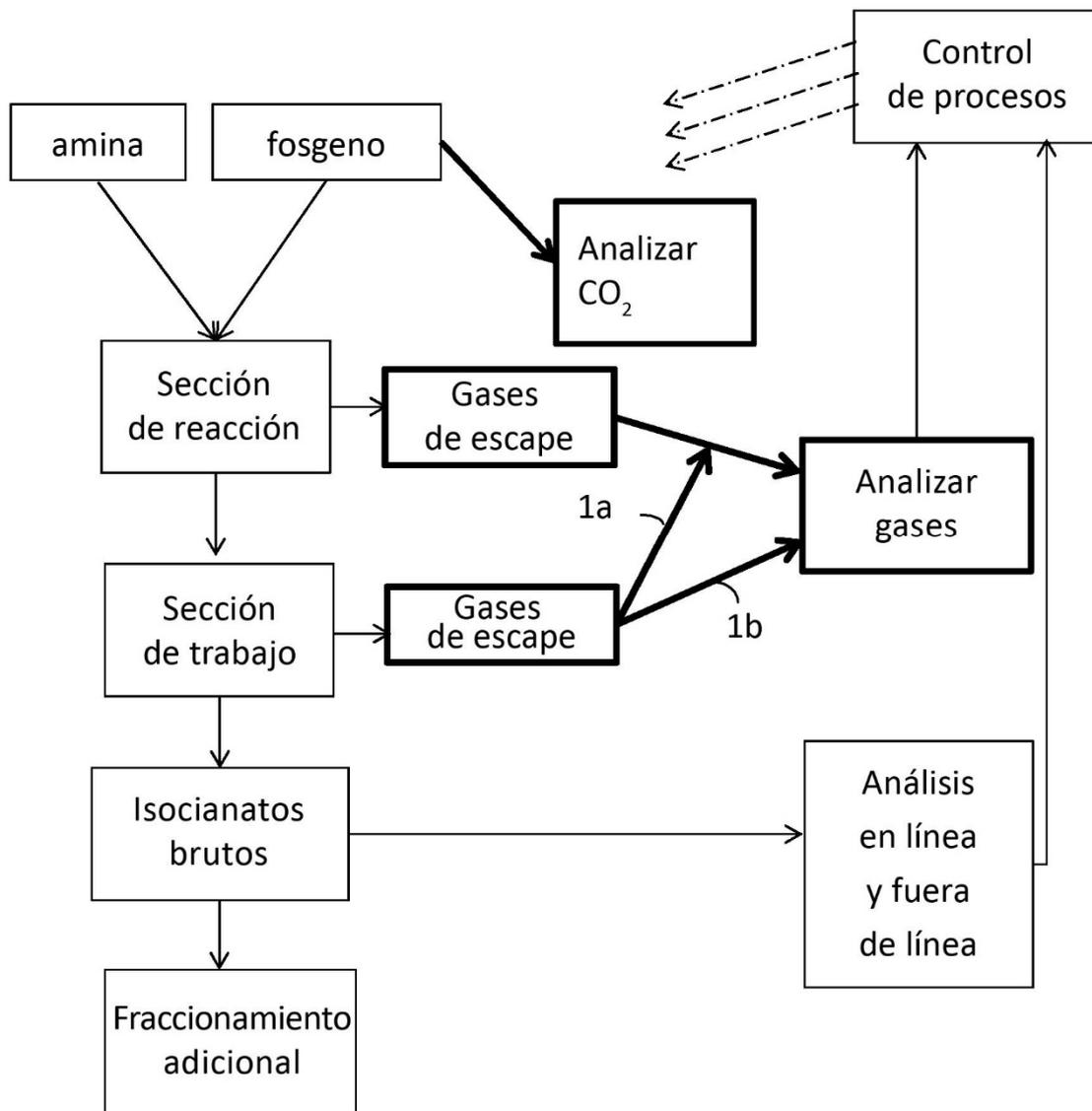


Figura 3

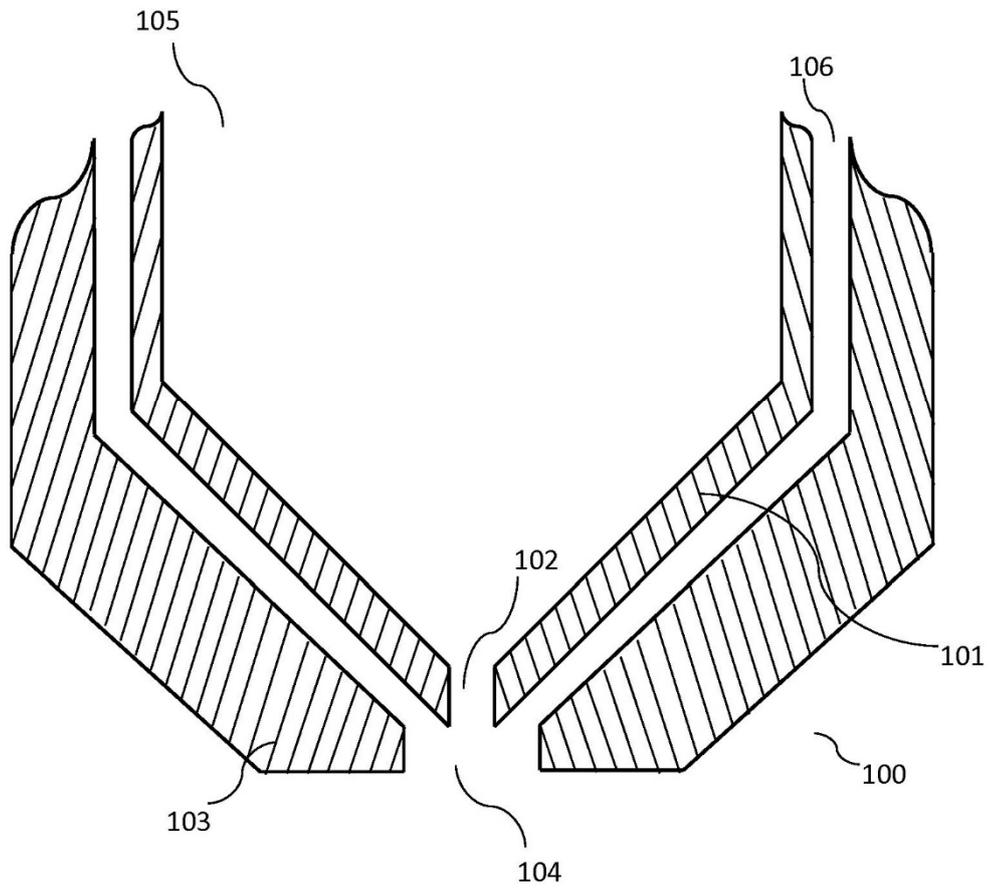


Figura 4

