(51) ΜΠΚ *C07C 265/14* (2006.01) *C07C 263/10* (2006.01) *C08G 18/72* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ, ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

- (21), (22) Заявка: 2007107377/04, 28.07.2004
- (24) Дата начала отсчета срока действия патента: **28.07.2004**
- (43) Дата публикации заявки: 10.09.2008
- (45) Опубликовано: 20.07.2009 Бюл. № 20
- (56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 4405527 A, 20.09.1983. US 4324879 A, 13.04.1982. US 5990184 A, 23.11.1999. GB 1458849 A, 13.11.1974. SU 590959 A, 25.01.1979.
- (85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: **28.02.2007**
- (86) Заявка РСТ: US 2004/024071 (28.07.2004)
- (87) Публикация РСТ: WO 2006/022641 (02.03.2006)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3, ООО "Юридическая фирма Городисский и Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной

- (72) Автор(ы): **СМИТ Рицап**т
 - СМИТ Ричард Колин (GB), КАРР Роберт Генри (BE)
- (73) Патентообладатель(и): **ХАНТСМЭН ИНТЕРНЭШНЛ ЛЛС (US)**

(54) СПОСОБ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛИИЗОЦИАНАТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится способу производства полиизоцианата, включающему (а) образование полиизоцианата в реакционной системе путем реагирования полиамина, на котором основан полиизоцианат, в растворе инертного растворителя фосгеном, необязательно инертного R растворе растворителя; (b) отделение растворителя от полиизоцианата, образованного на стадии (а) выпариванием или фракционной дистилляцией; отделенного (c) доведение

растворителя до температуры в диапазоне от 10°C до 150°C и последующую обработку отделенного растворителя катализатором тримеризации изоцианатов для тримеризации примесей изоцианата отделенном В (d) растворителе; перенос обработанного растворителя со стадии (с) в реакционную систему на стадию (а). Технический результат повторное использование В процессе растворителя, своболного следовых ОТ количеств изоцианата и/или с пониженным уровнем примесей. 9 з.п. ф-лы, 1 ил.

2

FEDERAL SERVICE FOR INTELLECTUAL PROPERTY, PATENTS AND TRADEMARKS

C07C 265/14 (2006.01) **C07C 263/10** (2006.01) **C08G** 18/72 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 2007107377/04, 28.07.2004

(24) Effective date for property rights: 28.07.2004

(43) Application published: 10.09.2008

(45) Date of publication: 20.07.2009 Bull. 20

(85) Commencement of national phase: 28.02.2007

(86) PCT application: US 2004/024071 (28.07.2004)

(87) PCT publication: WO 2006/022641 (02.03.2006)

Mail address:

129090, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3, OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery", pat.pov. E.E.Nazinoj

(72) Inventor(s):

SMIT Richard Kolin (GB). KARR Robert Genri (BE)

(73) Proprietor(s):

KhANTSMEhN INTERNEhShNL LLS (US)

(54) METHOD OF PRODUCING POLYISOCYANATES

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to the method of producing polyisocyanate, which involves (a) formation of polyisocyanate in a reaction system through reaction of polyamine, on which polyisocyanate is based, in a solution of inert solvent with phosgene, optionally in a solution of inert solvent; (b) separation of solvent from polyisocyanate, formed at stage (a) by evaporation distillation; (c) bringing fractional

separated solvent to temperature between 10°C and 150°C and subsequent processing of the separated solvent with isocyanate trimerisation catalyst for trimerisation of isocyanate impurities in the separated solvent; (d) transferring the processed solvent from stage (c) to the reaction system at stage (a).

S

റ

EFFECT: repeated use of solvent in the process, free from trace amounts of isocyanate and with low level of impurities.

10 cl, 1 dwg

2

C

S ∞ 3

2

Это изобретение относится к способу производства органических полиизоцианатов в присутствии растворителей, в котором растворитель используется повторно.

Органические полиизоцианаты производят в крупном промышленном масштабе фосгенированием соответствующих первичных аминов в присутствии таких инертных органических растворителей, как хлорбензол или орто-дихлорбензол.

При производстве промышленно важных полиизоцианатов, особенно при получении гексаметилен диизоцианатов, толилен диизоцианатов или полиизоцианатов дифенил метановых серий фосгенированием соответствующих ди- и полиаминов, неизменно образуются следовые количества побочных продуктов, содержащих изоцианатные группы (например, 6-хлор-гексилизоцианат при производстве гексаметилен диизоцианата, толил изоцианат при производстве толилен диизоцианатов и фенил изоцианат при производстве полиизоцианатов бифенил метановых серий при фосгенировании анилин/формальдегидных продуктов конденсации). Такие нежелательные изоцианатные соединения серьезно ухудшают качество требуемых конечных продуктов (полиизоцианатов). Таким образом, была предпринята попытка, для того чтобы удалить эти примеси из полиизоцианатов перегонкой совместно с растворителем после реакции фосгенирования и, в последующем, освободить растворитель от этих примесей при помощи усовершенствованной перегонной колонки. Растворитель может затем быть повторно использован. Эта очистка растворителя дистилляцией требует значительного расхода энергии и затрат на аппаратуру, и особенные трудности возникают, когда соединения имеют температуры кипения, близкие к температурам кипения используемых растворителей.

Патент США 4405527 описывает способ получения полиизоцианатов в присутствии растворителей, в котором растворитель освобождают от следов соединений, содержащих изоцианатные группы, перед повторным использованием. Растворитель обрабатывают соединениями, содержащими реакционно-способные по отношению к изоцианату атомы водорода, такими как спирты или амины, для того чтобы превратить легко летучие изоцианаты в продукты реакции, содержащие уретановые или мочевинные группы. Обработанный растворитель затем отделяют от этих продуктов реакции при перегонке. Даже если эти продукты реакции (которые имеют гораздо более высокие температуры кипения, чем следовые изоцианаты) намного более легко отделяются при перегонке, удаление этих побочных продуктов требует перегонки всего количества растворителя, требуемого для приготовления раствора полиамина. Это приводит к высоким энергозатратам из-за того, что требуется большое количество растворителя.

Если мочевины или уретаны, образующиеся в способе, описанном в патенте США 4405527, не удаляют перегонкой, они вступят в процесс фосгенирования при повторном использовании растворителя и будут легко подвергаться многочисленным дальнейшим реакциям с фосгеном и с вновь образованными изоцианатами. Общий выход полиизоцианата, выход отделенного диизоцианатного продукта, если он образовался, и качество полиизоцианатов таким образом снижается. Также образующиеся уретаны и мочевины могут в ходе последующего образования полиуретана, используя полиизоцианатный конечный продукт, регенерировать фенилизоцианат при термическом расщеплении.

В патенте США 4745216 растворитель, который должен быть освобожден от следовых количеств изоцианата и должен быть использован повторно, обрабатывали определенными полимерами и затем отделяли от этих полимеров механически (например, декантированием или фильтрованием). Используемые полимеры представляли собой сшитые полимеры, которые были нерастворимы в растворителе и содержали, по меньшей мере, одну функциональную группу, выбираемую из первичных спиртовых гидроксильных групп, вторичных спиртовых гидроксильных групп, первичных аминогрупп и вторичных аминогрупп. Здесь также создается поток

отходов.

Таким образом, цель настоящего изобретения заключается в обеспечении нового способа для удаления следовых количеств изоцианата из растворителя, остающегося после процесса производства полиизоцианатов, в котором растворитель, свободный от следовых количеств изоцианата и/или с пониженным уровнем примесей, может быть получен без тщательной перегонки растворителя, восстановлен и повторно использован в традиционных промышленных процессах производства полиизоцианатов.

Было неожиданно обнаружено, что эта проблема изоцианатов в растворителе, который должен быть использован повторно, может быть решена обработкой астворителя, который должен быть освобожден от следов изоцианата, катализаторами тримеризации изоцианатов.

Моноизоцианаты с низкой молекулярной массой превращаются, таким образом, в термостабильные тримеры с высокой молекулярной массой. Смешанные тримеры могут также образовываться при реакции различных побочных продуктов, содержащих изоцианатную группу.

При получении полиизоцианатов дифенилметановых серий присутствие тримеров не оказывает каких-либо вредных эффектов на качество полиизоцианатов, получаемых по способу, и поэтому их не нужно удалять из растворителя перед его повторным использованием. В других вариантах осуществления (например, при получении толилен диизоцианатов) предпочитают удалять поток тримеров из растворителя перед его повторным использованием; такой поток отходов тримеров является более безопасным в обращении, чем поток отходов моноизоцианатов, которые являются гораздо более летучими, чем тримеры.

Способ настоящего изобретения имеет дополнительное преимущество в том, что полиамины, используемые в качестве исходных веществ в реакции фосгенирования, могут содержать более высокую долю побочных продуктов, что привело бы к образованию, соответственно, более высокой доли соединений, содержащих изоцианатную группу, которые должны быть удалены, что могло бы быть допустимо в известных процессах. В результате стоимость энергии и затраты на аппаратуру, требуемую для предварительной подготовки исходного полиамина, значительно снижаются в способе настоящего изобретения.

Способ настоящего изобретения может быть применен в производстве любого типа органического полиизоцианата. Особое предпочтение отдается таким ароматическим полиизоцианатам, как дифенилметан диизоцианат в форме его 2,4'-, 2,2'- и 4,4'-изомеров и их смесей, смесей дифенилметан диизоцианатов (MDI) и их олигомеров, известных в данной области как неочищенные или полимерные MDI (полиметилен полифенилен полиизоцианаты), имеющие изоцианатную функциональность более чем 2, толуол диизоцианат в форме его 2,4- и 2,6-изомеров и их смесей, 1,5-нафталин диизоцианат и 1,4-диизоцианатбензол. Другие подходящие органические полиизоцианаты, которые могут быть упомянуты, включают такие алифатические диизоцианаты, как изофорон диизоцианат, 1,6-диизоцианаттексан и 4,4'-диизоцианатдициклогексилметан.

Более предпочтительно использовать способ настоящего изобретения в производстве полиизоцианатов дифенилметановых серий.

В таком случае примесями с низкой молекулярной массой, содержащими изоцианатные группы, являются, главным образом, но не исключительно, фенилизоцианат, циклогексил изоцианат и о- или п-хлорметил фенилизоцианат.

Настоящее изобретение относится к способу производства полиизоцианатов по реакции полиаминов, из которых получаются полиизоцианаты, предпочтительно в качестве растворов в инертном растворителе, с фосгеном, необязательно в качестве раствора в инертном растворителе, одностадийной или многостадийной реакцией фосгенирования или любой разновидности, известной в данной области, в виде

порций, в непрерывном или полупериодическом режиме, при атмосферном или повышенном давлении. После завершения реакции фосгенирования реакционную смесь перегоняют. Растворитель затем обрабатывают для удаления следовых количеств изоцианата и используют повторно для приготовления раствора амина и/или раствора фосгена.

В этом способе может быть обработано все количество регенерируемого растворителя, но также возможно обработать только часть растворителя, используемого для приготовления раствора амина по этому способу.

10

Отдельные варианты осуществления настоящего изобретения включают:

- (i) ступенчатую дистилляцию реакционной смеси, в которой проводили фосгенирование, для того чтобы получить поток растворителя, в высокой степени обогащенного примесями изоцианата, который впоследствии обрабатывают для удаления его следовых количеств;
- (ii) дальнейшую частичную обработку растворителя, удаленного из реакционной смеси, в которой проводили фосгенирование, либо путем дальнейшей дистилляции, либо любым другим известным способом для получения потока растворителя, в высокой степени обогащенного примесями изоцианата, который впоследствии обрабатывают для удаления следовых количеств изоцианата;
- (iii) возврат растворителя, который был обработан для удаления примесей изоцианата, в другую соответствующую часть завода по производству изоцианатов, например, в реактор фосгенирования или в сосуд для дистилляции растворителя;
- (iv) неполную тримеризацию примесей изоцианата в потоке растворителя настолько, насколько сверхнизкие уровни примесей могут быть допустимыми для повторно используемого растворителя;
- (v) добавление диизоцианата до предопределенного уровня, такого как, но не ограниченного смесями 4,4'-, 2,4'- и 2,2'- MDI изомеров, в смесь, которая должна быть тримеризована, для получения соединений, которые имеют структуры тримеров, составленные из смесей примесей изоцианатов и частей диизоцианатов, и, таким образом, нетримеризованные изоцианатные группы способны к дальнейшей реакции, например, когда образуется полиуретановый материал из полиизоцианатного продукта, который содержит тримеризованный материал;
- (vi) действие любого или всех из вышеописанных способов или часть действия либо в периодическом, либо в непрерывном, либо в полупериодическом режиме при атмосферном или повышенном давлении.

Следует понимать, что вышеупомянутые варианты осуществления описаны единственно для целей иллюстрации, и что комбинации этих или аналогичных вариаций, не описанных специально, также включены в настоящее изобретение.

Принцип, используемый в настоящем изобретении для воздействия на растворитель, особенно пригодный для многостадийного способа получения полиизоцианатов, состоит из следующих индивидуальных стадий:

- (а) реакция (i) растворов полиамина(ов), лежащих в основе полиизоцианата(ов), в инертном растворителе с (ii) фосгеном необязательно в растворе инертного растворителя по одностадийной или многостадийной реакции фосгенирования;
- (b) отделение избытка фосгена и хлороводорода, образующегося из жидкой реакционной смеси, получаемой на стадии (a);
- (c) отделение растворителя совместно с легколетучими соединениями, содержащими изоцианатные группы, от раствора, получаемого на стадии (b), испарением и извлечение продукта процесса как остатка после испарения, который необязательно подвергают дополнительному процессу перегонки;
- (d) восстановление растворителя, содержащего изоцианатное соединение(я) при помощи конденсации паров, полученных на стадии (с), и повторное использование части конденсата для приготовления раствора амина (i) и необязательно другой части конденсата для приготовления раствора фосгена (ii).

Реакцию фосгенирования проводят любым известным способом, используя растворы полиамина в инертных растворителях и фосгена необязательно в качестве раствора в инертных растворителях. В способе настоящего изобретения реакция фосгенирования может быть проведена либо в одну стадию, либо в несколько стадий. Например, фосгенирование может быть образованием суспензий хлоридов карбаминовых кислот при низких температурах и затем превращением этих суспензий в растворы полиизоцианатов при повышенных температурах («холодное/горячее фосгенирование»). Особенно подходящими исходными полиаминами являются технически такие важные полиамины, как гексаметилендиамин; 2,4- и/или 2,6-диаминотолуол; 2,4'-, 2,2'- и 4,4'-диаминодифенил меан и их смеси с высшими гомологами (известные как «полиаминовые смеси дифенилметановых серий»), которые могут быть получены известным способом анилин-формальдегидной конденсации; 1,5-диаминонафталин; 1-амино-3,3,5-триметил-5-аминометил-циклогексан (изофорон диамин); трис-(изоцианатфенил)-метан и пергидрогенированные диаминдифенилметаны и их смеси с высшими гомологами.

В способе настоящего изобретения такие исходные амины, как те, что упомянуты выше в качестве примеров, могут быть использованы в форме 3-50% (вес.), предпочтительно 5-40% (вес.), растворов в инертных растворителях. Фосген, требуемый для реакции фосгенирования, обычно используется в форме 10-60% (вес.), предпочтительно 25-50% (вес.), растворов в инертных растворителях или необязательно без растворителя.

Подходящие инертные растворители как для амина, так и для фосгена известны специалистам в данной области. Примерами растворителей являются хлорированные арил- или алкиларил-углеводороды, такие как монохлорбензол (МСВ), о-дихлорбензол, трихлорбензол и соответствующий толуол, ксилен, соединения метилбензола и нафталина, а также многие другие, известные специалистам в данной области, такие как толуол, ксилены, нитробензол, кетоны и сложные эфиры. Специфическими примерами соответствующих растворителей являются моно- и дихлорбензол.

После того, как фосгенирование было проведено способами, известными в данной области, избыток фосгена и образовавшийся хлороводород удаляют известными способами, такими как продувка инертным газом или частичная перегонка. Продукт фосгенирования, существующий в виде раствора, затем разделяют либо просто испарением, либо фракционной перегонкой на газовую фазу, содержащую растворитель вместе с летучими соединениями с изоцианатными группами и жидкую фазу, состоящую главным образом из неочищенного полиизоцианата. Получаемая жидкая фаза может, по желанию, быть подвергнута перегонке известным способом, если необходимо получить чистый полиизоцианат. Это разделение неочищенного полиизоцианата и летучих соединений обычно проводят при температуре от 80 до 220°С (предпочтительно от 120 до 190°С) при давлении от 10 до 4000 мбар (предпочтительно от 100 до 3000 мбар).

Пары, содержащие растворитель вместе с летучими соединениями с изоцианатными группами, конденсируются для того, чтобы образовать конденсат растворителя, содержащий летучие изоцианаты, в частности моноизоцианаты. Количество изоцианатных соединений, присутствующих в конденсате (рассчитанное как NCO с молекулярной массой 42), может составлять от 50 до 5000 промилле, в особенности от 100 до 1500 промилле (по весу).

Полученный конденсат растворителя затем обрабатывают катализатором тримеризации изоцианата для того, чтобы преобразовать любые следовые количества изоцианатных побочных продуктов.

Любое соединение, которое катализирует реакцию тримеризации изоцианатов, может быть использовано в качестве катализатора тримеризации, такого как

третичные амины, триазины и катализаторы тримеризации на основе солей металлов. Примерами подходящих катализаторов тримеризации на основе солей металлов являются соли щелочных металлов органических карбоновых кислот. Предпочтительными щелочными металлами являются калий и натрий. А предпочтительными карбоновыми кислотами являются уксусная кислота и 2-этилгексановая кислота.

Особенно предпочтительными катализаторами тримеризации являются 1,3,5-трис(3-(диметиламино)пропил)гексагидро-s-триазин (коммерчески доступный как Polycat 41 от Air Products) или трис(диметиламинометил)фенол (коммерчески доступный как DABCO TRM-30 от Air Products).

Другая предпочтительная группа катализаторов представляет собой так называемые «химически активные амины», содержащие дополнительные реакционноспособные к изоцианату группы (ОН, NН или NH₂) для реагирования с изоцианатом. Подходящие примеры включают N,N-диметиламиноэтил-N'-метил этаноламин (коммерчески доступный как DABCO T от Air Products). Такие катализаторы могут быть использованы как таковые для тримеризации или, необязательно, после предварительного реагирования с изоцианатсодержащим соединением.

Один или несколько растворителей для катализатора также могут быть использованы.

Обработку конденсата вышеописанными катализаторами тримеризации обычно проводят в температурном интервале от 10° C до 150° C, предпочтительно от 25° C до 150° C, более предпочтительно от 30° C до 60° C.

Предпочтительными являются катализаторы на основе третичных аминов, могут быть инактивированы образованием солей с, например, хлоридом из оставшегося хлороводорода или других следов примесей с подвижными атомами хлора. Таким образом, для достижения близкого к количественному удалению соединений, содержащих изоцианатные группы, катализатор тримеризации должен быть использован, по меньшей мере, в молярном избытке по отношению к общему количеству инактивирующихся компонентов, которые легко могут быть определены экспериментально специалистом в данной области. За развитием тримеризации можно следить, контролируя количество выделившегося тепла. Избыток катализатора тримеризации может быть инактивирован либо добавлением дополнтельного количества хлороводорода, или при реакции с хлороводородом, присутствующим в реакционной смеси, в которой протекает реакция фосгенирования.

В одном из вариантов осуществления растворитель затем повторно используется для приготовления свежей порции растворов амина и/или фосгена. В противоположность известным методам, используемым в данной области, однако, последующая очистка перегонкой для удаления соединений, содержащих изоцианатные группы, и/или отделение полученных реакционных продуктов от их побочных продуктов не является необходимым в процессе настоящего изобретения.

Однако можно, конечно, удалить полученный тример из растворителя, прежде чем его повторно использовать. В таком случае это может быть сделано фракционной перегонкой.

45

Когда растворитель обработан, он может быть использован снова для приготовления раствора амина (i) и/или раствора фосгена (ii). В результате, когда растворитель, содержащий летучие изоцианатные соединения, обрабатывают по способу настоящего изобретения, то получают полиизоцианаты с резко пониженным содержанием легко летучих изоцианатных компонентов.

Особенно предпочтительные варианты осуществления настоящего изобретения, включая получение MDI, будут описаны здесь в связи с блок-схемой, представленной на чертеже.

Реакционную смесь, полученную в конце последовательности фосгенирования,

сначала очищают в 3 стадии. Первыми удаляют избыток фосгена и хлороводород. Затем удаляют МСВ растворитель, содержащий следовые количества фенилизоцианата (PI) (от 100 до 200 промилле); растворитель, регенерированный на этой стадии, возвращают обратно в реакционную последовательность необработанным. При последней очистке МСВ растворитель, обогащенный PI и другими следовыми количествами примесей изоцианатов, отделяют от неочищенного MDI; неочищенный MDI последовательно разделяют перегонкой на полимерную и бифункциональную фракции.

Обогащенная МСВ фракция непрерывно подается в колонку для концентрирования РІ. Когда концентрация РІ на дне колонки достигает величины приблизительно 10-30% РІ в МСВ (предпочтительно 15-25%), которая определяется по температуре кипения смеси при атмосферном давлении, обычно от 140 до 160°C (предпочтительно от 140 до 155°C), жидкость переносят в сосуд для тримеризации либо непрерывно, либо порциями. Одна или несколько порций концентрированной жидкости может быть перенесена по требованию. После охлаждения жидкости добавляют Polycat 41 в небольшом молярном избытке по отношению к деактивируемым компонентам (обычно 4 литра Polycat 41 на 800 литров жидкости). Температура перед добавлением катализатора обычно составляет от 10 до 100°C (предпочтительно от 20 до 40°C). За тримеризацией после добавления катализатора следят, контролируя выделение тепла, которое повышает температуру до 35-70°C, обычно до 50°C. Спустя 2-12 часов жидкость, состоящую из МСВ, различных тримеров и некоторого количества непрореагировавших изоцианатов, переносят обратно в реакционную систему необязательно в течение короткого промежутка времени (например, менее чем за один час), но предпочтительно в ходе нескольких часов (обычно 6-12 часов).

Полиизоцианаты, получаемые в настоящем процессе, имеют очень низкий уровень изоцианатсодержащих примесей.

Например, при получении полиизоцианатов дифенилметановых серий, получаются MDI изомеры и полимерный MDI, содержащие очень низкие уровни фенилизоцианата, обычно ниже 50 промилле или даже ниже 10 промилле.

Формула изобретения

- 1. Способ производства полиизоцианата, включающий
- (а) образование полиизоцианата в реакционной системе путем реагирования полиамина, на котором основан полиизоцианат, в растворе инертного растворителя с фосгеном, необязательно в растворе инертного растворителя;
 - (b) отделение растворителя от полиизоцианата, образованного на стадии (a) выпариванием или фракционной дистилляцией;
- (с) доведение отделенного растворителя до температуры в диапазоне от 10 до 150°C и последующую обработку отделенного растворителя катализатором тримеризации изоцианатов для тримеризации примесей изоцианата в отделенном растворителе;
- (d) перенос обработанного растворителя со стадии (c) в реакционную систему на стадию (a).
- 2. Способ п.1, в котором растворитель представляет собой монохлорбензол или о-дихлорбензол.
 - 3. Способ по любому из пп.1 и 2, в котором катализатором тримеризации изоцианатов являются 1,3,5-трис(3-(диметиламино)пропил)гексагидро-s-триазин или трис(диметиламинометил)фенол.
 - 4. Способ по любому из пп.1 и 2, в котором стадию (c) проводят при температуре от 10 до 150°C.
 - 5. Способ по любому из пп.1 и 2, где полиизоцианат представляет собой ароматический полиизоцианат.
 - 6. Способ по любому из пп.1 и 2, где полиизоцианат представляет собой

RU 2 361 857 C2

дифенилметановые серии.

- 7. Способ по любому из пп.1, 2 или 6, в котором растворитель, получаемый на стадии (с), повторно используют для получения раствора полиамина для фосгенирования и/или раствора фосгена и/или возвращается в другую подходящую часть линии по производству полиизоцианата.
- 8. Способ по любому из пп.1, 2 или 6, где между стадиями (а) и (b) из еакционной смеси отделяют какой-либо избыток фосгена и хлороводорода, образующихся в ходе реакции на стадии (а).
- 9. Способ по п.8, в котором растворитель выделяют из реакционной смеси на стадии (b) выпариванием, а полиизоцианатный продукт извлекают из остатка после выпаривания, причем растворитель извлекают конденсацией паров.
- 10. Способ по п.9, в котором, по меньшей мере, часть извлеченного растворителя подвергают краткой перегонке с получением растворителя, особенно обогащенного примесями изоцианатов, перед добавлением катализатора тримеризации изоцианатов на стадии (с).

20

25

30

35

40

45

50

