



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2012-0050444  
(43) 공개일자 2012년05월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C07C 263/10 (2006.01) C07C 211/55 (2006.01) C08G 18/72 (2006.01) C01B 31/28 (2006.01) (21) 출원번호 10-2012-7003232 (22) 출원일자(국제) 2010년07월15일 심사청구일자 없음 (85) 번역문제출일자 2012년02월06일 (86) 국제출원번호 PCT/EP2010/060237 (87) 국제공개번호 WO 2011/006970 국제공개일자 2011년01월20일 (30) 우선권주장 61/226,101 2009년07월16일 미국(US)	(71) 출원인 <b>바스프 에스이</b> 독일 루트빅샤펜, 칼-보쉬-스트라쎬 38 (우: 67056) (72) 발명자 <b>셸링 하이너</b> 독일 67281 키르히하임 바이젠하이머 슈트라쎬 1 <b>팔라쉬 한스-위르겐</b> 독일 67169 칼슈타트 암 클라이징어 29 (뒷면에 계속) (74) 대리인 <b>김진희, 김성기</b>
--	---

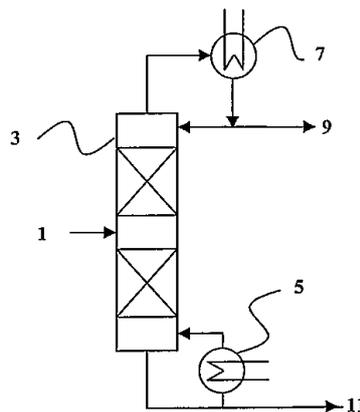
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **디페닐메탄 다이소시아네이트 계열의 명색 이소시아네이트의 제조 방법**

**(57) 요약**

본 발명은 (a) 일정량의 염소를 제공하는 단계, (b) 단계 (a)에서 제공된 염소를 분리하여, 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 미만인 제1 염소 분획과, 분리 스플릿(separation split) 및 단계 (a)에서 제공된 염소 중의 브롬 및 요오드의 최초의 양에 따라 달라지는 증가된 함량의 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드를 갖는 제2 염소 분획을 얻는 단계, (c) 일산화탄소를 상기 제1 염소 분획의 적어도 일부와 반응시켜 제1 포스겐 분획을 형성하는 단계, (d) 일산화탄소를 상기 제2 염소 분획의 적어도 일부와 반응시켜 제2 포스겐 분획을 형성하는 단계, (e) 제1 포스겐 분획의 적어도 일부를 디페닐메탄 디아민 계열(MDA)의 1종 이상의 아민과 반응시켜, 상응하는 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리이소시아네이트(PMDI)를 형성하는 단계, 및 (f) 상기 제2 포스겐 분획의 적어도 일부를, 모노- 및 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 1차 아민과 반응시켜, 1종 이상의 이소시아네이트 함유 반응 용액을 형성하는 단계를 포함하는, 명색의 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리이소시아네이트(PMDI)의 제조 방법을 제공한다.

**대표도 - 도1**



(72) 발명자

**슈트뢰퍼 에크하르트**

독일 68163 만하임 칼-쿤츠-백 9

**스피어 존 에스**

미국 70810 루이지애나주 배턴 루지 레이크 에스테  
이즈 11906

**김 병연**

미국 70810 루이지애나주 배턴 루지 워싱턴 레이크  
애비뉴 9045

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

- (a) 특정 함량의 브롬 및 요오드를 갖는 일정량의 염소를 제공하는 단계,
  - (b) 단계 (a)에서 제공된 염소를 분리하여, 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 미만인 제1 염소 분획과, 분리 스플릿(separation split) 및 단계 (a)에서 제공된 염소 중의 브롬 및 요오드의 최초의 양에 따라 달라지는 증가된 함량의 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드를 갖는 제2 염소 분획을 얻는 단계,
  - (c) 일산화탄소를 상기 제1 염소 분획의 적어도 일부와 반응시켜 제1 포스겐 분획을 형성하는 단계,
  - (d) 일산화탄소를 상기 제2 염소 분획의 적어도 일부와 반응시켜 제2 포스겐 분획을 형성하는 단계,
  - (e) 제1 포스겐 분획의 적어도 일부를 디페닐메탄 디아민 계열(MDA)의 1종 이상의 아민과 반응시켜, 상응하는 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리이소시아네이트(PMDI)를 형성하는 단계, 및
  - (f) 상기 제2 포스겐 분획의 적어도 일부를, 모노- 및 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 1차 아민과 반응시켜, 상응하는 이소시아네이트를 형성하는 단계
- 를 포함하는, 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리이소시아네이트(PMDI)의 제조 방법.

**청구항 2**

제1항에 있어서, 단계 (f)에서 반응하는 1종 이상의 1차 아민이 1,3-폴리페닐렌디아민, 1,4-부틸렌디아민, 1,5-펜타메틸렌디아민, 1,6-헥사메틸렌디아민 및 이 계열의 상응하는 고급 동족체, 이소포론디아민(IPDA), 사이클로헥실디아민, 사이클로헥실아민, 아닐린, 페닐렌디아민, 파라-톨루이딘, 1,5-나프틸렌디아민, 2,4- 및 2,6-톨루엔디아민으로 이루어진 군에서 선택되는 것인 제조 방법.

**청구항 3**

제1항 또는 제2항에 있어서, 단계 (e) 및/또는 (f)에서의 반응을 용매 중에서 수행하는 것인 제조 방법.

**청구항 4**

제3항에 있어서, 상기 용매가 o-디클로로벤젠, 톨루엔, 크실렌, 테트라린, 데칼린, 헥산, 헵탄, 옥탄, 데칸, 사이클로헥산, 에틸 아세테이트, 부틸 아세테이트, 테트라하이드로푸란, 디옥산 및 디페닐 에테르로 이루어진 군에서 선택되는 것인 제조 방법.

**청구항 5**

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 (e) 및/또는 (f)에서의 반응을 초대기압 또는 대기압 하에서 수행하는 것인 제조 방법.

**명세서**

**배경 기술**

[0001] 이소시아네이트 및 이소시아네이트 혼합물은 공지된 방법에 의해 상응하는 아민의 포스겐화로 제조된다. 폴리우레탄 발포체의 경우, 예를 들어 디페닐메탄 디이소시아네이트 계열(MDI)의 이작용성 또는 다작용성 방향족 이소시아네이트가 사용된다. 제조 공정으로 인해, 포스겐화 및 후속 후처리(용매의 제거; 모노머 MDI의 분리)는 종종 암색의 생성물을 산출하며, 이로부터 황색의 폴리우레탄 발포체 또는 다른 유사한 변색된 PUR 재료가 얻어진다. 이는, 이러한 변색이 전체적인 시각적 인상에 악영향을 끼치고, 얻어진 발포체에, 예를 들어 조흔(streak)으로서 약간의 불균질성을 발생시키기 때문에 바람직하지 않다. 따라서, 명색(연한 색)의 이소시아네이트 또는 적은 양의 색 부여 성분을 함유하는 이소시아네이트가 바람직한 원료이다.

[0002] 명색의 폴리이소시아네이트, 특히 명색의 디페닐메탄 디이소시아네이트 계열의 폴리이소시아네이트를 얻기 위한 시도가 이전부터 많이 있었다. 경험적으로 MDI의 색을 연하게 하기 위한 많은 방법들이 공지되어 있다. 그러나,

까다로운 색 물질의 성질은 지금까지 만족스러운 정도로 규명되지 않았다.

[0003] 종래에 알려진 방법은 이하의 4개 그룹으로 분류될 수 있다:

[0004] 1. 출발 물질 디아미노디페닐메탄(MDA) 또는 이의 올리고머를 처리 및/또는 정제하는 방법

[0005] EP-A10546398은, 출발 물질로서 사용된 폴리메틸렌 폴리페닐렌 폴리아민을 포스겐화 전에 산성화하는 폴리머 MDI의 제조 방법을 기재한다. 상기 방법은 색을 약간 개선시킬 뿐인데, 그 이유는, 경험에 기초할 때, MDI 중의 색 물질이 특정 MDI 2차 성분으로부터 형성될 수 있을 뿐만 아니라 포스겐화 중의 2차 반응에 의해 형성되는 색 전구체로부터 유래될 수 있는 것으로 확인되었기 때문이다.

[0006] 2. 포스겐화 공정에서의 공정 공학 솔루션

[0007] 미국 특허 제5,364,958호는, 포스겐화 후, 저온에서 포스겐을 완전히 제거하고 그 후 디소시아네이트를 고온의 HCl 가스로 처리하는 폴리소시아네이트의 제조 방법에 관한 것이다. 이러한 유형의 방법은 변색 성분을 정확한 지점에서 제거하고자 하지만, 이 방법은, 높은 공정 지출과 고비용 때문에, 또 명색 효과의 측면에서 충분히 효율적이지 않은데, 그 이유는 불완전한 화학 반응으로 인해 색 전구체가 약간만 분해되기 때문이다.

[0008] 3. 포스겐화 후 후처리 전에, 얻어진 미정제 이소시아네이트 생성물에 명색화 첨가제를 첨가하는 방법

[0009] 미국 특허 제4,465,639호에 따르면, 명색화를 위해 포스겐화 후 얻어진 미정제 생성물에 물을 첨가한다. 상기 명색화 방법은 효율적이긴 하지만, 이 방법은 첨가제가 색을 연하게 하기도 하지만 생성물로서 얻어진 이소시아네이트와 반응을 하여, 일반적으로, 예를 들어, 바람직하지 않은 이소시아네이트 함량 감소를 초래한다는 단점을 갖는다. 게다가, MDI 내에 바람직하지 않은 부산물이 형성될 위험이 있다.

[0010] 4. 최종 생성물의 후처리

[0011] EP-A1 013 3538은 추출에 의해 이소시아네이트를 정제하여 명색 MDI 분획을 얻는 방법을 개시한다. 고온에서 용매를 완전히 제거한 후 이소시아네이트 최종 생성물을 이러한 색 개선 후처리로 처리하는 것 역시 그다지 효율적이지 않은데, 그 이유는 후처리 중에, 특히 용매의 증류 및 (폴리머 MDI 제조의 경우) 모노머 MDI의 제거 중에 발생하는 고온이 이미 화학적 분해가 쉽지 않은 안정한 착색 물질을 형성하기 때문이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0012] 본 발명의 목적은, 색 부여 변색 성분을 함유하지 않거나 소량만 함유하는 이소시아네이트를 제조하기 위한 새로운 방법을 제공하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은, 상기에 언급된 처리 단계 없이, 무색이거나 약간의 색만 갖는 폴리우레탄 또는 그 전구체를 제조하는 데 적합한 명색 이소시아네이트를 얻을 수 있는 이소시아네이트의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0013] 따라서, 본 발명은

[0014] (a) 특정 함량의 브롬 및 요오드를 갖는 일정량의 염소를 제공하는 단계,

[0015] (b) 단계 (a)에서 제공된 염소를 분리하여, 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 미만인 제1 염소 분획과, 분리 스플릿(separation split) 및 단계 (a)에서 제공된 염소 중의 브롬 및 요오드의 최초의 양에 따라 달라지는 증가된 함량의 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드를 갖는 제2 염소 분획을 얻는 단계,

[0016] (c) 일산화탄소를 상기 제1 염소 분획의 적어도 일부와 반응시켜 제1 포스겐 분획을 형성하는 단계,

[0017] (d) 일산화탄소를 상기 제2 염소 분획의 적어도 일부와 반응시켜 제2 포스겐 분획을 형성하는 단계,

[0018] (e) 제1 포스겐 분획의 적어도 일부를 디페닐메탄 디아민 계열(MDA)의 1종 이상의 아민과 반응시켜, 상응하는 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 아민과 반응시켜, 상응하는 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 1차 아민과 반응시켜, 1종 이상의 이소시아네이트 함유 반응 용액을 형성하는 단계

[0019] (f) 상기 제2 포스겐 분획의 적어도 일부를, 모노- 및 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 1차 아민과 반응시켜, 1종 이상의 이소시아네이트 함유 반응 용액을 형성하는 단계

[0020] 를 포함하는, 명색의 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 이소시아네이트(PMDI)의 제조 방법을 제공한다.

[0021] 본 발명의 방법의 단계 (e)에 의하면, 원한다면 상기에 기재된 추가 처리 없이도, 무색이거나 약간의 색만 갖는 폴리우레탄 또는 그 전구체와 같은 우레탄 화합물을 제조하는 데 사용될 수 있는 폴리페닐렌 폴리메틸렌 계열(PMDI)의 이소시아네이트가 얻어진다.

- [0022] 또한, 본 발명의 방법은, 단계 (b)에서 얻은 브롬 농후 제2 염소 분획이 추가의 이소시아네이트의 합성에 사용된다는 장점을 갖는다. 본 발명 방법의 단계 (f)의 반응에서 얻은 이소시아네이트는 상기에 기재된 처리에 따라 처리될 수 있다.
- [0023] 본 발명의 목적상, 분자형의 브롬 및 요오드는 오로지 브롬 또는 요오드 원자로 이루어진 분자를 의미한다. 결합형의 브롬 및 요오드는 브롬 또는 요오드뿐만 아니라 명시된 원자와 상이한 원자도 포함하는 분자를 의미한다.
- [0024] 이소시아네이트의 제조에 사용되는 포스겐은 일반적으로 특정 함량의 분자형 또는 결합형 브롬 또는 요오드, 또는 이들 둘 다를 갖는다. 포스겐 중의 브롬 또는 요오드의 함량은 포스겐의 제조에 사용되는 염소로부터 기인하는데, 그 이유는 염소가 통상적으로 특정 비율의 브롬 또는 요오드 또는 이들 둘 다를 함유하기 때문이다. 염소 중의 브롬 또는 요오드 또는 이들 둘 다의 함량은 일반적으로 염소 제조에 사용되는 염 중의 상응하는 함량으로부터 기인한다. 염소 중에 존재하는 브롬 또는 BrCl은 포스겐 합성에서 디브로모포스겐 또는 브로모클로로포스겐의 형성을 초래한다. 이들 화합물이 포스겐과 유사하게 아민과 반응하여, 이소시아네이트 및 브롬화수소를 형성한다고 알려져 있다(미국 특허 제2,733,254호). 요오드에 대해서도 유사한 반응을 추정할 수 있다.
- [0025] 염소의 제조 및 제공 방법은 당업자에게 공지되어 있다. 원칙적으로, 본 발명은 분자형 및/또는 결합형의 브롬 또는 요오드 또는 둘 다, 즉, 분자형 브롬 또는 브롬 화합물 단독, 분자형 요오드 또는 요오드 화합물 단독, 분자형 브롬 및 요오드 둘 다, 분자형 브롬 및 요오드와 브롬 화합물, 분자형 브롬 및 요오드와 요오드 화합물, 브롬 화합물 및 요오드 화합물, 또는 분자형 브롬 및 요오드와 브롬 화합물 및 요오드 화합물을 1000 ppm 미만 함유하는 임의의 염소를 사용하여 수행할 수 있다.
- [0026] 적합한 염소 제조 방법은 당업자에게 공지되어 있다. 원칙적으로, 상기에 기재된 세목을 충족하는 임의의 염소, 즉, 약 1000 ppm 미만의 브롬 및 요오드를 함유하는 임의의 염소를 사용할 수 있다. 따라서, 사용되는 염화수소가 또한 충분히 적은 브롬 및 요오드 함량을 갖는 한, 예를 들어, 전기분해 공정 또는 염화수소의 산화에 의해, 예를 들어 Deacon 공정에 의해 제조된 염소를 사용할 수 있다.
- [0027] 본 발명의 실시형태에 따르면, 클로라이드 이온을 함유하는 용액의 전기분해에 의해 염소를 제조한다. 일반적으로, 이것은 암염 수용액, 염화칼륨 수용액 또는 염화수소 수용액(염산)이다. 따라서, 염소 합성은, 브롬 또는 요오드 함량이 적은 적절한 출발 물질, 예를 들어 저 브롬 및 저 요오드 염, 또는 저 브롬 및 저 요오드 염산을 사용하여 수행할 수 있다. 총 브롬 및 요오드 함량이 1000 ppm 미만인 저 브롬 및 저 요오드 염은, 예를 들어 독일 하일브론에서 채굴된다.
- [0028] 본 발명의 방법의 단계 (b)에서는, 단계 (a)에서 제공된 염소를, 바람직하게는 증류에 의해, 2개의 분획으로 분리하여, 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 미만, 또는 40 ppm 미만 또는 25 ppm 미만, 특히 10 ppm 미만인 제1 염소 분획; 및 증가된 함량의 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드를 갖는 제2 염소 분획을 얻는다. 제2 염소 분획 중의 브롬 및 요오드의 증가된 함량은 분리 스플릿 및 염소 중의 브롬 및 요오드의 최초의 양에 따라 달라진다.
- [0029] 단계 (c) 및 (d)에서는, 제1 염소 분획 및 제2 염소 분획을 일산화탄소와 반응시켜, 분자형 및/또는 결합형의 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 미만인 제1 포스겐 분획, 분자형 및/또는 결합형의 브롬 및 요오드 함량이 더 높은 제2 포스겐 분획을 각각 형성한다. 포스겐 제조 방법은, 예를 들어, 문헌[Ullmanns Enzyklopaedie der Industriellen Chemie, 3판, 13권, 494-500면]에 기재되어 있다. 따라서, 일산화탄소 및 염소를 황성탄 위로 통과시켜 포스겐을 얻을 수 있다.
- [0030] 단계 (e)에서는, 분자형 또는 결합형 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 미만인 제1 포스겐 분획의 적어도 일부를 1종 이상의 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민과 반응시켜, 상응하는 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민(PPMI) 및 염화수소를 형성한다.
- [0031] 단계 (f)에서는, 분자형 또는 결합형 브롬 및 요오드 함량이 50 ppm 초과인 제2 포스겐 분획의 적어도 일부를, 모노- 및 폴리페닐렌 폴리메틸렌 폴리아민을 제외한 1종 이상의 1차 아민과 반응시켜, 상응하는 이소시아네이트 및 염화수소를 형성한다. 본 발명의 방법의 단계 (f)에서 사용된 아민은 1개 이상의 1차 아미노 기, 바람직하게는 2개의 1차 아미노 기, 경우에 따라 3개 이상의 1차 아미노 기를 갖는다.
- [0032] 본 발명의 방법의 단계 (e) 및 (f)에서 수행되는 이소시아네이트의 제조는 아민 또는 2종 이상의 아민의 혼합물을 화학량론적 과량의 포스겐과 반응시킴으로써 당업자에게 공지된 방법으로 수행한다. 원칙적으로, 1차 아민

또는 2종 이상의 1차 아민의 혼합물을 포스겐과 반응시켜, 하나 이상의 이소시아네이트 그룹을 형성하는 모든 방법을 이용할 수 있다.

- [0033] 본 발명의 바람직한 실시형태에 따르면, 아민 또는 2종 이상의 아민의 혼합물을 포스겐과 반응시키는 공정은 용매 또는 2종 이상의 용매의 혼합물 중에서 수행한다.
- [0034] 용매로서는 이소시아네이트의 제조에 적합한 모든 용매를 사용할 수 있다. 바람직한 것은 비활성 방향족, 지방족 또는 지환족 탄화수소 또는 이들의 할로겐화 유도체이다. 이러한 용매의 예로는 방향족 화합물, 예컨대 모노클로로벤젠 또는 디클로로벤젠, 예를 들어 *o*-디클로로벤젠, 톨루엔, 크실렌, 나프탈렌 유도체, 예컨대 테트라린 또는 데칼린, 탄소 원자수 약 5?약 12의 알칸, 예를 들어, 헥산, 헵탄, 옥탄 또는 데칸, 사이클로알칸, 예컨대 사이클로헥산, 비활성 에스테르 및 비활성 에테르, 예컨대 에틸 아세테이트 또는 부틸 아세테이트, 테트라하이드로푸란, 디옥산 또는 디페닐 에테르가 있다.
- [0035] 본 발명에 따르면, 단계 (e)에서 반응하는 아민은 디페닐메탄디아민 계열의 디아민 또는 이러한 아민 2종 이상의 혼합물이다. 본 발명의 이러한 실시형태에 따르면, 사용되는 아민은 이성체 1차 디페닐메탄디아민(MDA) 또는 이들의 올리고머 또는 폴리머 유도체, 즉, 디페닐메탄디아민 계열의 디아민이다. 디페닐메탄디아민, 이것의 올리고머 또는 폴리머는, 예를 들어, 아닐린과 포름알데히드의 축합에 의해 얻는다. 이러한 올리고아민아민 또는 폴리아민 또는 이들의 혼합물도 본 발명의 바람직한 실시형태에서 사용된다.
- [0036] 본 발명의 단계 (f)에서 반응하는 아민은 원칙적으로 모든 직쇄형 또는 분지형의 포화 또는 불포화 지방족 또는 지환족 또는 방향족 1차 아민이며, 단, 이들이 포스겐에 의해 이소시아네이트로 전환될 수 있어야 하고, 이성체 1차 디페닐메탄디아민(MDA) 또는 이들의 올리고머 또는 폴리머 유도체, 즉, 디페닐메탄디아민 계열의 아민은 제외된다. 적합한 아민의 예로는 1,3-프로필렌디아민, 1,4-부틸렌디아민, 1,5-펜타메틸렌디아민, 1,6-헥사메틸렌디아민 및 이 계열의 상응하는 고급 동족체, 이소포론디아민(IPDA), 사이클로헥실디아민, 사이클로헥실아민, 아닐린, 페닐렌디아민, *p*-톨루이딘, 1,5-나프틸렌디아민, 2,4- 또는 2,6-톨루엔디아민 또는 이들의 혼합물이 있다.
- [0037] 본 발명의 방법의 단계 (e) 및 (f)를 거치면, 상기에 언급된 화합물은 상응하는 이소시아네이트의 형태가 된다. 디페닐메탄 디이소시아네이트 계열의 명색의 디이소시아네이트를 본 발명의 방법에 의해 제조할 수 있다. 단계 (e)에서는, 증가된 브롬 및/또는 요오드 함량을 갖는 이소시아네이트가 제조된다. 이들 이소시아네이트에 대해 앞서 기재한 방법 1?4 중 하나 이상에 의해 정제 및/또는 처리를 수행할 수 있다.
- [0038] 단계 (e) 및 (f)에서의 반응은 하나 이상의 단계로 연속식 또는 회분식으로 수행될 수 있다. 1 단계 반응을 수행할 경우, 이 반응을 바람직하게는 약 60?200°C, 예를 들어 약 130?180°C에서 수행한다.
- [0039] 본 발명의 바람직한 실시형태에 따르면, 단계 (e) 및 (f)에서의 반응은 2 단계로 수행한다.
- [0040] 단계 (e) 및/또는 (f)에서의 반응 중에, 초대기압, 예를 들어 약 100 bar 이하까지, 바람직하게는 약 1 bar?약 50 bar 또는 약 2 bar?약 25 bar 또는 약 3 bar?약 12 bar를 이용할 수 있다. 그러나, 반응을 대기압에서 수행할 수도 있다. 따라서, 본 발명의 추가적인 바람직한 실시형태에서, 반응을 상압에서, 일반적으로 약 1 bar에서 수행한다. 추가적인 바람직한 실시형태에서, 반응을 상압보다 낮은 압력에서 수행할 수도 있다.
- [0041] 바람직하게는, 단계 (e) 및/또는 (f)의 반응 후에 약 50?180°C에서 과잉 포스겐을 제거한다. 잔량의 용매의 제거는 바람직하게는 감압 하에 수행되며, 예를 들어 압력은 약 500 mbar 이하, 바람직하게는 100 mbar 미만이어야 한다. 일반적으로, 다양한 성분들을 그 비점 순서로 분리한다; 단일 공정 단계로 다양한 성분들의 혼합물을 분리하는 것도 가능하다.
- [0042] 이하에서, 본 발명의 방법을 도면을 참조하여 실시예에 의해 더 상세히 설명한다.
- [0043] 도 1에서, 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 250 ppm인, 시간당 10 톤에 해당하는 제1 염소 스트림(1)을 예비기(5) 및 냉각기(7)가 구비된 증류탑(3)에 공급한다. 그 후, 증류탑(3)에서, 염소 스트림(1)을, 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 10 ppm인, 시간당 5 톤에 해당하는 제1 염소 분획(9)과 유리형 및 결합형 브롬 및 요오드 함량이 490 ppm인, 시간당 5 톤에 해당하는 제2 염소 분획(11)으로 분리한다. 후속 반응 단계에서, 제1 염소 분획(9)의 적어도 일부를 폴리머 MDI의 합성에 사용한다. 제2 염소 분획(11)의 적어도 일부를, 경우에 따라 증가된 브롬 및/또는 요오드 함량을 갖는 이소시아네이트의 제조에 사용하며, 이 이소시아네이트에 대해 상기에 기재한 방법 중 하나 이상에 의해 정제 및/또는 처리를 수행할 수 있다.

도면

도면1

