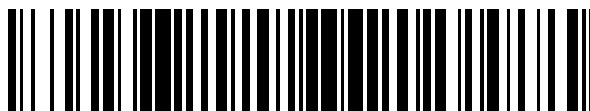


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 426 992**

51 Int. Cl.:

**C07C 263/10** (2006.01)

**C07C 265/14** (2006.01)

**C07D 339/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.03.2005 E 05720426 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.07.2013 EP 1721893**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un compuesto de isocianato**

30 Prioridad:

**05.03.2004 JP 2004062898**

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

**28.10.2013**

73 Titular/es:

**NIPPON SODA CO., LTD. (100.0%)  
2-1, OHEMACHI 2-CHOME CHIYODA-KU  
TOKYO 100-8165, JP**

72 Inventor/es:

**WATAI, TOSHIYUKI**

74 Agente/Representante:

**CURELL AGUILÁ, Mireia**

**ES 2 426 992 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 la producción de un compuesto de isocianato.

### 5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un compuesto de isocianato y, más particularmente, a un procedimiento para la preparación ventajosa de un compuesto de isocianato a escala industrial, haciendo reaccionar un carbonato de un compuesto amínico correspondiente con fosgeno.

10

### **Técnica anterior**

Como procedimiento para la preparación de un compuesto de isocianato por un procedimiento con fosgeno, ha sido conocido hasta el momento un procedimiento para hacer reaccionar un compuesto amínico correspondiente o un hidrocloreto o carbonato del mismo con fosgeno en un disolvente orgánico inactivo. Por ejemplo, la solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación n° Hei 7-309827 da a conocer un procedimiento para hacer reaccionar una poliamina alifática o un hidrocloreto o carbonato de la amina con fosgeno en un disolvente orgánico inactivo mientras se introduce un gas inactivo en un sistema de reacción. Un objetivo de este procedimiento es preparar de manera eficiente el compuesto de isocianato objetivo sin producir alquitrán, haciendo reaccionar la poliamina alifática con fosgeno, mientras se introduce un gas inactivo en un sistema de reacción.

15

20

25

Sin embargo, incluso mediante este procedimiento, según el tipo de compuesto amínico que va a utilizarse o una sal del mismo, el compuesto de isocianato objetivo podría no producirse con un alto rendimiento. Cuando se prepara un compuesto de isocianato como materia prima de lentes, existe un caso en el que el líquido de reacción se colorea y la coloración del compuesto de isocianato resultante se convierte en un problema.

### **Descripción de la invención**

En estas circunstancias de estas técnicas anteriores, la presente invención se ha completado y un objetivo de la misma es proporcionar un procedimiento para preparar un compuesto de forma favorable un compuesto de isocianato menos coloreado a escala industrial.

30

35

40

En el contexto de la presente invención se ha estudiado exhaustivamente un procedimiento para la preparación de un compuesto de isocianato haciendo reaccionar un compuesto amínico correspondiente o una sal del mismo con fosgeno. Como resultado, se ha descubierto que, cuando se utiliza un carbonato de un compuesto amínico como compuesto amínico correspondiente o una sal del mismo, el fosgeno se introduce en una solución de disolvente orgánico del carbonato, y el carbonato del compuesto amínico se hace reaccionar con fosgeno, se puede preparar un compuesto de isocianato menos coloreado con alto rendimiento iniciando la inyección de fosgeno a una temperatura baja no mayor que la temperatura a la que se descompone el carbonato, y calentando a una temperatura predeterminada, mientras que se inyecta fosgeno. Por lo tanto, la presente invención se ha completado.

45

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para preparar un compuesto de isocianato mediante la introducción de fosgeno en una solución de disolvente orgánico de un carbonato de un compuesto amínico correspondiente y hacer reaccionar el carbonato del compuesto amínico con fosgeno, caracterizado porque el fosgeno se introduce en la solución de carbonato en disolvente orgánico a una temperatura de 0 a 80°C.

50

En el procedimiento según la presente invención, el compuesto de isocianato que debe prepararse es un compuesto de poliisocianato alifático.

En el procedimiento según la presente invención, el fosgeno se introduce preferiblemente inyectando un gas.

En el procedimiento según la presente invención, la introducción de fosgeno se inicia preferentemente entre 0 y 80°C, y la introducción de fosgeno se inicia más preferentemente a 50°C o inferior.

### 55 **Mejor modo de poner en práctica la invención**

El procedimiento para preparar un compuesto de isocianato de la presente invención es un procedimiento para preparar un compuesto de isocianato definido en las reivindicaciones mediante la introducción de fosgeno en una solución de disolvente orgánico de un carbonato de un compuesto amínico correspondiente y hacer reaccionar el carbonato del compuesto amínico con fosgeno, caracterizado porque el fosgeno se introduce en la solución del carbonato a una temperatura de 0 a 80°C y el compuesto de isocianato en un compuesto de poliisocianato alifático.

60

La presente invención puede llevarse a cabo por el procedimiento siguiente.

65 (i) En primer lugar, se inicia la introducción de fosgeno en una solución de disolvente orgánico preparada por disolución o dispersión de un carbonato de una amina correspondiente en un disolvente orgánico inactivo (en

adelante denominado a veces "líquido de reacción").

(ii) A continuación, continúa la introducción de fosgeno en el líquido de reacción mientras se calienta gradualmente el líquido de reacción a una temperatura fija.

(iii) Por otra parte, el fosgeno se introduce mientras se mantiene la temperatura del líquido de reacción a una temperatura fija, y de este modo se completa la reacción.

(iv) Una vez finalizada la reacción, se lleva a cabo desgasificación utilizando gas nitrógeno y el disolvente se separa por destilación para obtener el producto objetivo (compuesto de isocianato).

El compuesto amínico utilizado en la presente invención no está específicamente restringido, siempre y cuando sea un compuesto que tiene un grupo amino en su molécula, y puede ser un compuesto monoamínico que tiene un grupo amino o un compuesto de poliamina con varios grupos amino. En la presente invención, es preferible una poliamina y es más preferible una poliamina alifática.

En la presente invención, el compuesto amínico correspondiente significa un compuesto amínico correspondiente al compuesto de isocianato objetivo. Por ejemplo, cuando el compuesto de isocianato objetivo es pentametilendiisocianato, el compuesto amínico correspondiente es la pentametilendiamina.

El compuesto amínico utilizado en la presente invención es preferentemente un compuesto de poliamina, y más preferiblemente un compuesto de poliamina alifática.

Los ejemplos del compuesto de poliamina alifática incluyen poliaminas alifáticas cíclicas tales como pentametilendiamina, hexametilendiamina, 2,2,4-trimetilhexametilendiamina, 2,4,4-trimetilhexametilendiamina, octametilendiamina, nonametilendiamina, y similares; poliaminas alifáticas que tienen un anillo aromático, tales como o-xililendiamina, m-xililendiamina, p-xililendiamina, mezclas de estos isómeros, y similares; poliaminas alifáticas cíclicas tales como diaminociclopentano, diaminociclohexano, 1,3-bis (aminometil)ciclohexano, isofoandiamina, 1,4-bis (aminometil) norborneno, bis (4-aminociclohexil)metano, 2,2-bis (4-aminociclohexil)propano, 1,4-diaminociclohexano, 1,3,5-triamino-ciclohexano(1,3,5-ciclohexanotriamina), y similares; poliaminas de aminoácidos tales como éster metílico de lisina, éster aminoetílico de lisina, y similares; y poliaminas alifáticas que tienen un heterociclo, tal como 2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano, y similares.

El carbonato del compuesto amínico correspondiente se puede preparar fácilmente mediante la disolución de un compuesto amínico correspondiente en un disolvente orgánico inactivo e inyectando gas dióxido de carbono. Aunque el carbonato se puede utilizar una vez se ha aislado, el carbonato se puede hacer reaccionar más con fosgeno sin aislar el carbonato para preparar un compuesto de isocianato. Según este último procedimiento, el compuesto de isocianato objetivo se puede preparar de forma continua a partir del compuesto amínico correspondiente con el carbonato del compuesto.

El disolvente orgánico inactivo utilizado para preparar el carbonato del compuesto amínico no está particularmente limitado siempre y cuando sea inactivo en la reacción. Por lo general, es ventajoso utilizar el mismo disolvente que el utilizado en la siguiente reacción con fosgeno a la luz de la preparación industrial continua.

El disolvente orgánico inactivo utilizado en la reacción con fosgeno no está particularmente restringido siempre y cuando sea inactivo en la reacción. Sin embargo, un disolvente orgánico inactivo que tiene un punto de ebullición sumamente bajo no es preferible debido a que la reacción transcurre lentamente. Los ejemplos específicos de disolvente orgánico inactivo incluyen hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno, o-xileno, m-xileno, p-xileno, mezclas de los mismos, y similares; hidrocarburos aromáticos halogenados tales como monoclorobenceno, o-diclorobenceno, m-diclorobenceno, p-diclorobenceno, y similares; ésteres tales como acetato de isoamilo, acetato de n-butilo, acetato de isobutilo, y similares; y éteres tales como éter dibutílico, éter dimetílico de etilenglicol, éter dietílico de etilenglicol, éter dimetílico de dietilenglicol y similares. Estos disolventes orgánicos inactivos se pueden utilizar solos o en combinación de por lo menos dos tipos de los mismos.

La cantidad de disolvente orgánico que debe utilizarse varía dependiendo del tipo de disolvente orgánico o carbonato del compuesto amínico que debe utilizarse y suele ser de 1 a 10 litros, y preferentemente de 2,5 a 5 litros, con respecto a 1 mol del carbonato del compuesto amínico. Cuando la cantidad de disolvente orgánico es de 1 litro o menos, puede resultar difícil realizar la agitación. Sin embargo, la cantidad puede ser de 1 litro o menos, con tal que pueda llevarse a cabo la agitación. Aunque la cantidad puede ser de 10 litros o más, no se prefiere desde un punto de vista económico.

El procedimiento de introducción de fosgeno en el líquido de reacción no está particularmente restringido y sus ejemplos incluyen un procedimiento de inyección del gas fosgeno en el líquido de reacción, un procedimiento de adición de fosgeno líquido al líquido de reacción, y un procedimiento de adición de un polímero de fosgeno al líquido de reacción para generar con ello fosgeno en el sistema de reacción. Entre estos procedimientos, es preferible un procedimiento de inyección de gas fosgeno al líquido de reacción debido a que el compuesto de isocianato objetivo

se puede obtener de forma eficiente.

5 Cuando la reacción se lleva a cabo repetidamente, tal como se describe a continuación, es mejor un procedimiento de adición de una solución que contiene exceso de fosgeno recuperado utilizado por última vez a una solución de disolvente orgánico de un carbonato.

10 La cantidad de fosgeno utilizada suele ser de 1 mol o más, preferentemente de 2 a 10 moles, y más preferiblemente de 3 a 6 moles, sobre la base de 1 mol de un grupo amino del carbonato del compuesto amínico como materia prima.

15 La temperatura del líquido de reacción en el momento de la introducción de fosgeno (temperatura de iniciación de la inyección de fosgeno) es de 0 a 80°C, y más preferentemente 50°C o menos debido a la prevención de la coloración del compuesto de isocianato como producto objetivo. Por otro lado, cuando la temperatura de iniciación de la inyección de fosgeno es sumamente baja, la reacción no continúa y por lo tanto la temperatura de iniciación de la inyección de fosgeno se controla a una temperatura fija o superior. En la presente invención, la temperatura de iniciación de la inyección de fosgeno es de 0 a 80°C, más preferentemente de 0 a 50°C, y en particular preferentemente de 20 a 40°C.

20 A escala industrial se prefiere que, una vez introducida una cantidad predeterminada de fosgeno a una temperatura de 0 a 80°C de modo que el carbonato no se descomponga, preferentemente la temperatura a la que se inició la introducción, se inicie el calentamiento. La cantidad de fosgeno introducido antes de calentamiento no está particularmente limitada, pero oscila entre 0,2 y 1,5 moles, y preferentemente de aproximadamente 1 mol, referido a 1 mol de un grupo amino del compuesto amínico. Cuando la cantidad es menor que el intervalo anterior, la calidad se puede deteriorar. Por otro lado, cuando la cantidad es mayor que el intervalo anterior, la cantidad de fosgeno calentado a reflujo aumenta en el tiempo de calentamiento siguiente y el tiempo de calentamiento aumenta y por lo tanto no se prefiere.

30 Después de iniciar la introducción de fosgeno o la introducción de una cantidad predeterminada de fosgeno, la temperatura del líquido de reacción se aumenta gradualmente. El ritmo de calentamiento en este momento no está particularmente limitado. Sin embargo, ya que la concentración de fosgeno en el sistema de reacción se requiere que se mantenga a una concentración fija o más a fin de suprimir la descomposición del carbonato del compuesto amínico, se requiere que el ritmo de calentamiento del líquido de reacción esté ajustado apropiadamente por la cantidad de fosgeno introducido por unidad de tiempo.

35 Los ejemplos del procedimiento de calentamiento del líquido de reacción incluyen un procedimiento de calentamiento del líquido de reacción, mientras que cambia el ritmo de calentamiento en una cantidad fija o paso a paso, y un procedimiento de mantenimiento del líquido de reacción a una determinada temperatura durante un tiempo fijo en el medio de calentamiento y, a continuación calentando de nuevo, siendo preferible el procedimiento anterior. En el procedimiento anterior, una vez aumentada la temperatura del líquido de la reacción hasta alcanzar una temperatura fija (temperatura (A)), continúa la inyección de fosgeno mientras se mantiene el líquido de reacción a la temperatura. La temperatura (A) varía dependiendo del tipo de carbonato del compuesto amínico utilizado, pero preferentemente es mayor que la temperatura de iniciación de la inyección de fosgeno en por lo menos 20°C. Aunque no existe un límite superior de la temperatura (A), el producto es de color y las impurezas se producen cuando la temperatura es sumamente alta. Por lo tanto, no se prefiere.

45 La reacción puede dejarse que proceda sin problemas descargando por fuerza gas cloruro de hidrógeno, que se genera en este proceso de calentamiento o en el momento de inyectar fosgeno a la temperatura (A), fuera del sistema. El procedimiento de descarga por la fuerza del gas cloruro de hidrógeno fuera del sistema no está particularmente limitado y ejemplos del mismo incluyen un procedimiento de evacuar ligeramente el sistema, un procedimiento de ajuste de la cantidad de un refrigerante de un condensador de reflujo y la descarga junto con el exceso de fosgeno, y similares.

50 Después de la terminación de la reacción, se inyecta gas nitrógeno o similar a la misma temperatura y se lleva a cabo la desgasificación. A continuación, se eliminan por filtración los insolubles y el filtrado resultante se concentra a presión reducida para obtener el compuesto de isocianato objetivo. La pureza del producto objetivo es 95% o más y una operación de purificación no suele ser necesaria. Si se necesita además una operación de purificación, un compuesto de isocianato que tiene una mayor pureza puede obtenerse realizando una operación de destilación, tal como destilación molecular.

60 En la presente invención, se prefiere volver a utilizar fosgeno, que se utiliza en exceso, desde un punto de vista económico o ambiental. Los ejemplos del procedimiento de reutilización incluyen un procedimiento de transferencia de un gas de escape que contiene fosgeno al recipiente de reacción siguiente y utilizarlo de nuevo en la reacción, un procedimiento para utilizar el disolvente destilado después de la finalización de la reacción en la reacción siguiente utilizando de este modo fosgeno disuelto en el disolvente, y similares. Un gas de escape puede transferirse al disolvente de manera que el fosgeno se absorbe en el disolvente, y de ese modo el fosgeno puede reutilizarse. Una vez el gas de escape se absorbe en el disolvente, el fosgeno también se puede recuperar del disolvente.

El compuesto de isocianato que se puede preparar por el procedimiento de la presente invención es un poliisocianato alifático.

- 5 Los ejemplos específicos del poliisocianato alifático que se pueden preparar por el procedimiento de la presente invención incluyen poliisocianatos alifáticos lineales, tales como pentametileno-diisocianato, hexametileno-diisocianato, 2,2,4-trimetilhexametileno-diisocianato, 2,4,4-trimetilhexametileno-diisocianato, octametileno-diisocianato, nonametileno-diisocianato, y similares; poliisocianatos alifáticos que tienen un anillo aromático, tales como o-xilileno-diisocianato, m-xilileno-diisocianato, p-xilileno-diisocianato, mezclas de estos isómeros, y similares; poliisocianato alifático cíclico tal como ciclopentano diisocianato, ciclohexano diisocianato, 1,3-bis(metil isocianato)ciclohexano, diisocianato de isoforona, 1,4-bis(metil-isocianato)norborneno, bis(4-ciclohexil-isocianato)metano, 2,2-bis(4-ciclohexil-isocianato)propano, 1,4-diisocianato ciclohexano, 1,3,5-triisocianato ciclohexano, (1,3,5-triisocianato ciclohexano), y similares; y poliisocianato alifático heterocíclico, tales como 2,5-bis (metil-isocianato)-1,4-ditiano y similares.
- 10
- 15 El procedimiento de la presente invención es particularmente útil como un procedimiento para la preparación de 2,5-bis (metilo-isocianato)-1,4-ditiano (en adelante abreviado a "BIMD"), o similares.

La presente invención se describirá a continuación con mayor detalle mediante ejemplos y ejemplos comparativos, pero la presente invención no se limita a los siguientes ejemplos.

#### 20 **Ejemplo 1: Preparación de 2,5-bis (metil-isocianato)-1,4-ditiano**

Una vez colocados 600 ml de tolueno deshidratado y 27,36 g de BAMD (2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano) en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 20,2 g de gas dióxido de carbono entre 25 y 30°C durante una hora para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se inició la inyección de gas fosgeno entre 25 y 30°C, y la temperatura del líquido de reacción se aumentó hasta una temperatura comprendida en el intervalo de 90°C a 100°C durante 4 horas mientras que se inyecta gas fosgeno a razón de 15 g/hora durante 4 horas. Una vez la temperatura del líquido de reacción alcanzó una temperatura dentro de un intervalo de 90°C a 100°C, se inyectó más gas fosgeno a razón de 15 g/hora durante 6 horas. Una vez terminada la reacción, se llevó a cabo la desgasificación inyectando nitrógeno durante una hora, seguido de filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 35,3 g de un BIMD en bruto. La pureza de BIMD fue 96,8% y el rendimiento expresado en producto puro fue del 99%. El BIMD resultante apenas estaba coloreado.

#### 35 **Ejemplo 2: Preparación de 2,5-bis (metil-isocianato)-1,4-ditiano**

Una vez colocados 600 ml de tolueno deshidratado y 36,39 g de BAMD (2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano) en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 26,4 g de gas dióxido de carbono entre 25 y 30°C durante una hora para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se inició la inyección de gas fosgeno entre 25 y 30°C, y la temperatura del líquido de reacción se aumentó hasta una temperatura comprendida en el intervalo de 90°C a 100°C durante 4 horas mientras que se inyecta gas de fosgeno a 20 g/hora durante 4 horas. Una vez que la temperatura del líquido de reacción alcanzó una temperatura dentro de un intervalo de 90°C a 100°C, se inyectó gas fosgeno a 20 g/hora durante 3 horas y se inyectó aún más a razón de 10 g/hora durante 3 horas. Una vez terminada la reacción, desgasificación se llevó a cabo inyectando nitrógeno durante una hora, seguido de filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 48,3 g de un BIMD en bruto. La pureza de BIMD fue del 95,3% y el rendimiento expresado en producto puro fue del 98,8%. El BIMD resultante apenas estaba coloreado.

#### 50 **Ejemplo 3: Preparación de 2,5-bis (metil-isocianato)-1,4-ditiano**

Una vez colocados 600 ml de tolueno deshidratado y 27,379 g de BAMD (2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano) en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 19,9 g de gas dióxido de carbono entre 25 y 30°C durante una hora para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se inyectaron 59,4 g de gas fosgeno a la misma temperatura durante 2 horas. Posteriormente, se aumentó la temperatura desde la misma temperatura a una temperatura dentro de un intervalo de 90°C a 100°C durante 4 horas mientras que se inyectaba gas fosgeno a 7,4 g/hora durante 4 horas. Una vez que la temperatura alcanzó una temperatura dentro de un intervalo de 90°C a 100°C, se inyectó más gas fosgeno a 7,4 g/hora durante 8 horas. Una vez terminada la reacción, se llevó a cabo la desgasificación inyectando nitrógeno durante una hora, seguido por filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 35,95 g de un BIMD en bruto. La pureza de BIMD era del 94,3% y el rendimiento expresado en producto puro fue del 98,1%. El BIMD resultante apenas estaba coloreado.

#### 60 **Ejemplo Comparativo 1: Preparación de 2,5-bis (isocianato de metilo)-1,4-ditiano**

Una vez colocados 600 ml de tolueno deshidratado y 27,38 g de BAMD (2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano) en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se

inyectaron 20,2 g de gas de dióxido de carbono a 25 a 30°C durante una hora para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se aumentó la temperatura desde la misma temperatura hasta una temperatura de 90 a 100°C. Durante el calentamiento, no se inyectó fosgeno. Después de calentamiento, se inyectó gas fosgeno a 15 g/hora durante 6 horas mientras se mantenía la misma temperatura. Como resultado, una sustancia que tiene una alta viscosidad empezó a depositarse en una paleta de agitación y en la superficie de la pared de un recipiente de reacción y por lo tanto se terminó la reacción. La desgasificación se llevó a cabo inyectando nitrógeno durante una hora, seguido de filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 5,06 g de un BIMD en bruto. La pureza de BIMD fue del 39,1% y el rendimiento expresado como producto puro fue de 5,7%. El BIMD resultante era de color amarillo.

#### Ejemplo comparativo 2: Preparación de 2,5-bis (metil-isocianato)-1,4-ditiano

Una vez colocados 625 ml de monoclora benceno y 45,6 g de BAMD (2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano) en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 23,7 g de ácido clorhídrico gas a 90°C durante una hora para obtener un hidrocloreuro. Una vez terminada la inyección del ácido clorhídrico gas, la temperatura se aumentó hasta una temperatura dentro de un intervalo de 125 a 130°C. Después del calentamiento, se inyectó gas fosgeno a razón de 17,3 g/hora durante 16 horas mientras se mantenía la misma temperatura. Además, se inyectó gas fosgeno a 4,9 g/hora durante 2 horas y se completó la reacción. La desgasificación se llevó a cabo inyectando nitrógeno durante una hora, seguido de filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 58,9 g de un BIMD en bruto. La pureza de BIMD fue del 94,6% y el rendimiento expresado como producto puro fue del 96,5%. El BIMD resultante era de color amarillo.

Los resultados de una comparación entre el Ejemplo 1 (en el caso de utilizar un carbonato) y el Ejemplo comparativo 2 (en el caso utilizar un clorhidrato) se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	Tiempo de reacción (horas)	Cantidad total de fosgeno (veces mol/teoría)	Pureza (%)	Rendimiento (%)
Ejemplo 1	10	10,0	96,8	99,0
Ejemplo Comparativo 2	18	11,3	94,6	96,5

Como se aprecia a partir de los resultados mostrados en la Tabla 1, el tiempo de reacción del Ejemplo 1 fue más corto que en el Ejemplo Comparativo 2 y también la cantidad de fosgeno utilizado en el Ejemplo 1 fue menor que en el Ejemplo Comparativo 2. El compuesto de isocianato (BIMD) obtenido en el Ejemplo 1 presentó una alta pureza y buen rendimiento en comparación con el BIMD obtenido en el Ejemplo Comparativo 2.

#### Ejemplo 4: Preparación de hexameten-diisocianato

Una vez colocados 660 ml de tolueno deshidratado y 25,9 g de hexametilendiamina en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 32,6 g de gas dióxido de carbono entre 25 y 30°C durante 2 horas para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se inició la inyección de gas fosgeno entre 25 y 30°C, y la temperatura de reacción se aumentó a 90°C durante 5 horas mientras se inyectaba gas fosgeno a razón de 12 g/hora. Una vez que la temperatura de reacción alcanzó 90°C, se inyectó gas fosgeno entre 10 a 12 g/hora durante 8 horas, y a continuación se inyectó más gas fosgeno a razón de 14 g/hora durante 4 horas. Una vez terminada la reacción, se llevó a cabo la desgasificación inyectando gas nitrógeno durante una hora, seguido por filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 34,09 g de hexameten-diisocianato. La pureza de hexameten-diisocianato fue del 86,4% y el rendimiento expresado como producto puro fue del 87,5%. El hexameten-diisocianato resultante apenas estaba coloreado.

#### Ejemplo 5: Preparación de bis (metil-isocianato)ciclohexano

Una vez colocados 720 ml de tolueno deshidratado y 17,2 g de 1,3-bis (aminometil) ciclohexano en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 16 g de gas dióxido de carbono entre 25 y 30°C durante una hora y 20 minutos para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se inició la inyección de gas fosgeno entre 25 y 30°C, y la temperatura de reacción se aumentó a 90°C durante 3,5 horas mientras que se inyectaba gas fosgeno a razón de 12 g/hora. Una vez que la temperatura alcanzó 90°C, se inyectó gas fosgeno a razón de 12 a 15 g/hora durante 19,5 horas. Una vez terminada la reacción, se llevó a cabo la desgasificación inyectando gas nitrógeno durante 1,5 horas, seguido de filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 22,4 g de 1,3-bis (metil-isocianato)ciclohexano. La pureza de 1,3-bis (metil-isocianato) ciclohexano fue del 82,5% y el rendimiento expresado como producto puro fue de 79,2%. El 1,3-bis (metil-isocianato)ciclohexano resultante apenas estaba coloreado.

**Ejemplo 6: Preparación de m-xililen-diisocianato**

Una vez colocados 720 ml de tolueno deshidratado y 16,35 g de m-xililendiamina en un matraz de 1 l equipado con un condensador de reflujo, un termómetro, un tubo de inyección de gas y un agitador, se inyectaron 80 g de gas dióxido de carbono entre 30 y 35°C durante una hora para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se inyectó gas fosgeno entre 30 y 35°C a razón de 48 g/hora durante 0,5 horas. A continuación, la temperatura del líquido de reacción se aumentó a 95°C durante 5 horas y también se inyectó gas fosgeno a razón de 12 g/hora durante 4 horas. Una vez que la temperatura alcanzó 95°C, se inyectó más gas fosgeno a razón de 12 g/hora durante 2,5 horas. Una vez terminada la reacción, se llevó a cabo la desgasificación inyectando gas nitrógeno durante 1,5 horas, seguido de filtración y concentración adicional del filtrado para obtener 23,70 g de m-xililen-diisocianato. La pureza del m-xililen-diisocianato fue del 91,4% y el rendimiento expresado como producto puro fue de 96,0%. El m-xililen-diisocianato resultante apenas estaba coloreado.

**Ejemplo 7: Preparación de 2,5-bis (metil-isocianato)-1,4-ditiano**

Una vez colocados 4.600 l de tolueno y 360 Kg de BAMD (2,5-bis (aminometil)-1,4-ditiano) en un recipiente de disolución de 6 m<sup>3</sup> a 20°C y a continuación se disolvió, la mezcla se transfirió a un recipiente de reacción de 10 m<sup>3</sup>. Se inyectaron 132 kg de gas dióxido de carbono durante 2 horas para obtener un carbonato. Una vez terminada la inyección del gas dióxido de carbono, se añadieron 2.500 l de una solución de tolueno que contiene aproximadamente 200 kg del fosgeno recuperado entre 25 y 30°C, la inyección de gas fosgeno se inició a la misma temperatura, y también el calentamiento se inició al mismo tiempo. El calentamiento se llevó a cabo desde 30 a 90°C durante 3 horas. A continuación, la reacción se llevó a cabo entre 90 y 110°C durante 17 horas. Durante la reacción, se inyectó fosgeno a un ritmo de 100 kg/hora durante 6 horas después del inicio del calentamiento, y se inyectó a un ritmo de 130 kg/hora después que habían pasado 6 horas desde el inicio del calentamiento. El sistema se evacuó suavemente entre -1 y -4,5 kPa. Se controló la cantidad de refrigerante de un condensador de reflujo y el gas cloruro de hidrógeno y una porción de fosgeno se descargaron del sistema. Una vez terminada la reacción, la desgasificación se llevó a cabo inyectando gas nitrógeno a la misma temperatura durante 3 horas, la solución de reacción se enfrió y el tolueno se separó por destilación a presión reducida para obtener 467,6 kg de BIMD4. La pureza fue del 96,0% y el rendimiento expresado como producto puro fue del 97,5%.

**Aplicabilidad industrial**

Dado que el procedimiento de la presente invención permite que la reacción proceda a baja temperatura y también acorta el tiempo de reacción, puede prepararse de manera eficiente un compuesto de isocianato menos coloreado. En comparación con un procedimiento que utiliza un hidrocloreto de un compuesto amínico, no sólo el producto objetivo se puede obtener con un alto rendimiento, sino que además puede reducirse la cantidad de fosgeno utilizado. Por lo tanto, se puede decir que el procedimiento de la presente invención es un procedimiento ventajoso desde el punto de vista industrial para la preparación de un compuesto de isocianato.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para preparar un compuesto de isocianato mediante la introducción de fosgeno en una solución de disolvente orgánico de un carbonato de un compuesto amínico correspondiente y hacer reaccionar el carbonato del compuesto amínico con fosgeno, caracterizado porque el fosgeno se introduce en la solución de disolvente orgánico del carbonato a una temperatura de 0 a 80°C y el compuesto de isocianato es un compuesto de poliisocianato alifático.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la introducción de fosgeno se inicia a 50°C o menos.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que la cantidad de fosgeno introducido antes de que se inicie el calentamiento está comprendida dentro de un intervalo de 0,2 a 1,5 moles, sobre la base de 1 mol de un grupo amino del compuesto amínico.
- 15 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el cloruro de hidrógeno producido como subproducto por la reacción se descarga forzosamente fuera del sistema.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el calentamiento se inicia una vez se introduce una cantidad predeterminada de fosgeno mientras se mantiene la temperatura de 0 a 80°C.
6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el calentamiento se inicia una vez se introduce una cantidad predeterminada de fosgeno mientras se mantiene la temperatura de 0 a 50°C.